

4. Белугина, Н. В. Атомно-силовая микроскопия поверхности зеркального скола дефектных кристаллов ТГС / Н. В. Белугина, Р. В. Гайнутдинов, А. Л. Толстихина // *Поверхность*. – 2008. – № 9. – С. 9–13.
5. Hoshino, S. Crystal structure of the ferroelectric phase of (glycine) $3\cdot\text{H}_2\text{SO}_4$ / S. Hoshino, Y. Okaya, R. Pepinsky // *Phys. Rev.* – 1959. – Vol. 115. – P. 323–330.
6. Ivanov, N. R. Bias field configuration and twinning in large LADTGS crystals / N. R. Ivanov, V. V. Dolbinina, S. P. Chumakova // *Cryst. Rep.* – 2009. – Vol. 54, N 7. – P. 1249–1255.

ВЛИЯНИЕ ОБЛУЧЕНИЯ ИОНАМИ Xe^+ НА ТОПОГРАФИЮ И СОСТАВ ПОВЕРХНОСТИ ГРАФИТА

А. И. Туровец, С. М. Барайшук, И. С. Ташлыков

*Белорусский государственный педагогический университет
им. Максима Танка, Минск, Беларусь*

Введение. Графиты широко используются в черной и цветной металлургии, ядерной энергетике, авиационной и космической технике, электронике и химическом машиностроении. Анализ публикаций показывает, что актуальными являются исследования модифицирования свойств графита в результате воздействия на них потоков различных частиц, в частности изучаются: коэффициенты распыления графитов различных марок и зависимость коэффициента распыления от угла падения ионов водорода, дейтерия, гелия, азота, аргона, а также влияние на распыление рельефа поверхности облучаемых графитов [1–4]; влияние бомбардировки ионами C^+ , Xe^+ на электронные, оптические свойства и наноструктуру алмазоподобных пленок углерода [5, 6]; механизмы и продукты эрозии при облучении графитов потоками водородной плазмы [7]; морфология, элементный состав и структура поверхностного слоя графитов при облучении осколками деления и ионами азота, висмута, криптона [8–12]. Вместе с тем недостаточно изученными остаются процессы влияния ионного облучения на перераспределение компонентов графита по глубине, на локализацию имплантированной примеси, эволюцию морфологии поверхности на нанометровом уровне под действием облучения.

В данной работе обсуждаются результаты исследования влияния облучения графита ионами Xe^+ на структуру, элементный состав, топографию поверхности образцов.

Материалы и методы исследования. Образцы для облучения были изготовлены из графита в виде прямоугольных параллелепипедов со сторонами $10\times 8\times 2$ мм³. Пластинки были облучены ионами Xe^+ с энергией $E_{\text{Xe}} = 20$ кэВ, плотностью тока $j_{\text{cp}} = 1,2$ мкА/см². Облучение прекращалось при достижении интегральных потоков ионов $1\cdot 10^{14}$, $3\cdot 10^{14}$, $1\cdot 10^{15}$, $3\cdot 10^{15}$ см⁻², т. е. спустя 13, 40, 133, 400 с соответственно. Вакуум в мишенной камере в области держателя

образцов составлял $4 \cdot 10^{-4}$ Па. Кроме того, держатель с мишенью защищались охлаждаемым жидким азотом экраном, что позволяло избежать переосаждения элементов, распыляемых в результате облучения с поверхности образца.

Для элементного анализа поверхности образцов применялся метод Резерфордского обратного рассеяния (РОР) ионов гелия с энергией $E_0 = 2$ МэВ и геометрией рассеяния: углы рассеяния, влета и вылета $\Theta = 168^\circ$, $\Theta_1 = 0^\circ$ и $\Theta_2 = 12^\circ$ соответственно. Энергетическое разрешение детектора было $\Delta E = 25$ кэВ, при этом разрешение по глубине в графите составляло 45 нм. Изучение послойной концентрации элементов проводилось при использовании компьютерного моделирования экспериментальных спектров РОР с применением программы RUMP [13].

Морфология поверхности графита, облученного ионами Xe^+ с различными интегральными потоками, изучалась при использовании атомно-силовой микроскопии в контактном режиме (атомно-силовой микроскоп NT-206, ОДО «Микротестмашины», с кремниевыми кантилеверами типа CSC21, «Micro-Mash») и программы Surface Explorer для получения двух- и трехмерных изображений поверхности, а также определения ее шероховатости.

Результаты и их обсуждение. Элементный состав графита. На рис. 1 приведены энергетические (экспериментальный и восстановленный) спектры РОР ионов He^+ от образца графита, облученного ионами Xe^+ . Как следует из спектров, в состав графита кроме углерода входят кислород, кремний, кальций и вольфрам. После облучения на спектре появляется сигнал от внедренного в графит ксенона.

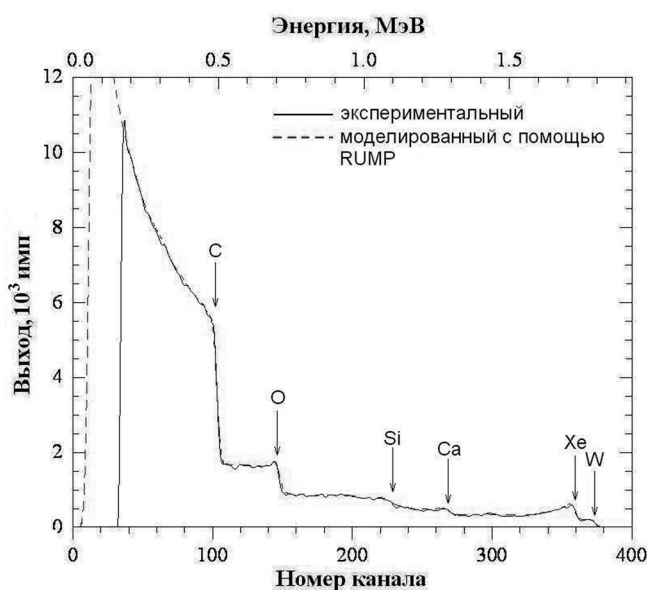


Рис. 1. Энергетические (экспериментальный и моделированный) спектры РОР ионов He^+ с $E_0 = 2$ МэВ от образца графита, облученного ионами Xe^+ с интегральным потоком $1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$

Моделирование экспериментальных спектров РОР, полученных от исходных образцов, выявило наличие в составе графита кислорода с концентрацией ~5 ат.%, кремния ~1 ат.%, кальция ~0,1 ат.%, и вольфрама ~0,02 ат.%. Отметим также значительное содержание в нем водорода (20–25 ат.%). Наличие в графите W, Ca, Si, O, H, по-видимому, является следствием условий естественного формирования графита.

Концентрация кислорода и вольфрама по глубине в графите, облученном ионами Xe^+ , остается неизменной, а профили распределения кальция и кремния по глубине схожи, однако доля кремния в графите выше приблизительно в 3 раза (при любом интегральном потоке). Содержание водорода снижается от 20–30 ат.% в приповерхностном слое (толщиной 45 нм) до 5–9 ат.% в глубине графита. Распределение элементов по глубине в графите после облучения ионами Xe^+ качественно подобно при различных интегральных потоках.

С применением программы TRIM [14] рассчитан проективный пробег ионов Xe^+ в графите (R_p), который при энергии ионов 20 кэВ составляет 19,5 нм, а среднеквадратическое отклонение пробега ионов Xe^+ в продольном направлении (ΔR_p) – 3,6 нм. Согласно результатам послойного анализа, в слое толщиной 45 нм наблюдается максимальная концентрации Xe, что согласуется с теоретическими расчетами R_p и ΔR_p (рис. 2).

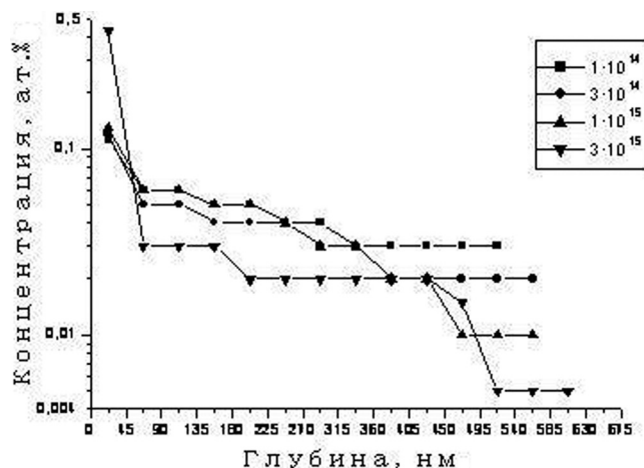


Рис. 2. Распределение ксенона по глубине в облученном графите

Увеличение интегрального потока Xe^+ с $1 \cdot 10^{14}$ до $1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ сопровождается ростом концентрации Xe в области пика на 18% при наблюдаемом снижении его концентрации по всей толщине анализируемого слоя графита. Этот же эффект, только более ярко выраженный, имеет место, когда поток ионов Xe^+ возрастает до $3 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$. В приповерхностном слое концентрация Xe увеличивается в ~3,3 раза, достигая 0,43 ат.%, а в объеме графита на разных глубинах уменьшается в ~2–15 раз.

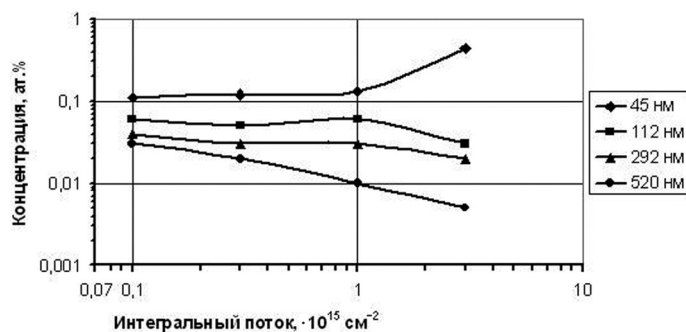


Рис. 3. Концентрация ксенона в слое толщиной 45 нм на поверхности и на разной глубине в образцах графита, облученных ионами Xe⁺ с интегральными потоками 0,1–3·10¹⁵ см⁻²

Рассчитав, как изменяется концентрация ксенона на разной глубине в облученном разными интегральными потоками ионов графите, мы получили зависимости, представленные на рис. 3, из которых следует, что при увеличении интегрального потока ионов Xe⁺ его концентрация растет на поверхности и уменьшается в глубине образцов графита. Очевидно, ксенон накапливается на поверхности не только за счет роста дозы, но и за счет вытягивания атомов ксенона из глубины графита на поверхность.

В целом отметим, что, в отличие от кремния, в котором Хе не растворяется [15] и поэтому не диффундирует в него при ионном облучении, в облученном графите мы наблюдаем Хе на глубинах ~500 нм и более, что в десятки раз превышает значения $R_p + \Delta R_p$. Следовательно, при ионном облучении в графите протекает радиационно-стимулированная диффузия атомов ксенона вглубь.

Топография поверхности облученного графита. При изучении графита, облученного ионами Хе⁺, были получены данные о топографии и шероховатости поверхности.

Снимки топографии поверхности исходного графита и графита, имплантированного ионами Хе⁺ с различными интегральными потоками, приведены на рис. 4.

Исходная поверхность графита является шероховатой за счет чешуек (крупных, порядка 15–20 мкм в поперечнике, и мелких, 1–2 мкм в поперечнике) и пор между ними (рис. 4, а). Во время облучения графита ионами Хе⁺ с интегральным потоком 1·10¹⁴ см⁻², как видно на рис. 4, б, распыляются преимущественно мелкие неоднородности, а поры между чешуйками углубляются, в результате этого полная площадь поверхности графита уменьшается, ее средняя шероховатость увеличивается. Следовательно, поверхность графита в целом упрощается, и представляет собой совокупность крупных неоднородностей, разделенных глубокими порами.

При облучении графита ионами Хе⁺ с интегральным потоком 3·10¹⁴ см⁻² и более происходит почти равномерное распыление поверхности. В результате

облучения поры между неоднородностями расширяются, а чешуйки (крупные и мелкие) приобретают округлую форму. Это приводит к снижению полной площади и средней шероховатости поверхности графита (рис. 4, в). Характерной особенностью облучения графита ионами Xe^+ с интегральным потоком $3 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ является возникновение на его поверхности полусферических чешуек диаметром от 0,2 до 0,8 мкм (рис. 4, з). Их появление мы связываем с образованием в приповерхностной области графита кластеров ксенона.

Авторами [16] качественно установлено, что при облучении графита ионами He^+ , Ar^+ и V^+ с энергиями 20–30 кэВ при интегральных потоках 10^{14} – 10^{16} см^{-2} существует некоторое пороговое значение интегрального потока для каждого вида ионов, превышение которого ведет к снижению степени шероховатости поверхности или, как минимум, к ее постоянству. Наши опыты подтверждают существование порогового значения интегрального потока для ионов Xe^+ ($1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$), превышение которого ведет к снижению степени шероховатости поверхности. Средняя шероховатость (R_a) площадок исходного графита размером $401,2 \text{ мкм}^2$ составляет 226,2 нм. После имплантации графита ионами Xe^+

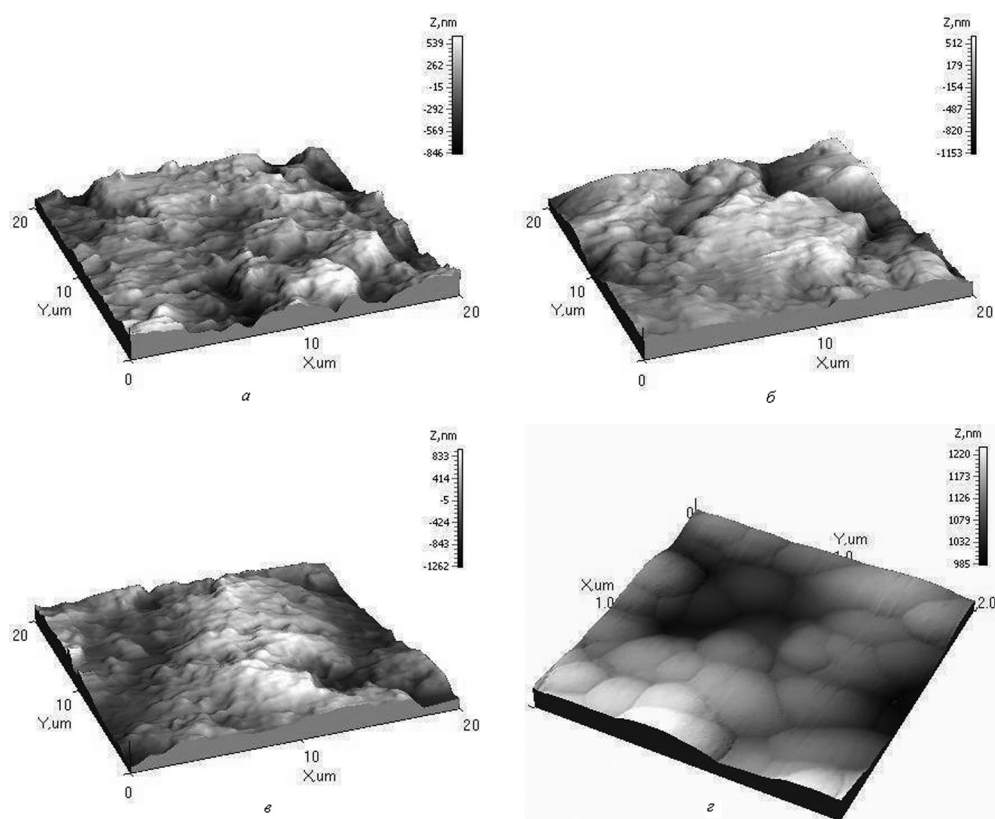


Рис. 4. Трехмерное изображение топографии поверхности исходного графита (а), графита, облученного ионами Xe^+ с интегральным потоком $1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ (б), $3 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ (в), $3 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ (з): а, б, в – поле сканирования $20 \times 20 \text{ мкм}^2$; з – поле сканирования $2 \times 2 \text{ мкм}^2$



Рис. 5. Зависимость средней шероховатости поверхности графита от интегрального потока ионов Хе⁺

шероховатость поверхности изменяется немонотонно. Ее увеличение максимально (на 37%) при интегральном потоке $1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ и при дальнейшем возрастании интегрального потока снижается (рис. 5). Таким образом, зависимость средней шероховатости поверхности графита от интегрального потока в изученной области значений имеет куполообразную форму с крутым подъемом и пологим спуском. Данные результаты свидетельствуют о возможности управления шероховатостью поверхности графита путем изменения интегрального потока при облучении.

Можно предположить несколько механизмов, которые в той или иной мере ответственны за формирование поверхности облученного графита – это образование аморфной фазы, накопление в приповерхностном слое облученного графита газообразного ксенона, а также распыление поверхности и переосаждение распыленного углерода [16].

Как мы предполагаем, наблюдаемое увеличение шероховатости поверхности (интегральный поток $1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$) и снижение ее при увеличении интегрального потока связаны с первоначальным накоплением атомов Хе в приповерхностных слоях графита и разрывом связей между графитовыми плоскостями, о возможности чего сообщалось авторами [17], изучавшими поведение конструкционного графита при облучении ионами азота (30 кэВ, $1 \cdot 10^{15} - 5 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$). Переосаждение распыленного углерода в наших экспериментах не является основным механизмом формирования поверхности облученного графита благодаря отмеченным выше конструкционным особенностям экспериментальной установки.

Заключение. Методом POP в сочетании с моделированием экспериментальных спектров с использованием программы RUMP установлен элементный состав, послойное распределение элементов в графите, облученном ионами Хе⁺ с различными интегральными потоками в интервале $1 \cdot 10^{14} - 3 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$. Выявлено наличие в составе графита кислорода, кремния, кальция, вольфрама и водорода, которые являются сопутствующими примесями, содержащимися в графите. Содержание элементов достаточно равномерно по глубине,

но их концентрация в приповерхностной области графита незначительно перераспределяется при облучении ионами Xe^+ : увеличивается содержание водорода и кислорода, но снижается концентрация углерода, кремния и кальция.

Содержание ксенона в пике при возрастании интегрального потока от $1 \cdot 10^{14}$ до $1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ постепенно увеличивается примерно на 18%. Дальнейшее увеличение интегрального потока в 3 раза вызывает повышение содержания ксенона в 3,3 раза. Установлено, что глубина проникновения ионов Xe^+ с ростом интегрального потока увеличивается на 17%, достигая 650 нм при интегральном потоке $3 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$, что многократно превышает расчетные значения проективного пробега и страгглинга пробега ионов Xe^+ в графите и может быть объяснено протеканием процессов радиационно-стимулированной диффузии ксенона в графит. Вместе с тем содержание ксенона в глубине облученного графита уменьшается от 0,03 до 0,005 ат.% с ростом интегрального потока. Следовательно, накопление ксенона на поверхности обусловлено не только увеличением дозы ионов, но и перераспределением концентрации ксенона по глубине.

Изучено развитие топографии поверхности графита в зависимости от интегрального потока. Установлено значение порогового интегрального потока для ионов Xe^+ ($1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$), превышение которого ведет к снижению степени шероховатости поверхности графита. Зависимость средней шероховатости поверхности графита от интегрального потока в изученной области значений имеет куполообразную форму с крутым подъемом и пологим спуском. Характер этой зависимости, как мы предполагаем, связан с первоначальным накоплением атомов Хе в приповерхностных слоях графита и разрывом связей между графитовыми плоскостями, что облегчает распыление поверхности. На поверхности графита, облученного ионами Xe^+ с интегральным потоком $3 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$, образуются полусферические чешуйки диаметром от 0,2 до 0,8 мкм. Их формирование мы связываем с образованием в приповерхностной области графита кластеров ксенона.

Список использованных источников

1. Распыление углеродных материалов ионами водорода, дейтерия и гелия в припороговой области энергий / А. Л. Суворов [и др.] // Вопросы атомной науки и техники. Сер. Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. – 2000. – № 4. – С. 6–9.
2. The influence of surface roughness on the angular dependence of the sputter yield / M. Kustner [et al.] // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research. – 1998. – Vol. B145. – P. 320–331.
3. Экспериментальное и компьютерное изучение угловой зависимости коэффициента распыления графита / Е. С. Машкова [и др.] // Поверхность. Физика, химия, механика. – 1994. – № 2. – С. 33–37.
4. Влияние ионно-индуцированного рельефа на высокодозное распыление графита / А. М. Борисов [и др.] // Вопросы атомной науки и техники. Сер. Термоядерный синтез. – 2004. – № 2. – С. 65–72.

5. Влияние бомбардировки ионами углерода на наноструктуру алмазоподобных пленок / И. А. Файзрахманов [и др.] // Физика и техника полупроводников. – 2001. – Т. 35, вып. 5. – С. 612–618.
6. Модификация наноструктуры алмазоподобных пленок углерода бомбардировкой ионами ксенона / И. А. Файзрахманов [и др.] // Физика и техника полупроводников. – 2003. – Т. 37, вып. 6. – С. 748–752.
7. Эрозия углеграфитовых материалов при облучении интенсивными потоками плазмы / Н. И. Архипов [и др.] // Вопросы атомной науки и техники. Сер. Термоядерный синтез. – 2009. – № 4. – С. 3–13.
8. СТМ-анализы поверхностной структуры графита, подвергнутого импульсному облучению осколками деления / М. А. Козодаев [и др.] // Вопросы атомной науки и техники. Сер. Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. – 2000. – № 4. – С. 31–33.
9. Модификация поверхностного слоя графита при высокодозном распылении ионами азота энергии 15–30 кэВ / А. М. Борисов [и др.] // Вестн. Нижегородского университета им. Н. И. Лобачевского. Сер. Физика твердого тела. – 2001. – № 2. – С. 71–80.
10. Исследование воздействия ионов криптона с энергией 305 MeV на высокоориентированный пиролитический графит / А. Ю. Дидык [и др.] // Письма в ЖТФ. – 2000. – № 17. – С. 1–6.
11. Исследование измененного поверхностного слоя высокоориентированного пирографита при высоких флюенсах ионного облучения / Н. Н. Андрианова [и др.] // Вопросы атомной науки и техники. Сер. Термоядерный синтез. – 2008. – № 4. – С. 37–48.
12. Распыление твердых тел под действием тяжелых ионов и температурные эффекты в электронной и решеточной подсистемах / И. В. Амирханов [и др.] // Физика элементарных частиц и атомного ядра. – 2006. – № 6. – С. 1592–1644.
13. Doolittle, L. R. A semiautomatic algorithm for Rutherford backscattering analysis / L. R. Doolittle // Nucl. instr. meth. in phys. res, 1986. – В. 15. – P. 227–238.
14. Zigler, J. F. The stopping range of ions in solids / J. F. Zigler, J. P. Biersak, U. Littmark // Pergamon Press, Oxford, 1985. – Vol. 1. – P. 321.
15. Villars, P. Handbook of ternary alloy phase diagrams / P. Villars, A. Prince, H. Okamoto. – Oh.: ASN International, 1996. – 13 808 p.
16. Исследование поверхностных и объемных дефектов в углероде и кремнии методами автоионной и сканирующей туннельной микроскопии / А. Л. Суворов [и др.] // Журнал технической физики. – 2000. – Т. 70, вып. 3. – С. 56–61.
17. Влияние облучения ионами азота на свойства пиролитического графита / Е. А. Лигачева [и др.] // Изв. ВУЗов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. – 2008. – № 2. – С. 42–46.