

УДК 548.4:539.211:537.533.9:539.534.9:537.533.35

А.К. Даулетбекова<sup>1\*</sup>, А.Т. Акилбеков<sup>1</sup>, А.А. Абдрахметова<sup>1</sup>, А.В. Русакова<sup>1,2</sup>,  
М.Ж. Байжуманов<sup>1</sup>, З.Т. Уматова<sup>1</sup><sup>1</sup>Евразийский национальный университет им. Л.Н. Гумилева, Казахстан, г. Астана<sup>2</sup>Астанинский филиал ИЯФ НЯЦ РК, Казахстан, г. Астана

\*E-mail: alma\_dauletbek@mail.ru

### Наноструктурные дефекты на поверхности и в объеме в кристаллах LiF-O при воздействии радиации

**Аннотация.** Эволюция структурных дефектов исследовалась в кристаллах LiF-O, облученных ионами  $^{117}\text{MэВ } ^{84}\text{Kг}$  с ионным током  $10 \text{ нА/см}^2$ , в диапазон флюенса –  $10^{11} - 10^{14} \text{ см}^2$ , при комнатной температуре, на циклотроне DC-60 и электронным пучком (средняя энергия электронов  $0,2 \text{ МэВ}$  и длительность импульса  $10 \text{ нс}$ ). При флюенсе  $10^{11} \text{ см}^2$ , Исследования с помощью сканирующей электронной микроскопией показывают создание в основном ионных треков. Выше этого флюенса наблюдалась структурная модификация в облученном слое, которые включают в себя вызванные ионным облучением нанокристаллиты и дислокации. При электронном облучении не наблюдались наноструктуры.

**Ключевые слова:** кристаллы LiF, центры окраски, дислокация, ионное облучение, импульсное электронное облучение, нанокристаллиты.

#### Введение

Облучение быстрыми тяжелыми ионами (БТИ) является многообещающей технологией для создания наноструктур в твердых телах и тонких пленках. Значительный прогресс был достигнут в создании наноструктур на облученной поверхности, таких как нано-размерных бугорков (hillocks), нано-островков и фигур на поверхности при ионном распылении [1]. В широком классе материалов облучение БТИ ведет к сильной структурной модификации в объеме. В наноразмерной шкале ионы индуцируют процессы повреждения решетки, включая создание одиночных дефектов и их кластеров, латентных треков, также инициируются фазовые переходы, аморфизация и межфазовое смешивание [1].

В [1-5] были рассмотрены структурные нарушения кристаллов LiF: создание трековых дефектов, агрегация дефектов на поверхности, создание дислокаций под воздействием тяжелых ионов с энергиями МэВ-ГэВ.

Структурные дефекты в облученных кристаллах LiF-O были выявлены селективным химическим травлением насыщенным раствором  $\text{FeCl}_3$ . Поверхностная топография была исследована с использованием сканирующего электронного

микроскопа (СЭМ) JSM-7500F (JEOL) и атомно-силовым микроскопом (АСМ) СРП (Veeco).

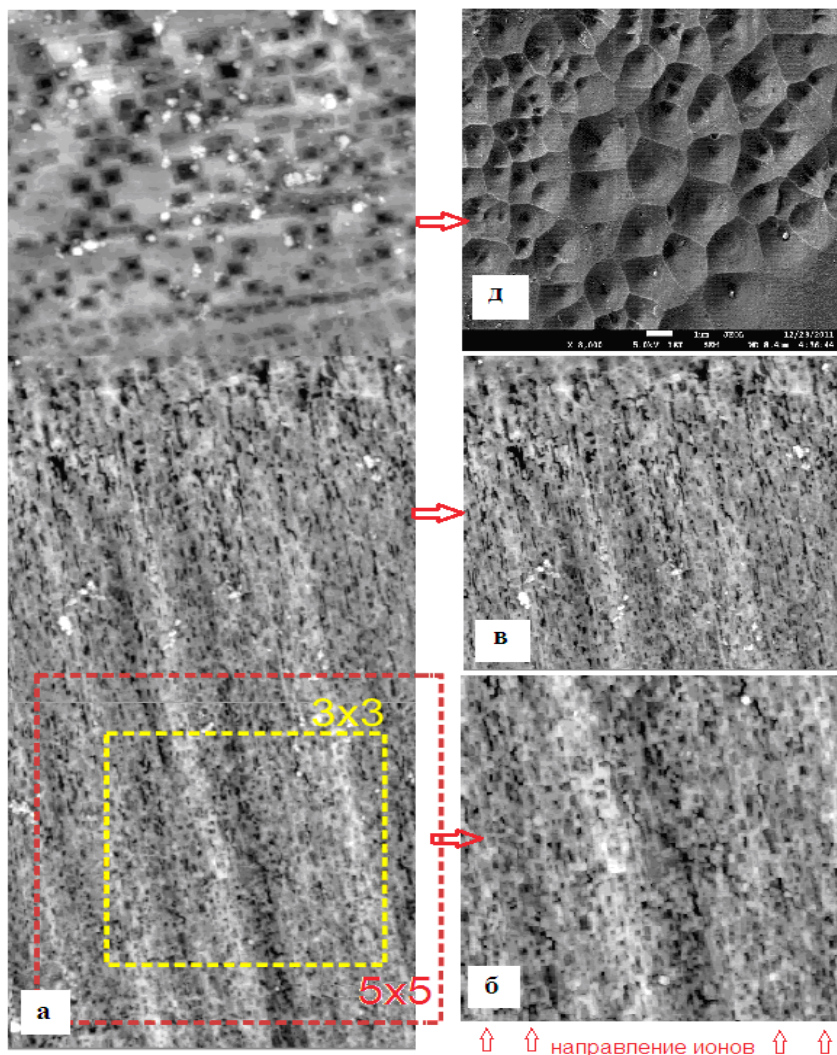
Исследование структурной модификации в объеме облученной зоны проводилось на поперечном сколе, вдоль ионного пути (перпендикулярно облученной плоскости (100)).

#### Экспериментальные результаты и обсуждение

Обзор профиля (поперечного скола) облученного слоя приведен на рисунке 1а, существенные изменения наблюдаются на глубине  $15 \text{ мкм}$ , которая соответствует рассчитанной длине свободного пробега иона Kг (SRIM-2008). Две зоны с представляющие различные типы структурных особенностей ясно видны: 1 – наноструктурированная зона состоит из маленьких колоннообразных зерен (нанокристаллиты) и 2 – зона содержит множество пирамидальных ямок травления с квадратным основанием, которые типичны для дислокаций. Между наноструктурированной и дислокационной зонами мы можем видеть приблизительно переходную зону. При большом увеличении размеры зерен в наноструктурированной зоне составляют от  $30$  до  $50 \text{ нм}$ . Дислокации также наблюдались в наноструктурированной зоне

(рис.1б). Рисунок. 1д представляет детальный вид зоны обогащенной дислокациями. Плотность дис-

локаций увеличивается с флюенсом. Уширение переходной зоны с флюенсом также наблюдалось.



а) АСМ изображение скола кристалла LiF-O( $10^{13}\text{см}^{-2}$ ); б) наноструктурированная область 3x3 мкм; в) переходная область 5x5 мкм; г) энергетические потери иона Kr 117МэВ; д) зона обогащенная дислокациями.

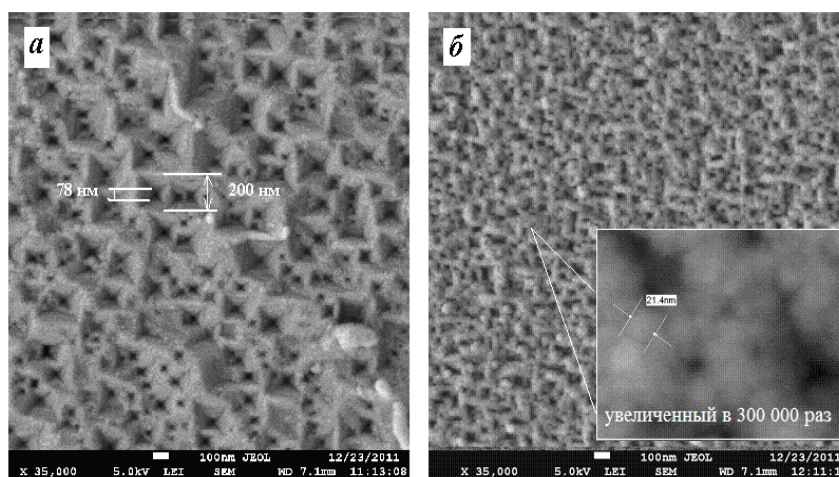
Рисунок 1 – Облученная зона кристалла LiF

Хорошо известно, что призматические дислокационные петли формируются в LiF и других щелочно-галогидных кристаллах (ЩГК) через агрегацию интерстициалов или вакансий, которые генерируются облучением. Призматические дислокационные петли в ЩГК под воздействием высокоэнергетичных электронов наблюдались методом просвечивающей электронной микроскопии в [6]. Предполагается, что призматические дислокации интерстициального типа доминируют благодаря, высокой подвижности интерстициалов при комнатной температуре.

Мы сравнили наноструктурную модификацию вдоль ионного пробега с рассчитанными потерями энергии. Для ионов 117 МэВ Kr в LiF-O доминируют электронные потери энергии. Результаты показывают создание наноструктур на глубине ионного пробега, где электронные потери энергии достигают порогового значения 10 кэВ/нм необходимого для создания ядра или

центра (core) трека. В конце ионного пути, где энергетические потери уменьшаются ниже этого предела, наблюдается создание дислокаций.

Структурные исследования были проведены также для облученной поверхности (рис.2). СЭМ изображения для всех флюенсов показывают пирамидальные ямки травления, которые типичны для ионных треков или дислокаций. Энергетические потери для ионов Kr на поверхности достигают порога 10 кэВ/нм [2, 3]. Причиной создания ямок травления является смещение ионов (треки). Однако плотность ямок травления достигает только  $5 \times 10^9 \text{ см}^{-2}$ , что значительно меньше, чем приложенный флюенс. Такой флюенс может быть объяснен перекрыванием части треков. При флюенсе  $10^{12} - 10^{14} \text{ см}^{-2}$ , травление облученной поверхности появляются небольшие зерна. Для флюенса  $10^{11} \text{ см}^{-2}$  не наблюдаются особенностей как на поверхности, так и на сколе.



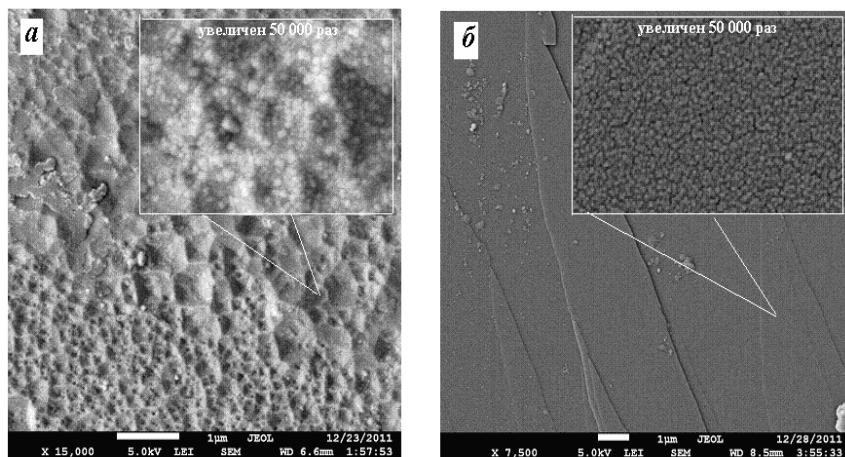
а)  $10^{11} \text{ см}^{-2}$ , б)  $10^{14} \text{ см}^{-2}$

**Рисунок 2** – СЭМ изображения облученной при комнатной температуре ионами криптона с энергией 117 МэВ поверхности кристалла LiF-O при разных флюенсах

Методом рентгеновской дифракции проанализировали тип наноструктур возникающих при облучении БТИ [2]. В наноструктурированных образцах были обнаружены, как наклонные зерна, так и различные межплоскостные расстояния. Было предположено влияние призматических дислокационных петель на межплоскостное расстояние. Создается наноструктура мозаичного типа. Роль дислокационных процессов в инициированных ионами наноструктурировании,

значительна. Основной вклад в самоорганизованную фрагментацию в облученных быстрыми ионами LiF связан с радиационно стимулированным стрессом [1-3]. Вызванные ионным облучением дефекты, такие как треки и дислокации вызывают локальное поле деформации, которое определяет их взаимодействие. При высоких флюенсах, таких как  $10^{13} \text{ см}^{-2}$ , сильное перекрывание гало (halo) области и даже области центра (core) трека приводит к процессам агрегации [7].





а) на поверхности и б) на сколе.

**Рисунок 3** – СЭМ изображения облученных импульсами электронов с дозой  $10^3$  Гр кристалла LiF-O

Иницированное стрессом упорядочение дислокаций и создание связей являются основными этапами наноструктурирования.

При облучении электронами кристалла LiF-O на поверхности и в объеме кристалла не наблюдается наноструктурирование поверхности и поперечного скола.

### Заключение

Структурные модификации включают создание дислокаций во всем облученном слое. Упорядочение инициированных ионным облучением дислокаций в деформационном поле треков и других агрегатов является существенной стадией структурной фрагментации и наноструктурирования? Что подтверждается отсутствием наноструктурирования при импульсном электронном облучении, где не возникают треки.

### Литература

1 Dauletbekova A, Maniks J, Manika I, Zabels R, Aklibekov AT, Zdorovets MV, Bikhert Y, Schwartz K. Color centers and nanodefects in LiF crystals irradiated with 150 MeV Kr ions // Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res B. – 2011. – P.56

2 Maniks J, Manika I, Zabels R, Grants R, Tamanis E, Schwartz K. Nanostructuring and Strengthening of LiF crystals by Swift Heavy Ions: AFM, XRD Study // Nucl. Instr. Meth.B. – 2011. – P.

3 Maniks J, Manika I, Zabels R, Schwartz K, Sorokin M, Papaleo R.M. Nanostructuring and hardening of LiF crystals irradiated with 3-15 MeV Au ions // Applied Physics. – 2011. – A 104. P.1121.

4 Perez A, Balanzat E, Dural J. Experimental Study of Point Defects Creation in High - Energy Heavy - Ions Tracks // Phys.Rev. B 41. – 1990. – P. 3943

5 Itoh N, Stoneham A. M. Materials Modification by Electronic Excitation. Cambridge University Press. Cambridge. – 2001. – 424 p.

6 Kawamata Y. The formation of dislocation loops and outgrowth of crystallites by electron irradiation of thin alkali halide foils // Journal de Physique. Second International Conference on Lattice Defects in Ionic Crystals. – 1976. – Vol.37, № C7. – P. 502-506.

7 Dauletbekova A., Akilbekov A., Zdorovets M., Abdrakhmetova A. Kr and Xe ion induced aggregation processes in LiF crystals during irradiation and thermal annealing // OP Conf.Series: Materials Science and Engineering B. – 2010. – 15012031

А.К. Даулетбекова, А.Т. Акилбеков, А.А. Абдрахметова, А.В. Русакова,  
М.Ж. Байжуманов, З.Т. Уматова

**Радиация әсерінен түзілген LiF-O кристалының беткі қабатындағы және  
көлеміндегі нанокұрылымды ақаулар**

Радиация әсерінен түзілген LiF-O кристалының беткі қабатындағы және көлеміндегі нанокұрылымды ақаулар DC-60 үдеткіші арқылы, бөлме температурасында  $10 \text{ нА/см}^2$  ионды тоғымен,  $10^{11} - 10^{14} \text{ см}^2$  флюенстер диапазонында  $117 \text{ МэВ } ^{84}\text{Kr}$  иондарымен және электрондар шоғырымен (электрондардың орташа энергиясы  $0,2 \text{ МэВ}$  және импульс ұзақтығы  $10 \text{ нс}$ ) сәулелендірілген LiF-O кристалында түзілетін құрылымдық ақаулардың эволюциясы зерттелген. Флюенсі  $10^{11} \text{ см}^2$  болғанда, СЭМ арқылы зерттеу нәтижесі, көбінде, иондар ізінің (трек) түзілгенін көрсетеді. Аталған флюенстен жоғары болған жағдайда сәулелендірілген қабатта құрылымдық модификация байқалады. Ол ионды сәуле әсерінен болатын дислокация мен наноөлшемді бұршақтардан тұрады. Электрондармен сәулелендіргеннен кейін нанокұрылымдардың түзілуі байқалмайды.

**Түйін сөздер:** LiF, дефектілер, дислокация, иондық шашырату, электрондық шашырату, нанокұрылымды кристалдар.

A. Dauletbekova, A. Akilbekov, A. Abdrakhmetova, A. Russakova, M. Baizhumanov, Z. Umatova

**Nanostructural defects on surface and in bulk iduced with irradiation in LiF-O crystals**

Evolution of structure defects were investigated in LiF -O crystals irradiated at room temperature with  $117 \text{ MeV } ^{84}\text{Kr}$  ions with a beam current of  $10 \text{ nA/cm}^2$  in the fluence range  $10^{11} - 10^{14} \text{ cm}^2$  at the cyclotron accelerator DC-60 (Astana, Kazakhstan) and electron beam ( $0,2 \text{ Mev}$  energy of electrons, the pulse duration  $10 \text{ ns}$ ). At the fluence of  $10^{11} \text{ cm}^2$ , SEM imaging revealed mainly formation of etchable ion tracks. Above this fluence, severe structural modifications in the irradiated layer were observed which include the ion-induced formation of dislocations and grains with nano-scale dimensions. Nanostructures were not observe at electron irradiation.

**Keywords:** crystals LiF, color centers, dislocation, ion irradiation, pulsed electron irradiation, mamocrystalities.