

РАСПЫЛЕНИЕ УГЛЕРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ ИОНАМИ ВОДОРОДА, ДЕЙТЕРИЯ И ГЕЛИЯ В ПРИПОРОГОВОЙ ОБЛАСТИ ЭНЕРГИЙ

А.Л.Суворов¹, М.И.Гусева², С.Н.Кориунов², А.Г.Залужный³, Н.Е.Лазарев¹

¹*ГНЦ РФ Институт теоретической и экспериментальной физики, Москва, Россия*

²*РНИИ Курчатовский институт, Москва, Россия*

³*Московский инженерно-физический институт (технический университет), Москва, Россия*

Основанная на автоионно-микроскопических анализах оригинальная методика определения коэффициентов распыления электропроводящих материалов при бомбардировке легкими ионами в припороговой области энергий (от 10 до 500 эВ) реализована для трех углеродных материалов: высокопрочного реакторного графита МПГ-6, высокоориентированного пиролитического графита (ВОПГ) и полиакрилонитрильных углеродных волокон УКН-400. Получены и проанализированы энергетические зависимости коэффициентов распыления указанных углеродных материалов ионами водорода, дейтерия и гелия при их нормальном падении на поверхность образцов. Установлены энергетические пороги начала распыления исследованных материалов. Обнаружено, что значения пороговых энергий близки для МПГ-6 и ВОПГ ($E_{th} \approx 40$ эВ для ионов H^+ и $E_{th} \approx 30$ эВ для ионов D^+ и He^+) и заметно ниже для углеродных волокон ($E_{th} \approx 20$ эВ) всех трех типов ионов.

ВВЕДЕНИЕ

Информация о величинах коэффициентов распыления материалов, в первую очередь – конструкционных, работающих в различных радиационных полях, представляет, как известно, существенный научный и важнейший практический интерес [1]. К настоящему времени разными экспериментальными методами получено огромное количество данных по коэффициентам распыления, их энергетическим, угловым и температурным зависимостям для широкого спектра бомбардирующих поверхность твердых тел частиц [2]. Следует отметить, что данные эти, в значительной степени, противоречивы, причем в тем большей степени, чем меньшим энергиям бомбардирующих частиц они соответствуют [3]. Это и не удивительно, поскольку в припороговых областях энергий в силу своей специфики существующие методы дают весьма большую погрешность. В настоящей работе для определения коэффициентов распыления нескольких углеродных материалов авторы использовали развитую ими ранее в [4,5] весьма чувствительную оригинальную методику, основанную на модификации метода автоионно-микроскопического анализа [6,7]. Были изучены образцы из высокопрочного реакторного графита МПГ-6 [8], высокоориентированного пиролитического графита [9] и полиакрилонитридных углеродных волокон УКН-400 [10]. Распыление их поверхности осуществлялось в различных случаях ионами водорода, дейтерия и гелия.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

В качестве исследуемых образцов в настоящей работе были использованы стандартные для автоионной микроскопии острия со средними радиусами кривизны их вершин на уровне $R_0 \leq 100$ нм. В случае реакторного графита из массивных заготовок

сначала выпиливались штапики квадратного сечения $0,5 \times 0,5$ мм и длиной 1,0 см, которые затем заострялись либо механически, либо путем бомбардировки ионами C^+ . Для пиролитического графита от массивных заготовок с помощью бритвы или скотча прежде всего отслаивались тонкие, параллельные базисной плоскости слои, из которых с помощью бритвы отщеплялись сходящие “на нет” заостренные иглы. Наконец, образцы из углеродных волокон получались путем простого отрезания их бритвой поперек оси (толщина волокон составляла 7,0 мкм). Затем поверхности необходимой кривизны достигались непосредственно в автоионном микроскопе в результате ионной бомбардировки ионами изображающего газа при обратной полярности высокого напряжения [11,12].

Для измерения коэффициентов распыления указанных углеродных материалов была применена специально разработанная оригинальная экспериментальная методика, основанная на использовании автоионного микроскопа, измерении вариаций тока изображающих ионов на микроканальную пластину и вариаций яркости автоионных изображений на экране микроскопа. При этом микроканальная пластина использовалась и (как обычно в автоионном микроскопе) для усиления яркости изображений. Измерение вариаций ионного тока и яркости (точнее светового потока со всего флуоресцирующего экрана микроскопа, либо с выбранного участка) изображений осуществлялось всякий раз после импульсного облучения поверхности образцов ионами изображающего газа. Расчет числа удаленных с поверхности ионов осуществлялся с использованием предварительных оценок тока изображающих ионов с одного атома образца и параллельно даваемого изображением этого атома светового потока. В результате такой процедуры удавалось получать значения коэффициентов распыления даже для материалов, не дающих стабильные автоионно-микроскопические изображения с атомарным разрешением.

Именно к таким материалам относятся и углеродные. Следует отметить, что отработка такой методики была проведена на вольфраме; при этом для корректировки получаемых таким образом значений коэффициентов распыления использовались аналогичные значения, оцениваемые путем непосредственного подсчета числа поверхностных вакансий на разрешаемых в атомных деталях изображениях вольфрама [4,5].

В работе использовался цельнометаллический автоионный микроскоп оригинальной конструкции [13]. Для формирования системы импульсов между иглообразным образцом (катодом) и микроканальной пластиной (анодом) использовалась сетка металл-керамического катодного узла; узел помещался в пространство образец-флуоресцирующий экран только во время реализации одиночных импульсов облучения.

Для облучения образцов была разработана и использована оригинальная методика импульсного двухступенчатого изменения полярности высокого напряжения. При этом ионизация газа, который одновременно служил и изображающим, осуществлялась по механизму электронного удара в момент подачи короткого высоковольтного импульса обратной (отрицательной) полярности и генерации образцом автоэлектронов. Длительность таких “ионообразующих” высоковольтных импульсов не превышала 0,1 мкс, их амплитуда была равна 5,0 кВ. Одновременно с высоковольтным импульсом на образец подавался и низковольтный отрицательный импульс; его длительность была $\Delta t \geq 10$ мкс, а амплитуда ΔV соответствовала задаваемой энергии бомбардирующих ионов и варьировалась от 10 до 500 В с шагом не менее 10 В. Параллельно проводились и разнообразные контрольные анализы, реализующие различную последовательность импульсов и их параметров (в диодной и триодной конфигурациях); именно в последнем случае использовалась упомянутая выше сетка катодного узла.

Процедура измерения коэффициентов распыления включала в себя следующие основные операции:

а) изготовление острых образцов и их установку в автоионный микроскоп, который может работать в трех режимах: собственно автоионного микроскопа, десорбционного ионного микроскопа и автоэлектронного микроскопа;

б) вакуумную откачку микроскопа и напуск в различных случаях водорода, дейтерия или гелия; предварительный вакуум составлял $3 \cdot 10^{-9}$ Торр, после напуска газа $10^{-6} \div 10^{-5}$ Торр;

в) предварительную десорбирующую очистку поверхности образца и испарение материала образца полем с целью ее максимального сглаживания;

г) измерение величины ионного тока на микроканальную пластину или выбранный участок пластины;

д) измерение величины суммарного светового потока с флуоресцирующего экрана или с его части, соответствующей выбранному участку на микрока-

нальной пластине;

е) импульсное облучение поверхности образцов ионами выбранного газа;

ж) повторные измерения величин ионного тока и светового потока;

з) расчет коэффициентов распыления Y , соответствующих данной энергии бомбардирующих ионов, по разности ионных токов и световых потоков до и после импульса облучения.

Для одного и того же образца операции г), з) многократно повторялись. Число облучающих импульсов варьировалось от 10 до нескольких сот при низких коэффициентах распыления.

Важным этапом процедуры определения коэффициентов распыления Y являлся расчет флюенсов облучения. Подчеркнем, что это весьма нетривиальная задача. Именно она наряду с оценкой энергии бомбардирующих ионов и подсчетом числа образуемых при облучении единичных вакансий определяет некоторую условность получаемых значений Y . В настоящей работе флюенс облучения рассчитывался теоретически, основываясь на измеряемых экспериментально параметрах облучения [14].

Таблица 1
Экспериментальные значения коэффициентов распыления Y трех углеродных материалов ионами H^+

Энергия иона E , эВ	Коэффициент распыления Y , атом/ион		
	МПГ-6	ВОПГ	УКН-400
10			
20			$3 \cdot 10^{-3}$
30			$4 \cdot 10^{-3}$
40	$2 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$6 \cdot 10^{-3}$
50	$4 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$8 \cdot 10^{-3}$
100	$6 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10^{-2}$
200	$6 \cdot 10^{-3}$	$9 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10^{-2}$
300	$1 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-2}$	$4 \cdot 10^{-2}$
400	$8 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-2}$	$6 \cdot 10^{-2}$
500	$1 \cdot 10^{-2}$	$3 \cdot 10^{-2}$	$6 \cdot 10^{-2}$

3. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Основные экспериментальные результаты, приведенные для различных газов и разных углеродных материалов в табл. 1-3, показывают, что наибольшими по величине значениями коэффициентов распыления обладают углеродные волокна, тогда как для реакторного графита

Таблица 2.
Экспериментальные значения коэффициентов распыления Y трех углеродных материалов ионами D^+

Энергия иона E , эВ	Коэффициент распыления Y , атом/ион		
	МПГ-6	ВОПГ	УКН-400
10			
20			$3 \cdot 10^{-3}$
30	$1 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$
40	$2 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$9 \cdot 10^{-3}$
50	$4 \cdot 10^{-3}$	$6 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-2}$
100	$7 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-1}$
200	$2 \cdot 10^{-2}$	$3 \cdot 10^{-2}$	$9 \cdot 10^{-2}$
300	$4 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-1}$
400	$4 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-1}$
500	$4 \cdot 10^{-2}$	$6 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-1}$

и пиролитического графита эти значения близки между собой. Хотя для МПГ указанные значения несколько ниже, чем для ВОПГ. Видно также совпадение для этих двух материалов энергетических порогов начала распыления: в случае ионов H^+ $E_{th} \approx 40$ эВ, а в случае ионов D^+ и He^+ $E_{th} \approx 30$ эВ. Для углеродных волокон УКН-400 для всех трех типов бомбардирующих ионов $E_{th} \approx 20$ эВ. Меньшая величина пороговой энергии E_{th} для углеродных волокон может быть объяснена спецификой их структуры – высокой пористостью, “слоистостью” и т.п. Кроме того, необходимо принимать в расчет и возможный кластерный характер распыления.

На рис. 1 приведены полученные в настоящей работе энергетические зависимости коэффициентов распыления высокопрочного реакторного графита МПГ-6 ионами H^+ , D^+ и He^+ (везде кривые 3). Там же для сравнения даны теоретические (кривые 1) и экспериментальные (кривые 2) результаты других авторов [3].

Отметим, что имеющиеся различия можно объяснить как разными методами измерений (в случае экспериментальных данных), так и разными марками углеродных материалов. В то же время легко видеть, что указанные различия не слишком существенны.

При этом экспериментально энергетический порог E_{th} начала распыления углерода ионами водорода до настоящей работы определен не был. Рассчитанное теоретическое значение $E_{th} = 27,3$ эВ, соответствующее значение $Y = 0,0271$ атом/ион. В случае распыления углерода ионами дейтерия теоретические значения $E_{th} = 24,3$ эВ и $Y = 0,0601$ атом/ион. Наконец, для случая распыления углерода ионами гелия было измерено и экспериментальное значение $E_{th} = 30,2$ эВ; ему соответствует значение $Y = 0,387$

атом/ион. Теоретические значения этих величин составляют $E_{th} = 25,4$ эВ и $Y = 0,169$ атом/ион.

Таблица 3
Экспериментальные значения коэффициентов распыления Y трех углеродных материалов ионами He^+

Энергия иона E , кэВ	Коэффициент распыления Y , атом/ион		
	МПГ-6	ВОПГ	УКН-400
10			
20			$2 \cdot 10^{-3}$
30	$3 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$
40	$6 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$8 \cdot 10^{-3}$
50	$6 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-2}$
100	$6 \cdot 10^{-2}$	$4 \cdot 10^{-2}$	$9 \cdot 10^{-2}$
200	$6 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-1}$
300	$7 \cdot 10^{-2}$	$9 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-1}$
400	$1 \cdot 10^{-1}$	$9 \cdot 10^{-2}$	$3 \cdot 10^{-1}$
500	$2 \cdot 10^{-1}$	$1 \cdot 10^{-1}$	$4 \cdot 10^{-1}$

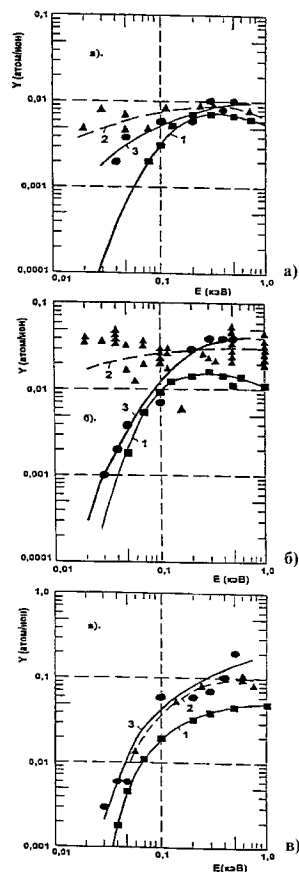


Рис. 1. Энергетические зависимости коэффициента распыления Y реакторного графита МПГ-6 ионами T^+ (а), C^+ (б) и He^+ (в). Кривые 1 везде соответствуют теоретическим значениям, кривые 2 - экспериментальным значениям (те и другие заимствованы из [3]), кривые 3 - данные настоящей работы

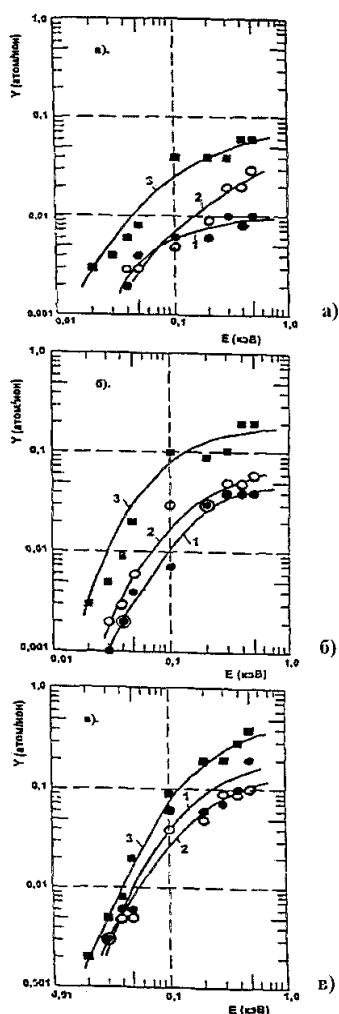


Рис.2. Энергетические зависимости коэффициента распыления Y углеродных материалов ионами H^+ (а), D^+ (б) и He^+ (в). Кривые 1 везде соответствуют реакторному графиту МПП-6, кривые 2 – высокоориентированному пиролитическому графиту ВОПИ и кривые 3 – полиакрилонитрильным углеродным волокнам УКН-400

Зависимости рис. 2 наглядно демонстрируют сказанное выше: углеродные волокна характеризуются заметно большими значениями коэффициентов распыления и значениями пороговой энергии E_{th} начала распыления, причем в случаях бомбардировки материалов ионами водорода и дейтерия это различие проявляется в существенно большей степени,

нежели в случае бомбардировки ионами гелия.

ЛИТЕРАТУРА

1. А.М. Паршин и др. *Структура и радиационная повреждаемость конструкционных материалов*. Ч. 1 – 3. М.: "Металлургия", 1996.
2. Распыление твердых тел ионной бомбардировкой. / Под ред. Р.Бериша. М.: "Мир", 1984 (т.1), 1986 (т.2).
3. W. Ekstein, C. Garcia-Rosales, J. Roth, W. Ottenberger. Sputtering Data, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, Report IPP 9/82, 1993.
4. M.I. Guseva, A.L. Suvorov, S.N.Korshunov, N.E. Lazarev. Sputtering of beryllium, tungsten, tungsten oxide and mixed W-C layers by deuterium ions in the near-threshold energy range. *J.Nucl. Mater.*, 1999, v.266-269, p.222.
4. М.И. Гусева, А.Л. Суворов, С.Н. Коршунов, Н.Е. Лазарев. Распыление вольфрама, окиси вольфрама и перемешанных слоев вольфрам-углерод ионами дейтерия в припороговой области энергий. //ЖТФ, 1999, т.69, вып.9, с.137.
5. E.W. Muller, T.T. Tsong *Field Ion Microscopy. Principles and Applications*. N.-Y., Elsevier, 1969.
6. А.Л. Суворов *Структура и свойства поверхностных атомных слоев металлов*. М.: "Энергоатомиздат", 1990.
7. *Свойства углеродных конструкционных материалов*: Справочник / Под ред. В.П.Соседова. М.: "Металлургия", 1975.
8. А.С. Фиалков, А.И. Бавер, Н.М. Сидоров. Пирографит // *Успехи химии*. 1965, т.34, № 1, с.132.
9. А.А. Конкин. *Углеродные и другие жаростойкие волокнистые материалы*. М.: "Химия", 1974.
10. А.Л. Суворов. *Автоионная микроскопия радиационных дефектов в металлах*. М.: "Энергоиздат", 1982.
11. Д.Е. Долин, А.А. Сосунов, А.Л. Суворов, Е.П. Шешин Устойчивость поверхности углеродных волокон к бомбардировке низкоэнергетичными ионами газов. //ЖТФ. 1990, т.60, № 12, с.115.
12. А.Ф. Бобков, С.В. Зайцев, В.А. Касаткин, А.Л. Суворов. Автоионный микроскоп с плазменной подготовкой поверхности образцов. //ПТЭ. 1985, № 6, с.188.
13. П.А. Березняк, В.В. Слезов. Расчет характеристик ионного потока, бомбардирующего вершину игольчатого эмиттера. //Радиотехника и электроника. 1972, т.17, с.354.