

## ОБРАЗОВАНИЕ АТОМНО ГЛАДКИХ ТЕРРАС ПРИ СКОЛЕ КРИСТАЛЛА ВИСМУТА И ДИНАМИКА ИХ ГРАНИЦ

*А.М.Трояновский\**, *В.С.Эдельман*

*Институт физических проблем им. П.Л. Капицы РАН  
117334 Москва, Россия*

*\*Институт физики высоких давлений РАН  
142092 Троицк, Московская обл., Россия*

Поступила в редакцию 9 июня 1994 г.

Проведена сканирующая туннельная микроскопия скола  $\text{Bi}$  по базисной плоскости, производимого "in situ" в вакууме  $10^{-9}$  торр. Обнаружено, что на поверхности, образованной при сколе, присутствуют атомно гладкие террасы с размерами от единиц до нескольких сотен нанометров. В большинстве случаев их границы размыты на два – три межатомных расстояния уже при комнатной температуре, и размытие возрастает до десятков ангстрем при нагреве до  $\approx 520 - 530\text{K}$ . Это дает оценку энергии активации движения границ примерно  $700\text{K}$ . Однако прямые границы, ориентированные вдоль атомных рядов, при комнатной температуре атомно гладки.

Благодаря сканирующей туннельной микроскопии (СТМ) было установлено, что для ряда металлов –  $\text{Ag}$ ,  $\text{Au}$ ,  $\text{Cu}$ ,  $\text{Pb}$  [1–6], – уже при умеренных температурах границы одноатомных ступеней весьма подвижны и колеблются около своих средних положений на несколько межатомных расстояний с временами, меньшими, по крайней мере, миллисекунды. Оценки, сделанные в [1], дают характерное время порядка  $10^{-10}\text{c}$ . В экспериментах [1–3] изучались ступени на вицинальных гранях, и расстояние между ступенями было не слишком большим по сравнению с тепловым размытием ступеней, что, в принципе, должно исказить картину их движения. К тому же, для получения атомно чистой поверхности и атомно гладких террас поверхность травилась ионным пучком и кристаллы длительно отжигались. При этом появляются радиационные дефекты и возможна сегрегация примесей на поверхности, с чем связано появление довольно большого числа центров пиннинга границ [4].

В связи со сказанным, представляет интерес исследование террас на поверхности скола монокристаллов по плоскостям спайности, так как при этом можно надеяться, что для чистых металлов концентрация примесных атомов на поверхности будет мала. Исходя из этого, мы провели СТМ исследование поверхности скола по базисной плоскости монокристалла  $\text{Bi}$ .

Образцы размерами  $\approx 1 \times 2 \times 5\text{мм}$  отрезались на электроискровом станке от монокристаллов  $\text{Bi}$ , выращенных методом кристаллизации из расплава материала с чистотой  $\approx 10^{-5}\%$ ; проведенный анализ показал, что в процессе роста дополнительные примеси не вносились. Тригональная ось была направлена вдоль длинного ребра образца, а посередине одной из граней  $2 \times 5\text{мм}$  делался надрез глубиной  $0,2-0,3\text{мм}$ , параллельный базисной плоскости. Этот надрез задавал положение исследуемой поверхности после раскальвания образца. Образец протравливался в азотной кислоте для удаления внешнего нарушенного при резке слоя, промывался в воде и укреплялся в держателе СТМ, описанного в [7]. Образец можно было нагревать "in situ" до плавления.

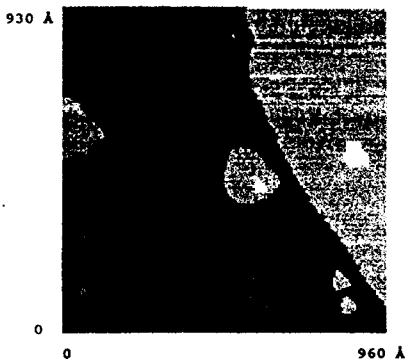
После размещения СТМ в вакуумной камере проводился обезгаживающий прогрев до температуры  $\approx 150^\circ\text{C}$ , прогрев вольфрамовой иглы СТМ электронным лучком и отжиг образца в течение нескольких часов при температуре  $\approx 250^\circ\text{C}$ . Длительность отжига выбиралась такой, чтобы при повторном нагреве образца до той же температуры не было заметно ухудшения вакуума. После достижения вакуума в установке лучше  $10^{-9}$  торр образец ломался при помощи пружины, спускаемой пережиганием удерживающей ее проволочки. К открывшейся поверхности подводилась игла СТМ, причем выбиралось место, выглядевшее гладким при рассмотрении в зрительную трубу с увеличением примерно  $10\times$ .

Отметим, что согласно результатам работы [8], благодаря очень низкому,  $\approx 10^{-4}$ , коэффициенту прилипания молекул остаточного газа, таких как  $\text{H}_2\text{O}$  или  $\text{O}_2$ , при вакууме  $10^{-9}$  торр монослой загрязнений на поверхности  $\text{W}$  образуется за время более 100 дней. Наши эксперименты с одним образцом занимали обычно несколько дней, и никаких явлений, которые можно было бы связать с появлением загрязнений на поверхности, не наблюдалось.

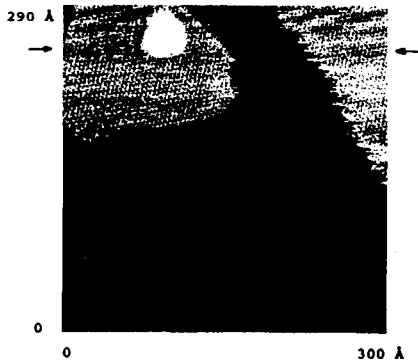
Типичное СТМ изображение поверхности свежего скола представлено на рис. 1а. На нем видны две протяженные атомно гладкие террасы. На террасах расположено несколько островков и впадин размерами от нескольких десятков до нескольких сотен ангстрем, причем на одном из больших островков в центре кадра расположен маленький. Эта область с большим увеличением показана на рис. 1б, а сечение, проходящее по линии, помеченной стрелками, — на рис. 1с. С точностью до погрешности измерений и калибровки, выполненной по одноатомным ступеням  $\text{Pb}$  в [6], высота всех ступеней совпадает с  $C_1/3 = 3,95 \text{ \AA}$ , где  $C_1$  — высота гексагональной ячейки кристалла  $\text{W}$ . Элементарная ячейка содержит 6 слоев атомов с чередующимися расстояниями между ними  $1,874 \text{ \AA}$  и  $2,080 \text{ \AA}$ . Таким образом, в пределах высоты ступени помещается два слоя, которые, как естественно предположить, в объеме располагались ближе друг к другу.

Для повышения контраста изображения на рис. 1б окно по высоте выбрано так, что выявляются только поверхности большого островка слева вверху кадра и расположенной на том же уровне террасы вверху слева. Все, что расположено ниже, выглядит черным, выше — светлым. Благодаря этому четко выделяются края видимых участков и ясно видна их атомная структура. В соответствии с кристаллографией  $\text{W}$ , атомы образуют гексагональную решетку с расстоянием между ними с точностью до калибровки СТМ по атомной структуре  $\text{Pb}$  [6] порядка нескольких процентов, совпадающим с ожидаемым значением  $4,546 \text{ \AA}$ . Видно, что островок имеет три атомно гладких границы, направление которых совпадает с направлением атомных рядов. На его скругленных углах, у террасы и у маленького островка края имеют "рваный" вид. На этих участках видимая структура границ соответствует тому, что при сканировании на каждой новой строке игла СТМ находит границу на новом месте. То, что на изображении четко видны атомные ряды, снимает вопрос о шумах СТМ. Таким образом, за время, меньшее периода строчной развертки  $\approx 1\text{с}$ , граница, отклоненная от точного направления атомных рядов, смещается случайным образом на расстояние порядка 2-3 межатомных.

Отметим также, что за время между последовательными моментами регистрации изображения маленького островка на рис. 1а и 1б он сместился относительно большого на расстояние примерно  $50 \text{ \AA}$  без видимого изменения



a



b

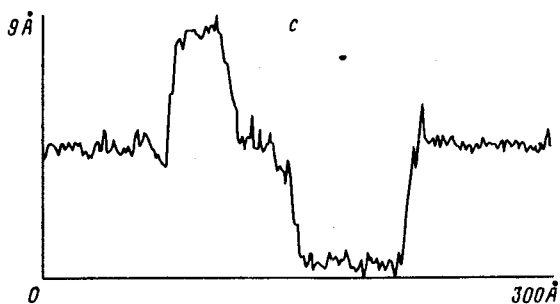


Рис.1. *a* – топограмма поверхности скола до отжига образца. Перепад уровней от черного (углубления) до белого (выступы)  $9 \text{ \AA}$ . Время записи одной строки –  $3,8 \text{ с}$ ; *b* – топограмма обведенной рамкой части кадра *a*. Перепад уровней от черного к белому  $1 \text{ \AA}$ . Размах атомной гофрировки, определенный по двумерному фурье-образу,  $0,57 \pm 0,05 \text{ \AA}$ . Начало записи спустя  $38 \text{ мин}$ , время записи одной строки –  $1,2 \text{ с}$ ; *c* – сечение кадра *b* вдоль строки, положение которой показано стрелками. Напряжение игла СТМ – образец  $4 \text{ мВ}$ , туннельный ток  $0,1 \text{ нА}$ . Температура комнатная. Число строк в кадрах: *a* –  $128$ ; *b* –  $256$ ; точек в строке: *a* –  $128$ , *b* –  $256$

своих размеров. Это не единственный наблюдавшийся случай перемещения нанообразований. Так, наблюдалось перемещение круглой ямки двухатомной глубины с диаметром примерно  $35 \text{ \AA}$  со скоростью порядка  $0,04 \text{ \AA/с}$  и ее исчезновение при подходе к краю протяженной двухатомной ступени. Характерные величины дрейфа коррелируют с размытием границ этих областей. Если считать, что при перемещении границы сохраняется сплошность островков (впадин), то при среднем квадрате смещения границы за  $1 \text{ с}$  порядка  $5 \text{ \AA}$  он может за  $10^3 \text{ с}$  продиффундировать на расстояние порядка  $150 \text{ \AA}$ .

Для нагретого образца качественно структура границы имеет тот же вид, что и при комнатной температуре, но ее размытие возрастает примерно втрое (рис.2). Видимые на этом рисунке светлые горизонтальные линии, проходящие через весь кадр, соответствуют, по-видимому, захвату на кончик иглы отдельного атома (или димера) при ее пересечении границы на обратном ходу. Отметим, что хотя при нагреве образца возрастают шумы и дрейф СТМ, размытость границы с этим не связана, так как на атомно гладких участках и в этом случае наблюдается отчетливая атомная картина. Среди нескольких

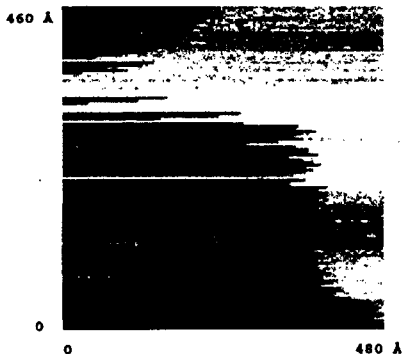


Рис.2

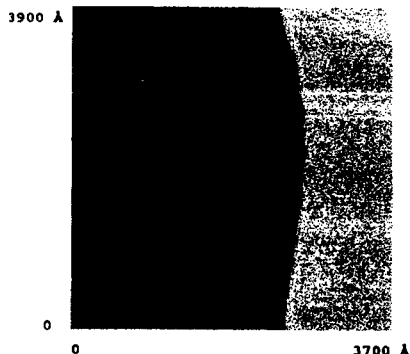


Рис.3

Рис.2. Топограмма, зарегистрированная при температуре образца  $535 \pm 3\text{K}$ . Перепад уровней от светлого к темному  $4\text{Å}$ . Напряжение игла - образец  $4\text{мВ}$ , туннельный ток  $0,1\text{нА}$ . Время записи строки -  $2\text{с}$ , число строк 128, точек в строке 128

Рис.3. Топограмма, зарегистрированная при комнатной температуре после отжига образца при  $\approx 535\text{K}$ . Перепад уровней от светлого к темному  $8\text{Å}$ . Напряжение игла - образец  $2\text{мВ}$ , туннельный ток  $0,1\text{нА}$ . Время записи строки -  $12\text{с}$ , число строк 256, точек в строке 256

десятков обследованных участков поверхности, на одном из них воспроизводимо наблюдалась прямая граница протяженностью приблизительно  $300\text{Å}$ , размытие которой не превосходило разрешения микроскопа для этой записи (примерно  $5\text{Å}$ ). По-видимому, стабильность границы в этом случае связана с ее пиннингом.

Считается, что движение границы обязано тепловой генерации изломов на границах ступеней и их движению вдоль границы [1-4]. Принимая эту модель для протяженных границ и сравнивая размытость границ при разных температурах, мы можем оценить энергию активации этого процесса  $\approx 700\text{K}$ . Для получения более точного значения необходимо значительно увеличить статистику эксперимента, чтобы иметь возможность сравнивать границы одной и той же ориентации, поскольку качественное различие в поведении ориентированных вдоль рациональных направлений и разориентированных границ явно говорит о значительной анизотропии процесса.

После отжига образца при  $\approx 530\text{K}$  в течение нескольких часов его поверхность приобретает вид протяженных атомно гладких террас, на которых практически отсутствуют мелкие детали, характерные для свежесколотой поверхности (сравни рис. 1а и рис.3). Это говорит о высокой скорости диффузии микрообластей. Границы протяженных ступеней также сглаживаются, но не становятся прямыми и не наблюдается тенденции их ориентирования по какому-либо рациональному направлению.

В заключение отметим, что обнаруженное нами образование при сколе террас с нанометровыми размерами представляется интересным с точки зрения динамики раскалывания. Эти островки и впадины не могут быть связаны с примесями, плотность которых в пересчете на одну атомную плоскость имеет порядок  $1\text{мкм}^{-2}$ , на два-три порядка меньшую плотности нанообразований, рис.1а. Не связаны они и с выходом на поверхность дислокаций, так как они расположены на атомно гладких террасах. Наши образцы достаточно

совершенны, нам ни разу не удалось обнаружить выхода дислокаций на поверхность, к примеру, на рис.3 их нет на площади  $\approx 0,1 \text{ мкм}^2$ . Высокая подвижность островков и впадин свидетельствует о том, что подстилаящая область бездефектна. Таким образом, представляется правдоподобным, что нанобласти образуются из-за интерференции интенсивных звуковых волн, генерируемых при расколе. Существенно, что скорость движения вершины щели при раскалывании  $\text{Bi}$ , достигающая  $1080 \text{ м/с}$  [9], заметно меньше скорости звука, и такая интерференция в принципе возможна. Судя по размерам террас, частоты звуковых волн должны быть всего на порядок меньше дебаевских.

А.Ф. Андрееву авторы благодарны за интерес к работе, И.Н. Хлюстикovu – за обсуждение результатов.

Работа получила частичную поддержку в рамках Sloan Foundation Grant, предоставленного Американским физическим обществом, и по гранту № M64000, предоставленному Международным научным фондом.

- 
1. M.Poengen, J.F.Wolf, J.Frohn, et al., Surf. Sci. **274**, 430 (1992).
  2. G.A.Held, D.M.Goodstein, R.M.Feenstra, et al., Phys. Rev., **B 48**, 8458 (1993).
  3. M.Giesen-Seibert, R.Jentjens, M.Poengen, and H.Pbach, Phys. Rev. Lett. **71**, 3521 (1993).
  4. L.Kuipers, M.S. Hoogeman, and J.W.M. Frenken, Phys. Rev. Lett. **71**, 3517 (1993).
  5. L.Kuipers and J.W.M.Frenken, Phys. Rev. Lett. **70**, 3907 (1993).
  6. А.М.Трояновский, В.С.Эдельман, Письма в ЖЭТФ, **57**, 429 (1993).
  7. V.S.Edelman, A.M.Trojanovskii, M.S.Khaikin, et al., J. Vac. Sci. Technol., **B 9**(2), 618 (1991).
  8. T.N.Taylor, C.T.Campbell, J.M.Rogers et al., Surf. Sci. **134**, 529 (1983).
  9. В.М.Финкель, И.А.Куткин, А.М.Савельев, и др. Кристаллография **8**, 752 (1963).