

Cambios Topográficos en Superficies de Cu y de Al Irradiadas con Iones de Gases Nobles

M.A. Menghini* y E.A. Sánchez*

Centro Atómico Bariloche - Comisión Nacional de Energía Atómica
(8400) S.C. de Bariloche, Río Negro - Argentina
e-mail: esanchez@cab.cnea.gov.ar

Hemos usado la Microscopía de Fuerza Atómica para estudiar los cambios topográficos inducidos en la superficie de muestras de Cu y de Al irradiadas con Ar⁺ y He⁺ con 15 keV de energía. Los cambios topográficos fueron estudiados en función de la dosis de irradiación hasta una dosis máxima de 2×10^{17} iones/cm², y en función del ángulo de incidencia. En incidencia normal, los procesos que generan los cambios topográficos para el caso de Ar⁺ y de He⁺, son el sputtering y el blistering, respectivamente. En incidencia rasante, se observó la formación de estructuras conoidales, y que la rugosidad promedio de la superficie se reduce respecto de la original, para ángulos de incidencia menores que 3°

We have used Atomic Force Microscopy to study the topographical changes induced on Cu and Al surfaces by 15 keV Ar⁺ and He⁺ bombardment. The topographical changes were studied as a function of the irradiation dose up to a maximum dose of 2×10^{17} ions/cm², and as a function of the incidence angle. Under normal incidence, the processes responsible of the topographical changes for the case of Ar⁺ and He⁺ are sputtering and blistering, respectively. Under grazing incidence, we have observed the formation of cones, and that the mean surface roughness decreases with respect to the initial one, for incidence angles lower than 3°.

1. Introducción

Los dos fenómenos más importantes que modifican la topografía de una superficie debida al bombardeo con iones de gases nobles son el *sputtering* y el *blistering*¹.

El *sputtering* consiste en la remoción de átomos de la superficie de un material por la interacción de los proyectiles con la misma. Los iones que impactan en el material generan una cascada de colisión y transfieren energía a los átomos del blanco. Si la energía transferida por átomo es superior al calor latente de fusión del material, estos átomos pueden ser emitidos produciendo un cambio en la topografía superficial^{1,2}.

El *blistering* o ampollado se produce por la implantación del haz de iones en el material. Si las condiciones son tales que se puede acumular suficiente gas, a una profundidad definida, la presión ejercida por éste puede llegar a romper el material por debajo de la superficie. Si se sigue acumulando gas por la implantación, se alcanza una presión crítica (igual al *yield strength*) para la cual se vence la resistencia del material y la superficie se ampolla³.

El proceso de *sputtering* se utiliza actualmente en diversas aplicaciones, en particular lo utilizamos como método de pulido para obtener superficies con una mayor densidad de terrazas más planas que las obtenidas con el pulido mecánico⁴⁻⁶. Por otro lado el estudio del ampollado de superficies es de gran interés en el área de materiales para componentes de los reactores de fusión¹.

Que alguno de dichos fenómenos sea el más importante en la modificación de la topografía de una superficie, depende principalmente de la energía del proyectil, la dosis de irradiación, el ángulo de incidencia y por supuesto del blanco y del proyectil elegidos.

En este trabajo presentamos los estudios realizados con iones de He y Ar de 15 keV sobre Cu y Al policristalino, variando la dosis de irradiación y el ángulo de incidencia de los proyectiles.

2 Aparato Experimental

El experimento se realizó en una cámara de irradiación conectada con el acelerador "Kevatritto" de la División Colisiones Atómicas del Centro Atómico Bariloche. Los iones fueron producidos por una fuente de radio frecuencia, acelerados, y seleccionados en masa y energía con un electroimán. Antes de ser dirigido a la cámara de irradiación, donde se montan las muestras, se lo colimó y focalizó en un área de aproximadamente 3 mm². Con el objeto de uniformizar la dosis y cubrir un área mayor sobre la muestra, el haz se barrió con un par de deflectores verticales permitiendo obtener una región de irradiación uniforme de aproximadamente 1x8 mm². La densidad de corriente se midió con una copa de Faraday montada en el portamuestras. Las muestras de Cu y Al policristalino fueron pulidas a espejo con pasta de diamante y alumina con granos de 5, 1, 0.3 y 0.05 µm, sucesivamente. Luego de la irradiación, la caracterización topográfica de las superficies irradiadas se realizó con un

* CONICET.

Microscopio de Fuerza Atómica (AFM) Autoprobe CP de Park Scientific Instruments trabajando en aire. La calibración del *scanner* en las direcciones X, Y y Z, y el control de la calidad de las puntas (Ultralever: cónicas de Si de alto aspecto), fueron hechas con una referencia de alturas marca MCNC de 400Å de alto y 1 μm de equiespaciado, y con una grilla de pirámides invertidas marca Nanoprobe (profundidad 700 Å, equiespaciado 2000 Å).

3 Resultados

3.1 Irradiación a incidencia normal.

En la Fig.1(a) se muestra la imagen de la superficie de Cu, previa a la irradiación. En ella se observan claramente las rayas producidas por los granos de pulido más pequeños (500Å). En la Fig.1(b) se muestra el cambio producido por efecto del bombardeo normal con una dosis de $8 \times 10^{16} \text{ Ar}^+/\text{cm}^2$ donde se observa que la superficie ha aumentado su rugosidad y las rayas de pulido han desaparecido. La rugosidad se define como la desviación cuadrática media del histograma de alturas de la imagen. En la Fig.1(c) se condensaron los resultados de la rugosidad obtenidos al irradiar la muestra de Cu con diferentes dosis hasta un máximo de $12 \times 10^{16} \text{ Ar}^+/\text{cm}^2$. En este panel se observa como la rugosidad aumenta en función de la dosis, sin presentar variaciones bruscas que son características del proceso de ampolado^{1,3}.

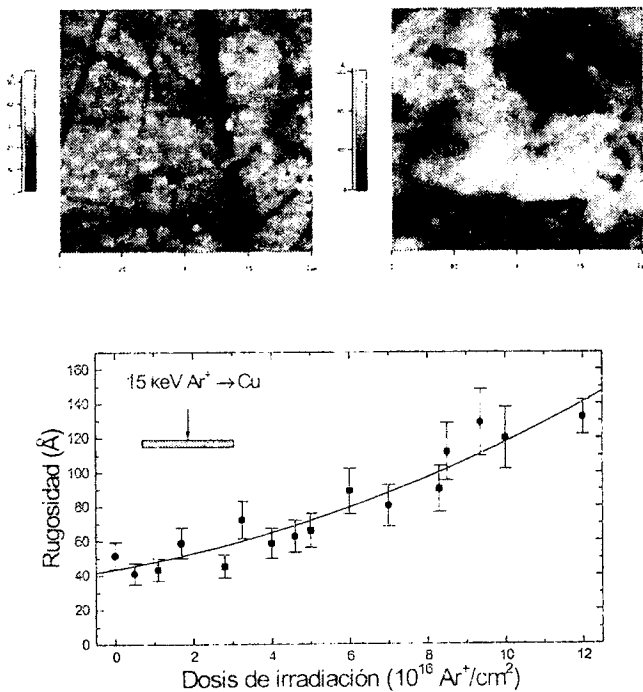


Fig.1: Imagen de la muestra de Cu virgen (a) e irradiada con $8 \times 10^{16} \text{ Ar}^+/\text{cm}^2$ (b). (c) Dependencia de la rugosidad de la superficie con la dosis de irradiación

Con el objeto de evaluar la evolución de la altura de la superficie en función de la dosis se colocó frente a la

superficie a irradiar una máscara de tungsteno. De esta forma se logró definir mejor la zona de transición entre una superficie irradiada y una no irradiada (bloqueada por la máscara) en el mismo barrido del microscopio. En la Fig.2 (a) se muestra como el bombardeo iónico remueve material de la superficie dejando en la zona de la interface un escalón, y en (b) cómo la altura ΔZ del mismo se incrementa en función de la dosis D. De esta última dependencia se calculó el número de átomos removidos por ion incidente (*sputtering yield* Y) usando la ecuación 1:

$$Y = \Delta Z n / D, \quad (1)$$

donde n es la densidad atómica del blanco. Y resultó 7.2, en buen acuerdo con los valores medidos por otros métodos⁷ (Y=6-8).

De la variación suave de la rugosidad y de la dependencia lineal del material removido en función de la dosis se concluye que en este sistema Ar-Cu el proceso que domina la modificación de la topografía superficial es el *sputtering*.

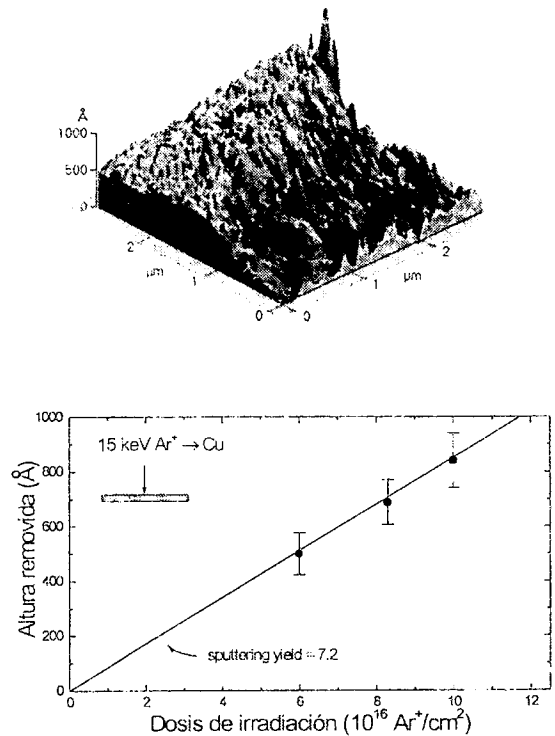


Fig.2: (a) imagen de la muestra de Cu en la interface virgen - irradiada con $8 \times 10^{16} \text{ Ar}^+/\text{cm}^2$. (b) Dependencia de la altura removida vs. dosis de irradiación

En la Fig.3 se muestra la imagen de una superficie de Cu irradiado con $10 \times 10^{16} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ donde se observa que las rayas de pulido original (Fig.1(a)) no desaparece como en el caso de la irradiación con Ar (Fig.1(b)), y además se observan estructuras con formas abovedadas. Teniendo en cuenta esta observación y del hecho de que la aparición de estas estructuras se hace en forma brusca para una dosis aproximada de $8 \times 10^{16} \text{ He}^+/\text{cm}^2$ se concluye que en el sistema He-Cu el proceso dominante es el *blistering*.

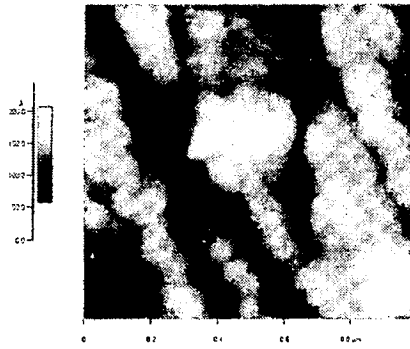


Fig.3: Imagen de la muestra de Cu irradiada con 10×10^{16} He^+/cm^2 .

Si se compara la profundidad de implantación R_p del gas y el espesor ΔZ de material removido por *sputtering* a una determinada dosis de implantación se tiene un criterio para discriminar la competencia de los procesos de *sputtering* y de *blistering*. Si $\Delta Z \ll R_p$, se podrá acumular suficiente gas para producir ampollas sin que se modifique el espesor de la cobertura de la misma. Si $\Delta Z \gg R_p$, nunca se logra acumular suficiente gas como para producir el ampollado pues el *sputtering* remueve el gas implantado. Para evaluar las condiciones de nuestra experiencia se calculó el espesor removido mediante la Ec.1 para los casos de implantación con Ar^+ y He^+ . R_p se obtiene usando el código de cálculo TRIM (Transport of Ions in Matter). Los valores se muestran en la Tabla I donde se observa que nuestras conclusiones son consistentes con el criterio mencionado anteriormente.

Tabla I: Rango proyectado R_p y espesor removido por *sputtering* ΔZ calculado para una dosis de 8×10^{16} iones/ cm^2 .

Proyectil	Y	ΔZ (Å)	R_p (Å)
He^+	0.2	18	740
Ar^+	7.2	605	84

3.2 Irradiación a incidencia oblicua.

En la Fig.4(a) y (b) mostramos las imágenes de superficies de Cu irradiadas con Ar^+ a 3° (6×10^{16} Ar^+/cm^2) y 50° (11×10^{16} Ar^+/cm^2) de incidencia respecto de la superficie, donde se observa la formación de conos para dosis más pequeñas que las reportadas previamente¹ (100×10^{16} iones/ cm^2). En la Fig.4(c) se muestra la dependencia del *sputtering yield* con el ángulo de incidencia α , donde se observa un máximo para $\alpha=15^\circ$. Este máximo se debe a que para α pequeños la cascada de colisión se concentra cerca de la superficie haciendo más eficiente la remoción de átomos, pero si α es suficientemente rasante ($\alpha < 10^\circ$) los proyectiles se reflejan con mayor probabilidad disminuyendo el *sputtering yield*.

En la Fig.4(c) se compara además el Y calculado con el TRIM para diferentes calores latentes de fusión E_a .

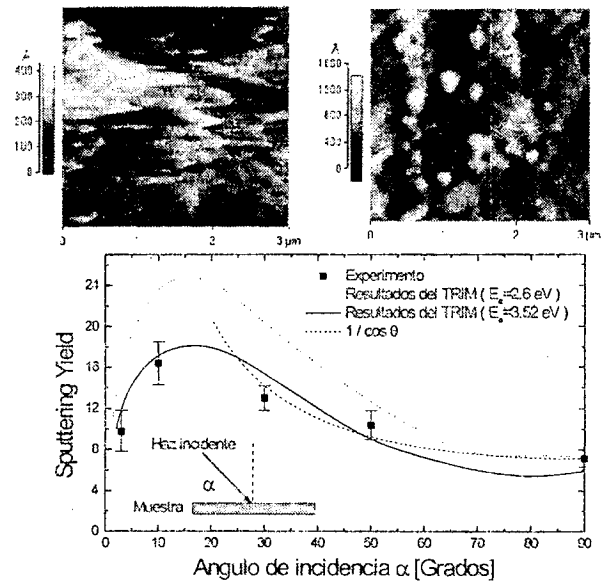


Fig.4: Imágenes de la muestra de Cu para ángulos de incidencia de (a) 3° y (b) 50° . (c) Dependencia del *sputtering yield* vs. ángulo de incidencia.

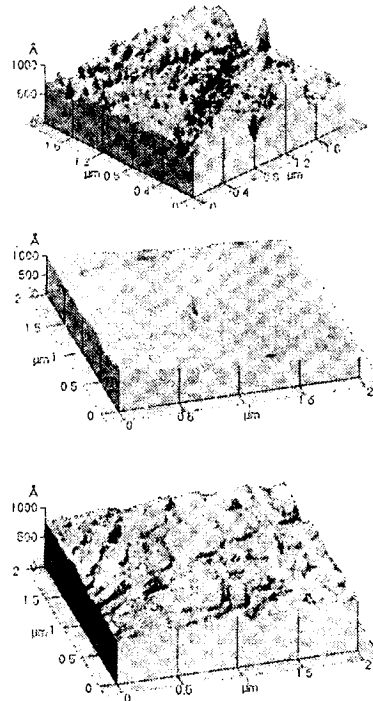


Fig.5: Imagen de la muestra de Al virgen (a) e irradiada con 0.75×10^{16} Ar^+/cm^2 a (b) 2° y (c) 4° de incidencia.

En la Fig.5 se muestran las imágenes obtenidas para una muestra de Al irradiada con Ar^+ a 2° y 4° de incidencia. Se observa nuevamente la formación de conos a dosis de irradiación aún menores (0.75×10^{16} Ar^+/cm^2) y

que la topografía de la muestra cambia su aspecto reduciendo notablemente las estructuras dejadas por el pulido mecánico (Fig.5(a)). Si se compara la rugosidad calculada para $\alpha=2^\circ$ (42 Å) respecto de las otras dos (62 Å) se puede concluir que el bombardeo suficientemente rasante disminuye la rugosidad de la superficie.

4 Conclusiones.

Se usó la Microscopía de Fuerza Atómica para estudiar los cambios topográficos inducidos en la superficie de muestras de Cu y Al irradiadas con Ar^+ y He^+ con 15 keV de energía. En incidencia normal, los procesos que generan los cambios topográficos para el caso de Ar^+ y de He^+ , son el *sputtering* y el *blistering*, respectivamente. En incidencia rasante, el proceso que define los cambios topográficos es el *sputtering* generando estructuras conoidales a muy bajas dosis de irradiación. Este proceso puede ser usado para reducir la rugosidad promedio de la superficie haciendo un pulido *in situ* con el haz de iones si el bombardeo se realiza a ángulos de incidencia menores que 3° .

Agradecimientos

Agradecemos a la Secyt (PICT 3-4-110 y 3-4220) y al CONICET (PIP 0423/98) por financiación parcial del proyecto.

Referencias

1. O. Auciello and R. Kelly, Ion bombardment Modification of Surfaces, (Elsevier, 1984).
2. R. Behrisch, Sputtering by Particle Bombardment I, (Springer Verlag, 1981).
3. O. Auciello, Rad. Effects 30, 11 (1976).
4. H. Winter, Comments At. Mol. Phys. 26, 287 (1991).
5. E.A. Sánchez, G.R. Gómez, J.E. Gayone, R.G. Pregliasco and O. Grizzi, Acta Microscópica 5 Supplement B, 372 (1996).
6. J.E. Gayone, R.G. Pregliasco, E.A. Sánchez and O. Grizzi, Phys. Rev. B 56, 4186 (1997).
7. H. H. Andersen and H. L. Bay, Sputtering Yield Measurements. Sputtering by Particle Bombardment I, Editor: R. Behrisch (Springer Verlag 1981).

CEILAP
CITEFA - CONICET
ZUFRIATEGUI Y VARELA
1603 VILLA MARTELLI
REPUBLICA ARGENTINA