

05;11,12

Полевая ионная микроскопия деформационных эффектов в приповерхностном объеме ионно-имплантированных металлов (Ir)

© В.А. Ивченко, Н.Н. Сюткин

Институт электрофизики УрО РАН, Екатеринбург

Поступило в Редакцию 2 ноября 1998 г.

Методом полевой ионной микроскопии установлен деформационный эффект воздействия ионной имплантации ($E = 20 \text{ keV}$, $D = 10^{18} \text{ ion/cm}^2$, — $j = 300 \mu\text{A/cm}^2$) на приповерхностный объем чистого иридия. Эффект проявляется в повышенной плотности различного типа дефектов в приповерхностном объеме ($\sim 50 \text{ nm}$ от облученной поверхности) материала.

Известно, что в результате радиационного облучения происходит изменение структурного состояния материала, в частности, за счет образования различного рода дефектов: радиационно-разупорядоченных зон; дислокационных конфигураций, дислокационных петель и барьеров, а также комплексов этих дефектов, локализованных в малых объемах; сегрегаций атомов одного из компонентов (для твердых растворов) и т. д.

В [1] методом полевой ионной микроскопии (ПИМ) проведено наблюдение таких дефектов и изучена их атомная структура в приповерхностном объеме Cu_3Au , претерпевшем структурное фазовое превращение. Представляет интерес экспериментальное изучение радиационных дефектов в материалах в аспекте деформационного упрочнения в том случае, когда в последних не происходит радиационно-стимулированных фазовых превращений, а повышенная плотность имплантационных дефектов может приводить к существенному изменению структурного состояния и свойств.

В настоящей работе предполагалось на атомном уровне провести наблюдение радиационных дефектов и изучить структурное состояние чистого иридия после облучения ионами аргона. Провести сравнение с

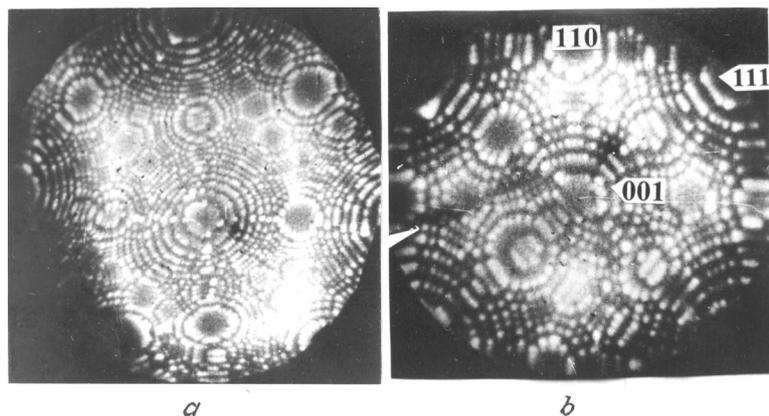


Рис. 1. Неоновые изображения поверхности: *a* — монокристалла чистого Ir ($V = 10 \text{ kV}$); *b* — чистого Ir ($V = 10 \text{ kV}$) после деформации $\sim 90\%$, (стрелками указаны границы зерен).

морфологией структурных дефектов, возникающих в чистом иридии в результате механической деформации.

Изучение изменения структурного состояния ионно-имплантированного Ir, выяснение характера образующихся дефектов и их распределение в приповерхностном объеме материала проводилось с помощью ПИМ. Потенциальные возможности метода позволяют прецизионно исследовать структурные изменения кристаллической решетки металлов и сплавов с атомным разрешением, работать с атомарно-чистой поверхностью при криогенных температурах и в тоже время анализировать строение объекта в процессе управляемого последовательного удаления поверхностных атомов электрическим полем.

Имплантацию образцов осуществляли ионами аргона с энергиями 20–24 keV, доза облучения составляла 10^{18} ион/см², плотность тока — $j = 300 \text{ } \mu\text{A}/\text{cm}^2$.

Предварительно аттестованный в ПИМ иридий перед облучением имел атомно-гладкую поверхность, приготовленную *in situ* полевым испарением поверхностных атомов. Ионные изображения аттестуемых полевых эмиттеров фиксировали совершенную кольцевую картину монокристаллов (рис. 1, *a*), практически свидетельствующую об отсутствии

структурных дефектов. Имплантированные образцы вновь помещали в ПИМ и, регистрируя видео- или фотокамерой полевые ионные изображения поверхности при контролируемом удалении одного атомного слоя за другим, анализировали состояние материала в приповерхностном объеме.

В результате в имплантированном чистом иридии обнаружена высокая плотность точечных, линейных и объемных структурных дефектов. Сравнительный анализ дефектов, обнаруженных в предварительно механически продеформированном ($\sim 90\%$) (рис. 1, *b*) и облученном иридии (рис. 2), показал существенную разницу их строения.

После механической деформации в объеме Ir установлено образование границ зерен размером 20–30 nm (рис. 1, *b*). Но в теле зерен практически не наблюдается дефектов структуры. Напротив, в облученном металле (рис. 2, *a–c*) обнаружена субблочная микроструктура (размером $\sim 3–5$ nm). Разориентация блоков составляет 05–1 deg. Причем в теле блоков наблюдаются различные дефекты структуры (рис. 2), показаны стрелками), вплоть до микропор (рис. 2, *a*).

Ионный контраст субблочной структуры выявлялся путем небольшого повышения напряжения на образце (разница относительно напряжения наилучшего изображения — ННИ — составляла около 500 V), но полевого испарения поверхностных атомов еще не происходило. Контраст самих границ легко обнаруживался в виде более ярких линий, ограничивающих блоки субструктуры (рис. 2, *c*). Причем очевидно полное соответствие разрыва кольцевой картины на рис. 2, *b* с контрастом границ блоков субструктуры на рис. 2, *c* (на рис. 2, *b* и *c* представлены микрофотографии одной и той же поверхности Ir, но микрофотография рис. 2, *c* получена при повышении напряжения на образце на 500 V). Надо отметить, что именно разрыв в кольцевой картине ионного контраста показывает нарушения совершенной структуры кристалла и определяет контраст от тех или иных дефектов, возникающих в материале после внешних воздействий.

Анализ приповерхностного объема имплантированного ионами аргона Ir в процессе последовательного управляемого удаления поверхностных атомов показал, что такая микроструктура сохраняется на расстояниях до 50 nm от облученной поверхности. Известно [2], что проективный пробег ионов аргона в металлах, в частности в иридии, составляет не более 10 nm при используемых режимах имплантации. Отсюда можно предположить, что наблюдаемые деформационные эф-

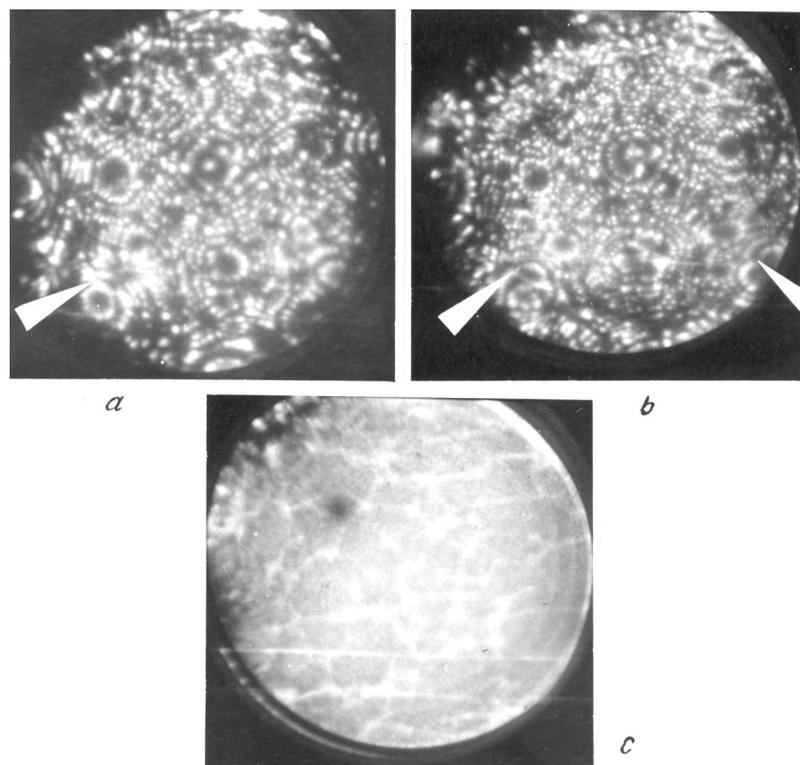


Рис. 2. Неоновые изображения поверхности чистого Ir после имплантации ионами аргона ($E = 20 \text{ keV}$, $D = 10^{18} \text{ ion/cm}^2$, $j = 300 \mu\text{A/cm}^2$): *a* — $V = 7.2 \text{ kV}$ (указана микропора); *b* — $V = 8.4 \text{ kV}$ (стрелками указаны дефекты кристаллической структуры); *c* — $V = 8.9 \text{ kV}$.

фекты, скорее всего, обусловлены ударным воздействием ионного пучка, распространением в материале упругих волн и их взаимодействием с возникающими в процессе облучения дефектами решетки и с внедренными ионами аргона. На наш взгляд, высокая плотность имплантационного тока играет в образовании дефектов не последнюю роль.

Таким образом, в работе экспериментально обнаружено явление образования ультрадисперсной блочной структуры в поверхностных и

приповерхностных объемах чистого металла (иридия) в результате имплантации ионов аргона ($E = 20 \text{ keV}$, $D = 10^{18} \text{ ion/cm}^2$, $j = 300 \text{ }\mu\text{A/cm}^2$) на расстояниях, которые на порядок превышают проективный пробег частиц от облученной поверхности. Такой деформационный эффект, вызванный облучением, практически не удается получить в процессе механического воздействия на чистый металл (Ir).

Работа выполнена при поддержке Российского Фонда фундаментальных исследований (проект № 98-02-17304).

Авторы выражают благодарность профессору В.В. Овчинникову за помощь в проведении эксперимента.

Список литературы

- [1] *Ivchenko V.A., Syutkin N.N.* // Appl. Surf. Sci. 1995. V. 87/88. P. 257–263.
- [2] *Буренков А.Ф., Комаров Ф.Ф., Кумахов М.А., Темкин М.М.* Пространственные распределения энергии, выделенной в каскаде атомных столкновений в твердых телах. М.: Энергоатомиздат, 1985. 248.