

ПОЛЕВАЯ ИОННАЯ МИКРОСКОПИЯ РАДИАЦИОННЫХ ЭФФЕКТОВ В ПРИПОВЕРХНОСТНОМ ОБЪЕМЕ ИОННО-ИМПЛАНТИРОВАННЫХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

В.А. Ивченко

Институт электрофизики УрО РАН, 620016, Екатеринбург, ул. Амурдсена, 106,
E-mail: ivchenko@ier.uran.ru

Методом полевой ионной микроскопии обнаружены радиационные эффекты воздействия ионной имплантации ($E=20$ кэВ, $D=10^{18}$ ион/см², $j=300$ мкА/см²) на приповерхностный объем атомно-упорядочивающихся сплавов (Cu_3Au) и чистых металлов (Ir). Обнаружено явление образования ультрадисперсной блочной структуры в поверхностных и приповерхностных объемах чистого металла (иридия) в результате имплантации ионов аргона. Эффект проявляется в повышенной плотности различного типа дефектов в приповерхностном объеме (~50 нм от облученной поверхности) материала.

Установлен эффект частичной аморфизации в приповерхностных объемах атомно-упорядоченных сплавов (Cu_3Au) в результате ионной имплантации ускоренных до 20 кэВ положительных ионов аргона ($D=10^{18}$ ион/см² и $j=200$ мкА/см²). Явление частичной аморфизации наблюдается на расстояниях не менее, чем 90 нм от облученной поверхности материалов.

Введение

Важной проблемой радиационного материаловедения является определение структурного состояния и фазового состава тонких приповерхностных слоев материалов, подвергнутых облучению. Одна из актуальных задач этой проблемы состоит в изучении взаимодействия пучков заряженных частиц с поверхностью вещества именно в приповерхностном объеме (на расстоянии ~ 10-100 нм от облученной поверхности). 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.

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 прецизионное исследование изменений реальной структуры поверхностных атомных слоев металлов и сплавов проводилось методом полевой ионной микроскопии (ПИМ). Возможности ПИМ позволяют изучать приповерхностный объем облученных материалов контролируемым удалением атомов с поверхности, анализируя тем самым структуру образца путем полевого испарения одного атомного слоя за другим. Визуализируя атомночистую поверхность объекта исследования при температуре жидкого азота удается получать количественные результаты об изменении положений атомов, вызванных ионной имплантацией ускоренных до 20-25 кэВ положительных ионов аргона, наблюдать атомное строение возникших дефектов кристаллической решетки и их распределение в объ-

еме, определять толщину модифицированного приповерхностного слоя и т.д.

В качестве объектов взаимодействия с ионами Ar^+ ($E=20$ кэВ, $D=10^{18}$ ион/см² и $j=200$ мкА/см²) служили атомно-упорядочивающиеся сплавы (Cu_3Au) и чистые металлы (Ir). Причины выбора упорядоченного материала были обусловлены целью изучить влияние ионной имплантации на поверхностные и приповерхностные слои сплава в упорядоченном состоянии, не вызывая радиационно-индуцированного структурного фазового превращения порядок-беспорядок [1]. Также предполагалось на атомном уровне провести наблюдение радиационных дефектов и изучить структурное состояние чистого иридия после облучения ионами аргона. Провести сравнение с морфологией структурных дефектов, возникающих в чистом иридии в результате механической деформации.

Известно, что в атомно-упорядоченных сплавах атомы каждого сорта занимают узлы «своей» подрешетки. В результате ионной имплантации происходит смещение атомов из своих положений на расстояния, соизмеримые с межатомными, и, следовательно, возможно образование сегрегаций, различных дефектов кристаллической решетки и даже отдельных фаз, что относительно просто может быть обнаружено с помощью ПИМ на основании изменения в контрасте полевых ионных изображений поверхности.

Методика эксперимента

Термическая обработка проволочных заготовок ($D=0.2$ мм) из сплава Cu_3Au стехиометрического состава проводилась в вакуумных условиях (10^{-2} Па) и представляла собой длительный отпуск от 450 С до 200 С со скоростью 10 град/сут. Образцы, предназначенные для исследования в ПИМ, готовились в виде острий с радиусом кривизны вершины 30-50 нм из предварительно термообработанных проволочных заготовок путем электрохимического полирования. Размер антифазных доменов в сплаве составлял не менее 500 нм. Поэтому регистрируемые в ПИМ ионные микрокартины поверхности, аттестуемых перед

ионной имплантацией полевых эмиттеров, фиксировали сравнительно небольшое количество дефектов кристаллической решетки, а именно, термических антифазных границ. Аттестованные для облучения образцы (как сплавов, так и чистых металлов), имели атомногладкую поверхность, приготовленную *in situ* полевым испарением поверхностных атомов сплава.

Имплантированные образцы-острия вновь помещали в ПИМ, и регистрируя фото- или видеокамерой ионные изображения поверхности при контролируемом удалении атомных слоев, анализировали структурное состояние сплава в объеме. Толщина исследованного модифицированного слоя в большинстве случаев составляла 0,2-0,5 мкм. ПИМ был снабжен ионно-электронным конвертером, хладагентом, как правило, служил жидкий азот ($T=78\text{ K}$); в качестве изображающего газа использовали неон.

Результаты и обсуждение

Полевые ионные изображения поверхности бинарных упорядоченных сплавов представляют собой высоко-регулярные кольцевые картины, поскольку атомы только одного компонента создают контраст этих материалов. В [2,3] при изучении системы золото-медь с помощью ПИМ было установлено, что именно атомы золота определяют изображение поверхности упорядоченных золото-медных сплавов в виде регулярной кольцевой картины, подобной микрокартине чистых металлов (атомы меди не изображаются на экране микроскопа). В результате структурного фазового превращения происходит статистическое перераспределение атомов меди и золота по узлам кристаллической решетки, которое сопровождается изменением ионного контраста. Таким образом, ионный контраст упорядоченного сплава Cu_3Au соответствует контрасту сверхструктуры $L1_2$. Как только происходит атомное разупорядочение (например, за счет облучения), сплав Cu_3Au демонстрирует ионный контраст ГЦК неупорядоченного твердого раствора. Разупорядоченное расположение атомов компонентов в бинарном твердом растворе определяет, в свою очередь, нерегулярный ионный контраст поверхности. Поэтому любое изменение ионного контраста в результате облучения пучками заряженных частиц свидетельствует о влиянии ионной имплантации на структурное состояние материала. Нарушение регулярности кольцевой картины поверхности в гранях интерпретируется согласно известной теории геометрического контраста [4], на основании которой идентифицируются возникшие вследствие облучения дефектные области. Так, например, отождествляется контраст антифазных границ, дефектов упаковки, дислокаций, дислокационных петель и дислокационных конфигураций, сегрегаций атомов одного компонента, либо образования частиц другой фазы и т.п. [5-8].

В настоящем исследовании варьировали только плотность тока в пучке, оставляя неизменными энергию и дозу имплантации ($E=20\text{ кэВ}$, $D=10^{18}\text{ ион/см}^2$). При $j=275\text{ мкА/см}^2$ происходил структурный фазовый переход порядок-

беспорядок в объеме всего материала, что свидетельствовало о том, что под действием тока в пучке образец нагревался до критической температуры фазового превращения ($\sim 390\text{ C}$) и скорость охлаждения соответствовала условиям перехода в разупорядоченное состояние. При облучении пучком с $j=250\text{ мкА/см}^2$ – атомного разупорядочения не наблюдалось, что однозначно показывало, что под действием ускоренных ионов аргона образец не нагревался до критической температуры. Поэтому структурное состояние упорядоченного сплава Cu_3Au изучалось после облучения при $j=200\text{ мкА/см}^2$, что априори свидетельствовало о низкой температуре образца в процессе ионной имплантации.

Ионные микрокартины поверхности, зарегистрированные после ионной имплантации ($j=200\text{ мкА/см}^2$) упорядоченного сплава, показали бесструктурное расположение атомов в приповерхностных слоях. Аналог наблюдаемого ионного контраста соответствовал ионному контрасту аморфных материалов, полученных сверхбыстрым охлаждением. С другой стороны, из ионного контраста было совершенно очевидно, что фазового перехода порядок-беспорядок не наблюдается даже в приповерхностном объеме. Такой вывод следовал из сравнения с ионным контрастом термически разупорядоченного сплава.

Анализ микрокартины поверхности грани (001) в процессе по-атомного контролируемого удаления атомов показал, что атомы бесструктурно располагаются на поверхности. Необходимо заметить, что при анализе приповерхностного объема путем полевого испарения атомов, наблюдались отдельные участки поверхности с частичным кольцевым контрастом, что дополнительно подтверждает отсутствие фазового превращения порядок-беспорядок в ионно-имплантированном Cu_3Au . С другой стороны, это свидетельствует о частичной аморфизации материала в приповерхностных слоях облученного сплава. Такое структурное состояние наблюдалось в приповерхностном объеме на расстояниях вплоть до 90 нм от облученной поверхности. Исходя из [9], ускоренные до 20-25 кэВ ионы аргона имеют проективный пробег в отдельных компонентах сплава не выше 15 нм. Отсюда очевидно, что наблюдаемое явление частичной аморфизации в приповерхностном объеме сплава Cu_3Au нельзя объяснить внедренными ионами аргона.

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

В результате, в имплантированном чистом иридии была обнаружена высокая плотность точечных, линейных и объемных структурных дефектов. Сравнительный анализ дефектов, обнаруженных в предварительно механически протравленном (~90%), и облученном иридии, показал существенную разницу их строения.

После механической деформации в объеме Ir установлено образование зерен размером 20-30 нм. Но в теле зерен практически не наблюдается дефектов структуры. Напротив, в облученном металле, была обнаружена блочная микроструктура (размером ~ 3-5 нм). Разориентация блоков составляла 0.5-1 град. Причем в теле блоков наблюдались различные дефекты структуры вплоть до микропор.

Ионный контраст блочной структуры выявлялся путем небольшого повышения напряжения на образце (разница относительно напряжения наилучшего изображения - НИИ - составляла около 500 В), но полевого испарения поверхностных атомов еще не происходило. Контраст самих границ легко обнаруживался в виде более ярких линий, ограничивающих блоки субструктуры. 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 нм от облученной поверхности. Известно [9], что проективный пробег ионов аргона в металлах, в частности в иридии, составляет не более 10 нм при используемых режимах имплантации. Отсюда можно предположить, что наблюдаемые деформационные эффекты, 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 ($E=20$ кэВ, $D=10^{18}$ ион/см², $j=300$ мкА/см²) 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).

Заключение

Методом полевой ионной микроскопии обнаружены радиационные эффекты воздействия ионной имплантации ($E=20$ кэВ, $D=10^{18}$ ион/см², $j=300$ мкА/см²) на приповерхностный объем атомно-упорядочивающихся сплавов (Cu₃Au) и чистых металлов (Ir). Обнаружено явление образования ультрадисперсной блочной структуры в поверхностных и приповерхностных объемах чистого металла (иридия) в результате имплантации ионов аргона. Эффект проявляется в повышенной плотности различного типа дефектов в приповерхностном объеме (~50 нм от облученной поверхности) материала.

Установлен эффект частичной аморфизации в приповерхностных объемах атомно-упорядоченных сплавов (Cu₃Au) в результате ионной имплантации ускоренных до 20 кэВ положительных ионов аргона ($D=10^{18}$ ион/см² и $j=200$ мкА/см²). Явление частичной аморфизации наблюдается на расстояниях не менее, чем 90 нм от облученной поверхности материалов.

Работа выполнена при поддержке Российского Фонда Фундаментальных Исследований (грант № 01-02-96428-p2001урал) и программы государственной поддержки ведущих научных школ РФ (грант НШ-639.2003.2).

Список литературы

1. Ivchenko V.A., Syutkin N.N., Bunkin A.Yu. // J. de Phys. - 1988. - V. 49-C6. - P.379-383.
2. Ивченко В.А., Сюткин Н.Н. // ФММ. - 1986. - Т. 61. - С.575-582.
3. Ивченко В.А., Сюткин Н.Н. // ФТТ. - 1983. - Т. 25. - С.3049-3054.
4. Southworth H.N., Ralph B. // Phil. Mag. - 1970. - V. 21. - P.23-41.
5. Ivchenko V.A., Syutkin N.N., Kuznetsova L.Yu. // 34th IFES: 1987. - Abstr. Osaka, Japan. - P54.
6. Ивченко В.А., Сюткин Н.Н. // ФММ. - 1981. - Т. 52. - С.552-557.
7. Ивченко В.А., Сюткин Н.Н., Таланцев Е.Ф. // ФММ. - 1990. - С.121-127.
8. Ивченко В.А., Сюткин Н.Н., Кузнецова Л.Ю. // ФММ. - 1987. - Т. 64. - С.162-169.
9. 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 с.

FIELD ION MICROSCOPY STUDING OF RADIATION DEFECTS IN NEAR-SURFACE REGION OF ION IMPLANTED METALS AND ALLOYS

V.A.Ivchenko

Institute of electrophysics URAN, 620016, Ekaterinburg, Amundsena str., 106, e-mail: inchenko@iep.uran.ru

The method of field ion microscopy finds out radiating effects of influence of ion implantation ($E=20$ kV, $D=10^{18}$ ion / sm², $j=300$ μ A/sm²) on subsurface volume of atom-ordering alloys (Cu₃Au) and pure metals (Ir.). The phenomenon of formation of ultra disperses block structure in surface and subsurface volumes of pure metal (iridium) are revealed as a result of implantation of ions of argon. The effect in pure metals (Ir) is shown in the increased density of various type of defects in subsurface volume (~50 nm from the irradiated surface) of material.

The effect of partial amorphism in subsurface volumes of the atom-ordered alloys is established as a result of ion implantation accelerated up to 20 kV positive ions of argon ($D=10^{18}$ ion / sm² and $j=200$ мкА/см²). The phenomenon of partial amorphism is observed on distances not less, than 90 nm from the irradiated surface of materials.