

06;13

## Формирование субмикронной конусообразной морфологии поверхности при ионно-лучевом распылении наноструктурного никеля

© А.М. Борисов<sup>1</sup>, Е.С. Машкова<sup>2</sup>, М.А. Овчинников<sup>2</sup>, Р.Х. Хисамов<sup>3</sup>, Р.Р. Мулюков<sup>3</sup><sup>1</sup> Московский авиационный институт (Национальный исследовательский университет), Москва, Россия<sup>2</sup> Научно-исследовательский институт ядерной физики им. Д.В. Скобельцына Московского государственного университета им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия<sup>3</sup> Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, Уфа, Россия

E-mail: r.khisamov@mail.ru

Поступило в Редакцию 25 января 2022 г.

В окончательной редакции 25 января 2022 г.

Принято к публикации 2 мая 2022 г.

Приводятся результаты исследования морфологии поверхности наноструктурного никеля после высокодозного облучения ионами аргона с энергией 30 keV. Наноструктура в никеле была сформирована деформацией кручением под высоким давлением. Показано, что деформационное наноструктурирование никеля позволяет путем ионно-лучевого распыления получить равномерно покрытую субмикронными конусами поверхность. Определена термическая стабильность полученной конусообразной структуры на наноструктурном никеле.

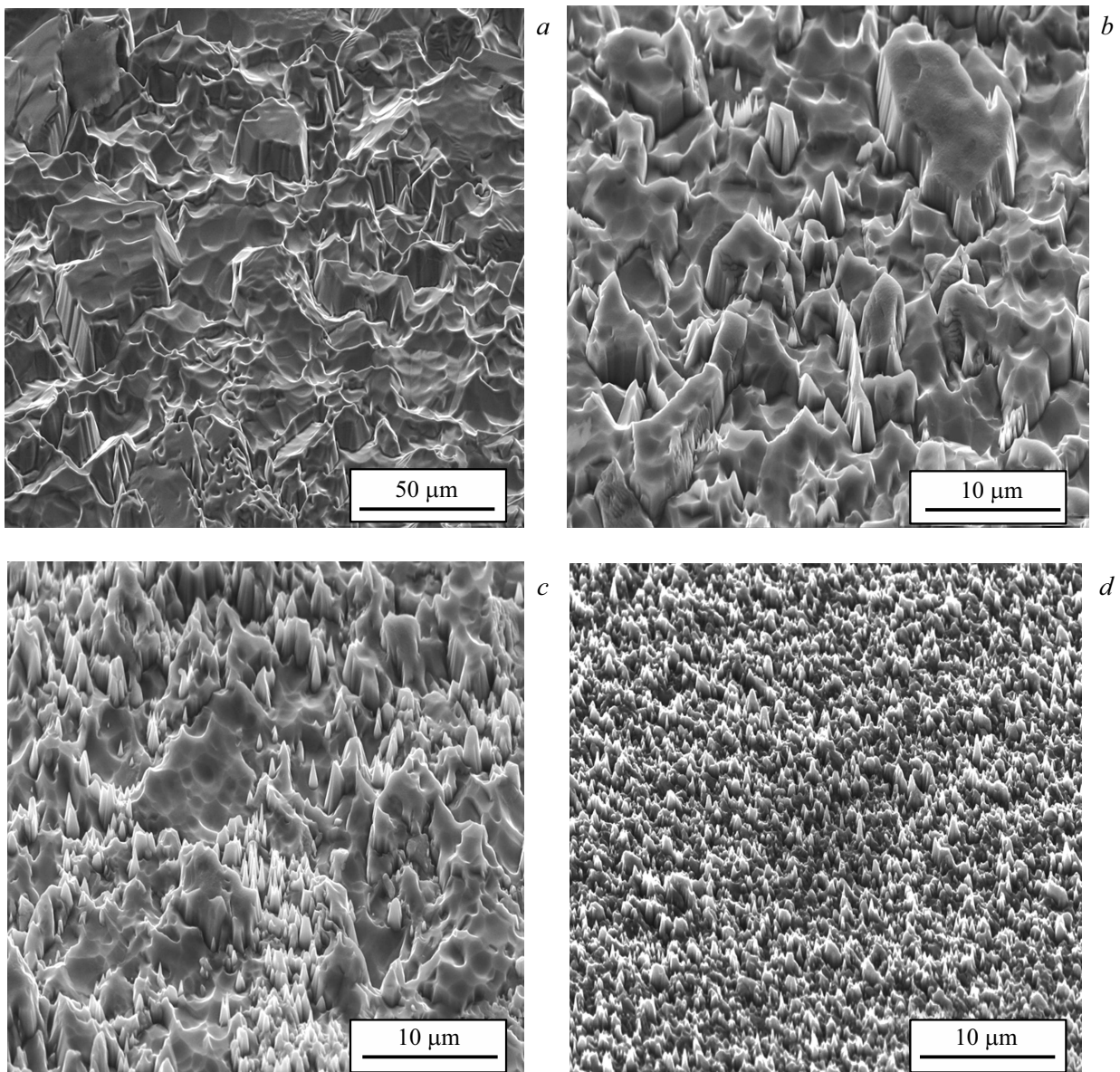
**Ключевые слова:** наноструктура, кручение под высоким давлением, ионное облучение, конусы, термостабильность.

DOI: 10.21883/PJTF.2022.12.52674.19146

Известно, что распыление поверхности поликристаллических металлов ионной бомбардировкой может приводить к формированию рельефа поверхности с перепадом высот между зернами, на зернах могут образовываться ямки травления, рябь, конусы и другие поверхностные структуры [1,2]. Значительный практический интерес представляют металлы с ионно-индуцированной конусообразной морфологией поверхности, которые могут быть рассмотрены, например, в качестве полевых катодов [3,4], электродов разрядных приборов [5], обращенных к плазме деталей в термоядерных установках [6,7] и др. Образование конусов зависит от флюенса облучения, природы материала, его температуры, кристаллографической ориентации зерен [8–11]. Существенную роль оказывают также напряженные состояния на поверхности металла [12,13]. В экспериментах по ионно-лучевому распылению образующиеся на поверхности металлов конусы распределены крайне неоднородно, что ограничивает их применение на практике. Известно, что одним из предпочтительных мест образования конусов являются области вблизи границ зерен [1,11]. Можно предположить, что деформационное наноструктурирование металла, при котором на порядки увеличивается протяженность границ зерен [14], позволит путем ионно-лучевого распыления получить однородную конусообразную морфологию поверхности.

Цель настоящей работы состоит в исследовании влияния деформационного наноструктурирования на формирование конусообразной морфологии поверхности никеля в результате ионно-лучевого распыления. В эксперименте был использован поликристаллический никель

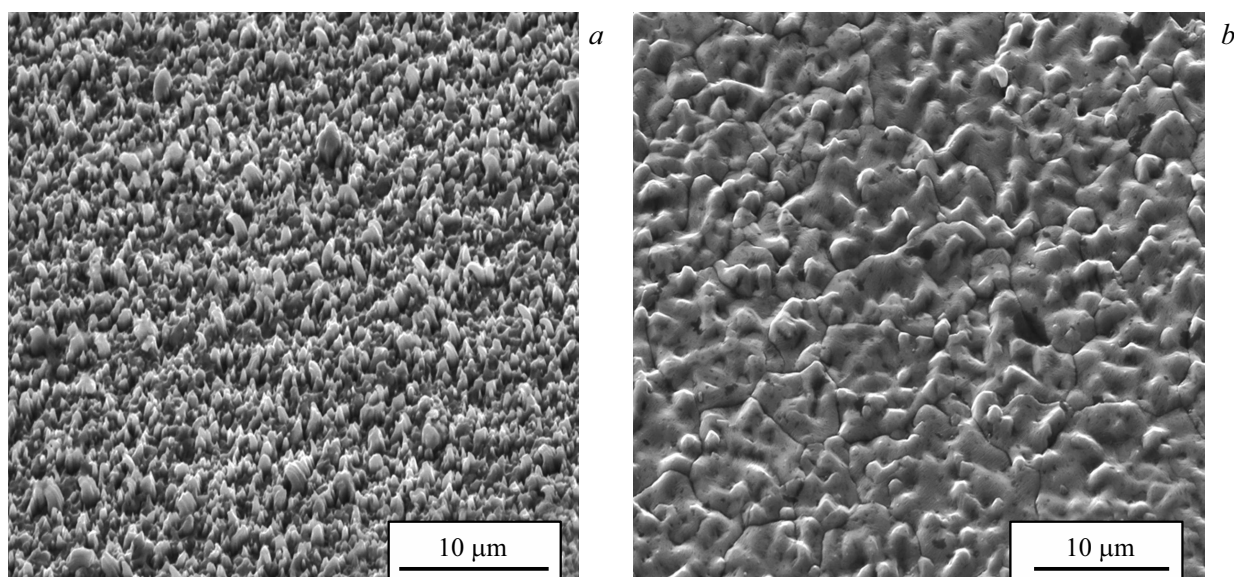
чистотой 99.99%. Наноструктурные образцы со средним размером зерен  $0.2\ \mu\text{m}$  были получены с помощью интенсивной пластической деформации методом кручения под высоким давлением на наковальнях Бриджмена при давлении 6 ГПа, числе оборотов 10 [15,16]. Полученные образцы имели форму дисков толщиной 0.5 mm и диаметром 12 mm. Для сравнения использовались образцы со средним размером зерен 2, 5 и  $30\ \mu\text{m}$ . Образцы со средним размером зерен 2 и  $5\ \mu\text{m}$  были получены отжигом наноструктурных образцов при температуре 300 и  $500^\circ\text{C}$ . Крупнокристаллическими образцами с размером зерен  $30\ \mu\text{m}$  являлись исходные (до деформации) образцы. Размер зерен в образцах оценивался с помощью растровой электронной микроскопии путем EBSD-анализа (EBSD — дифракция обратного рассеяния электронов). Облучение образцов проводилось на масс-монохроматоре НИИЯФ МГУ [17]. Перед облучением все образцы подвергались полировке. Шероховатость поверхности  $R_a$  образцов до облучения составляла  $0.3\ \mu\text{m}$ . Облучение проводилось ионами аргона  $\text{Ar}^+$  с энергией 30 keV при нормальном падении ионов с плотностью тока ионов около  $0.3\ \text{mA}/\text{cm}^2$ . Флюенс облучения составил  $10^{18}\ \text{cm}^{-2}$ . Температура образцов в процессе облучения не превышала  $45^\circ\text{C}$ . Для оценки термической стабильности ионно-индуцированной конусообразной морфологии облученные наноструктурные образцы подвергались нагреву в вакууме при температурах 500 и  $800^\circ\text{C}$  с выдержкой в течение 15 min. Морфология поверхности образцов исследовалась с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) Tescan Mira 3LHM.



**Рис. 1.** РЭМ-изображения поверхности никеля с разным размером зерен после высокодозного облучения ионами аргона с энергией 30 keV при нормальном падении ионов. Размер зерен,  $\mu\text{m}$ : *a* — 30, *b* — 5, *c* — 2, *d* — 0.2. Угол съемки  $45^\circ$ .

В результате облучения крупнокристаллических и микрокристаллических образцов на их поверхности образовался рельеф с перепадом высот между зернами. Образование перепада высот между зернами при ионном облучении поликристаллов связано с известным различием коэффициента распыления различных граней зерен (кристаллитов) [1]. Значение перепада высот между зернами сопоставимо с величиной среднего размера зерен и составляет около  $10\text{--}15\ \mu\text{m}$  на крупнокристаллических образцах (рис. 1, *a*) и  $1.5\text{--}2\ \mu\text{m}$  на микрокристаллических образцах (рис. 1, *b, c*). Выступающие зерна имели сглаженную форму. На некоторых зернах появились ямки травления. На зернах, которые протравивались сильнее, появились ионно-индуцированные конусы, причем предпочтительным местом их разви-

тия являлись места вблизи границ зерен, что отчетливо наблюдается на РЭМ-изображениях микрокристаллических образцов (рис. 1, *b, c*). Появление конусов на поверхности зерен отмечалось в работе [11] и связывалось с тем, что конусы образуются при таких кристаллографических ориентациях зерен, ионно-индуцированные дефекты в которых не успевают релаксировать в процессе облучения. Высота конусов на крупнокристаллических и микрокристаллических образцах сопоставима с перепадом высот между зернами. Средняя поверхностная плотность ионно-индуцированных конусов на микрокристаллических образцах никеля составила порядка  $10^6\text{--}10^7\ \text{cm}^{-2}$ , на крупнокристаллических образцах плотность конусов меньше чем  $10^6\ \text{cm}^{-2}$ .



**Рис. 2.** РЭМ-изображения наноструктурного никеля после облучения ионами аргона с энергией 30 keV и последующего нагрева в вакууме и выдержки в течение 15 min при температуре 500 (a) и 800°C (b). Угол съемки 45°.

После облучения наноструктурных образцов на их поверхности развилась конусообразная морфология поверхности (рис. 1, d). В отличие от морфологии крупно- и микросталлических образцов на наноструктурных образцах конусообразная морфология поверхности является доминирующей. Конусообразными элементами поверхности являются как заостренные при вершине зерна с радиусом закругления порядка 100 nm, так и ионно-индуцированные конусы с радиусом закругления при вершине, равным 30–50 nm. Высота выступающих зерен и ионно-индуцированных конусов достигает величины, равной 1 μm. Поверхностная плотность ионно-индуцированных конусов на наноструктурном образце достигает порядка  $10^8 \text{ cm}^{-2}$ .

Нагрев наноструктурного образца с конусообразной морфологией до 500°C с выдержкой в течение 15 min и последующим охлаждением в вакууме привел к некоторому изменению формы конусов (рис. 2, a). Конусы затупились при вершине и расширились у основания, при этом высота конусов практически не изменилась. Некоторые конусы стали иметь загнутый вид. Последующий нагрев до 800°C привел к кардинальным изменениям морфологии облученной поверхности. Поверхность стала сглаженной с выступающими бугорками, которые, скорее всего, ранее были конусами (рис. 2, b). Кроме того, поверхность покрылась сеткой субмикронных трещин, которые могут быть связаны с объемной рекристаллизацией и ростом зерен до 10 μm.

Таким образом, проведенное исследование показало, что деформационное наноструктурирование никеля позволяет путем высококодозного ионно-лучевого распыления получить поверхность, равномерно покрытую субмикронными конусами высокой поверхностной плотности ( $10^8 \text{ cm}^{-2}$ ). Полученная конусообразная морфология на

поверхности наноструктурного никеля стабильна при нагреве до температуры не менее 500°C, что на 300°C выше температуры термической стабильности объемной наноструктуры никеля [18].

### Благодарности

Электронно-микроскопические исследования выполнены на базе ЦКП Института проблем сверхпластичности металлов РАН „Структурные и физико-механические исследования материалов“.

### Финансирование работы

Работа выполнена в рамках государственного задания Института проблем сверхпластичности металлов РАН.

### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

### Список литературы

- [1] R. Behrish, W. Eckstein, *Sputtering by particle bombardment* (Springer-Verlag, Berlin–Heidelberg, 2007). DOI: 10.1007/978-3-540-44502-9
- [2] M.M. Kharkov, A.V. Kaziev, D.V. Danilyuk, M.S. Kukushkina, N.A. Chernyh, A.V. Tumarkin, D.V. Kolodko, *Appl. Surf. Sci.*, **527**, 146902 (2020). DOI: 10.1016/j.apsusc.2020.146902
- [3] J. Majumdar, S. Bhattacharjee, *Front. Phys.*, **9**, 674928 (2021). DOI: 10.3389/fphy.2021.674928
- [4] B. He, Y. Yang, M.F. Yuen, X.F. Chen, C.S. Lee, W.J. Zhang, *Nano Today*, **8**, 265 (2013). DOI: 10.1016/j.nantod.2013.04.008

- [5] G.G. Bondarenko, V.I. Kristya, D.O. Savichkin, *Vacuum*, **149**, 114 (2018). DOI: 10.1016/j.vacuum.2017.12.028
- [6] N.M. Ghoniem, A. Sehirlioglu, A.L. Neff, J-P. Allain, B. Williams, R. Sharghi-Moshtaghin, *Appl. Surf. Sci.*, **331**, 299 (2015). DOI: 10.1016/j.apsusc.2014.12.201
- [7] G. De Temmerman, K. Heinola, D. Borodin, S. Brezinsek, R.P. Doerner, M. Rubel, E. Fortuna-Zalesna, C. Linsmeier, D. Nishijima, K. Nordlund, M. Probst, J. Romazanov, E. Safi, T. Schwarz-Selinger, A. Widdowson, B.J. Braams, H-K Chung, C. Hill, *Nucl. Mater. Energy*, **27**, 100994 (2021). DOI: 10.1016/j.nme.2021.100994
- [8] D.M. Zayachuk, Y.D. Zayachuk, C. Buga, V.E. Slynko, A. Csik, *Vacuum*, **186**, 110058 (2021). DOI: 10.1016/j.vacuum.2021.110058
- [9] I. Bizyukov, O. Girka, Ł. Kaczmarek, M. Klich, M. Myroshnyk, B. Januszewicz, S. Owczarek, *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B*, **436**, 272 (2018). DOI: 10.1016/j.nimb.2018.10.011
- [10] L.B. Begrambekov, A.M. Zakharov, *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B*, **90**, 477 (1994). DOI: 10.1016/0168-583X(94)95597-2
- [11] G. Carter, I.V. Katardjiev, M.J. Nobes, J.L. Whitton, *Mater. Sci. Eng.*, **90**, 21 (1987). DOI: 10.1016/0025-5416(87)90191-1
- [12] Q. Shi, S. Kajita, N. Ohno, M. Tokitani, D. Nagata, S. Feng, *J. Appl. Phys.*, **128**, 023301 (2020). DOI: 10.1063/5.0010416
- [13] L.B. Begrambekov, A.M. Zakharov, V.G. Telkovsky, *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B*, **115**, 456 (1996). DOI: 10.1016/0168-583X(95)01514-0
- [14] A.A. Nazarov, R.R. Mulyukov, in *Handbook of nanoscience. engineering and technology*, ed. by W.A. Goddard III, D. Brenner, S.E. Lyshevski, G.J. Iafrate (CRC Press, Boca Raton, 2002). ch. 22. DOI: 10.1201/9781420040623
- [15] И.К. Разумов, А.Е. Ермаков, Ю.Н. Горностырев, Б.Б. Страумал, *УФН*, **190** (8), 785 (2020). DOI: 10.3367/UFNr.2019.10.038671 [I.K. Razumov, A.Y. Yermakov, Yu.N. Gornostyrev, B.B. Straumal, *Phys. Usp.*, **63**, 733 (2020). DOI: 10.3367/UFNe.2019.10.038671].
- [16] P.X. Хисамов, P.P. Тимиряев, И.М. Сафаров, P.P. Мулюков, *Письма о материалах*, **10** (2), 223 (2020). DOI: 10.22226/2410-3535-2020-2-223-226
- [17] E.S. Mashkova, V.A. Molchanov, *Medium-energy ion reflection from solids* (North-Holland, Amsterdam, 1985).
- [18] P.X. Хисамов, И.М. Сафаров, P.P. Мулюков, Ю.М. Юмагузин, *ФТТ*, **55** (1), 3 (2013). [R.Kh. Khisamov, I.M. Safarov, R.R. Mulyukov, Yu.M. Yumaguzin, *Phys. Solid State*, **55**, 1 (2013). DOI: 10.1134/S1063783413010186].