

06.5

Проявление плоских и гофрированных рельефов поверхности платиновых фольг в картинах дифракции медленных электронов

© В.Е. Корсуков, С.А. Князев, А.Л. Буйнов, М.М. Корсукова,
С.А. Немов, Б.А. Обидов

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург
Санкт-Петербургский государственный политехнический университет
E-mail: vjacheslav.korsukov@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 3 декабря 2012 г.

Атомная структура и рельеф поверхности платиновой поликристаллической фольги после ее прокатки и последующей рекристаллизации в сверхвысоком вакууме были исследованы методами дифракции медленных электронов (ДМЭ) и атомной силовой микроскопии (АСМ). Симметрия картин ДМЭ свидетельствует о том, что структура поверхности рекристаллизованной платины соответствует грани (111), однако различная форма дифракционных максимумов говорит о разнообразии геометрического рельефа ее поверхности. Методом АСМ были выявлены различные типы поверхностных рельефов — плоские, гофрированные в одном направлении, разнонаправленные рельефы, которые были сопоставлены с данными по ДМЭ. Установленные закономерности позволяют вести оперативное наблюдение за образованием различных типов рельефов методом дифракции, не прибегая к зондовым методам.

При получении структур, перспективных для изготовления наносенсоров-газоанализаторов используются плоские монокристаллические подложки Pt, на которых выращиваются монослойные, наноразмерные островки окислов Ti, V, Se [1]. В работе [2] было показано, что при холодной прокатке и последующем отжиге платиновых фольг в сверхвысоком вакууме (СВВ) можно получить совершенные участки поверхности Pt (111), картины дифракции медленных электронов (ДМЭ) от которых практически не отличаются от картин ДМЭ для монокристаллов. В принципе, это позволяет применять в качестве подложки тонкие фольги вместо дорогостоящих монокристаллов.

Для использования поверхности тонких фольг Pt в качестве катализатора, напротив, нужна более развитая поверхность с нанорельефом различного масштаба [3]. Кроме того, поверхности тонких платиновых фольг с фрактальным однонаправленным гофрированным рельефом могут послужить основой для изготовления стойких к высоким температурам отражательных дифракционных решеток, которые могут работать в диапазоне от вакуумного ультрафиолета до инфракрасной области [4]. Для отработки технологии получения поверхности фольг с заданной морфологией необходимо разработать методику быстрого контроля атомной структуры и рельефа поверхности.

ДМЭ, как один из дифракционных методов, несет информацию о регулярных структурах и поэтому не может в полной мере отразить морфологию поверхности. Напротив, зондовые методы, такие как атомная силовая и сканирующая туннельная микроскопии (АСМ и СТМ) как раз позволяют получить информацию о геометрическом рельефе верхних атомных слоев. Поэтому сочетание зондовых и дифракционных методов позволяет более полно судить о морфологии поверхностных слоев. Однако сочетание этих методов в одной установке на стадии очистки и рекристаллизации поверхности в СВВ весьма затруднительно, поскольку рекристаллизация происходит при температуре 1200–1900 К, а из-за близкого расстояния между иглой и поверхностью невозможно применение зондовых методов, и это значительно увеличивает время приготовления поверхности с заданными свойствами.

Целью данной работы является использование метода ДМЭ для определения рельефа поверхности платины, формирующегося в процессе рекристаллизации фольг, путем сопоставления данных, полученных зондовыми методами и анализом профилей рефлексов на картинах ДМЭ.

В качестве образцов служили полоски холоднокатаной платиновой фольги длиной 20–30 мм, шириной 3–5 и толщиной 0.02–0.06 мм. На завершающем этапе рекристаллизация образцов фольги и очистка их поверхности производились в установках СВВ для анализа химического состава и атомной структуры поверхности. Приготовление образцов и условия рекристаллизации подробно описаны в [2,5].

В данной работе были применены методы ДМЭ, СТМ и АСМ. Ранее было показано, что после прокатки и рекристаллизации в СВВ на поверхность фольги выходит плотноупакованная грань Pt (111). Диаметр электронного пучка, падающего на поверхность, составляет

величину $\approx 0.3-0.5$ nm, что больше, чем латеральные размеры микрокристаллов, выходящих на поверхность фольги (см., например, рис. 3, *a* в работе [5]). Интенсивность картины дифракции формируется множеством таких микрокристаллов, поэтому наличие картины ДМЭ, соответствующей структуре Pt(111), означает, что атомы поверхностной решетки имеют одинаковую ориентацию во всех этих монокристаллах с точностью до 1 deg.

На рис. 1, *a* показана картина ДМЭ от рекристаллизованной поверхности, содержащей преимущественно атомно-плоские участки, и топограмма АСМ этой поверхности. Видно, что картина ДМЭ Pt(111) 1×1 от такой поверхности представлена практически точечными рефлексами. Из рисунка видно также, что угловая полуширина дифракционных максимумов составляет величину 0.5 deg. Топограмма, помещенная ниже, показывает, что поверхность практически атомно-гладкая.

На рис. 1, *b* представлена картина ДМЭ от гофрированной поверхности. Видно, что все рефлексы расщеплены в направлении $[1\bar{2}1]$ на величину ≈ 2 deg. Топограмма, которая помещена под картиной дифракции, показывает, что гофры различных масштабов имеют одинаковую ориентацию. Дальнейшие исследования рельефа показали, что однонаправленность гофров наблюдается не только в пределах одного кристаллита, но и в различных кристаллитах.

Наиболее сложная картина дифракции представлена на рис. 2. На этом же рисунке помещены и разномасштабные топограммы поверхности, соответствующие этой картине. Из рис. 2, *a* видно, что симметрия дифракционной картины соответствует Pt(111), однако в отличие от рефлексов, представленных на рис. 1, здесь рефлексы уширены в трех направлениях и имеют форму, близкую к треугольной. Было измерено распределение интенсивностей в рефлексах в направлениях, отмеченных на рис. 2, *a*. Эти направления приблизительно соответствуют сторонам дифракционных максимумов треугольной формы. Для рефлекса (10) приведено два распределения интенсивностей в направлении $[1\bar{2}1]$. Одно распределение близко к нижнему краю рефлекса, другое проведено через его центр. Интенсивность в центре рефлекса содержит один пик с угловой полушириной ≈ 1 deg. В распределении интенсивностей для нижнего края рефлекса можно выделить два или три пика, с расстоянием между ними от 1 до 2 deg, причем общая полуширина интенсивности дифракционных максимумов ≈ 3 deg. Ана-

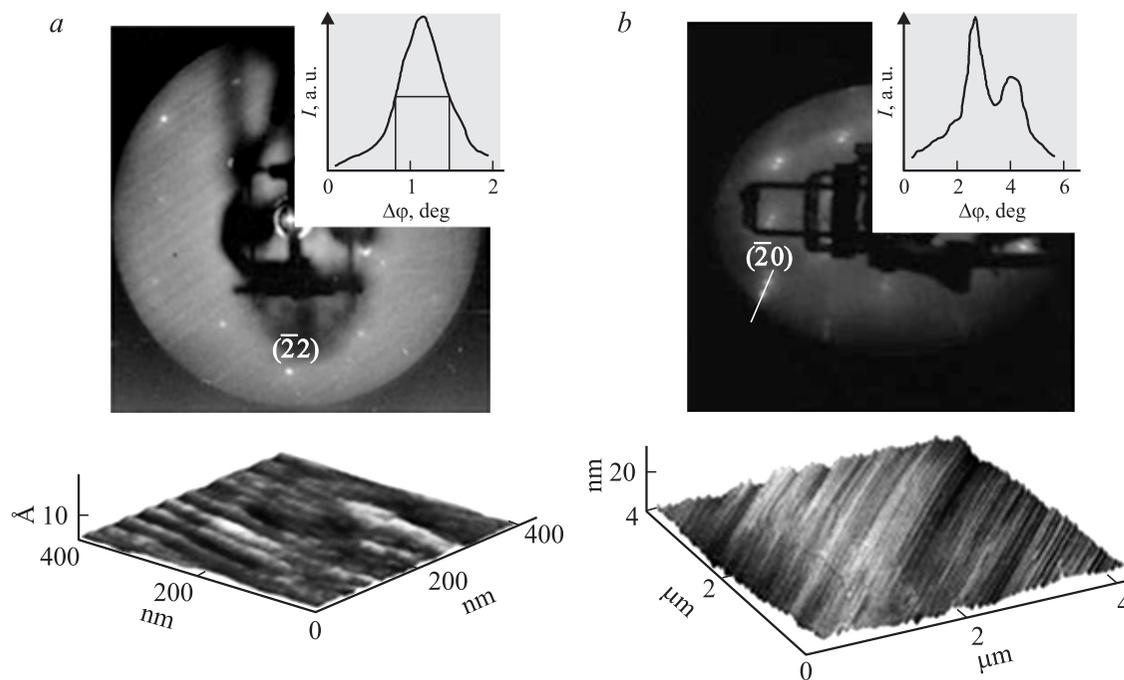


Рис. 1. Картины ДМЭ при энергии первичного пучка электронов — $E_p = 197 \text{ eV}$ и топограммы поверхности: a — атомно-гладкая поверхность, $I(\Delta\phi)$ — интенсивность рефлекса $(\bar{2}2)$, измеренная в направлении $[1\bar{2}1]$; b — поверхность с однонаправленными гофрами, $I(\Delta\phi)$ — интенсивность рефлекса $(\bar{2}0)$, измеренная в направлении $[1\bar{2}1]$.

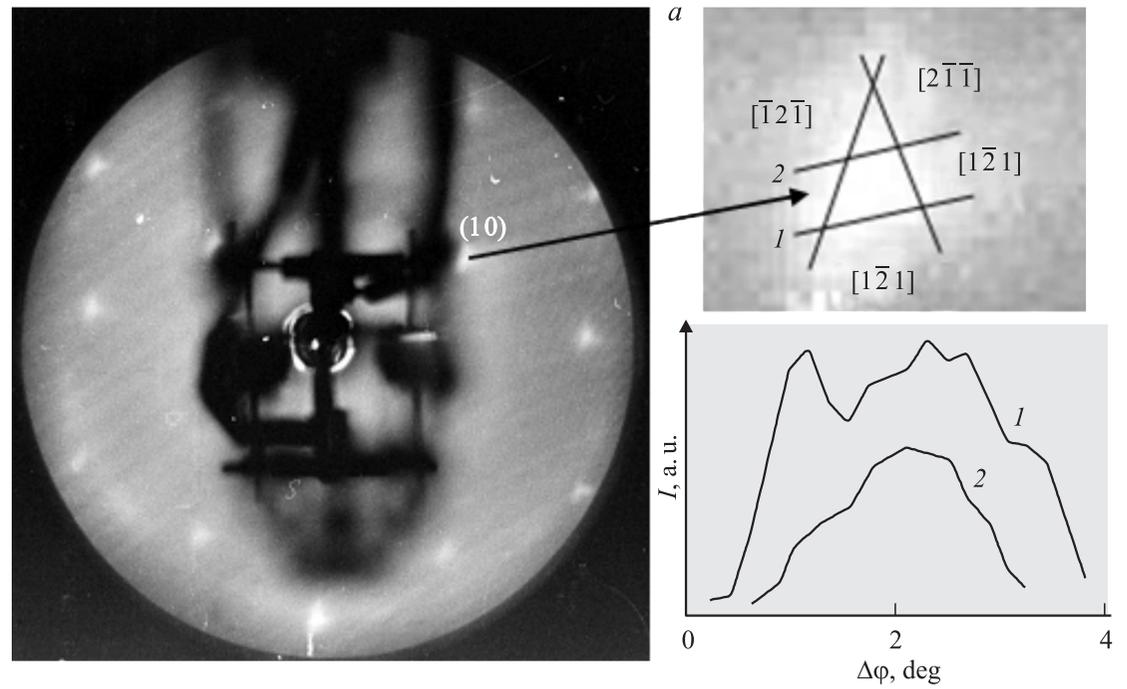
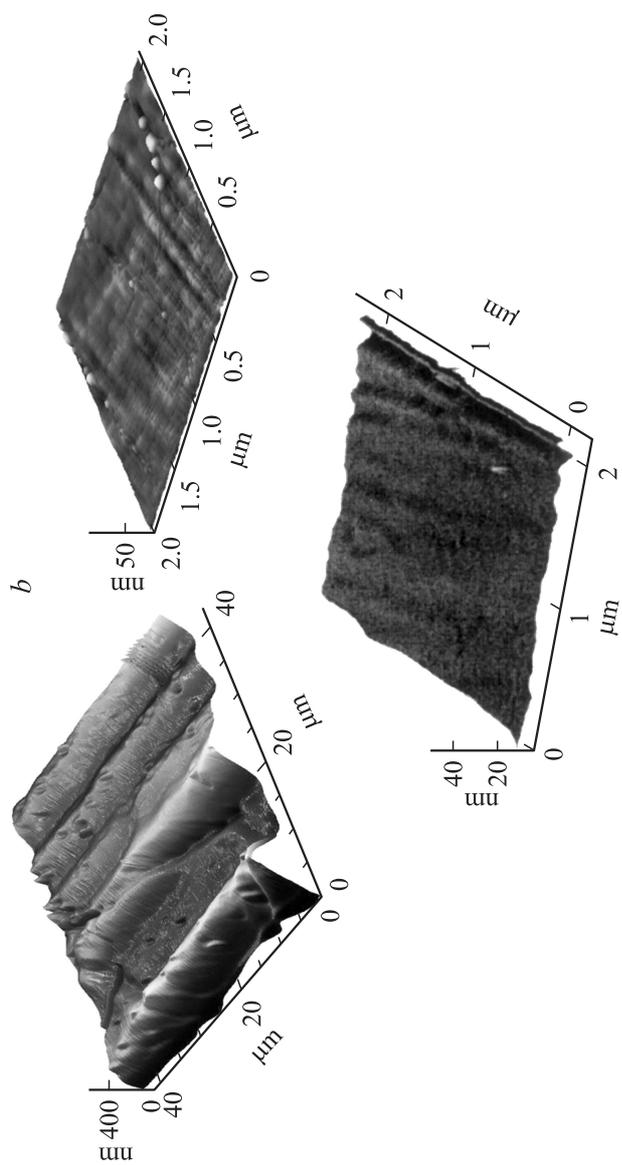


Рис. 2. Картина ДМЭ при энергии первичного пучка электронов — $E_p = 197$ eV и топограммы поверхности, содержащей разнонаправленные гофры и гладкие участки поверхности. *a* — картина ДМЭ, $I(\Delta\varphi)$ — интенсивность рефлекса (10) в направлении $[\bar{1}\bar{2}\bar{1}]$, измеренная: 1 — по нижнему краю рефлекса, 2 — в центре рефлекса; *b* — поверхность с гофрами вдоль трех направлений.

**Рис. 2** (продолжение).

логичная картина наблюдается и для других направлений в различных рефлексах и направлениях ($[\bar{1}2\bar{1}]$, $[2\bar{1}\bar{1}]$). Распределение интенсивностей в дифракционных максимумах свидетельствует о том, что вклад в интенсивность рефлексов вносят участки поверхности от разнонаправленных в трех направлениях гофров и плоские участки поверхности [2,4,5]. Действительно, топограмма рельефа поверхности, которая помещена под картиной дифракции, показывает, что гофры различных масштабов имеют разную ориентацию. Как оказалось, гофры имеют различную ориентацию не только в пределах одного кристаллита, но и в различных кристаллитах по сечению электронного пучка.

Использование модели дифракции на гофрированных структурах [6] позволило сопоставить рассчитанное расщепление и уширение рефлексов с экспериментом. Сопоставление эксперимента и расчета показало удовлетворительное совпадение.

Результаты данной работы принципиально позволяют оценивать рельеф поверхности, образующийся в процессе каждого цикла рекристаллизации при высоких температурах, не прибегая к зондовым методикам. Это на порядок и больше ускоряет отработку методики получения поверхности фольг с заданной морфологией.

Авторы благодарят А.В. Анкудинова за помощь в получении топограмм методом АСМ.

Список литературы

- [1] *Berner U., Schierbaum K.-D.* // Phys. Rev. B. 2002. V. 65. P. 235 404–1.
- [2] *Князев С.А., Корсуков В.Е., Корсукова М.М., Пронин И.И., Ширбаум К.* // ЖТФ. 2007. Т. 77 (8). С. 140.
- [3] *Vajda S., Pellin M.J., Greeley J.P., Marshall Ch.L., Curtiss L.A., Ballentine G.A., Elam J.W., Catillon-Mucherie S., Redfern P.C., Mehmood F., Zapol P.* // Nature Materials Letters. 2009. V. 8. P. 213.
- [4] *Корсуков В.Е., Анкудинов А.В., Щербаков И.П., Корсукова М.М., Обидов Б.А., Буйнов А.Л.* // Сборник материалов XX Петербургских чтений по проблемам прочности, посвященных памяти профессора В.А. Лихачёва. Ч. 2. Санкт-Петербург, 2012. С. 108.
- [5] *Корсуков В.Е., Анкудинов А.В., Буйнов А.Л., Варкентин М.С., Князев С.А., Корсукова М.М., Обидов Б.А., Пронин И.И.* // ФТТ. 2010. Т. 52 (7). С. 1423.
- [6] *Князев С.А., Корсуков В.Е.* // Письма в ЖТФ. 1998. Т. 24 (13). С. 64.