

**ПОЛЕВАЯ ИОННАЯ МИКРОСКОПИЯ СПЛАВОВ В УСЛОВИЯХ СТИМУЛИРОВАННОГО ПОЛЕВОГО ИСПАРЕНИЯ**

**В.А. Ксенофонтов, Е.В. Саданов, И.М. Михайловский, О.А. Великодная**  
**ННЦ «Харьковский физико-технический институт»,**  
**г. Харьков, Украина**

Представлен низкополевой вариант ионной микроскопии, обусловленный применением паров воды в процессах формирования ионных изображений. Продемонстрированы возможности метода на примере наблюдения границ зерен и вторых фаз в сплавах.

Полевая ионная микроскопия [1], обеспечивающая прямое наблюдение атомов кристаллической структуры на поверхности твердых тел, в качестве образцов использует острия с радиусом вершины нанометровых размеров. При подаче на образец положительного потенциала 2...30 кВ на вершине острия создается напряженность электрического поля  $(2...6) \cdot 10^{10}$  В/м. Такие его напряженности на поверхности образца приводят к ионизации атомов изображающего газа, необходимого для формирования ионного изображения, а также к полевому испарению поверхностных атомов материала. Испарение атомов происходит в виде ионов с формированием атомно-гладкой поверхности вершины образца. Для достижения разрешающей способности микроскопа на атомном уровне образец необходимо охладить до криогенных температур.

В настоящей работе предлагается изменить режим работы полевого ионного микроскопа в результате применения явления полевого испарения, стимулированного парами воды. Как было показано в работе [2], пары воды при давлении  $(2.5...3.5) \cdot 10^{-6}$  Торр снижают испаряющее поле вольфрама в 2-2.5 раза. Нами были проведены эксперименты по испарению вольфрамовых образцов при комнатной температуре и повышенном парциальном давлении паров воды (до  $10^{-3}$  Торр). Оказалось, что испаряющее поле вольфрама при этих условиях снижено в 100 раз (с  $5.5 \cdot 10^{10}$  до  $6 \cdot 10^8$  В/м). Аналогичный эффект такого сильного снижения напряженности испаряющего поля при повышенных парциальных давлениях паров воды и комнатной температуре был получен и на других материалах (Mo, Pt, Re, Fe, Au, Cu, стали, сплавы W-Re, аморфные сплавы и др.).

Интересным оказался факт наличия изображения на экране микроскопа при этих условиях. Интенсивность ионизации паров воды оказалась достаточной для формирования полевого ионного изображения при столь низких напряженностях электрического поля. Для определения напряженности поля на образце фиксировалось напряжение полевого стимулированного испарения. После такой обработки образец извлекался из камеры микроскопа, и в оптическом микроскопе определялся радиус кривизны вершины. Испарение в присутствии паров воды при напряжении  $\sim 20$  кВ приводит к тому, что радиус

кривизны вершины вольфрамового острия составляет несколько микрометров, а напряженность поля, вычисленная согласно [1], равна вышеуказанной ( $\sim 6 \cdot 10^8$  В/м).

Ионное изображение, получаемое в парах воды, можно наблюдать только в динамическом режиме, т.е. в процессе постоянного стимулированного испарения, которое в данном режиме невозможно остановить. Изображение проявляется отдельными яркими пятнами, непрерывно перемещающимися в сторону центральной части вершины. При этом они в некоторых случаях выявляют протяженные структурные особенности материала образца, в частности границы зерен, нановыделения. Глубина испаренного слоя рассчитывалась по изменению приложенного напряжения, начальному углу конуса острия, предварительно измеренному с помощью оптического микроскопа, и конечному радиусу кривизны вершины. По толщине испаренного слоя и времени испарения определялись скорости испарения, которые оказались равными 20...50 нм/с вдоль оси образца.

Разрешение полевого ионного микроскопа при исследовании таких микрометровых объектов практически не зависит от дифракционных эффектов и размеров молекул изображающего газа. Используя известное выражение для разрешающей способности полевых ионных микроскопов [1, 3], получим для температуры острия  $T = 300$  К и испаряющих полей  $6 \cdot 10^8$  В/м разрешение  $\delta = 7$  нм. В отличие от полевых ионных микроскопов, использующих в качестве изображающих инертные газы, разрешение микроскопа снижено, однако сохранены преимущества методики, связанные с возможностью формирования атомно-гладкой поверхности. Исследования микроструктуры происходит также в процессе послойного удаления материала образца непосредственно в камере микроскопа.

Примером использования полевого ионного микроскопа в данном режиме является наблюдение сплава W - 20 % Re (рис. 1). На снимках хорошо проявляются границы зерен и тройные стыки. Известно, что информация о пространственном залегании межзеренных границ играет важную роль для понимания процессов упрочнения и пластичности. Сопоставляя серию кадров, соответствующих

отдельным сечениям образца, и зная скорость испарения можно восстановить полную пространственную картину взаимосвязанной сети границ. Это поз-

воляет исследовать не только тройные стыки, но и такие неотъемлемые элементы зернограницной структуры, как четверные узлы.

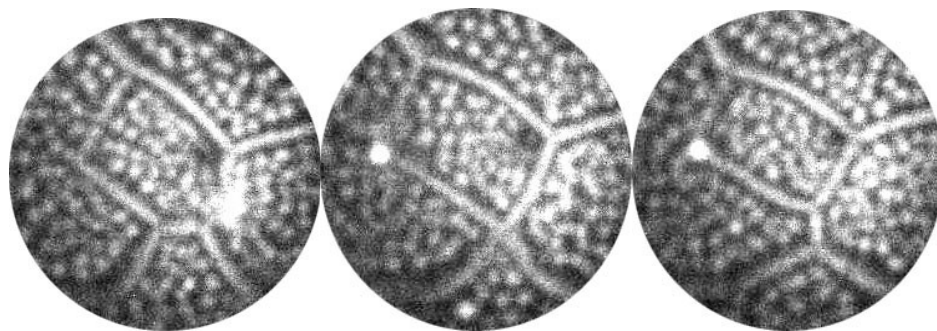


Рис. 1. Полевое ионное изображение сплава W-20%Re в низкополевым режиме

В нижней части снимков (см. рис. 1) можно наблюдать последовательную трансформацию двух тройных стыков в процессе прохождения через область сопряжения четырех зерен (четверной узел). Как видно, граница, связывающая два тройных стыка, меняет пространственную ориентацию на взаимно перпендикулярную в области перехода через узел. В момент перехода конфигурация стыкующихся границ характеризуется локальными двугранны-

ми углами, близкими к  $90^\circ$  для всех четырех зерен. Следует отметить, что не все границы явно наблюдаются в таком режиме работы полевого микроскопа. В левой части изображений (см. рис. 1) наблюдается тройной стык, в котором хорошо прорабатываются только две границы с углом разориентации  $\sim 100^\circ$ . Третья граница практически не наблюдаема, что, по нашим представлениям, связано со специальной или малоугловой разориентацией соседних зерен.

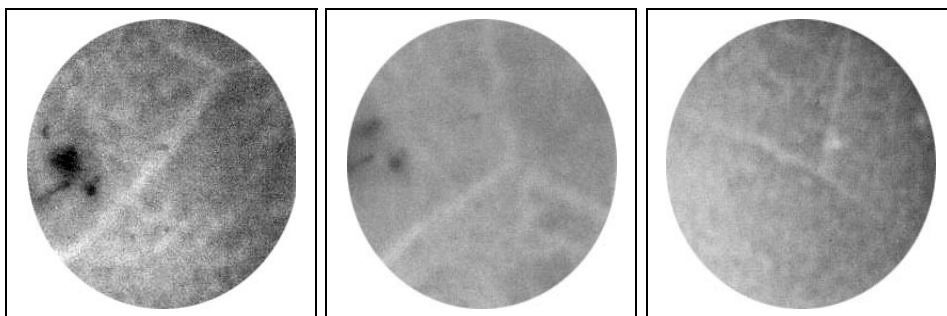
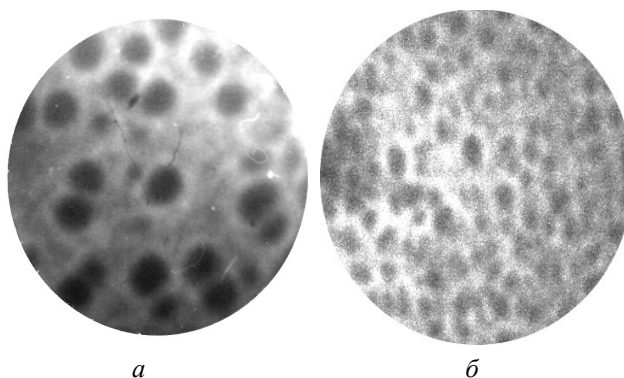


Рис. 2. Изображение сплава нихром в парах воды

Наблюдение границ зерен и тройных стыков в нихроме показано на рис. 2. Здесь можно наблюдать эволюцию тройных стыков с двугранными углами от  $70$  до  $120^\circ$ . Материал является более крупнозернистым, чем сплав W - 20 % Re, и поэтому количество границ и тройных стыков здесь было существенно меньше.

Ионно-микроскопический режим с использованием паров воды выявляет не только структурные,

но и фазовые несовершенства сплавов. На рис. 3,а приведено изображение сплава PE-16 (нимоник), в котором присутствуют сферические выделения с размерами  $\sim 10$  нм. Для сравнения на рис. 3,б приведено изображение этого же сплава, полученное в традиционном высокополевым режиме при температуре  $78$  К. Изображения качественно аналогичны.



а

б

Рис. 3. Сферические выделения в сплаве PE-16 в низкополевом (а) и высокополевом (б)) режимах

Наблюдение некоторых сплавов в данном режиме, например Nb-50%Ti, проявляет очень необычные картины (рис. 4). Их трактовка в данный момент затруднена и требует проведения дополнительных исследований.

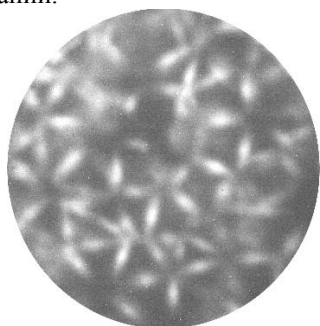


Рис. 4. Особенности наблюдения сверхпроводящего сплава Nb-50%Ti микрометровых размеров

Таким образом, в настоящей работе продемонстрированы новые возможности метода ионно-микро-

скопического исследования различных сплавов при напряженности электрического поля на вершине острия на два порядка ниже, чем при стандартных ионно-микроскопических исследованиях. Это позволило увеличить объем исследованного материала в одном эксперименте до  $10^3 \dots 10^4$  мкм<sup>3</sup>, что на 3-4 порядка больше объема материала, испаряемого полем при стандартных ионно-микроскопических наблюдениях с использованием инертных газов в качестве изображающих.

#### ЛИТЕРАТУРА

- 1.Э.В. Мюллер, Т.Т. Цонг. *Автоионная микроскопия*. М.: «Металлургия», 1972, 360 с.
- 2.Н.М. Блашенко, Г.Я. Лаврентьев, В.Н. Шредник // *Письма в ЖТФ*. 2004, т. 30, в.12, с. 50-55.
- 3.В.А. Ксенофонов, Е.В. Саданов, И.М. Михайловский, О.А. Великодная // *Письма в ЖТФ*. 2005, т. 3, в. 20, с.76-81.

#### ПОЛЬОВА ІОННА МІКРОСКОПІЯ СПЛАВІВ В УМОВАХ СТІМУЛЬОВАНОГО ПОЛЬОВОГО ВИПАРУВАННЯ

*В.О. Ксенофонов, Є.В. Саданов, І.М. Михайловський, О.О. Великодна*

Наведено низькопольовий варіант іонної мікроскопії, обумовлений використанням водяного пару у процесі формування іонних зображень. Продемонстровані можливості методу на прикладі спостереження меж зерен та других фаз у сплавах.

#### FIELD ION MICROSCOPY OF ALLOYS UNDER CONDITIONS OF STIMULATED FIELD EVAPORATION

*V.A. Ksenofontov, E.V. Sadanov, I.M. Mikhailovskij, O.A. Velikodnaya*

New possibilities of the method of field ion microscopy are submitted, permitting to explore tip specimens of micrometer sizes. Expansion of the size scale for tip specimens is carried out due to use of an appearance of the field evaporation stimulated by pairs of water. Potentialities of the method are shown on example visualizations of grain boundaries and second phases in alloys.