

Surface of submicrocrystalline nickel after sputtering by Ar ions with 5 keV energy at different incidence angle of ions

R. Kh. Khisamov^{†,1}, R. R. Timiryayev^{1,2}, I. M. Safarov¹, R. R. Mulyukov^{1,2}

[†]r.khisamov@mail.ru

¹Institute for Metals Superplasticity Problems RAS, 39 S. Khalturin St., Ufa, 450001, Russia

²Bashkir State University, 32 Zaki Validi St., Ufa, 450076, Russia

The surface of submicrocrystalline nickel was studied after sputtering by Ar ions with an energy of 5 keV at the ion incidence angles of 0, 30 and 60°. The submicrocrystalline structure in samples with an average grain size of 350 nm was obtained by high pressure torsion under the pressure of 5 GPa at room temperature. Comparative measurements were performed for coarse-grained samples with an average grain size of 16 µm. As a result of sputtering at normal incidence of ions, etching pits appeared on the surface of the samples. On the coarse-grained samples, the pits had the diameter of about 2–5 µm, on the submicrocrystalline samples up to 1 µm. After sputtering of coarse-grained samples at an angle of 30° terraces and ripples on the surface of grains appeared. On the slopes of the protruding grains the vertical grooves have formed that extend from the base of the grains to their top, where they connect with the edges of the terraces at the top. Some grains are not fully formed pyramids, lying at an angle to the surface. On the surface of a submicrocrystalline sample sputtered at an angle of 30°, the pyramids have appeared evenly distributed over the entire surface and lying at an angle to the sample. After sputtering at an angle of 60°, the pyramids with a height of several micrometers were formed on the surface of the coarse-grained sample, lying at an angle to the surface. On the slopes of the pyramids also appeared grooves that extend to the top and connect with the terraces at the top. On the submicrocrystalline sample sputtered at this angle, a set of cones evenly distributed over the surface with a curvature radius at the top of the order of hundreds of nanometers was formed.

Keywords: high pressure torsion, submicrocrystalline structure, sputtering, pyramids, cones.

УДК: 537.534.8, 620.186

Поверхность субмикроструктурированного никеля после распыления ионами аргона энергией 5 кэВ при различных углах падения ионов

Хисамов Р. Х.^{†,1}, Тимирязев Р. Р.^{1,2}, Сафаров И. М.¹, Мулюков Р. Р.^{1,2}

¹Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. С. Халтурина, 39, Уфа, 450001, Россия

²Башкирский государственный университет, ул. Заки Валиди, 32, Уфа, 450076, Россия

Исследована поверхность субмикроструктурированного никеля после распыления ионами аргона с энергией 5 кэВ при углах падения ионов 0, 30 и 60°. Субмикроструктурированную структуру со средним размером зерен 350 нм в образцах получили кручением под давлением 5 ГПа при комнатной температуре. Сравнительные измерения проводили для крупнокристаллических образцов со средним размером зерен 16 мкм. В результате распыления при нормальном падении ионов на поверхности образцов появились ямки травления. На крупнокристаллических образцах диаметр ямок составлял величину около 2–5 мкм, на субмикроструктурированных образцах — до 1 мкм. После распыления под углом 30° на поверхности зерен крупнокристаллического образца появились террасы и волнистость поверхности. На склонах выступающих зерен образовались вертикальные бороздки, которые простираются от основания зерен до их вершины, где соединяются с ребрами террас при вершине. Некоторые зерна по форме представляют собой не до конца сформированные пирамиды, лежащие под углом к поверхности, на них отсутствуют террасы. На поверхности субмикроструктурированного образца, распыленного под углом 30°, появились пирамиды, равномерно распределенные по всей его поверхности и лежащие под наклоном к плоскости образца.

После распыления под углом 60° на поверхности крупнокристаллического образца сформировались пирамиды с высотой в несколько микрометров, лежащие под наклоном к поверхности. На склонах пирамид также появились бороздки, простирающиеся до вершины и соединяющиеся с террасами при вершине. На субмикрокристаллическом образце при таком угле распыления сформировалось множество равномерно распределенных по поверхности конусов с радиусом закругления при вершине порядка сотен нанометров.

Ключевые слова: кручение под высоким давлением, субмикрокристаллическая структура, распыление, пирамиды, конусы.

1. Введение

При облучении металлов ускоренными ионами происходит распыление его поверхности. В результате этого на поверхности образуется рельеф, вызванный, в первую очередь, различием распыления зерен с различной кристаллографической ориентацией, приводящей к перепаду высот между зернами. На зернах образуются ямки травления, террасы и другие поверхностные структуры. На поверхности зерен с определенной кристаллографической ориентацией могут образовываться пирамиды и конусы. Конусы также могут образовываться на дефектах поверхности и на границах зерен [1, 2].

В последние несколько десятков лет широко исследуются субмикрокристаллические металлы, полученные интенсивной пластической деформацией [3, 4]. Такие металлы являются поликристаллами с размером зерен менее 1 мкм. Субмикрокристаллические металлы имеют повышенную концентрацию дефектов, в частности, повышенную долю границ зерен по сравнению с крупнокристаллическими металлами. Ранее было показано, что в результате распыления субмикрокристаллического металла на его поверхности образуются острийные выступы с радиусом закругления порядка нескольких десятков-сотен нанометров. Было выдвинуто предположение, что субмикрокристаллический металл с острыми выступами на его поверхности можно использовать в качестве эмиттеров электронов [5].

Актуальным представляется исследование влияния распыления при различных углах падения ионов на образование различных структур, в том числе конусов, на поверхности субмикрокристаллического металла.

В связи с этим, целью данной работы являлось исследование поверхности субмикрокристаллического металла, полученного интенсивной пластической деформацией, после распыления ионами аргона при углах падения ионов 0 , 30 и 60° .

2. Материалы и методики исследования

В качестве материала для исследований использовали никель чистотой 99.99%. Для получения субмикрокристаллической структуры образцы подвергали кручению под высоким давлением на наковальнях Бриджмена, имеющих углубления 0.25 мм и диаметр 12 мм при давлении 5 ГПа и комнатной температуре. Число оборотов наковальни составило 10. Полученные образцы имели форму дисков диаметром 12 мм и толщиной 0.5 мм [6]. Для получения образцов

с крупнокристаллической структурой образцы после кручения отжигали при температуре 800°C в вакууме в течение 25 минут. Аттестацию микроструктуры образцов проводили с помощью сканирующего электронного микроскопа Mira 3LHM (Tescan, Чехия). Средний размер зерен определили методом дифракции обратно-отраженных электронов.

Из образца после кручения и образца после кручения и отжига на расстоянии 3 мм от их центра вырезали дисковые образцы диаметром 5 мм, как показано в [7]. Поверхность вновь полученных образцов предварительно подвергали механической полировке. Распыление проводили пучком ионов аргона с энергией 5 кэВ при углах падения ионов 0 , 30 и 60° градусов от нормали к поверхности в течение 20 минут с флюенсом порядка $(4-5) \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$. Диаметр пучка составлял около 1 мм. Поверхность образцов после распыления исследовали с помощью сканирующего электронного микроскопа в режиме вторичных электронов.

3. Результаты и их обсуждения

В результате кручения под высоким давлением в образцах никеля была сформирована субмикрокристаллическая структура со средним размером зерен 350 нм. Ширина распределения зерен по размеру составила примерно от 50 нм до 1 мкм. Средний размер зерен в крупнокристаллических образцах составил 16 мкм, ширина распределения — от 5 до 60 мкм.

3.1. Распыление при угле падения ионов 0°

В результате распыления нормально падающими ионами на изначально гладкой поверхности сформировался рельеф с разной глубиной протравленных зерен. Перепад глубин между зернами в крупнокристаллическом образце составлял величину порядка нескольких сотен нанометров, перепад глубин в субмикрокристаллическом образце — менее 100 нм.

Кроме рельефа, на поверхности образцов появились ямки травления. На крупнокристаллическом образце ямки располагаются на поверхности зерен (Рис. 1а). Диаметр ямок порядка 2–5 мкм. Концентрация ямок больше на поверхности тех зерен, которые протравлены сильнее. На субмикрокристаллическом образце ямки травления распределены по всей его поверхности (Рис. 1б). Диаметр ямок составляет величину до 1 мкм. Между ямками травления образовались гребни. В целом, концентрация ямок травления на поверхности субмикрокристаллического образца выше, чем на поверхности крупнокристаллического образца.

3.2. Распыление при угле падения ионов 30°

После распыления под углом 30° на поверхности образцов так же, как и после распыления при нормальном падении ионов, сформировался рельеф с перепадами высот между зернами. На поверхности выступающих зерен крупнокристаллического образца появились террасы (Рис. 2а). На зернах, которые протравлены больше, наблюдается волнистость или “рябь” (*ripple*). На склонах выступающих зерен от их оснований до вершин появились вертикальные бороздки, соединяющиеся с террасами на поверхности зерен. На некоторых склонах зерен наблюдаются не до конца сформированные пирамиды, лежащие под наклоном к плоскости образца.

На субмикрокристаллическом образце после распыления поверхности под углом 30° также появились высту-

пы в виде пирамид (Рис. 2б). Они равномерно распределены по всей поверхности и лежат под наклоном к плоскости образца. На склонах пирамид так же, как и на склонах выступающих зерен крупнокристаллического образца, появились вертикальные бороздки. Диаметр и высота пирамид составляют величину порядка $0.5\text{--}1\text{ мкм}$.

3.3. Распыление при угле падения ионов 60°

После распыления под углом 60° на поверхности крупнокристаллического образца выступающие зерна вытянулись — преобразовались в пирамиды, лежащие под наклоном к плоскости образца с высотой порядка нескольких микрометров (Рис. 3а). На склонах пирамид наблюдаются многочисленные бороздки, простирающиеся от их основания до вершины, соединяющиеся с террасами на поверхности вершин.

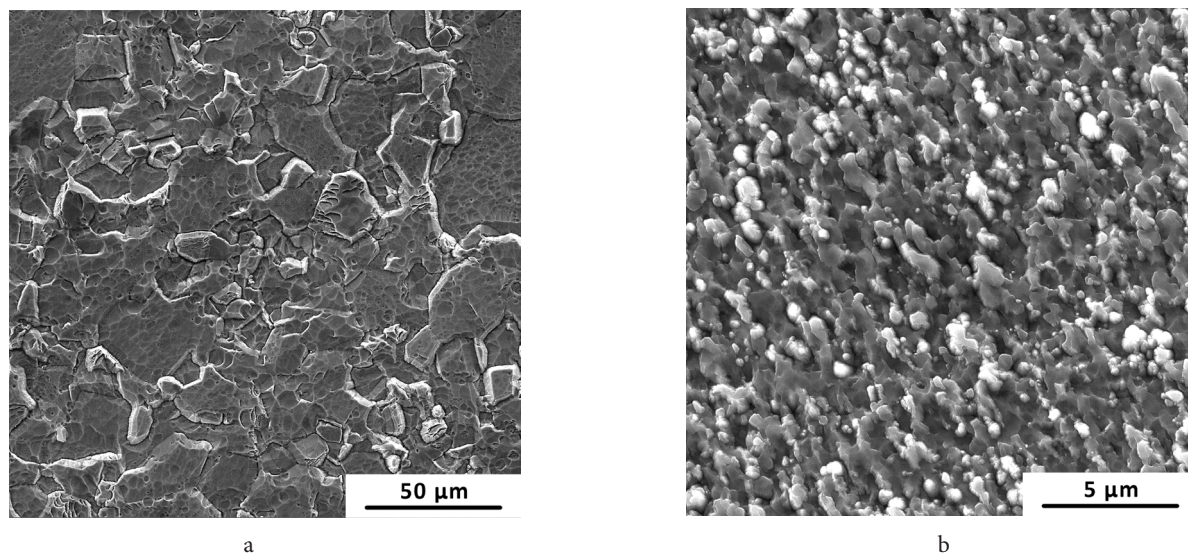


Рис. 1. СЭМ изображения поверхности крупнозернистого (а) и СМК (б) никеля после распыления при нормальном падении ионов (угол 0°).

Fig. 1. SEM images of the surface of coarse-grained (a) and SMC (b) nickel after sputtering at normal incidence of ions (angle 0°).

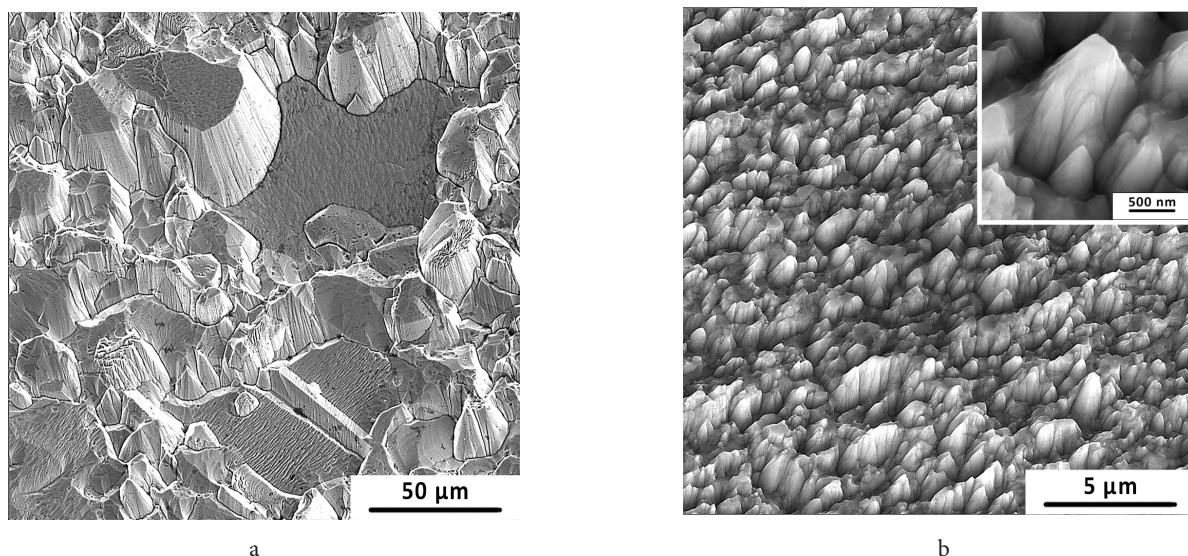


Рис. 2. СЭМ изображения поверхности крупнозернистого (а) и СМК (б) никеля после распыления при угле падения ионов 30° .

Fig. 2. SEM images of the surface of coarse-grained (a) and SMC (b) nickel after sputtering at incident angle of ions 30° .

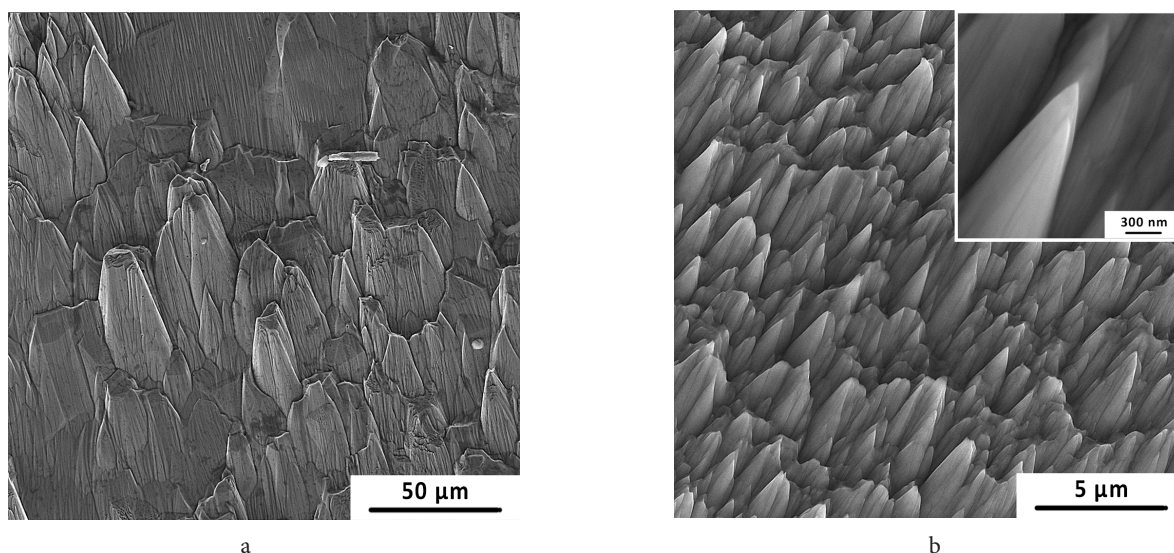


Рис. 3. СЭМ изображения поверхности крупнозернистого (а) и СМК (б) никеля после распыления при угле падения ионов 60° .
Fig. 3. SEM images of the surface of coarse-grained (a) and SMC (b) nickel after sputtering at incident angle of ions 60° .

На поверхности субмикроструктурного образца сформировалось множество конусов с острыми краями на их вершинах (Рис. 3б). На склонах конусов также появились бороздки, простирающиеся от их основания до вершины. Средняя высота конусов составляет порядка 1–2 мкм, а радиус закругления при вершине порядка 100 нм.

4. Выводы

Обнаружены отличия образующегося в результате распыления ионами аргона энергией 5 кэВ рельефа поверхности субмикроструктурного металла (никеля) от рельефа поверхности крупнокристаллического металла. Эти отличия зависят от угла падения ионов. Распыление поверхности при нормальном падении ионов приводит к образованию рельефа с перепадами глубин между зёрнами и появлению ямок травления на поверхности как субмикроструктурных, так и крупнокристаллических образцов. В результате распыления под углом 30° на поверхности зёрен крупнозернистых образцов, кроме ямок травления, появились террасы и волнистость. На склонах выступающих зёрен образовались вертикальные бороздки, простирающиеся от основания зёрен до их вершины, где соединяются с ребрами террас при вершине зёрен. На поверхности субмикроструктурных образцов появились выступающие над поверхностью пирамидальные образования, лежащие под наклоном к плоскости образца. На склонах пирамид от основания до их вершин также наблюдаются бороздки. Периодичность пирамид порядка размера зёрен. В результате распыления под углом 60° зёрна на крупнозернистом образце преобразовались в пирамидальные образования, лежащие под наклоном к плоскости образца. После распыления при таком же угле падения ионов субмикроструктурного образца на его поверхности образовались конусы с периодичностью порядка раз-

мера зёрен. Радиус закругления при вершине конусов составляет порядка 100 нм.

Благодарности / Acknowledgments. Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ №18-32-00754. Работа Р.Р. Мулюкова выполнена в рамках государственного задания ИПСМ РАН. Электронно-микроскопические исследования выполнены на базе ЦКП ИПСМ РАН «Структурные и физико-механические исследования материалов». / The reported study was funded by RFBR according to the research project №18-32-00754. The work of R. R. M. supported by the program of fundamental researches of IMSP RAS. Electron microscopic studies were carried out on the facilities of shared services center of the IMSP RAS «Structural and Physical-Mechanical Studies of Materials».

Литература/References

1. G. Carter, M. J. Nobes, J. L. Whitton. Appl. Phys. A. 38, 77 (1985). [Crossref](#)
2. G. Carter. J. Phys. D: Appl. Phys. 34, R1 (2001). [Crossref](#)
3. A. A. Nazarov, R. R. Mulyukov. Nanostructured Materials. In: Handbook of NanoScience. Engineering and Technology. CRC Press, Boca Raton (2002). p. 22–1–22–41. [Crossref](#)
4. I. S. Valeev, A. K. Valeeva, R. R. Mulyukov, R. Kh. Khisamov. Lett. Mater. 6 (4), 347 (2016). (in Russian) [A. X. Валеева, И. Ш. Валеев, Р. Р. Мулюков, Р. Х. Хисамов. Письма о материалах. 6 (4), 347 (2016).] [Crossref](#)
5. K. S. Nazarov, R. K. Khisamov, Y. M. Yumaguzin, R. R. Mulyukov. Tech. Phys. Lett. 41, 522 (2015). [Crossref](#)
6. G. F. Korznikova, K. S. Nazarov, R. Kh. Khisamov, S. N. Sergeev, R. U. Shayachmetov, G. R. Khalikova, J. A. Baimova, A. M. Glezer, R. R. Mulyukov. Mater. Lett. 253, 412 (2019). [Crossref](#)
7. R. K. Khisamov, K. S. Nazarov, A. V. Irzhak, R. U. Shayakhmetov, I. I. Musabirov, R. R. Timirayev, Y. M. Yumaguzin, R. R. Mulyukov. Lett. Mater. 9 (2), 212 (2019). [Crossref](#)