

13

Ориентационная зависимость конусообразования при физическом ионно-лучевом распылении поликристаллического вольфрама

© Н.Н. Андрианова^{1,2}, А.М. Борисов¹⁻³, Р.Р. Мулюков⁴, М.А. Овчинников¹, Р.Х. Хисамов⁴

¹ Научно-исследовательский институт ядерной физики им. Д.В. Скобельцына Московского государственного университета им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия

² Московский авиационный институт (Национальный исследовательский университет), Москва, Россия

³ Московский государственный технологический университет „СТАНКИН“, Москва, Россия

⁴ Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, Уфа, Россия

E-mail: r.khisamov@mail.ru

Поступило в Редакцию 9 декабря 2025 г.

В окончательной редакции 12 февраля 2026 г.

Принято к публикации 17 февраля 2026 г.

Экспериментально установлена сильная зависимость конусообразования от кристаллографической ориентации зерен вольфрама на поверхности при облучении пучком ионов аргона с энергией 30 keV. Обнаружено, что наибольшему конусообразованию подвержены зерна с ориентацией (114). Существующие представления об образовании конусов при физическом распылении дополнены учетом каналирования ионов в кристаллах.

Ключевые слова: вольфрам, ионное облучение, каналирование, ионно-индуцированные конусы, коэффициент распыления.

DOI: 10.61011/PJTF.2026.11.62857.20594

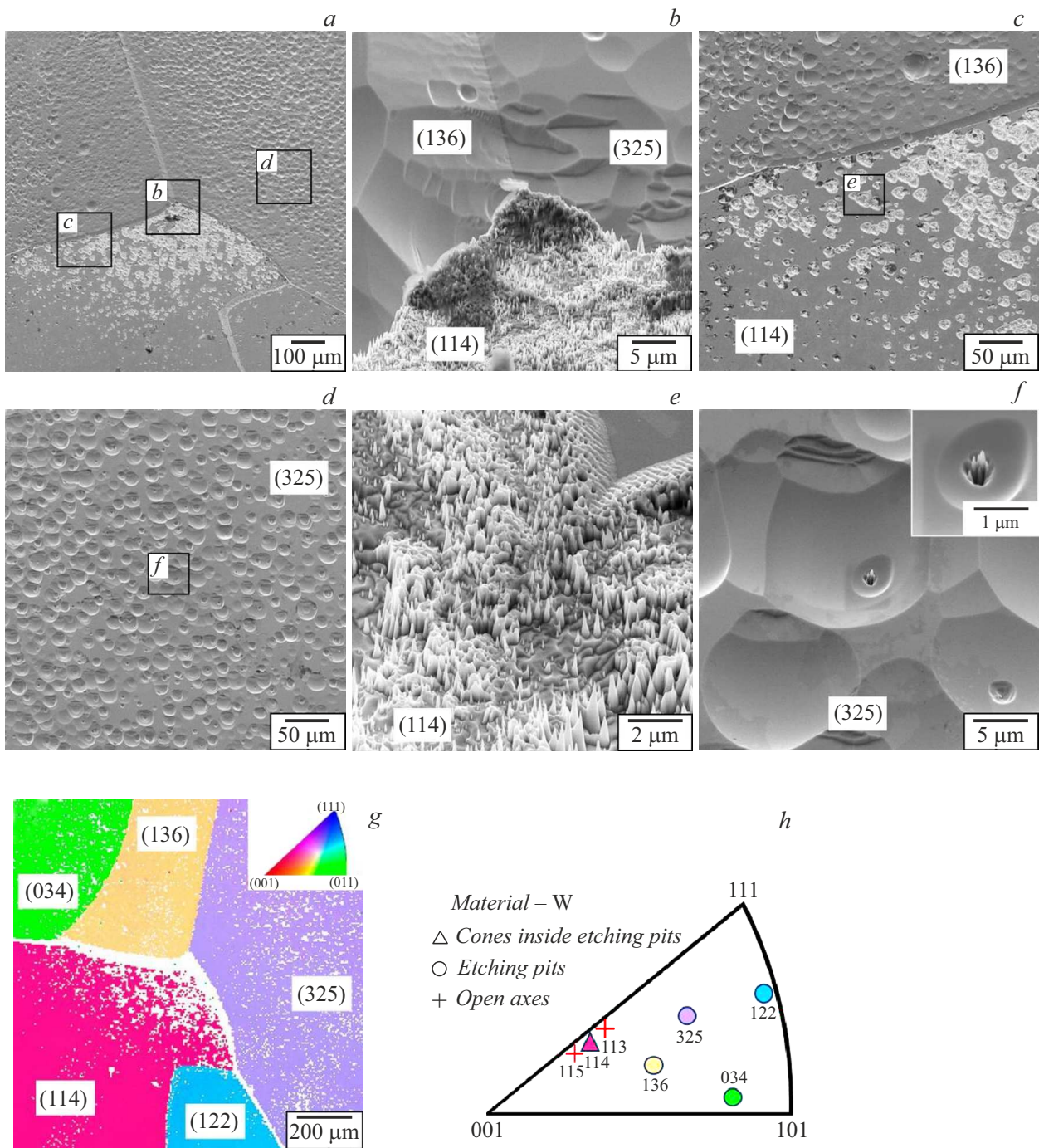
Известно, что физическое ионно-лучевое распыление поверхности моно- и поликристаллических металлов часто приводит к появлению конусов, пирамид и других подобных структур [1–4]. Получение поверхности, равномерно покрытой ионно-индуцированными конусами, представляет интерес для многочисленных приложений [5–8]. Вместе с тем причины образования конусов при ионном облучении все еще остаются дискуссионными. Ионно-индуцированные конусы могут образовываться либо из-за примесей в металле, либо из-за примесей, внесенных в металл ионной имплантацией, что приводит к необходимому для развития конусов локально пониженному коэффициенту распыления Y [9,10]. Исследования распыления чистых металлов сепарированными пучками ионов показали, что образование конусов связано не только с примесями. В частности, появление ионно-индуцированных конусов на кристаллах может зависеть от их кристаллографической ориентации относительно ионного пучка. Так, в [11] убедительно показано, что ориентацией поверхности монокристалла меди, приводящей к однородному лесу ионно-индуцированных конусов, является грань (11 3 1).

В настоящей работе сильная ориентационная зависимость конусообразования найдена для крупнозернистого вольфрама с различными ориентациями зерен относительно пучка ионов аргона с энергией 30 keV. Существующие представления об образовании конусов при физическом распылении дополнены учетом каналирования ионов в кристаллах.

В эксперименте исходными образцами являлись катаные пластины вольфрама чистотой 99.95 wt.% с мелкозернистой структурой и преимущественной ориента-

цией зерен (001) [12]. С целью устранения текстуры и получения образца с большим размером зерен пластины вольфрама двукратно переплавляли аргонодуговым способом в охлаждаемой медной изложнице. В результате переплавки был получен крупнозернистый образец, состоящий из кристаллических зерен размером более 500 μm [8,12]. Рентгеноструктурный анализ проводили с помощью дифрактометра Rigaku Ultima IV с использованием $\text{CuK}\alpha$ -излучения в диапазоне углов $2\theta = 20\text{--}155^\circ$. Размер области когерентного рассеяния рентгеновских лучей и значение микродеформации в кристаллической решетке $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$, оцененные с помощью программы „TOtal Pattern Analysis Solution“ [13], составили около 140 nm и 0.114 % соответственно.

Ионное облучение проводили на масс-монохроматоре НИИЯФ МГУ, позволяющем облучать материалы сепарированными по массе моноэнергетическими ионами [14]. Крупнозернистый образец механически крепили на медный держатель в камере столкновений масс-монохроматора. Для придания зеркально-гладкой поверхности образец предварительно механически шлифовали и электрохимически полировали. Вакуум в камере с давлением $\sim 10^{-5}$ Pa получали с помощью турбомолекулярного насоса. Пучок ионов аргона с энергией 30 keV и поперечным сечением 0.3 cm^2 направляли по нормали к поверхности образца. Ток ионов составлял 0.1 mA, соответствующая плотность потока ионов $2 \cdot 10^{15}$ $\text{ion}/(\text{cm}^2 \cdot \text{s})$. Образец облучали в течение 80 min, флюенс при этом составил $1 \cdot 10^{19}$ ion/cm^2 . Температура облучаемого образца, контролируемая хромель-алюмелевой термопарой, не превышала 100 °C. Морфологию и структуру поверхности исследовали с помощью



СЭМ-изображения поверхности крупнозернистого вольфрама после облучения ионами аргона с энергией 30 keV. *a–f* — контраст во вторичных электронах с наклоном образца 45° , *g* — ориентационная карта зерен по измерениям дифракции обратно отраженных электронов, *h* — обратная полюсная фигура с отмеченными ориентациями, на которых образовались ямки травления (*etching pits*), ямки с конусами внутри них (*cones inside etching pits*), а также направленными ориентациями осевого каналирования ионов (*open axes*) с пониженным коэффициентом распыления.

сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) Tescan Mira 3LHM.

В результате распыления на поверхности крупнозернистого образца проявились зерна с различной ионно-индуцированной морфологией (см. рисунок, *a–f*). Анализ структуры методом дифракции обратно отраженных

электронов (шаг сканирования $5\ \mu\text{m}$) с использованием программы Channel 5 [15] показал, что на поверхности образца располагаются зерна с кристаллографическими ориентациями, идентифицированными как (114), (034), (136), (325) и (122) (см. рисунок, *g*). На всех зернах наблюдали ямки травления. Диаметр и концентрация

ямок на зернах зависели от их ориентации. На зернах с ориентациями (136), (114) и (325) концентрация ямок травления была относительно высокой: они покрывали всю поверхность зерен, в некоторых участках ямки перекрывались между собой (см. рисунок, *a–f*). На зерне с ориентацией (122) плотность ямок была низкой.

При детальном рассмотрении ямок травления на зерне с ориентацией (114) можно заметить, что внутри них образовалось большое количество ионно-индуцированных конусов (см. рисунок, *b, e*). Зерно с ориентацией (114) в месте тройного стыка было чуть ниже по уровню, чем зерна с ориентациями (325) и (136) (см. рисунок, *b*). На некоторых участках поверхности зерна, где ямки травления перекрывались между собой, поверхность зерна полностью покрывалась конусами (см. рисунок, *b, e*). Конусы имели высоту до $1\ \mu\text{m}$ и не превышали окружающий их уровень ямок травления. Диаметр конусов при основании составлял $100\text{--}200\ \text{nm}$, двойной угол раствора около 20° . Немногочисленные ионно-индуцированные конусы наблюдали также на зерне с ориентацией (325). Они обнаруживались не в каждой ямке и, как, например, на рисунке, *f*, вторичной ямке травления.

Ориентационную зависимость конусообразования можно понять, учитывая сильную ориентационную зависимость распыления кристаллов, связанную с явлением каналирования ионов. В терминах эффекта каналирования существуют направленные ориентации кристалла относительно ионного пучка, для которых коэффициент распыления может быть кратно меньшим, чем для случайных ориентаций [16]. Для металлов с ОЦК-решеткой такими направленными ориентациями в порядке уменьшения эффекта осевого каналирования являются [111], [001], [011], [113], [133], [012], [112], [115], [135] и [122]. Наличие на поверхности микрокристаллитов с такими ориентациями будет вызывать локальное уменьшение распыления и аналогично случаю труднораспыляемой примеси приводит к появлению и развитию конусов. Преимущественное образование конусов на зерне с ориентацией (114) можно объяснить, анализируя обратную полюсную фигуру кубической ОЦК-решетки вольфрама с отмеченными на ней ориентациями зерен, на которых образовались ямки травления и ямки с конусами внутри них, и направленными ориентациями с пониженным коэффициентом распыления (см. рисунок, *h*). Видно, что ориентация (114) близка по положению к направленным ориентациям (113) и (115). Зерно со случайной в терминах каналирования ориентацией (114) допускает в свою очередь наличие в нем наноблоков с направленными ориентациями (113) и (115), если углы разориентировки между наноблоком и общим зерном не превышают 5° [17]. В нашем случае углы между нормальными для ориентации (114) и направленными ориентациями (113) и (115) составляют 5.8 и 3.7° соответственно. Локальное уменьшение коэффициента

Коэффициенты высокодозного распыления Y вольфрама с различным размером зерен для нормально падающих ионов аргона с энергией $30\ \text{keV}$

Структура	Размер зерен, μm	Y , atom/ion
Крупнозернистая	> 500	3.4 ± 0.1
Мелкозернистая	$1\text{--}25$	3.4 ± 0.1 [12]
Ультрамелкозернистая	$0.04\text{--}1$	3.6 ± 0.2 [12]

распыления таких наноблоков может приводить и, как показывает эксперимент, приводит к появлению и последующему развитию конусов. В пользу такой модели появления конусов свидетельствует также то, что размер области когерентного рассеяния рентгеновских лучей используемого образца составил около $140\ \text{nm}$, что коррелирует с диаметром конуса при вершине $100\ \text{nm}$.

В эксперименте была измерена также практически важная величина потери массы образцом при распылении и определен соответствующий коэффициент распыления согласно выражению [16]:

$$Y = \Delta m N_A q / M I t,$$

где Δm — изменение массы мишени, N_A — число Авогадро, q — заряд иона, M — молярная масса мишени, I — средний ток ионов, t — время облучения. Точность измерения массы составила $0.01\ \text{mg}$. Потеря массы крупнозернистого образца в результате облучения ионами аргона с энергией $30\ \text{keV}$ с флюенсом $1 \cdot 10^{19}\ \text{ion/cm}^2$ составила $3.07\ \text{mg}$. Найденные значения коэффициента Y приведены в таблице вместе с ранее полученными в [12] данными по распылению мелко- и ультрамелкозернистого вольфрама, измеренными при идентичных условиях облучения. Практически совпадающие значения коэффициентов Y для крупно- и мелкозернистого вольфрама дополняют выводы [12] о слабом влиянии размера зерен и различий ионно-индуцированной морфологии на коэффициент распыления. Отмеченные в [3,12] значительные расхождения результатов расчетов коэффициента Y по эмпирическим формулам и с помощью компьютерного моделирования между собой, а также с экспериментально полученными данными оставляют актуальными вопросы адекватного моделирования распыления [18–21].

Таким образом, предложенная физическая модель, учитывающая наличие в структуре зерен наноблоков с кристаллографическими ориентациями, приводящими к пониженному коэффициенту распыления из-за каналирования ионов, и объясняющая экспериментально наблюдаемую сильную зависимость конусообразования от ориентации зерен, дополняет существующие механизмы формирования ионно-индуцированных конусов.

Благодарности

Исследования выполнены на базе ЦКП ИПСМ РАН „Структурные и физико-механические исследования материалов“ и Ускорительного комплекса МГУ.

Финансирование работы

Работа Н.Н. Андриановой, А.М. Борисова и М.А. Овчинникова выполнена в рамках государственных заданий МГУ им. М.В. Ломоносова и FSFS-2025-0006. Работа Р.Р. Мулюкова и Р.Х. Хисамова выполнена в рамках государственного задания ИПСМ РАН.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] Р. Бериш, *Распыление твердых тел ионной бомбардировкой* (Мир, М., 1986), вып. II. [R. Behrisch, *Sputtering by particle bombardment II* (Springer, Berlin, 1983)].
- [2] 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
- [3] Н.Н. Андрианова, А.М. Борисов, М.А. Овчинников, Р.Х. Хисамов, Р.Р. Мулюков, *Изв. РАН. Сер. физ.*, **88** (4), 564 (2024). DOI: 10.31857/S0367676524040066 [N.N. Andrianova, A.M. Borisov, M.A. Ovchinnikov, R.Kh. Khisamov, R.R. Mulyukov, *Bull. Russ. Acad. Sci. Phys.*, **88** (4), 478 (2024). DOI: 10.1134/S1062873823706141].
- [4] В.И. Бачурин, М.А. Смирнова, К.Н. Лобзов, М.Е. Лебедев, Л.А. Мазалецкий, Д.Э. Пухов, А.Б. Чурилов, *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*, № 7, 69 (2024). DOI: 10.31857/S1028096024070102 [V.I. Bachurin, M.A. Smirnova, K.N. Lobzov, M.E. Lebedev, L.A. Mazaletsky, D.E. Pukhov, A.B. Churilov, *J. Surf. Investig.*, **18** (4), 822 (2024). DOI: 10.1134/S1027451024700514].
- [5] K. Mukaddam, M. Astasov-Frauenhoffer, E. Fasler-Kan, L. Marot, M. Kisiel, R. Steiner, F. Sanchez, E. Meyer, J. Köser, M.M. Bornstein, S. Kühl, *Nanomaterials*, **12**, 1065 (2022). DOI: 10.3390/nano12071065
- [6] R.R. Mulyukov, R.K. Khisamov, A.M. Borisov, A.K. Baimiev, M.A. Ovchinnikov, R.R. Timiryayev, A.A. Vladimirova, *Lett. Mater.*, **13** (4), 373 (2023). DOI: 10.22226/2410-3535-2023-4-373-376
- [7] A.E. Ieshkin, K.F. Minnebaev, D.S. Kireev, A.A. Tatarintsev, *Res. Surf. Interfaces*, **19**, 100479 (2025). DOI: 10.1016/j.rsurfi.2025.100479
- [8] Р.Х. Хисамов, Н.Н. Андрианова, А.М. Борисов, М.А. Овчинников, И.И. Мусабилов, Р.Р. Тимиряев, Р.Р. Мулюков, *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*, № 4, 119 (2025). DOI: 10.31857/S1028096025040173 [R.Kh. Khisamov, N.N. Andrianova, A.M. Borisov, M.A. Ovchinnikov, I.I. Musabirov, R.R. Timiryayev, R.R. Mulyukov, *J. Surf. Investig.*, **19** (2), 497 (2025). DOI: 10.1134/S1027451025700740].
- [9] V. Brackmann, V. Hoffmann, A. Kauffmann, A. Helth, J. Thomas, H. Wendrock, J. Freudenberger, T. Gemming, J. Eckert, *Mater. Charact.*, **91**, 76 (2014). DOI: 10.1016/j.matchar.2014.02.002
- [10] F. Sanchez, R. Steiner, P. Lattner, J. Spicher, D. Mathys, R. Antunes, M. Kisiel, K. Mukaddam, M. Astasov-Frauenhoffer, S. Kühl, J. Köser, R.S. Wagner, L. Marot, E. Meyer, *Surf. Int.*, **35**, 102428 (2022). DOI: 10.1016/j.surfin.2022.102428
- [11] J.L. Whitton, O. Holck, G. Carter, M.J. Nobes, *Nucl. Instrum. Meth.*, **170**, 371 (1980). DOI: 10.1016/0029-554X(80)91042-3
- [12] Р.Х. Хисамов, Н.Н. Андрианова, А.М. Борисов, М.А. Овчинников, Р.Р. Мулюков, *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*, № 2, 79 (2025). DOI: 10.31857/S1028096025020118 [R.Kh. Khisamov, N.N. Andrianova, A.M. Borisov, M.A. Ovchinnikov, R.R. Mulyukov, *J. Surf. Investig.*, **19** (1), 179 (2025). DOI: 10.1134/S1027451025700284].
- [13] www.bruker.com
- [14] <http://beam.sinp.msu.ru/>
- [15] <http://www.oxinst.ru>
- [16] Р. Бериш, *Распыление твердых тел ионной бомбардировкой* (Мир, М., 1984), вып. I. [R. Behrisch, *Sputtering by particle bombardment I* (Springer, Berlin, 1981)].
- [17] C. Kittel, *Introduction to solid state physics* (John Wiley and Sons, Inc., 2005).
- [18] В.С. Михайлов, П.Ю. Бабенко, А.П. Шергин, А.Н. Зиновьев, *Физика плазмы*, **50** (1), 15 (2024). DOI: 10.31857/S0367292124010022 [V.S. Mikhailov, P.Yu. Babenko, A.P. Shergin, A.N. Zinoviev, *Plasma Phys. Rep.*, **50** (1), 23 (2024). DOI: 10.1134/S1063780X23601682].
- [19] G.H. Al-Malkawi, A.-M.B.A. Al-Ajlony, K.F. AL-Shboul, *Radiat. Phys. Chem.*, **214**, 111296 (2024). DOI: 10.1016/j.radphyschem.2023.111296
- [20] V.I. Shulga, *Vacuum*, **240**, 114489 (2025). DOI: 10.1016/j.vacuum.2025.114489
- [21] F. Kporha, K. Nordlund, F. Granberg, *J. Nucl. Mater.*, **613**, 155856 (2025). DOI: 10.1016/j.jnucmat.2025.155856