

05;11

## Порог образования нанопор в ионно-имплантированной платине

© В.А. Ивченко

Уральский федеральный университет им. первого Президента России  
Б.Н. Ельцина, Екатеринбург  
Институт электрофизики УрО РАН, Екатеринбург  
E-mail: ivchenko@ier.uran.ru

Поступило в Редакцию 13 апреля 2012 г.

Методом полевой ионной микроскопии установлен порог образования нанопор в ионно-имплантированной платине. Порог в ионно-имплантированной платине соответствует флюенсу  $F = 10^{17}$  ion/cm<sup>2</sup>. Определен размер нанопор: в поперечном — от 1 до 5 nm и продольном (по глубине мишени) — от 1 до 9 nm. Установлено, что до 40% нанопор сосредоточено в приповерхностном слое толщиной 10 nm. Полученные результаты могут быть использованы для прогнозирования радиационной стойкости материалов на основе ГЦК-металлов.

Интенсивно развивающиеся исследования изменений структуры металлов и сплавов после взаимодействия пучков частиц с поверхностью показывают, что ионная обработка приводит к формированию особых конденсированных состояний, а также уникальных прочностных и физических свойств в материалах, которые не достигаются традиционными способами [1–6]. Известно, что возникающее при облучении материалов поровое распухание вызывает сокращение ресурса работы изделий и резко снижает физические и механические свойства материалов. Поэтому изучение возникновения нанопор на поверхности и в приповерхностном объеме исследуемых объектов при радиационном воздействии в атомно-пространственном масштабе представляется весьма актуальным.

В работе приведены результаты модификации поверхности и приповерхностного объема чистых металлов (Pt) после облучения заряженными частицами средних энергий (до 30 keV) в нанометровом диапазоне от поверхности. Экспериментально изучать возникающие при таких воздействиях структурные состояния позволяет метод полевой ионной микроскопии (ПИМ). С помощью ПИМ возможно непосредственно визуализировать и регистрировать атомно-чистую поверхность,

анализировать объект исследования в приповерхностном объеме с пространственным разрешением атомов кристаллической решетки и таким образом определять полученные на поверхности и в приповерхностном объеме структурные изменения и новые, возникшие под влиянием радиационного облучения, различные состояния вещества.

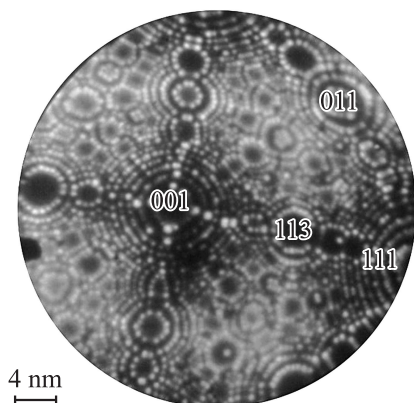
Цель данной работы состояла в экспериментальном изучении (с атомно-пространственным разрешением) явления образования нанопор в металлах после взаимодействия их с заряженными пучками ионов  $\text{Ar}^+$ . В частности, предполагалось провести анализ распределения нанопор в приповерхностном объеме по размерам в зависимости от расстояния от облученной поверхности и флюенса облучения; установить порог образования нанопор, тем самым определить оптимальные режимы радиационного воздействия для получения наноструктурированных приповерхностных объемов в ионно-имплантированных металлах и сплавах.

Объектами взаимодействия с ускоренными пучками газовых ионов служили чистые металлы (Pt). Образцы, предназначенные для исследования, готовились в виде игольчатых эмиттеров с радиусом кривизны вершины 30–50 nm из заготовок металлов путем электрохимической полировки. Затем образцы-острия аттестовывали в полевом ионном микроскопе, т.е. получали ионное изображение поверхности соответствующих материалов в исходном состоянии перед облучением. Полевые эмиттеры, аттестованные для ионной имплантации, имели атомно-гладкую поверхность вершины образца, близкую полусферической. Такая поверхность готовится *in situ* полевым испарением поверхностных атомов.

Облучение игольчатых образцов, предварительно аттестованных в полевом ионном микроскопе, проводилось ускоренными до 30 keV пучками газовых ионов ( $\text{Ar}^+$ ), флюенсами  $F = 10^{16} - 10^{18} \text{ ion/cm}^2$  и плотностью ионного тока  $j = 150 - 200 \mu\text{A/cm}^2$ . Бомбардировка производилась в направлении, параллельном оси образца-острия.

Имплантированные образцы-острия вновь помещали в ПИМ и, регистрируя фото- или видеокамерой полевые ионные микрокартины поверхности при контролируемом удалении атомных слоев, анализировали изменения структурных состояний материалов в объеме.

Полевой ионный микроскоп был снабжен микроканальным ионно-электронным конвертером, усиливающим яркость микрокартин поверхности в  $10^4$  раз, хладагентом служил, как правило, жидкий азот



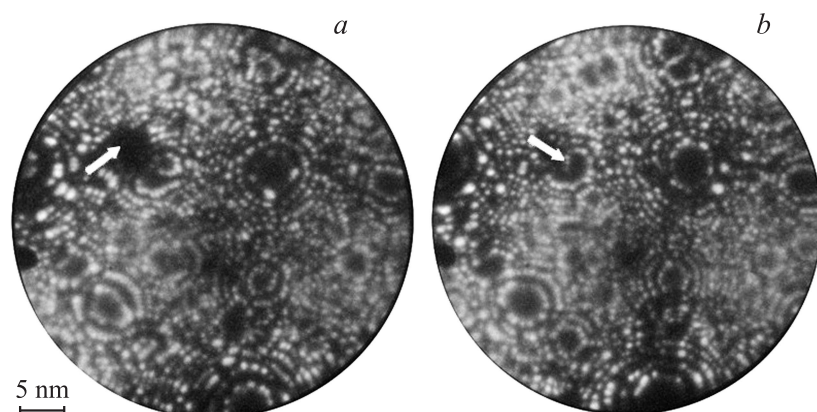
**Рис. 1.** Неоновое изображение аттестованного монокристалла Pt, подготовленного для ионного облучения.

( $T = 78 \text{ K}$ ); в качестве изображающего газа использовали спектрально чистый неон.

Ионные изображения аттестуемых полевых эмиттеров фиксировали регулярную кольцевую картину поверхности монокристаллов чистых металлов, практически свидетельствующую об отсутствии структурных дефектов (рис. 1). На микрофотографии, кроме центральной грани типа  $\{001\}$ , отмечены грани типа  $\{111\}$ ,  $\{110\}$ ,  $\{113\}$ , по развитию характерные для кристаллов с ГЦК-решеткой. Кольцевые контурные линии на ионных изображениях являются краями соответствующих семейств кристаллографических плоскостей определенных направлений. Соседние кольца (из любого семейства концентрических колец) представляют собой изображения параллельных атомных слоев. Сами кольца на ионной микрокартине, как правило, состоят из отдельных ярких точек, которые суть изображения поверхностных атомов, находящихся в положениях атомов в изломах ступенек.

В процессе изучения кристаллической структуры платины, облученной до  $F = 10^{16} - 10^{18} \text{ ion/cm}^2$  с энергией  $30 \text{ keV}$  и  $j = 200 \mu\text{A/cm}^2$ , помимо формирования наноразмерных блоков [4], в приповерхностном объеме наблюдали ионный контраст нанопор. Такой контраст появлялся при флюенсе  $10^{17} \text{ ion/cm}^2$ .

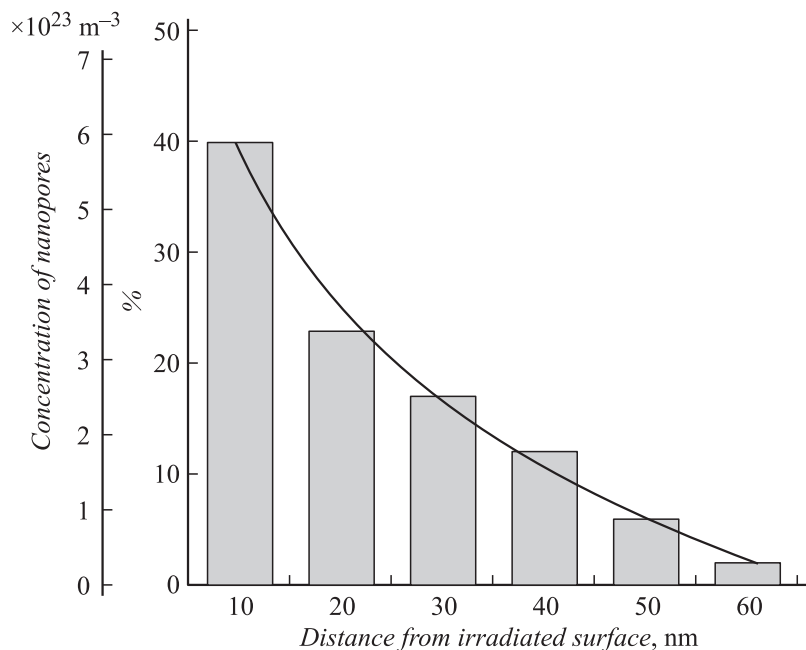
Контраст нанопор в Pt регистрировался одновременно с появлением ионного изображения изучаемой в ПИМ поверхности и сохранялся



**Рис. 2.** Неоновые изображения чистой Pt после облучения ионами  $\text{Ag}^+$  ( $E = 30 \text{ keV}$ ,  $F = 10^{17} \text{ ion/cm}^2$ ): *a* — типичный ионный контраст вакансионной нанопоры (показан стрелкой); *b* — контраст дислокационной петли при выходе нанопоры из материала после полевого испарения 8 атомных слоев относительно грани (001) ( $\sim 1.6 \text{ nm}$ ) (показан стрелкой).

после удаления нескольких атомных слоев имплантированного металла (рис. 2, *a*). Ионный контраст вакансионных нанопор в момент полевого испарения последнего перед появлением нанопоры атомного слоя регистрировался в виде контраста „кратеров“. Затем, по мере полевого испарения атомных слоев, окружающих дефект, наблюдали сечение вакансионного кластера, размер которого был несколько меньше, чем при „вскрытии“ нанопоры. И наконец, „выход“ нанопоры из материала при дальнейшем испарении атомных слоев с поверхности, как правило, заканчивался дислокационной петлей (рис. 2, *b*).

Размеры нанопор оценивались из ионного контраста как по площади сечения дефектом поверхности образца, измеряемой из расчета локального радиуса поверхности в той грани, где появился дефект, так и по глубине ее залегания, путем подсчета испаряемых атомных слоев с начала появления контраста нанопоры до его полного исчезновения. Результаты количественного анализа показали, что нанопоры имели как сферическую, так и цилиндрическую форму. Согласно нашей оценке, их размеры в диаметре составляли от 1 до 5 nm. Размер нанопор по глубине — от 1 до 9 nm. Последовательное испарение электрическим полем поверхностных атомных слоев до глубины 60 nm от облу-



**Рис. 3.** Концентрация нанопор в облученной ионами  $\text{Ag}^+$  платине ( $F = 10^{18} \text{ ion/cm}^2$ ).

ченной поверхности позволило выявить специфические особенности образования нанопор. В частности, удалось получить информацию о концентрации нанопор и их распределении в приповерхностном объеме облученного материала. В результате было установлено, что до 40% пор сосредоточено в приповерхностном слое толщиной 10 nm, в дальнейшем объемная доля микропор уменьшалась по логарифмической зависимости (рис. 3). Из [7] известно, что ионы аргона при использованных энергиях пучка имеют проективный пробег в платине не более чем 10 nm.

Отсюда очевидно, что пороговое распухание в материале происходило не за счет присутствия в дефектах имплантированных ионов аргона, поскольку нанопоры наблюдались в металле до глубины 60 nm. Детальный анализ экспериментальных данных позволил предположить, что в результате ионной имплантации имели место непрерывное

возникновение и миграция внедренных атомов и вакансий на стоки и объединение одиночных вакансий в вакансионные радиационные кластеры (нанопоры).

Таким образом, в атомно-пространственном масштабе проведено экспериментальное изучение образования нанопор как на поверхности, так и в приповерхностном объеме металлов в нанометровом диапазоне от облученной поверхности.

Определены режимы ионной имплантации, при которых начинается образование нанопор. Для чистых металлов (Pt) нанопоры возникают при флюенсах  $10^{17} - 10^{18}$  ион/см<sup>2</sup> в диапазоне энергий 20–30 keV, начиная с  $j = 200 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ . Изучено распределение и объемная доля нанопор в приповерхностном объеме материала. В результате установлено, что до 40% нанопор сосредоточено в приповерхностном слое толщиной 10 nm, в дальнейшем объемная доля нанопор уменьшалась по логарифмической зависимости. Полученные результаты могут быть использованы для прогнозирования радиационной стойкости материалов на основе ГЦК-металлов.

Работа выполнена при поддержке Уральского отделения Российской академии наук (Программа ОФН РАН № 5, рег. н. 12-Т-2-1004 „Физика новых материалов и структур“) и поддержана Федеральной целевой программой „Научные и научно-педагогические кадры инновационной России“ на 2009–2013 годы, № контракта П831.

## Список литературы

- [1] Гусева М.И. Ионная имплантация в неполупроводниковые материалы / Итоги науки и техники. Сер. Физические основы лазерной и пучковой технологии. Т. 5. М.: ВИНТИ, 1989.
- [2] Модифицирование и легирование поверхности лазерными, ионными и электронными пучками / Под ред. Дж. Поута, Г. Фоти и Д. Джекобсона. М.: Машиностроение. 1987. 424 с.
- [3] Ивченко В.А., Медведева Е.В. // Изв. вузов. Физика. 2009. № 8/2. С. 410–412.
- [4] Ивченко В.А., Соткин Н.Н. // Письма в ЖТФ. 1999. Т. 25. В. 6. С. 60–64.
- [5] Ivchenko V.A., Ovchinnikov V.V., Goloborodsky B.Yu., Sytkin N.N. // Surface Science. 384, 1997. V. 384. P. 46–51.
- [6] Ивченко В.А., Соткин Н.Н., Кузнецова Л.Ю. // Письма в ЖТФ. 2000. Т. 26. В. 13. С. 5–10.
- [7] 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.