

в  $10^1-10^2$  раз больше, чем  $V_M$ , это напряжение растет при увеличении мощности СВЧ излучения.

Похожее поведение наблюдалось в сверхпроводящих гранулированных структурах из спрессованного ниобиевого порошка [2]. В сильном ВЧ поле при напряжениях на образце порядка  $10^3 h\nu/2e$  наблюдалось переизлучение на частоте  $\nu$ , что интерпретировалось авторами как следствие образования когерентного состояния из многих джозефсоновских переходов, образованных слабыми связями между гранулами. В [3] показано, что на вольт-амперной характеристике и одиночного джозефсоновского перехода может возникнуть излом при напряжениях, много больших, чем напряжение ступеньки  $h\nu/2e$  при воздействии сильного ВЧ поля. Это, однако, не объясняет эффекта переизлучения, наблюдавшегося в [2], а также осциллирующий вид зависимости  $V_c(V)$ , наблюдаемый нами. Возможно, что в высокотемпературных сверхпроводниковых керамиках происходит синхронизация джозефсоновских связей между отдельными гранулами сильным СВЧ полем.

### Л и т е р а т у р а

- [1] Taur Y., Claassen J.H., Richards P.L. - Appl. Phys. Lett., 1974, v. 24, p. 101-103.
- [2] Yu M.L., Saxena A.M. - IEEE Trans on Magn., 1975, v. MAG-11, N 2, p. 674-677.
- [3] Л и х а р е в К.К. Введение в динамику джозефсоновских переходов. М.: Наука, 1985. 319 с.

Московский институт  
радиотехники, электроники  
и автоматики

Поступило в Редакцию  
12 мая 1988 г.

Письма в ЖТФ, том 14, вып. 21

12 ноября 1988 г.

### ПУЗЫРЬКИ КРИСТАЛЛИЧЕСКОГО АРГОНА В НИКЕЛЕ ПОСЛЕ НИЗКОЭНЕРГЕТИЧЕСКОЙ ИОННОЙ БОМБАРДИРОВКИ

Д.Б. Кузьминов, В.Н. Черников,  
М.Ю. Герчиков, А.М. Панеш,  
А.П. Симонов

В последние годы показано, что тяжелые инертные газы, вводимые в металл методом ионной имплантации (при энергиях ионов в десятки и сотни кэВ), могут объединяться в нем в пузырьки и находиться там в кристаллическом состоянии вплоть до температур

(800-900) К [1, 2]. Образование такого рода включений в результате низкоэнергетической ионной бомбардировки (с энергией ионов  $< 1$  кэВ) при умеренных температурах облучения не наблюдалось и представлялось маловероятным в связи с чрезвычайно малой длиной пробега ионов  $R_p = 1.5-2.0$  нм и относительно высокой скоростью распыления поверхности.

Объектами исследования служили монокристаллические образцы  $Ni$ : массивные — с плоскостью поверхности (100) и дискообразные фольги — с плоскостью поверхности типа {112}. Облучение ионами  $Ar^+$  с энергией 600 эВ в широком интервале доз при различных температурах, а также исследования массивных образцов проводились в сверхвысоковакуумной установке  $LAS-600$  „RIBER“, снабженной нагревателем образца, низкоэнергетической ионной пушкой и квадрупольными масс-спектрометрами, что позволяло регистрировать спектры десорбции, а также проводить послойный анализ облученных массивных образцов вблизи поверхности. Тонкие дискообразные образцы обрабатывались после облучения для изучения приповерхностной дефектной структуры в просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) EM-400 T „PHILIPS“ с ускоряющим напряжением 120 кВ.

Анализ препаратов в ПЭМ показал, что после ионного облучения до дозы  $D = 8 \cdot 10^{21}$  ион·см<sup>-2</sup> при температуре  $T = 870$  К в приповерхностном слое никеля помимо дефектов дислокационного типа появляются в подавляющем числе ограниченные аргоновые пузырьки размерами от 2.5-3.0 до 10.0 нм, средним диаметром  $\bar{d} = 4.0$  нм и объемной плотностью  $c_B = (1.6 \pm 0.4) \cdot 10^{24}$  м<sup>-3</sup> (рис. 1, а). Последняя величина была оценена по диаметрам малоугловых ореолов около нулевого рефлекса на микроэлектроннограммах. Кроме того, на картинах микродифракции помимо рефлексов матрицы никеля четко обнаруживаются дополнительные несколько размытые рефлексы (рис. 1, в), которые отвечают кристаллической фазе с ГЦК — решеткой и усредненным параметром решетки  $\bar{a}_{Ar} = (0.495 \pm 0.005)$  нм. Темнопольный анализ в этих дополнительных рефлексах привел к заключению, что выявленной фазой является закристаллизовавшийся эндотоксиально в никеле, в пузырьках, аргон. В частности, анализ темнопольных изображений одновременно в рефлексах типа  $\langle 111 \rangle Ni$  и  $Ar$  (рис. 1, б) позволяет визуализировать в местах расположения пузырьков муаровые полосы (по 3-5), ориентированные перпендикулярно направлению обоих дифракционных векторов, с периодом 0.7 нм, что очень близко к расчетной величине (0.706 нм).

Согласно модифицированному уравнению Саймона [3], аргон может находиться в кристаллическом состоянии при 300 К, если величина внешнего давления не ниже 1.35 ГПа. Указанному выше значению параметра решетки  $\bar{a}_{Ar}$  соответствуют средняя плотность упаковки атомов  $Ar \bar{\rho} = 3.3 \cdot 10^{28}$  ат·м<sup>-3</sup> и молярный объем  $\bar{V}_M = 1.83 \cdot 10^{-5}$  м<sup>3</sup>·моль<sup>-1</sup>. Исходя из экстраполяционного уравнения состояний Рончи [4] и величины  $\bar{V}_M$ , давление  $Ar$  в пузырьках при 300 К составляет  $\approx 2.5$  ГПа. Величина полученного давления

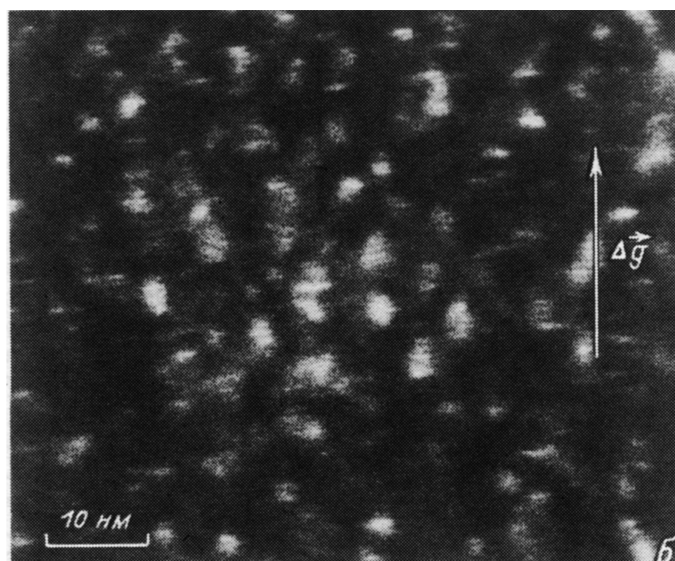
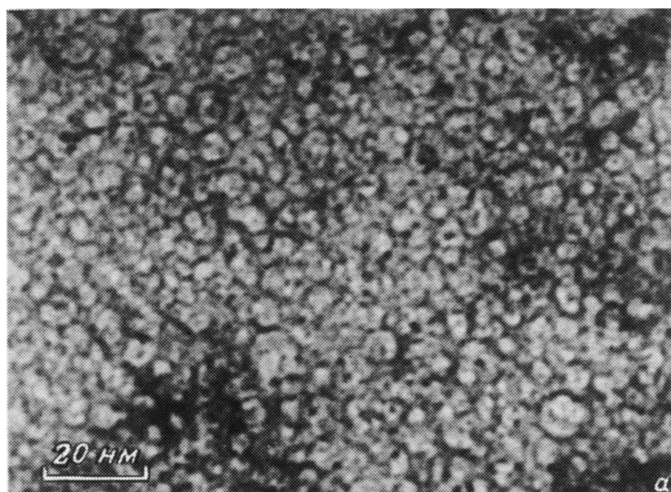


Рис. 1. Результаты анализа приповерхностного слоя монокристаллического никеля, облученного ионами  $Ar^+$  ( $E = 600$  эВ,  $D = 8 \cdot 10^{21}$  ион $\cdot$ м $^{-2}$ ) при  $T = 870$  К, полученные с помощью ПЭМ: а - светлопольное изображение в фазовом контрасте, недофокусировка ( $\Delta f = -0.8$  мкм); б - темнопольное изображение в рефлексе типа  $\langle 111 \rangle Ar$  с захватом части однотипного матричного рефлекса; в - картина микродифракции,  $\{112\} Ni \parallel \{112\} Ar$ .

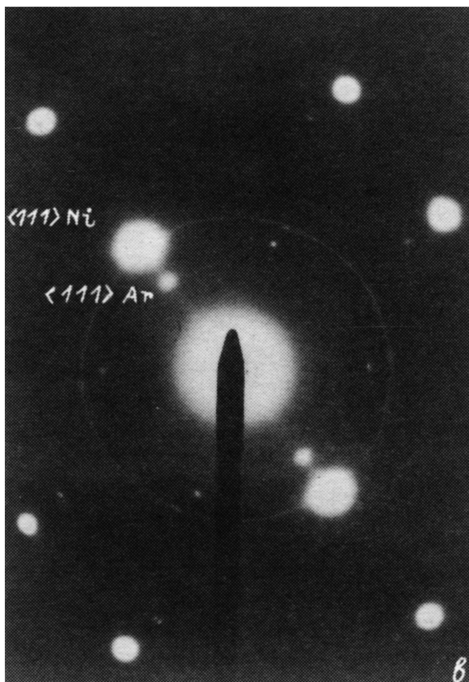


Рис. 1 (продолжение).

сравнима с лапласовским давлением для пузырька диаметром 4.0 нм в никеле ( $\approx 2$  ГПа). Принимая во внимание сказанное, а также факт огранки пузырьков, можно допустить, что все наблюдаемые в ПЭМ пузырьки близки к равновесным. При этом, однако, с учетом вышеуказанного разброса по размерам, легко прийти к выводу о том, что в приповерхностном слое присутствуют не только пузырьки с аргоном в кристаллическом состоянии, но также такие, в которых аргон находится под меньшим давлением, следовательно — в виде жидкости (флюида) или газа.

Послойный анализ образцов, облученных ионами  $Ar^+$  при  $T = 870$  К, показал, что глубина залегания атомов инертного газа превышает 20 нм. Вероятно, проникновение  $Ar$  на такую большую (в сравнении со значением  $R_p$ ) глубину происходит в результате миграции внедренных атомов в виде комплексов типа  $ArV_2$  ( $V$  — вакансия, энергия активации миграции комплекса  $E^M \approx 1.7$  эВ [5]). При температурах облучения  $T < 800$  К глубина залегания атомов  $Ar$ , внедренных в  $Ni$ , хорошо коррелирует с длиной пробега иона и не формируются видимые в ПЭМ пузырьки. Это объясняется тем, что диффузионное проникновение  $Ar$  становится незначительным, а в силу распыления имплантированного слоя атомы газа не успева-

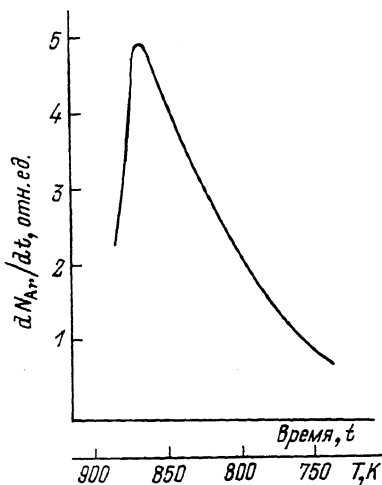


Рис. 2. Кривая десорбции аргона при охлаждении монокристаллического никеля после облучения ионами  $Ar^+$  ( $E = 600$  эВ,  $D = 8 \cdot 10^{21}$  ион  $\cdot$   $м^{-2}$ ,  $T = 870$  К). Максимум соответствует  $T \approx 840$  К. На графике кривая приведена в „отфильтрованном“ виде (без высокочастотного шума).

ют накапливаться до концентраций, достаточных для формирования видимых в ПЭМ пузырьков. Сказанное определяет высокий температурный порог образования пузырьков  $Ar$  в  $Ni$  в условиях низкоэнергетического ионного облучения (в сравнении, например, с пузырьками  $He$ ).

Согласно [1], плавление кристаллического  $Kr$  в пузырьках, сформировавшихся в никеле, наступает при  $T = (825-875)$  К. Это дает основания полагать, что облучение  $Ni$  ионами  $Ar^+$  при  $T = 870$  К сопровождается образованием пузырьков с жидким  $Ar$ , который при последующем охлаждении переходит в кристаллическое состояние. Исследование десорбции  $Ar$  из облученных образцов никеля при охлаждении показало, что скорость десорбции вначале резко возрастает, приводят к появлению максимума на десорбционной кривой при  $T \approx 840$  К (рис. 2). Поскольку появление пика десорбции всегда предшествовало в наших опытах прямому наблюдению пузырьков кристаллического аргона, а также принимая во внимание температуру максимума пика, можно заключить, что десорбция атомов аргона возникает вследствие фазового перехода аргона в пузырьках из жидкого (флюидного) в кристаллическое состояние. С физической точки зрения наблюдаемый эффект газовой выделения можно объяснить следующим образом. Кристаллизация аргона сопровождается уменьшением его молярного объема, что ведет к сокращению объема отдельных пузырьков за счет эмиссии вакансий и перехода последних в решетку металла. Эти вакансии и способствуют десорбции из пузырька части атомов  $Ar$ . Оценки изменения свободной энергии пузырька в дефектной решетке никеля при кристаллизации в нем аргона показывают, что наиболее выгодным в этой системе является процесс отделения от пузырька вакансий вместе с атомами аргона в отношении 2 : 1, т.е. перерастворение аргона в никеле в виде комплексов  $ArV_2$ . Поскольку эти комплексы весьма подвижны в решетке никеля при температуре  $T > 800$  К, они преимущественно десорбируются из образца, что и регистрируется экспериментально. Однако, нельзя исключить и того, что эмитируемые

пузырьками вакансий способствуют выходу из образца - в виде тех же подвижных комплексов  $ArV_2$  - и атомов  $Ar$ , находящихся в твердом растворе матрицы.

**В ы в о д ы.** Впервые обнаружено образование пузырьков кристаллического аргона в никеле в результате бомбардировки металла ионами  $Ar^+$  низкой энергии. Кристаллизация аргона в пузырьках является причиной десорбции из образца части внедренных атомов инертного газа.

### Л и т е р а т у р а

- [1] E v a n s J.H., M a z e y D.J. - J. Phys. F: Met. Phys., 1985, v. 15, L1-L6.
- [2] T e m p l i e r C., G a r e m H., R i v i e r e J.P. - Philosophical Magazine A, 1986, v. 53, p. 667-675.
- [3] K l e i n M.L., V e n a b l e s J.A. Rare gas solids. New York: Acad. Press, 1977. 730 p.
- [4] R o n c h i C. - Journ. of Nucl. Mater., 1981, v. 96, p. 314-328.
- [5] M e l i u s C.F., W i l s o n W.D., B i s s o n C.L. - Radiation Effects, 1980, v. 53, p. 111-120.

Поступило в Редакцию  
1 июля 1988 г.

Письма в ЖТФ, том 14, вып. 21

12 ноября 1988 г.

### О ВЛИЯНИИ АДСОРБЦИИ АРГОНА НА ЭМИССИОННЫЕ СВОЙСТВА ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО НИКЕЛЯ

Н.Н. Х р и с т о в

До сих пор измерения коэффициента вторичной ион-электронной эмиссии проводились в условиях высокого вакуума, при которых адсорбция инертного газа на поверхности металлической мишени практически отсутствовала [1]. В настоящей работе сообщается об обнаружении значительного усиления эмиссионного тока с холодного никелевого катода, работающего в режиме нормальной формы тлеющего разряда в аргоне при концентрации атомов  $3.2 \cdot 10^{22} \text{ м}^{-3}$ , когда вся разрядная трубка охлаждается до температуры жидкого воздуха. В этих условиях аргон адсорбируется физически на поверхности поликристаллического никеля, создавая покрытие порядка монослоя [2].