

05.4; 11

© 1991

ПОЛЕВАЯ ИОННАЯ МИКРОСКОПИЯ  
СОЕДИНЕНИЯ  $Nd_2CuO_4$ В.И. Макаров, Е.В. Саданов,  
В.А. Ксенофонов, А.П. Воронов

К настоящему времени выполнен ряд ионно-микроскопических работ, в которых получены изображения различных высокотемпературных сверхпроводников [1-3], выявлены структурные нарушения в виде двумерных дефектов [4] и включений вторых фаз [5], а также определена работа выхода [2]. При изучении сверхпроводящих монокристаллов  $EuBa_2Cu_3O_{7-x}$  и  $TbBa_2Cu_3O_{7-x}$  обнаружены особенности температурной зависимости скорости полевого испарения [6].

В настоящей работе приведены результаты исследования структуры и полевых характеристик монокристаллов  $Nd_2CuO_4$ , выращенных из раствор-расплава. Соединение  $Nd_2CuO_4$  оказалось уникальным объектом для полевой ионной микроскопии по сравнению с ранее исследованными металлооксидными соединениями [1-6]. Сравнительная простота кристаллической структуры позволила однозначно определить сорт атомов, которые формируют ионные изображения. Последнее обстоятельство значительно облегчило интерпретацию обнаруженных структурных дефектов в соединении  $Nd_2CuO_4$ .

Острые заготовки получены методом механического скола [7]. Образцы с углом конуса 5-30° и длиной ~0.5 мм выбирались под микроскопом из фрагментов разрушенных монокристаллов и крепились к металлическому острию с помощью проводящей эпоксидной смолы. Данная методика позволяет избежать химического воздействия на материал, характерного для электрохимического способа изготовления ионно-микроскопических острий.

Исследования проводились в полевом ионном микроскопе при температуре образцов 80-110 К. Наиболее информативные изображения были получены в гелии и неоне. На изображениях  $Nd_2CuO_4$  проявлялись грани (001) и серии высокоиндексных полюсов, принадлежащих зонам [100], [010], [110] и [110]. Идентификация кристаллографических полюсов проводилась путем сравнительного анализа реальных изображений с модельными.

Анализ ионно-микроскопического контраста изображений с учетом слоистой структуры и моделирования изображений материала позволяет сделать вывод о преимущественном вкладе атомов меди в формирование изображений. Слои атомов неодима, дающие слабый контраст (рис. 1), удавалось наблюдать только в области пер-вых колец грани (001).

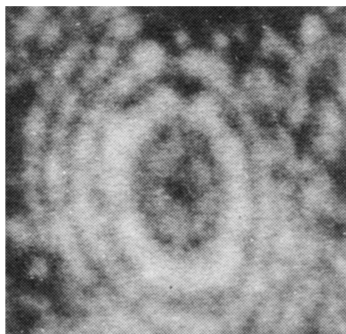


Рис. 1. Изображение участка поверхности соединения  $\text{Na}_2\text{CuO}_4$  (полюс  $[001]$ ); яркий контраст формируют атомы меди, слабый — атомы неодима (He, 80 K).

Проработка колец полюса  $[001]$  на реальных изображениях позволила определить радиусы исследуемых острий, которые при напряжениях 10–15 кВ составили 100–150 нм. Исходя из этих параметров, была сделана оценка напряженности испаряющего поля соединения ( $E_{ev} \sim 120$  МВ/см) и напряженности поля автоионизации изображающего газа ( $E_i < 120$  МВ/см). Полученные значения напряженности поля автоионизации гелия и неона оказались в 3–4 раза ниже соответствующих величин для ионизации газов над поверхностью металлов [8]. Этот результат является неожиданным и свидетельствует об особенностях механизма автоионизации газов вблизи поверхности металлооксидных соединений.

Ионно-микроскопические исследования позволили выявить протяженные, хорошо локализованные двумерные дефекты, которые наблюдались в виде тонких темных полос (рис. 2). Среднее расстояние между дефектами в различных образцах менялось от 10 до 100 нм. Ориентация дефектов не носила явно выраженный кристаллографический характер. На различных участках дефекты меняли плоскость залегания, образуя в кристалле разветвленную взаимосвязанную сеть. В тех случаях, когда дефекты пересекали грань  $(001)$ , они вызвали появление сложных деформаций и разрывов атомных колец. Анализ наблюдаемой на изображениях нестыковки атомных ступенек указывает на наличие в плоскости дефектов жестких трансляций вдоль направления  $[001]$  на часть параметра решетки, что позволяет отнести обнаруженные нарушения к дефектам упаковки. Следует отметить, что в данной слоистой структуре наличие подобных дефектов упаковки указывает на возможность сопряжения плоскостей, различных по атомному составу.

Кроме описанных выше дефектов, в соединении  $\text{Na}_2\text{CuO}_4$  были обнаружены планарные дефекты, лежащие в плоскости  $(001)$ . На изображении (рис. 2) такой дефект наблюдается в виде темного кольца, свидетельствующего о наличии канавки травления. Полевое

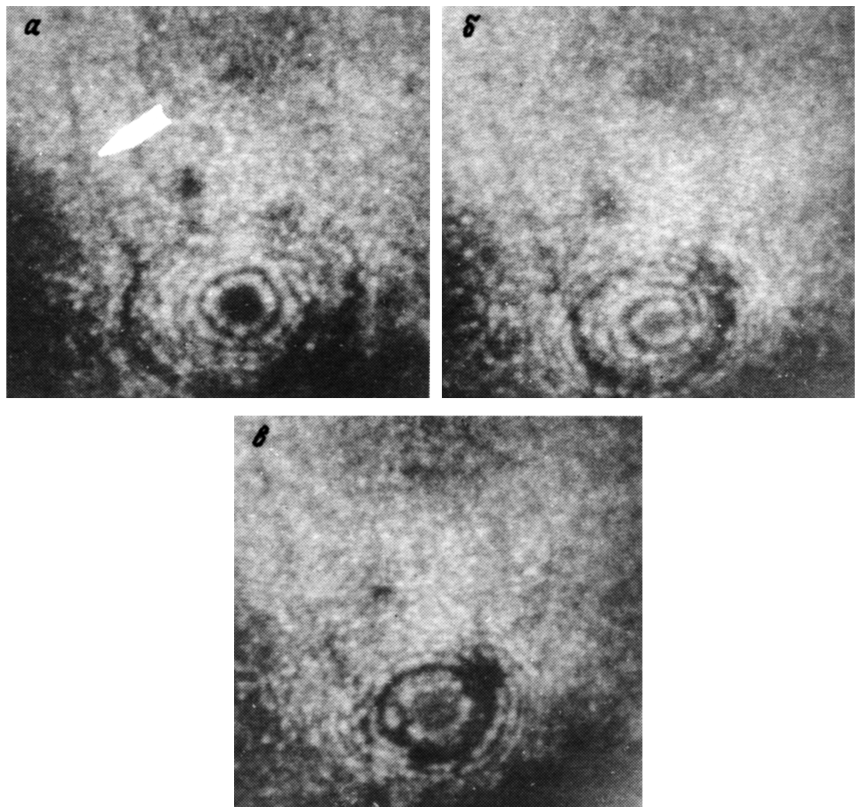


Рис. 2. Фазы испарения (а-в) образца, содержащего два типа дефектов упаковки (один тип указан стрелкой, другой - темное кольцо) (He, 80 K).

растравливание в области дефекта есть следствие снижения энергии связи атомов в решетке и возникает, по-видимому, за счет нарушения чередования атомных плоскостей. Такая структура дефекта позволяет считать его также дефектом упаковки.

Наряду с дефектами упаковки были зарегистрированы дислокации с отличной от нуля компонентной вектора Бюргера вдоль оси С. Винтовые компоненты векторов Бюргера наблюдаемых дислокаций составляли  $1/2 [001]$ ,  $1/3 [001]$  и  $1/6 [001]$ . Такие дислокации, как правило, наблюдались вместе с дефектами упаковки, т.е. были частичными. По-видимому, все описанные выше дефекты упаковки также были связаны с дислокациями, выявление которых затруднено по методическим причинам. В единичном случае удалось наблюдать объединение двух дислокаций в одну частичную (рис. 3). Одна из дислокаций была локализована и имела вектор Бюргера  $1/2 [001]$ , определенный по заходности спирали. Другая ограничи-

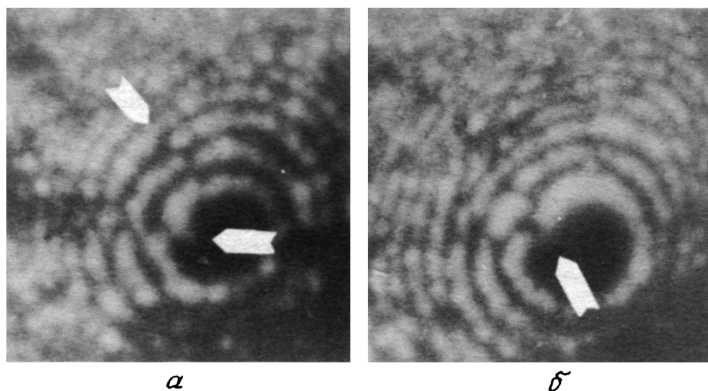


Рис. 3. Ионно-микроскопические изображения, демонстрирующие слияние дислокаций в  $Nd_2CuO_4$ . а - частичная дислокация с дефектом упаковки и изолированная дислокация до реакции, б - вид дефекта после слияния дислокаций ( $Ne$ , 110 К).

вала дефект упаковки, уходящий за пределы изображения. Приведенный факт свидетельствует о возможности сложных дислокационных реакций в данном соединении.

Анализ распределения дефектов в кристаллах  $Nd_2CuO_4$  показал, что протяженные дефекты упаковки вместе с дислокациями образуют в материале блочную структуру с незамкнутыми ячейками. Ячейки разориентированы на углы менее  $1^\circ$  и сдвинуты друг относительно друга на часть параметра решетки. Возникновение подобной структуры, по-видимому, есть следствие низких значений энергии дефектов упаковки и возможности дислокационных реакций в данном направлении.

Послойное испарение образцов позволило обнаружить включения, проявляющиеся на изображении в виде областей пониженной яркости, с тонкими межфазными границами. Толщина границ была соизмерима с межатомным расстоянием. Размер включений составлял 20–70 нм.

В процессе ионно-микроскопических исследований соединения был обнаружен аномальный характер полевого испарения, заключающийся в том, что при увеличении напряжения на образце скорость испарения на начальном этапе на некоторое время уменьшалась, а при снижении напряжения - возрастала. Например, на одном из образцов каждый подъем напряжения с 12.5 до 13.0 кВ сопровождался уменьшением скорости испарения на 5–15%, а снижение напряжения с 13.0 до 12.5 кВ - увеличением скорости на 12–45%. Эффект многократно воспроизводился на различных образцах. В результате испарения большого числа слоев при фиксированном напряжении скорость испарения подчинялась обычной закономерности - большему напряжению соответствовала большая скорость испарения. Эти факты свидетельствуют о существенном отличии кинетики

испарения излученного металлооксида по сравнению с полевым испарением металлов.

В заключение авторы выражают благодарность И.М. Михайловскому за полезные обсуждения результатов работы.

### С п и с о к л и т е р а т у р ы

- [1] K e l l o g g G.L., B r e n n e r S.S. // Appl. Phys. Lett. 1987. V. 51. B. 22. P. 1851-1853.
- [2] В л а с о в Ю.А., Г о л у б е в О.Л., С а м о х в а л о в А.А., С ю т к и н Н.Н., Т а л а н ц е в Е.Ф., Ч е б о т а е в Н.М., Ш р е д н и к В.Н. // Письма в ЖТФ. 1989. Т. 15. № 24. С. 59-64.
- [3] В о л о б у е в А.А., Г и в а р г и з о в Е.И., З в е р к о в В.В., П а н к р а ш о в А.Н., С т е п а н о в а А.Н., Я к и м о в В.А., М а ш к о в а Е.С., М о л ч а н о в В.А. // Тез. докл. Межотрасл. сов. по полевой эмиссионной микроскопии 20-22 сентября 1989 г. Харьков, 1989. С. 9.
- [4] С а д а н о в Е.В., К с е н о ф о н т о в В.А. // Письма в ЖТФ. 1989. Т. 15. № 16. С. 7-10.
- [5] Т а л а н ц е в Е.Ф., И в ч е н к о В.А., С ю т к и н Н.Н., С а м о х в а л о в А.А., Ч е б о т а е в Н.М. // Сверхпроводимость: физика, химия, техника. 1989. Т. 2. № 12. С. 123-130.
- [6] В л а с о в Ю.А., Г о л у б е в О.Л., Ш р е д н и к В.Н. // Тез. докл. Ш Всес. сов. по высокотемпературной сверхпроводимости 15-19 апреля 1991 г. Харьков, 1991. Т. 2. С. 58-59.
- [7] Т а л а н ц е в Е.Ф., И в ч е н к о В.А., С ю т к и н Н.Н. // Письма в ЖТФ. 1989. Т. 15. № 18. С. 76-79.
- [8] М ю л л е р Э.В., Ц о н ь Т.Т. Автоионная микроскопия (принципы и применение). М.: Металлургия, 1972. 360 с.

Поступило в Редакцию  
4 ноября 1991 г.