

05;10;12

## Получение ультрадисперсных порошков при распылении мишени мощным ионным пучком наносекундной длительности

© Г.Е. Ремнев, А.Н. Закутаев, Ю.Ф. Иванов,  
В.А. Макеев, А.В. Потемкин, В.М. Матвиенко

НИИ ядерной физики при Томском политехническом университете  
E-mail: remnev@ephc.npi.tpu.ru

Поступило в Редакцию 13 апреля 2000 г.

Приведены результаты экспериментальных исследований получения ультрадисперсных порошков путем абляции мишеней из алюминия и стали импульсным мощным ионным пучком. Размеры полученных частиц лежат в диапазоне от 2.5 до 700 nm при параметрах пучка: энергия ионов — 300 keV, плотность тока 250–300 A/cm<sup>2</sup>, длительность импульса — 60 ns. Угол, в котором распространяются частицы, составляет 30–40°. Оцененные энергозатраты по пучку составляют 6 kW · h на 1 kg материала, распыленного с алюминиевой мишени.

Получение, исследование свойств и применение ультрадисперсных порошков (УДП) продолжает быть актуальным вопросом в настоящее время. Из известных методов получения УДП [1,2] близким аналогом к обсуждаемому в данной статье является метод электрического взрыва проводников, при этом энергозатраты на получение порошка этим методом составляют  $\sim 10 \text{ kW} \cdot \text{h/kg}$  [3]. Импульсные пучки заряженных частиц наносекундной длительности при воздействии на металлические, а также диэлектрические материалы обеспечивают концентрацию энергии, необходимую для взрыва поверхностного слоя мишени. В ряде работ (см., например, ссылки в [4]) импульсный мощный ионный пучок использован для сверхбыстрого осаждения тонких пленок из абляционной плазмы, генерируемой при взаимодействии пучка с мишенью. В работе [5] плазма, формируемая на поверхности мишени, использована для получения микрочастиц оксидов, которые образуются при ее взаимодействии с кислородом. Важно отметить, что использование импульсных мощных ионных пучков для взрыва поверхностного слоя мишени обладает двумя существенными особенностями: во-первых, нет

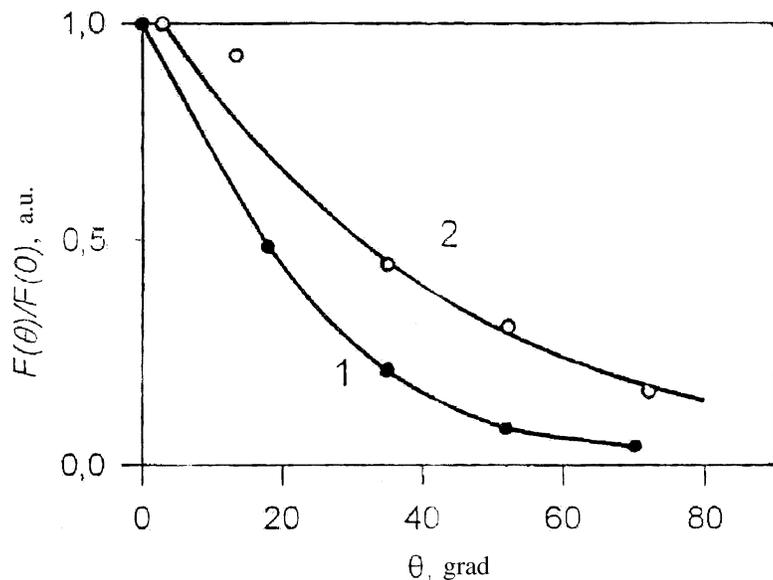
специальных требований к форме и размерам мишени; во-вторых, их можно использовать для распыления любых твердых материалов, в том числе композитных и диэлектрических.

В настоящей работе излагаются результаты использования импульсных мощных ионных пучков (энергия ионов  $\sim 300$  eV, плотность тока на мишени  $250\text{--}300$  A/cm<sup>2</sup>, длительность импульса  $\sim 50$  ns) для получения УДП. Схема эксперимента, реализованная в работе, подобная описанной в [4]. Использовался ускоритель "Темп-2" со следующими параметрами пучка: энергия ионов  $\sim 350$  keV, плотность тока  $\sim 250$  A/cm<sup>2</sup>, длительность импульса  $\sim 60$  ns. В качестве мишени для распыления выбраны технически чистый алюминий и сталь Гадфильда (Fe-1.2 C-12.6 Mn-0.97 Ni-0.32 Si,-0.29 Cr-0.005 S, w.%). Микрочастицы для анализа собирались на угольные пленки, полученные стандартным методом в вакуумном посту ВУП-2к и помещенные на специальные медные сеточки. Морфологический, гранулометрический и фазовый анализ осуществляли методами электронной дифракционной микроскопии на просвет с использованием прибора ЭМ-125.

Распыляемый за счет абляции материал мишени включает две составляющие: пароплазменную и микрочастицы. Их весовые соотношения, как было обнаружено в экспериментах, определяются плотностью мощности в импульсе и степенью дефектности поверхностного слоя. Характеристики поверхностного слоя при этом во многом определяются числом предшествующих импульсов тока на мишени. Угловые распределения микрочастиц (рис. 1, кривая 1) и всего распыляемого материала (рис. 1, кривая 2) имеют различный характер. Функциональный анализ экспериментальных результатов (рис. 1) показывает, что половинный угол разлета микрочастиц  $\theta_{1/2} \approx (15\text{--}20)^\circ$ , в то время как для всего распыленного материала  $\theta_{1/2} \approx (25\text{--}30)^\circ$ . Данные получены при использовании алюминиевой мишени.

По морфологическому признаку формирующиеся в процессе распыления микрочастицы можно условно разделить на три группы.

Во-первых, это монокристаллические частицы в виде сплюснутых сфероидов (рис. 2, а). Размеры этих частиц (диаметр) изменяются в основном в диапазоне 300–700 nm. Данные частицы присутствуют преимущественно в центральной области осаждающегося абляционного материала. Частицы меньших размеров распределены по всему объему абляционного факела хаотически. Электронно-микроскопический

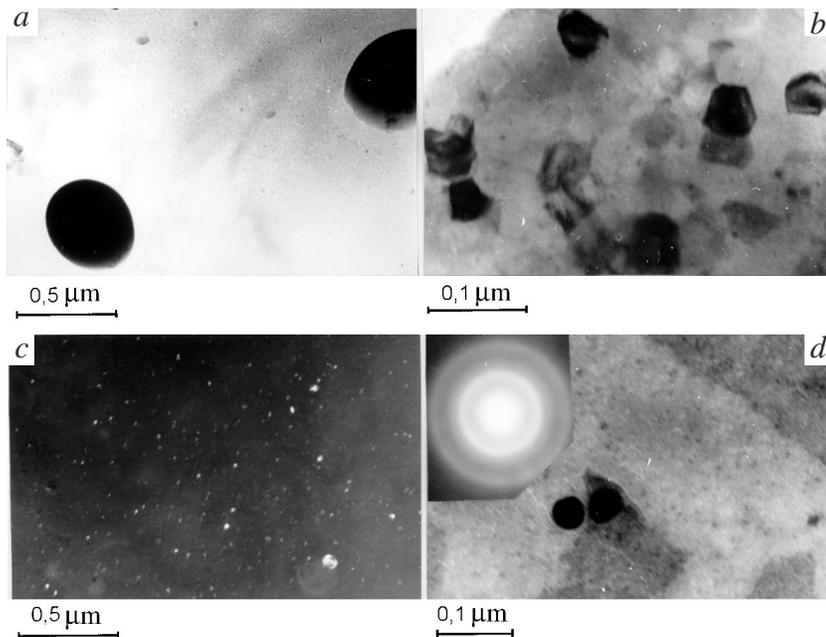


**Рис. 1.** Угловая зависимость капельной фракции (1) и общей массы распыленного материала (2) при воздействии импульсного мощного ионного пучка на медную мишень. Аппроксимирующие функции: 1 —  $\sim \exp(-2.5|\theta|)$ ; 2 —  $\sim \exp(-1.4|\theta|)$ .

микродифракционный анализ показывает, что частицы сформированы алюминием.

Во-вторых, это частицы неправильной — ”осколочной формы”, имеющие поликристаллическое строение (рис. 2, *b*). Размер частиц изменяется в том же (300–700 nm) интервале. Размер кристаллитов, формирующих частицы, составляет 40–50 nm. Из результатов микродифракционного анализа можно сделать вывод, что данную группу частиц формируют оксиды алюминия и карбид алюминия. При этом частицы окисной фазы имеют более крупную поликристаллическую структуру по сравнению с карбидной.

В-третьих, это частицы округлой формы, размер которых лежит в основном в диапазоне 20–60 nm (рис. 2, *c*). Из результатов микродифракционного анализа следует, что данные частицы сформированы алю-

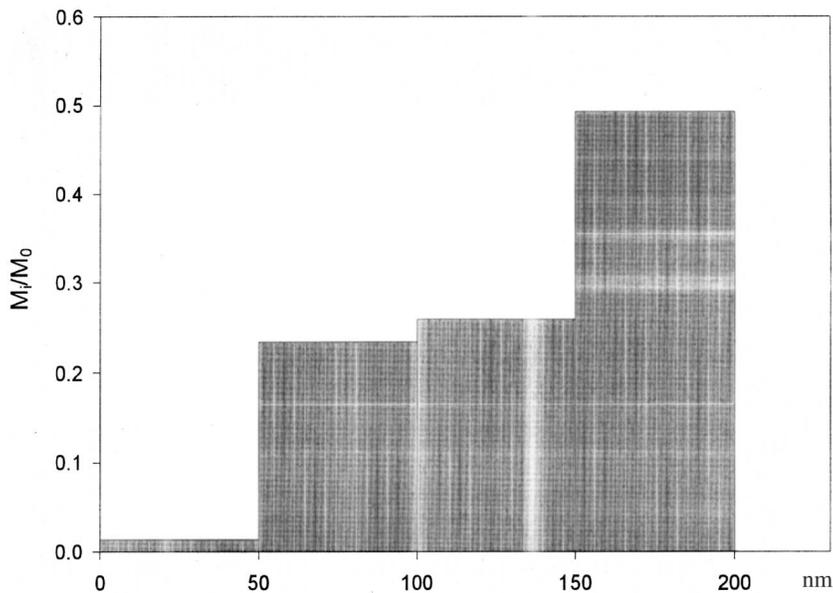


**Рис. 2.** Электронно-микроскопические изображения УДП, формирующихся при воздействии МИП на мишень: *a, b, d* — светлопольные изображения, *c* — темное поле в рефлексе [111] Al.

минием. Распределение массы частиц периферийной зоны абляционного факела по размерам, приведенное на рис. 3, свидетельствует, что третья группа составляет  $\sim 30\%$  от общей массы частиц.

При осаждении абляционного материала, формируемого на мишени из стали Гадфильда, образуемая на подложке пленка имела аморфное состояние (рис. 2, *d*). Это позволило на фоне пленки четко выделить и проанализировать частицы нанометрового диапазона. Минимальный регистрируемый размер частиц составил 2.5 nm. Ранее [6] было показано, что стехиометрический состав абляционного материала соответствует стехиометрическому составу мишени.

Из изложенных выше результатов следует, что при распылении твердой мишени мощным ионным пучком образуется ультрадисперс-



**Рис. 3.** Распределение массы микрочастиц периферийной зоны абляционного факела по размерам.

ная порошковая фракция. Микрочастицы различаются по морфологии (осколки, сфероиды), внутренней структуре (моно- и поликристаллы), размерам (от 2.5 до 700 nm, рис. 3) и фазовому составу (чистые металлы, оксиды, карбиды). Можно предположить, что микрочастицы осколочной морфологии формируются из фрагментов поверхностного слоя материала мишени в результате его взрыва. При этом карбидная и окисные фазы являются продуктом взаимодействия материала мишени с атомами углерода и кислорода, адсорбированными на поверхности. Микрочастицы сфероидной (каплевидной) формы образуются в результате оплавления фрагментов мишени тем же пучком за время его действия после отрыва фрагментов от поверхности. Сфероидные частицы нанометрового размера образуются, по всей видимости, в результате разбрызгивания расплавленного слоя мишени и развала частиц большего размера.

Представляет интерес в рамках практического использования данного метода получения УДП оценить энергетические затраты. Данные оценки были проведены на основании результатов микровзвешивания мишени до и после распыления. Для алюминия энергозатраты составили  $\approx 6 \text{ kW} \cdot \text{h}$  на 1 kg распыленного материала. Эта величина является интегральной, не оптимизированной по параметрам пучка.

Таким образом в настоящей работе показана возможность получения УДП при распылении металлических материалов мощным ионным пучком. Размер формирующихся частиц лежит в диапазоне от 2.5 до 700 nm. Узкая угловая зависимость микрочастиц ( $\theta_{1/2} \approx 15\text{--}20^\circ$ ) позволяет решить вопрос их сбора достаточно простым способом.

## Список литературы

- [1] *Морохов И.Д., Трусов Л.И., Лаповок В.Н.* Физические явления в ультрадисперсных средах. М.: Энергоиздат, 1984.
- [2] *Гусев А.И.* Нанокристаллические материалы: методы получения и свойства. Екатеринбург: УрО РАН, 1998. 200 с.
- [3] *Физико-химия ультрадисперсных порошков // Межвузовский сборник научных трудов.* Томск: НИИ Высоких напряжений при ТПУ, 1990. Ч. 1. 86 с.
- [4] *Ремнев Г.Е., Закутаев А.Н., Иванов Ю.Ф.* и др. // Письма в ЖТФ. 1996. Т. 22. В. 8. С. 68–72.
- [5] *Букаемский А.А.* / Ультрадисперсные материалы. Получение и свойства. Красноярск, 1990. С. 81–91.
- [6] *Isakov I.F., Remnev G.E., Zakoutaev A.N.* // Beams-92: Proceedings of the 9<sup>th</sup> Intern. Conf. on High-Power Particle Beams NTIS. Springfield: VA, 1992. P. 1966–1970.