

# $\text{Ar}^{+8}$ 轰击石墨表面损伤的 扫描隧道显微镜观测研究 \*

翟鹏济 冯松林 张颖 唐孝威

(中国科学院高能物理研究所 北京 100080)

刘杰 侯明东 刘昌龙

(中国科学院近代物理研究所 兰州 730000)

吴际 王琛 商广义 白春礼

(中国科学院化学研究所 北京 100080)

**摘要** 报道了用 10—112MeV 能量的  $\text{Ar}^{+8}$  离子轰击高定向石墨造成损伤的原子水平观测结果, 给出了损伤形貌、损伤大小和损伤数密度。讨论了损伤与表面核能损的关系及损伤过程的可能机制。

**关键词** 离子辐射损伤 高定向石墨 扫描隧道显微镜

## 1 引言

荷能离子轰击靶材料, 由于带电离子与靶材料的原子核和核外电子的相互作用, 会使沿离子路径上的靶原子发生移位而造成损伤, 其损伤程度不仅与靶材料的性质有关, 也与轰击离子的种类、能量等有关。随轰击离子注入剂量的增加, 这种损伤的作用还会改变靶材料的物理性质。研究这种作用所造成的辐射损伤的程度、离子与靶之间的关系及对靶材料性质的影响等细节, 不仅是核物理学领域感兴趣的课题, 也是材料科学、冶金、电子等领域关心的内容。随着扫描隧道显微镜(STM)的出现, 已把这类研究从过去用扫描电镜、透射电镜和场离子显微镜等观察手段发展为直接在原子水平的微区进行。近年来已利用扫描隧道显微镜观察了不同能量的离子轰击高定向石墨(HOPG)、 $\text{PbS}$ 、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{GaAs}$ 、 $\text{MoS}_2$ 、 $\text{Au}$  和  $\text{Si}$  等材料, 引起表面不同程度的损伤<sup>[1—16]</sup>。本文用中等能量的  $\text{Ar}^{+8}$  轰击 HOPG 后, 用 STM 观测损伤形貌、损伤大小、损伤几率等, 并讨论了损伤与轰击离子表面能

1998-04-27收稿

\* 核分析技术联合开放实验室、兰州重离子加速器国家实验室资助

损的关系和损伤机制。

## 2 实验

把高定向石墨切成  $2\text{mm} \times 2\text{mm}$  大小, 解理出新鲜表面后, 用中国科学院兰州近代物理研究所重离子加速器加速的  $\text{Ar}^{+8}$  轰击, 其注入剂量、能量和角度参数列在表1中。

表1  $\text{Ar}^{+8}$  能量、剂量和入射角

能量(MeV)	剂量(离子/ $\text{cm}^2$ )	入射角( $^\circ$ )
10.1	$3 \times 10^{12}$	0
18.5	$4.7 \times 10^{11}$	0
112	$4.7 \times 10^{11}$	0

由表1可见, 相当于实验中的两种注入剂量, 在石墨表面上平均每  $33.3\text{nm}^2$  和  $212.8\text{nm}^2$  的面积上有一个  $\text{Ar}$  离子入射。照射后的 HOPG 样品先后用中科院化学所和中科院高能所的 STM 在大气环境下进行观测。观测中采用恒定电流的工作模式, 样品偏压(针尖接地)  $100\text{--}300\text{mV}$ , 隧道电流为  $1\text{--}2\text{nA}$ 。

## 3 实验结果和讨论

本工作用了进口和国产两种 HOPG 共照射 6 块样品, 其中 5, 9 号为进口的, 2, 6, 8 和 10 为国产的。2, 5, 9 号样以  $9\text{nm} \times 9\text{nm}$  扫描范围为主大量采图, 其余样品扫描范围从  $10\text{nm} \times 10\text{nm}$  到  $500\text{nm} \times 500\text{nm}$  不等, 共收集到 300 余幅清晰的 STM 图。从这些 STM 图得到了重离子轰击后, 在 HOPG 表面的损伤形貌, 测量了损伤大小, 计算了损伤数密度等。

### 3.1 表面损伤形貌

对未经离子轰击过的新解理的 HOPG 表面, 用 STM 观测未发现明显的损伤缺陷。 $\text{Ar}$  离子轰击过的 HOPG 样品表面收集到的 300 余幅 STM 图中有 80 多幅是包含有损伤的图像。这些损伤呈小丘状突起均匀地分布在 HOPG 表面。当采用较小的扫描范围, 使图形

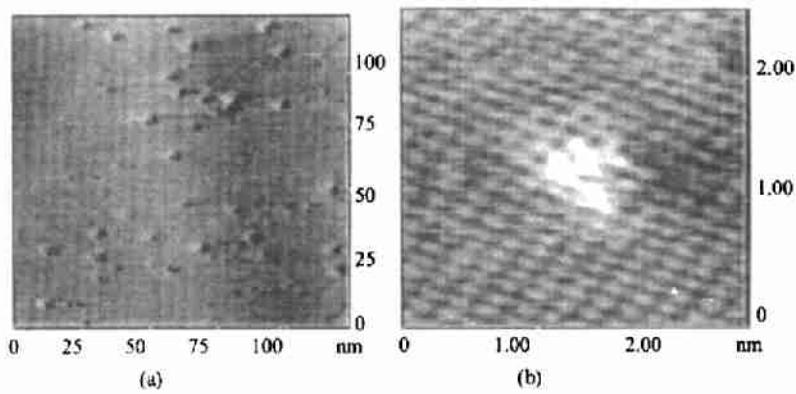


图1  $3 \times 10^{12}$  离子/ $\text{cm}^2$  的  $10.1\text{MeV}$   $\text{Ar}^{+8}$  离子轰击 HOPG 的表面 STM 图

分辨率提高可以观察到损伤的细节。图 1(a)和(b)分别为  $3 \times 10^{12}$  离子/ $\text{cm}^2$  的 10.1 MeV 的 Ar<sup>+8</sup> 离子轰击 HOPG 后  $122.8\text{nm} \times 122.8\text{nm}$  和  $2.5\text{nm} \times 2.5\text{nm}$  的 STM 图。由图 1 可见, Ar<sup>+8</sup> 离子轰击 HOPG 后, 在其表面造成的小丘状突起损伤的大小和形状是不一样的。在损伤处 HOPG 的原有晶格结构被破坏, 呈现出类似非晶态堆积的形貌。

### 3.2 损伤区范围

对收集的 STM 图中大量的损伤径迹做了线度统计, 其结果连同由 TRIM 计算得到的表面能损列于表 2 中。由表 2 可见, 本工作中三种不同能量的 Ar<sup>+8</sup> 离子轰击后, 在 HOPG 表面造成的损伤, 其横向线度统计平均值虽稍有差异, 但都在统计误差范围内。能量为 10.1 和 112 MeV 的 Ar<sup>+8</sup> 在 HOPG 中的电子能损和总能损差异很小, 18.5 MeV 的较高。而其核能损是随着能量的增加逐渐减小的, 反映在损伤线度的变化上似乎有正相关性。这与先前核能损较大时损伤线度亦较大的测量结果相符合<sup>[16]</sup>。

表2 离子能量、能损及平均损伤线度

离子能量 (MeV)	表面电子能损 (eV/nm)	表面核能损 (eV/nm)	总能损 (eV/nm)	平均损伤线度 (nm)
10.1	4729	30	4759	$1.7 \pm 0.6$
18.5	5328	18	5346	$1.6 \pm 0.4$
112	4671	4	4675	$1.4 \pm 0.4$

### 3.3 表面损伤数密度和损伤几率

对三种不同能量的 Ar<sup>+8</sup> 轰击过的 HOPG 样品分别在一定的区域内进行  $9\text{nm} \times 9\text{nm}$  较小扫描范围的连续采图, 收集到的 STM 图为测量总面积, 再由含有损伤小丘的 STM 图统计出总损伤数, 从而得到表面损伤的数密度。由较大扫描范围(例如  $100\text{nm} \times 100\text{nm}$  以上)直接计算出的损伤数密度, 都明显比由小扫描范围加和得到的数密度小, 这可能是因为有的损伤斑不一定是一个离子轰击造成的损伤, 而可能为两个以上的重迭, 或者由于大范围分辨率较低, 太小的损伤不易分辨而使计算结果偏低。由表 3 可见, 低注入剂量的 2 号和 9 号样品, 其损伤几率(损伤数密度/注入剂量)接近于 1.5 号样品损伤几率偏低, 因其注入剂量大, 可能是上述原因所致。

表3 离子轰击表面损伤数密度和损伤几率

样品号	离子能量 (MeV)	注入剂量 (离子/ $\text{cm}^2$ )	表面损伤数密度 (个/ $\text{cm}^2$ )	损伤几率
5	10.1	$3 \times 10^{12}$	$1.5 \times 10^{12}$	0.5
2	18.5	$4.7 \times 10^{11}$	$4.8 \times 10^{11}$	1.02
9	112	$4.7 \times 10^{11}$	$5.2 \times 10^{11}$	1.11

### 3.4 讨论

当带有 8 个正电荷的氩离子高速接近 HOPG 表面时, 在局域是一个很强的正电场, 可能迅速从靶表面原子捕获少数电子, 而有序排列的石墨晶格原子因失去电子而带正电荷,

核作用便发生了。在与靶原子发生弹性或非弹性碰撞过程中,可能有些离子仅几次硬碰撞就消耗了其能量,传递给靶原子,从而碰坏邻近的三个原子的化学键,使靶原子移位,由于它传递的能量比靶原子的移位能大得多,继而发生级联碰撞,产生了大量的空缺和间隙原子或说所谓的夫伦克尔缺陷对,当空位或间隙原子彼此非常接近时,会形成点状缺陷的结团。级联碰撞扩展越大,损伤程度越严重。而另一些离子则与靶原子发生了亚阈值碰撞,失掉的能量相对较小,产生的缺陷相对就少些,级联碰撞扩展也小些,损伤程度小,因此损伤的大小有一个分布,在实测中收集到的损伤STM图中的损伤大小存在很大差异。

如果离子注入的剂量不是很高,每个离子将会在表面形成一个孤立的、可分开的缺陷,即产生一个可以辨别的损伤区,因此可以得到损伤密度和注入剂量的一对一的对应关系。离子数太多时,可能因为产生的缺陷太多而重迭或扩大构成较为复杂的损伤,使损伤数目难以统计或漏计,致使损伤几率偏小。

在以上讨论的级联碰撞发生时,在很小的局域就会引起大的应力震动。轰击是在很高的真空中度下进行的,因此,层状结构靠范德华力联结的HOPG表面相对内部是一个负压区,损伤处比较容易地向表面突出来。所以能观察到高出HOPG表面的小丘状突起的损伤。

## 4 结论

本工作利用STM观测研究了能量 $10\text{--}112\text{MeV}$   $\text{Ar}^{+8}$ 轰击HOPG的单个离子表面损伤。结果表明在HOPG表面观察到了凸起状孤立损伤,其损伤线度是nm级,其大小存在一个分布。观测到的离子损伤数密度和注入剂量之间大体上是一对一的关系。

## 参 考 文 献

- 1 Wilson I H. J Appl. Phys., 1982, **53**:1698
- 2 Wilson I H et al. Phys. Rev., 1988, **B38**:8444
- 3 Wilson I H. J. Vac. Sci. Technol., 1989, **A7**:2840
- 4 Feenstra R M, Dehrlein G S. Appl. Phys. Lett., 1985, **47**:97
- 5 Coratger R et al. Surf. Sci., 1990, **227**:7
- 6 Coratger R et al. Surf. Sci., 1992, **262**:208
- 7 Porte L et al. Nucl. Instr. Meth. Phys. Rev., 1989, **B44**:116
- 8 Porte L et al. J. Vac. Sci. Technol., 1991, **B9**:1064
- 9 Neumann R et al. GSI Nachrichten, 1991, (08-09):1
- 10 Shedd G M, Russell P E. J. Vac. Sci. Technol., 1991, **A9**:1261
- 11 Zhai Pengji et al. Science in China, 1993, Series A:715
- 12 Li T et al. Surf. Sci., 1994, **312**:339
- 13 Yan Junjue et al. Acta Physica Sinica (in Chinese), 1993, **42**:1027  
(严隽珏等. 物理学报, 1993, **42**:1027)
- 14 Shedd G M, Russell P E. Surf. Sci., 1992, **266**:259
- 15 Junjue Yan et al. J. Appl. Phys., 1994, **75**:1390
- 16 Wang Yugang et al. Acta Physica Sinica (in Chinese), 1997, **46**:1965  
(王宇钢等. 物理学报, 1997, **46**:1965)

## Observation of the Damage on HOPG Surface Induced by Ar<sup>+8</sup> Ions \*

Zhai Pengji Feng Songlin Zhang Ying Tang Xiaowei

(Institute of High Energy Physics, The Chinese Academy of Sciences, Beijing 100080)

Liu Jie Hou Mingdong Liu Changlong

(Institute of Modern Physics, The Chinese Academy of Sciences, Lanzhou 730000)

Wu Ji Wang Chen Shang Guangyi Bai Chunli

(Institute of Chemistry, The Chinese Academy of Sciences, Beijing 100080)

**Abstract** Highly oriented pyrolytic graphite (HOPG) samples were bombarded by Ar<sup>+8</sup> ions with energy range from 10.1 to 112MeV. After bombardment, the sample surfaces were observed using a STM and NanoScope. The results show that the energetic ion could cause observable protrusionlike damage on the HOPG surface. The relationship between damage and energy loss, and the possible mechanism of damage process are discussed.

**Key words** ion induced radiation damage, HOPG, STM and nanoscope

---

Received 28 April 1998

\* Supported by Laboratory of Nuclear Analysis Techniques and HIRFL