

XXVII Международная конференция
Взаимодействие ионов с поверхностью «ВИП-2025»

XXVII International Conference
Ion-Surface Interactions «ISI-2025»

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РФ
РОССИЙСКАЯ АКАДЕМИЯ НАУК
РЯЗАНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РАДИОТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
имени В.Ф. УТКИНА
ЯРОСЛАВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
им. П.Г. ДЕМИДОВА
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЯДЕРНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ «МИФИ»
МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
имени М.В. ЛОМОНОСОВА
САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
ПЕТРА ВЕЛИКОГО

Взаимодействие ионов с поверхностью

ВИП-2025

Труды
XXVII Международной конференции

25 – 29 августа 2025 г.

Рязань, Россия

Редакторы:

Л.С. Устинова, А.Ю. Гришачева, Н.В. Макарова

Рязанский государственный Радиотехнический университет имени В.Ф. Уткина

Том 1

Ministry of Science and Higher Education of the RF
Russian Academy of Sciences
Ryazan State Radio Engineering University
P.G. Demidov Yaroslavl State University
National Research Nuclear University «MEPhI»
M.V. Lomonosov Moscow State University
Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

Ion-Surface Interactions

ISI–2025

Proceedings
of the XXVII International Conference

August 25–29, 2025

Ryazan, Russia

Editors:

L.S. Ustinova, A.Yu. Grishacheva, N.V. Makarova
Ryazan State Radio Engineering University

Volume 1

ВВЕДЕНИЕ

XXVII Международная конференция «Взаимодействие ионов с поверхностью» (ВИП-2025) проводится с 25 по 29 августа 2025 года в Рязанском государственном радиотехническом университете им. В.Ф. Уткина.

Организаторами конференции ВИП-25, помимо принимающей стороны, являются Министерство науки и высшего образования РФ, Российская Академия Наук, Ярославский государственный университет им. П.Г. Демидова, Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого.

Тематика конференции традиционно охватывает фундаментальные и прикладные вопросы взаимодействия ионов с поверхностью. Доклады объединены в 7 секций, работающих последовательно:

1. Распыление, структура поверхности, десорбция;
2. Рассеяние и эмиссия ионов, электронов, фотонов и рентгеновских лучей при ионной бомбардировке;
3. Имплантация ионов и модификация поверхности;
4. Ионно-индуцированные процессы в тонких пленках и наноструктурах;
5. Взаимодействие плазмы с поверхностью – физика и технология;
6. Ионное облучение в биологии и медицине;
7. Методы анализа поверхности.

В рамках секций помимо регулярных устных и стендовых докладов будут представлены обзорные лекции, посвященные передовым результатам научных исследований в области взаимодействия ионов с поверхностью и в некоторых смежных областях знаний. Заседания пройдут в смешанном (очном и дистанционном) формате.

Конференция «Взаимодействие ионов с поверхностью» является одной из ведущих в своей области науки. Впервые она прошла в 1971 году в Харькове по инициативе профессора Я.М. Фогеля; далее конференции проводились в Москве, Киеве, Минске, Звенигороде, Ярославле. На протяжении всего времени конференция ВИП сохранялась и бережно поддерживалась её организаторами, в том числе теми, кто стоял у её истоков. К ним в первую очередь относятся: Ю.А. Рыжов, В.Е. Юрасова, Я.М. Фогель, О.Б. Фирсов, Б.Б. Кадомцев, В.Т. Черепин, В.А. Лабунов, В.Г. Тельковский, И.И. Шкарбан, В.А. Курнаев, А.И. Титов.

В адрес Программного комитета в этом году поступило более 140 расширенных тезисов научных докладов, которые опубликованы в настоящих трудах конференции. Отмечается большое число молодых участников, многие из которых выступают с устными докладами.

После завершения конференции предполагается публикация материалов представленных докладов в виде статей в журналах «Поверхность», «Известия РАН, серия физическая». Статьи для публикации будут отобраны и распределены по журналам Программным комитетом после рецензирования во время работы конференции.

От лица организаторов конференции выражаю глубокую благодарность российским и иностранным членам Организационного и Программного комитетов.

В свободное от работы конференции время будет организована экскурсия по Памятным местам Рязанской области.

Организаторы ВИП-2025 надеются, что дружественное общение участников в ходе работы конференции будет способствовать её успеху и дальнейшему сотрудничеству учёных.

Ю.М. Гаспарян, председатель Программного комитета ВИП-2025

INTRODUCTION

The 27th International Conference on Ion-Surface Interactions (ISI-2025) will be held from 25 to 29 of August 2025 in the Ryazan State Radio Engineering University.

The organizers of the ISI-2025 conference, in addition to the host, are the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation, the Russian Academy of Sciences, P.G. Demidov Yaroslavl State University, the National Research Nuclear University "MEPhI", M.V. Lomonosov Moscow State University, and Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University.

In addition to the host, the ISI-2025 is organized by the Ministry of Science and Higher Education of the RF, the Russian Academy of Sciences, National Research Centre "Kurchatov Institute", Yaroslavl state university, and Yaroslavl branch of Institute of Physics and Technology RAS, National research nuclear university MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute), Moscow state university, and St. Petersburg State Polytechnic University.

The Conference covers both basic and applied issues of ion-surface interaction in its seven sections:

1. Sputtering, surface structure, desorption;
2. Ion scattering, emission of ions, electrons, photons, and X-rays under ion-surface interaction;
3. Ion implantation, surface modification and surface analysis;
4. Ion-induced processes in thin films and nanostructures;
5. Plasma- surface interaction: physics and technology;
6. Ion irradiation in biology and medicine;
7. Surface analysis techniques.

In the frame of each section, regular oral and poster presentation together with review talks will be presented. The conference will be held in a hybrid (in person and online) format.

The ISI Conference is one of the leading in the field of ion-surface interaction. It was organized for the first time in Kharkov in 1971 on the initiative of Prof. Ya.M. Fogel. Later it was held at Moscow, Kiev, Minsk, Zvenigorod, Yaroslavl. For a long time, the ISI conference is carefully supported by her organizers, including those who stood at its origins: Yu.A. Ryzhov, V.E. Yurasova, B.B. Kadomtsev, V.T. Cherepin, V.A. Labunov, V.G. Telkovsky, I.I. Shkarban, V.A. Kurnaev, A.I. Titov.

This time, the Programme Committee received more than 140 extended abstracts. The materials are published in this Conference Proceedings. There are many new young participants from different regions of Russia, and a number of young participants will have a chance to present their results as oral or invited talks.

On behalf of the organizers of the conference, I would like to express my deep gratitude to foreign members of the Organizing and Program Committees and the International Advisory board for their great help in organizing the conferences.

After the conference, selected papers of the Conference will be published as special issues of the "Bulletin of the Russian Academy of Sciences, Physics" and "Journal of Surface Investigation".

A guided tour to the memorial sites of the Ryazan region will be organized in the time free of scientific sections.

The organizing committee hope that this conference will be just as interesting as the previous ones and friendly communication between participants will bring lively discussions and many new useful connections.

Yury Gasparyan,
Chair of ISI-2025 Programme committee



Участники конференции ВИП-2023 в Ярославле, 21.08.2023
Participants of ISI-2023 in Yaroslavl, 21.08.2023

ОРГАНИЗАЦИОННЫЙ КОМИТЕТ

С.А. Банников – *председатель*
В.С. Черныш – *сопредседатель*
А.И. Титов, В.И. Бачурин – *заместители председателя*
С.Г. Трубицына – *ученый секретарь*

Члены оргкомитета:

П.Ю. Бабенко
Л.Б. Беграмбеков
А.М. Борисов
Ю.М. Гаспарян
Е.Ю. Зыкова
А.Е. Иешкин
П.А. Карасев
В.Ф. Лукичев
Г.Е. Ремнев

ЛОКАЛЬНЫЙ ОРГАНИЗАЦИОННЫЙ КОМИТЕТ

С.И. Гусев – *председатель*
В.Г. Литвинов – *зам. председателя*

Члены локального оргкомитета:

Н.В. Вишняков
А.Ю. Гришачева,
М.В. Дубков
Н.В. Макарова
А.Е. Серебряков
Е.В. Сливкин
А.Б. Толстогузов
А.А. Трубицын
Л.С. Устинова

ORGANISING COMMITTEE

S. Bannikov – *Chair*
V. Chernysh – *Co-chair*
A. Titov, V.I. Bachurin – *Vice chairs*
S. Trubitsyna – *Scientific secretary*

Members:

P. Babenko
L. Begrambekov
A. Borisov
Yu. Gasparyan
E. Zyкова
A. Ieshkin
P. Karaseov
V. Lukichev
G. Remnev

LOCAL ORGANISING COMMITTEE

S. Gusev – *Chair*
V. Litvinov – *Vice chair*

Members:

M. Dubkov
A. Grishacheva
N. Makarova
A. Serebryakov
E. Slivkin
A. Tolstoguzov
A. Trubitstyn
N. Vishnyakov
L. Ustinova

ПРОГРАММНЫЙ КОМИТЕТ

Ю.М. Гаспарян – *председатель*

А.И. Титов – *сопредседатель*

Члены программного комитета:

Д. Авасти (Индия),

Д. Гогова (Болгария),

Ф. Джурабекова (Финляндия),

Г. Ду (Китай),

А.Н. Зиновьев (Россия),

Д.С. Королев (Россия),

К. Лоренц (Португалия),

Ю.А. Маевский (Россия),

Ю.В. Мартыненко (Россия),

А.Н. Михайлов (Россия),

К. Монтанари (Аргентина),

С. Петрович (Сербия),

А.А. Писарев (Россия),

И.Л. Тажибаева (Казахстан),

Д.И. Тетельбаум (Россия),

А.И. Титов (Россия),

К. Токеши (Венгрия),

Ф.Ф. Умаров (Казахстан),

Н.Н. Черенда (Белоруссия),

В.С. Черныш (Россия),

М.В. Чиркин (Россия).

PROGRAMME COMMITTEE

Yu. Gasparyan – *Chair*

A. Titov – *Co-chair*

Members:

K. Avasthy (India),

N. Cherenda (Belarus),

V. Chernysh (Russia),

M. Chirkin (Russia),

D. Gogova (Bulgaria),

F. Djurabekova (Finland),

G. Du (China),

D. Korolev (Russia),

K. Lorenz (Portugal),

Yu. Martynenko (Russia),

Y. Maevskiy (Russia),

A. Mikhailov (Russia),

C. Montanari (Argentina),

S. Petrovich (Serbia),

A Pisarev (Russia),

I. Tazhibaeva (Kazakhstan),

D. Tetelbaum (Russia),

A. Titov (Russia),

K. Tokesi (Hungary),

F. Umarov (Kazakhstan),

A. Zinovyev (Russia).

***Секция № 1. Распыление, эрозия поверхности,
десорбция***

Section 1. Sputtering, surface structure, desorption

**ТОРМОЖЕНИЕ, РАССЕЯНИЕ И РАСПЫЛЕНИЕ ПРИ СТОЛКНОВЕНИЯХ
АТОМОВ КЭВ-ЭНЕРГИЙ С ТВЕРДЫМ ТЕЛОМ
STOPPING, SCATTERING AND SPUTTERING IN COLLISIONS
OF KEV-ENERGY ATOMS IN SOLIDS**

П.Ю. Бабенко, А.П. Шергин, А.Н. Зиновьев

P.Yu. Babenko, A.P. Shergin, A.N. Zinoviev

ФТИ им. А.Ф. Иоффе, 194021, ул. Политехническая, д. 26, Санкт-Петербург, Россия

e-mail: babenko@npd.ioffe.ru

The work discusses a significant refinement of the concepts of stopping and scattering of atomic particles with energies less than 100 keV in matter, which arose when comparing currently available experimental data with the results of computer modeling: the problem of choosing the potential for describing particle scattering, refinement of concepts of nuclear and electron stopping powers. The decisive role in the formation of electron losses of the mechanism associated with the excitation of autoionization states during the rearrangement of molecular shells during the collision process is considered. A significant contribution of fast electron emission to the cross section of electron losses is established.

Межатомные потенциалы в твердом теле

Вопрос об отличии потенциала при столкновениях частиц в твердом теле от столкновений в газовой фазе является предметом постоянных дискуссий. В работе [1] сведения о потенциале были получены из моделирования энергетических и угловых спектров обратно рассеянных частиц при бомбардировке протонами мишени из золота. Было показано, что потенциал взаимодействия ион - твердое тело заметно отличается от потенциала, описывающего столкновения в газовой фазе. Константа экранирования возрастала на 10-15 %. Это явление было подтверждено при моделировании углового распределения частиц при прохождении протонами тонкой пленки из золота [1]. Эти результаты представлены на рис. 1.

Теоретическое описание данного явления было дано в работе [2]. При движении иона в твердом теле происходит экранировка потенциала иона.

В этой работе нами получена формула, которая описывает взаимодействие иона с зарядом Z_1 с ионом ($N_2 < Z_2$) или атомом решетки ($N_2 = Z_2$).

$$U(R) = \frac{Z_1(Z_2 - N_2)}{R} + \frac{Z_1 N_2}{R} \sum_{i=1}^3 A_i \exp\left(-B_i \frac{R}{a}\right) \quad (1)$$

где A_i и B_i – коэффициенты разложения в потенциале Мольера, N_2 – число электронов иона решетки.

Потенциал взаимодействия иона, экранированного электронами проводимости, с решеткой металла (см. рис. 1):

$$U(R) = \frac{Z_1(Z_2 - N_2)}{R} \exp\left(-\frac{R}{R_D}\right) + \frac{Z_1 N_2}{R} \sum_{i=1}^3 A_i \exp\left(-B_i \frac{R}{a}\right) \exp\left(-\frac{R}{R_D}\right) \quad (2)$$

где R_D – длина экранирования Дебая. Для золота $R_D = 1.358$ а.е.

Для потенциала взаимодействия нейтрального атома с решеткой твердого тела:

$$U(R) = \frac{Z_1 Z_2}{R} \sum_{i=1}^3 A_i \exp\left(-B_i \frac{R}{a}\right) \exp\left(-\frac{2R}{a_B}\right) \left(1 + \frac{R}{a_B}\right) \quad (3)$$

здесь $a = 0.8853 a_B Z_2^{-1.2} N_2^{0.87}$, $a_B = 0.529$ Å. Как видно из рис. 1, данные, полученные из эксперимента, описываются полученными формулами.

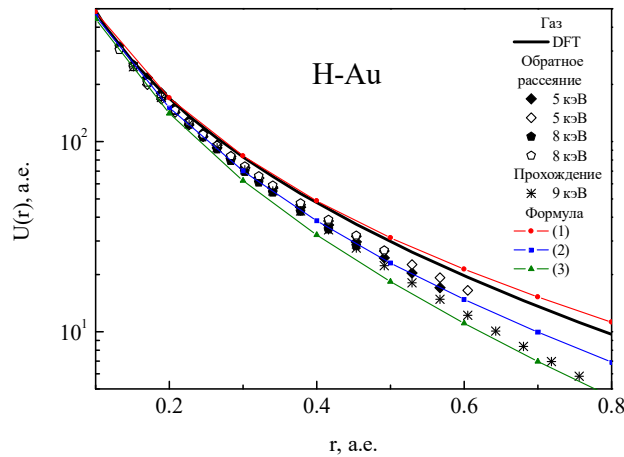


Рис. 1. Потенциал межатомного взаимодействия в зависимости от расстояния. Система H-Au.

Приведен потенциал DFT для газовой фазы. Точками показаны данные из работы [1], в которых значения потенциалов получены обработкой экспериментальных данных о рассеянии частиц на поверхности или прохождения через тонкие пленки.

Линии с точками расчет по формулам (1,2,3)

Автоионизационный механизм электронных тормозных потерь

При столкновениях атомов средних масс происходит перестройка электронных оболочек и с большими сечениями образуются автоионизационные состояния. На рис. 2 представлена зависимость неупругой потери энергии Q и среднего заряда частиц после столкновения δ в зависимости от достигнутого межъядерного расстояния для случая Ar-Ar. Наблюдается корреляция изменения Q и δ с характерными расстояниями, когда происходит перестройка молекулярных оболочек.

Электронную тормозную способность можно оценить, используя парциальные сечения ионизации σ_{nlj}^{ion} и значения неупругих потерь энергии Q_{nlj} , суммируя вклад для рассматриваемых каналов с квантовыми числами n, l, j :

$$\frac{dE}{dx} = \frac{1}{V_0} \sum_{nlj} Q_{nlj} \sigma_{nlj}^{ion} \quad (4)$$

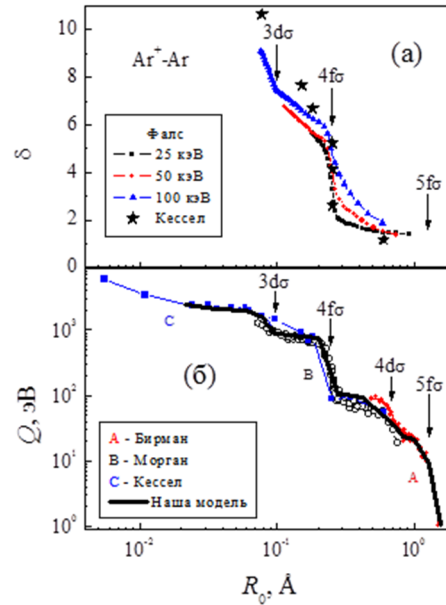


Рис. 2. Зависимость числа эмитированных электронов δ и неупругих потерь энергии для системы Ag^+-Ag от расстояния наибольшего сближения. Стрелки указывают пороги выдвигания различных орбиталей. Точки - результаты экспериментов. Сплошная линия – наша модель [3]

Здесь V_0 – объем одного атома в твердой мишени. Суммирование ведется по всем промотированным состояниям с квантовыми числами n, l, j . Результаты расчета dE/dx для столкновения $Ag-Ag$ (твердая мишень) представлены на рис. 3.

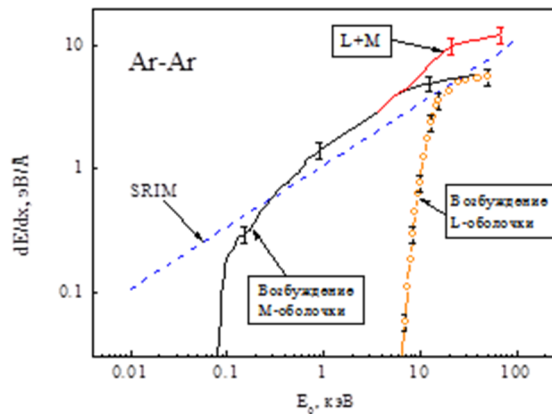


Рис. 3. Электронная тормозная способность при столкновениях Ag с твердым Ag . Жирная черная линия - оценки, полученные на основе сечения ионизации. Вклад ионизации L-оболочки показан кружками. Жирная сплошная красная линия представляет собой сумму вкладов возбуждения L- и M-оболочек. Штриховая синяя линия расчет программы SRIM.

Рисунок взят из работы [3]

Автоионизационная модель предсказывает пороговый характер изменения dE/dx при возбуждении конкретной оболочки. Как видно из рис. 3, возбуждение внутренней L-оболочки увеличивает значение dE/dx в два раза.

Влияние многократности соударений на электронные тормозные потери

Как известно, данные измерений электронных тормозных потерь методом прохождения через тонкие пленки и из анализа энергетических спектров при энергии столкновения менее 10 кэВ заметно различаются (см. рис. 4 а).

В нашей работе [4] это различие было объяснено тем, что вследствие многократности столкновений длина траектории заметно больше толщины пленки в экспериментах на прострел и нужно использовать параметр потеря энергии на единицу длины траектории. В этом случае данные экспериментов для двух разных геометрий хорошо согласуются.

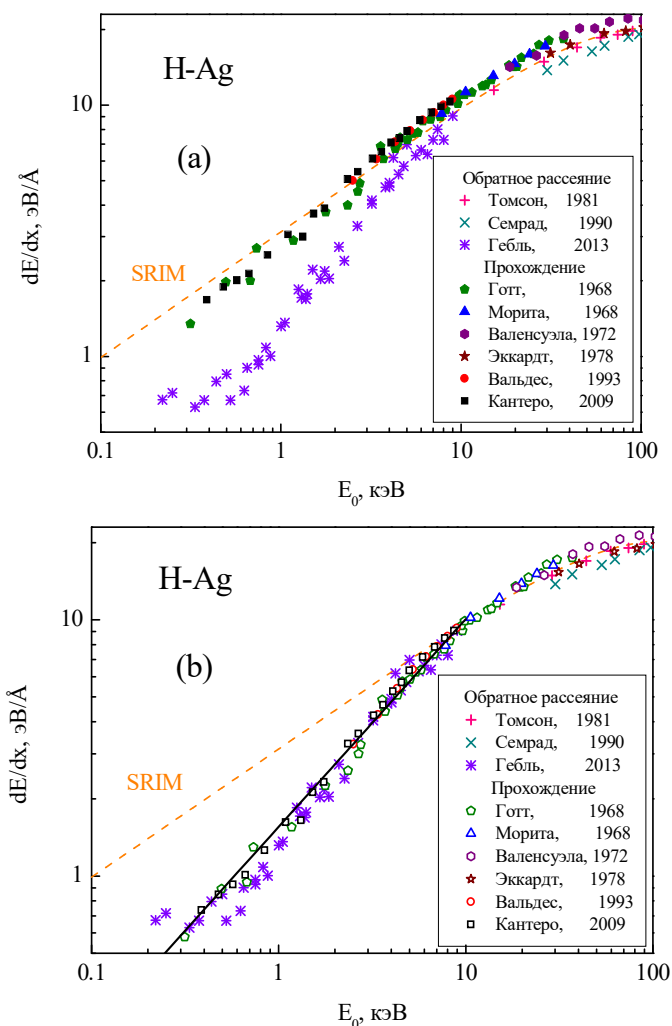


Рис. 4. Электронные тормозные потери в зависимости от энергии налетающих частиц. Система H-Ag. Точки - эксперимент из базы данных NDS. Штриховая линия - расчет программой SRIM. На рис. 4(б) данные на прострел поправлены на увеличение длины траектории

Влияние потенциальной ямы на ядерные потери

В работе [5] были рассчитаны ядерные тормозные способности для DFT потенциалов с учетом наличия потенциальной ямы для 48 систем. Как видно из рис. 5, наличие потенциальной ямы приводит к дополнительному пику в сечении ядерных тормозных потерь при малых энергиях, что должно учитываться при моделировании распыления.

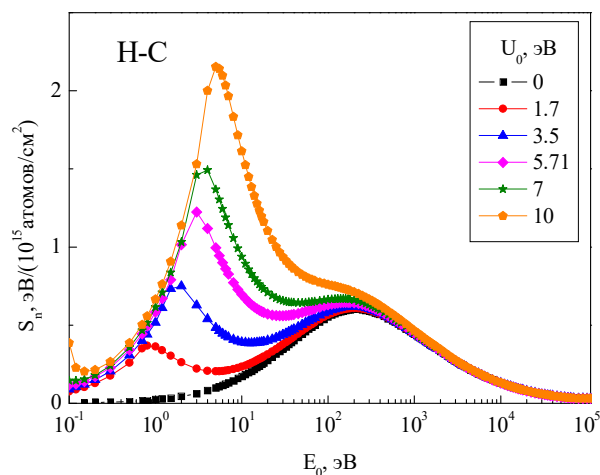


Рис. 5. Влияние глубины потенциальной ямы на сечение ядерного торможения в случае Н-С. Проведен модельный расчет: отталкивательная часть потенциала для системы Н-С не меняется, а глубина потенциальной ямы U_0 меняется, а ее форма остается прежней

Вклад быстрых электронов в тормозные потери

На рис. 6 *a* приведен вклад различных столкновительных процессов в сечение электронных тормозных потерь [6]. Сумма вкладов этих процессов и независимых измерений сечений электронных тормозных (ЭТС) потерь достигается только в том случае, если предположить, что значительную кинетическую энергию уносят электроны (сумма А). На рис. 6 *b*. приведены значения энергии вылетевших электронов W_e , полученные из условия баланса суммы процессов и сечения ЭТС, а также результаты прямых измерений средних энергий вылетевших электронов [7]. Как видно из рис. 6 *b*, кинетические энергии электронов могут в 2-3 раза превышать потенциал ионизации. Наличие быстрых электронов может приводить к образованию дополнительных дефектов в твердом теле.

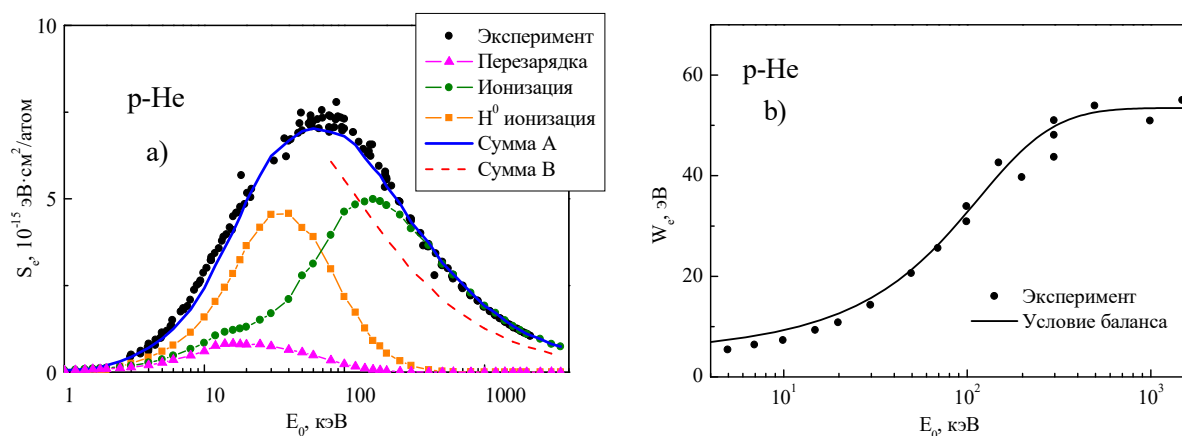


Рис. 6. а) Сравнение вкладов различных процессов в сечение тормозных потерь для случая р-He. Сплошная линия представляет собой сумму всех процессов с учетом кинетической энергии электронов (Сумма А); пунктирная линия – то же самое, без учета этого вклада (Сумма В).
 б) зависимость W_e от энергии столкновения E_0 . Точки – эксперимент [7], черная линия – значения, полученные из условия баланса сечений

Влияние поверхностного барьера на коэффициент отражения

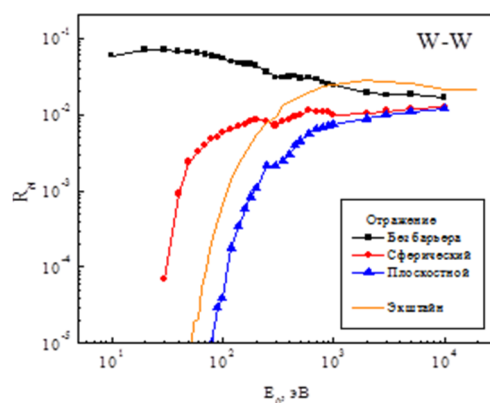


Рис. 7. Сопоставление коэффициентов отражения R_N для системы W-W. Квадраты – отсутствие барьера, кружки – сферический барьер, треугольники – плоскостной барьер. Линией показан расчет из работы [8] для случая плоскостного барьера

Коэффициенты распыления и энергетические пороги распыления

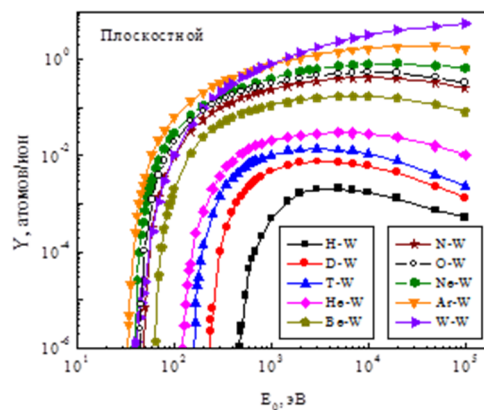


Рис. 8. Коэффициенты распыления для мишени из вольфрама атомами H, D, T, He, C, N, O, Ne, Ar, W для нормального падения в зависимости от энергии налетающих атомов для плоскостного барьера [9]

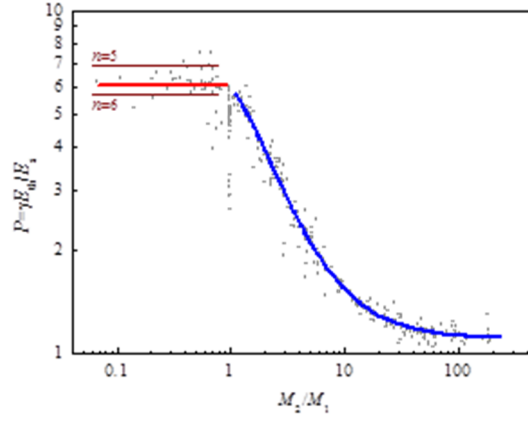


Рис. 9. Зависимость параметра P от отношения M_2/M_1 . При $M_2/M_1 < 1$ указаны значения P для кратности соударений атомов мишени n . Жирной линией показана зависимость, соответствующая формуле (5)

$$P = \gamma \frac{E_{th}}{U_s} = \begin{cases} 6.03, & \frac{M_2}{M_1} < 1 \\ \frac{4.62}{1 + 0.692 \cdot \left(\frac{M_2}{M_1} - 1.07\right)^{1.19}} + 1.10, & \frac{M_2}{M_1} > 1 \end{cases} \quad (5)$$

Как видно из рис. 9, зависимость параметра P от отношения M_2/M_1 носит ступенчатый характер и хорошо описывается формулой (5). Это позволяет производить экспресс-оценку значения энергетического порога распыления.

Более подробное изложение материала можно найти в обзоре [10].

- [1]. A.N. Zinoviev, P.Yu. Babenko, V.S. Mikhailov, D.S. Tensin, A.P. Shergin, NIMB, 458 (2024) 165259.
- [2]. П.Ю. Бабенко, В.С. Михайлов, А.Н. Зиновьев, Письма в ЖЭТФ, 117 (2023) 723.
- [3]. А.Н. Зиновьев, П.Ю. Бабенко, А.П. Шергин, ЖЭТФ, 163 (2023) 744.
- [4]. A.N. Zinoviev, P.Yu. Babenko, V.S. Mikhailov, NIMB, 547 (2024) 165220.
- [5]. A.N. Zinoviev, P.Yu. Babenko, K. Nordlund, NIMB, 508 (2021) 10.
- [6]. A.N. Zinoviev, P.Yu. Babenko, NIMB, 536 (2023) 82.
- [7]. M.E. Rudd, L.H. Toburen, N. Stolterfoht, At. Data Nucl. Data Tables, 18 (1976) 413.
- [8]. W. Eckstein. Calculated Sputtering, Reflection and Range Values (IPP, Garching, 2002)
- [9]. В.С. Михайлов, П.Ю. Бабенко, А.П. Шергин, А.Н. Зиновьев, Физика плазмы, 50 (2024) 15.
- [10] П.Ю. Бабенко, А.Н. Зиновьев, А.П. Шергин, УФН, 194 (2024) 1059.

**ФОРМИРОВАНИЕ ТЕРРАСИРОВАННОГО РЕЛЬЕФА НА ПОВЕРХНОСТИ
КРЕМНИЯ ПРИ ОБЛУЧЕНИИ ИОНАМИ ГАЛЛИЯ
FORMATION OF A TERRACED RELIEF ON A SILICON SURFACE UNDER
BOMBARDMENT BY GALLIUM IONS**

А.С. Рудый^{1,2}, М.А. Смирнова^{1,2}, В.И. Бачурин^{1,2}, А.Н. Куликов²

A.S. Rudy^{1,2}, M.A. Smirnova^{1,2}, V.I. Bachurin^{1,2}, A.N. Kulikov²

¹НИИЦ «Курчатовский институт» – Отделение Физико-технологического института
им. К.А. Валиева, ЦНИТ-Ярославль, 150067, Ярославль, Россия vibachurin@mail.ru

²Ярославский Государственный университет им. П.Г. Демидова, Ярославль,
150003 Россия

It has been experimentally established that in the case of Si bombardment by Ga ion beam at incidence angles $\theta > 40^\circ$, a terraced relief (TR) is formed without an intermediate stage in the form of waves. The explanation of this phenomenon is given in the framework of the nonlocal equation of erosion (NUE) of the surface by an ion beam. An analysis of the stability of the initial flat surface, which is one of the equilibrium states, showed that in range $40^\circ < \theta < 70^\circ$, the terraced surface is stable, while the flat surface is unstable.

К настоящему времени накоплен большой объем экспериментальных и теоретических исследований, посвященных образованию периодического волнообразного рельефа (ВР) на поверхности твердых тел ионным облучением, достаточно подробный обзор которых можно найти в работах [1, 2]. Экспериментально установлены основные закономерности параметров структур, формирующихся на поверхности, в зависимости от энергии и типа ионов, угла падения, температуры образцов и др. Так, например, образование ВР на поверхности Si происходит при достижении определенного флуенса (D_0), которая зависит от типа ионов и в определенном диапазоне углов падения ионного пучка. Известно, что с увеличением флуенса наблюдается переход ВР в террасированный рельеф (ТР). Так, при облучении поверхности Si ионами Ar^+ с энергией 20 кэВ, $D = 3 \cdot 10^{19} - 6 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$, наблюдался переход от ВР к ТР [3]. Аналогичная ситуация была описана в [4], где поверхности Si, Ge, SiO_2 и Al_2O_3 облучались ионами He^+ с энергиями 0.6 и 1.2 кэВ, при углах падения ионов 65° и 75° . Теория формирования террасированного рельефа была предложена Пирсоном и Брэдли [5, 6]. С этой целью уравнение движения, известное как уравнение

Курамото-Сивашинского (КС-уравнение) [7], было дополнено кубическим членом $c_3 h_x^3/6$, где h_x – амплитуда рельефа. Интегрирование дополненного уравнения КС дает решение, которое в зависимости от значения коэффициента c_3 с ростом флуенса приводит к переходу ВР к ТР.

В [8] было установлено, что при облучении Si фокусированным ионным пучком (ФИП) Ga^+ с энергией 30 кэВ при углах падения ионов $\theta > 40^\circ$ формируется исходный ТР без промежуточной фазы в виде ВР. В [9] в рамках нелокального уравнения эрозии [10] показано, что в результате распыления изначально гладкой поверхности первоначально образуется волнообразный рельеф, а затем с ростом флуенса – террасированный. Однако допускалось, что ТР может формироваться при распылении гладкой поверхности. Целью данной работы явилось экспериментальное изучение параметров ТР при наклонном облучении Si фокусированным пучком ионов Ga^+ , подробное описание нелокального уравнения эрозии, определение условий для формирования ТР и их сравнение с экспериментальными данными.

Облучение Si ионами Ga^+ с энергией 30 кэВ осуществлялось на установке Quanta 3D 200i при комнатной температуре. Сканирование ионного пучка по заданной площади раstra (30×30 мкм) было реализовано по стратегии «серпантина». Диаметр пучка 4 мкм, ток 5 нА, время задержки пучка в каждой точке пути 0.1 мкс. Перекрытие пучка составляло 95 %, что способствовало увеличению однородности сканирования и распределения флуенса по площади. Величина плотности тока по площади раstra составляла $0.55 \text{ мА} \cdot \text{см}^{-2}$ ($3.4 \cdot 10^{15} \text{ с}^{-1} \cdot \text{см}^{-2}$). Угол падения ионов изменялся от 40° до 85° относительно нормали к поверхности, флуенс D – от $1.25 \cdot 10^{18}$ до $2 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$. Последующий анализ поверхностной топографии образцов осуществлялся методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на установке Supra 40.

Для измерения параметров ТР на установке Quanta 3D 200i были сформированы поперечные сечения кратеров распыления, один из которых, полученный при $\theta = 50^\circ$, представлен на рис. 1. Были измерены углы наклонов склонов ТР, которые составили 43° и 33° для левого и правого склонов рельефа ($\theta = 50^\circ$) и около 40° при $\theta = 40^\circ$.

Анализ устойчивости состояний равновесия решений нелокального уравнения эрозии, выполненный в данной работе показал, что в диапазоне $40^\circ < \theta < 77^\circ$ плоская поверхность неустойчива, а состояния равновесия в форме ТР устойчивы. Поэтому образование ТР является результатом потери устойчивости решения в виде плоскости и перехода в устойчивое состояние равновесия.

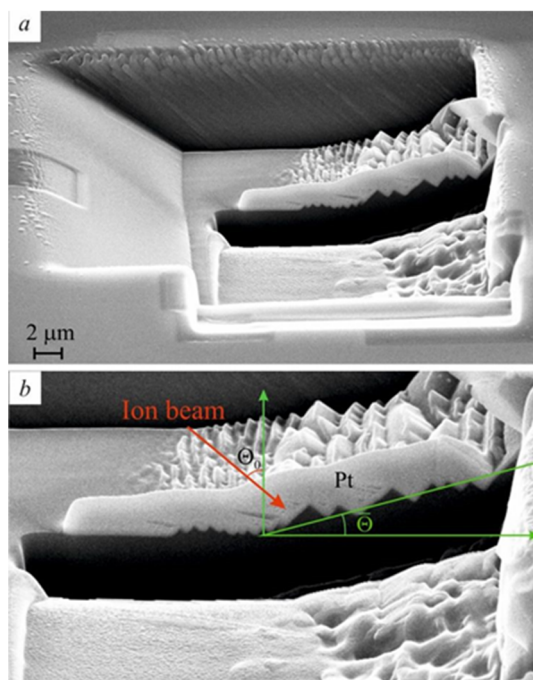


Рис. 1. Поперечные сечения кратеров распыления: а) Общий вид раstra с ТР рельефом.
 б) Тренч, с нанесенным слоем платины. Показано, что плоскость, на которой формируются террасы, образует с горизонталью угол 11.5°

Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки России в рамках государственного задания ЯрГУ № FENZ-2024-0005 в части реализации экспериментальной составляющей настоящего исследования на оборудовании Центра коллективного пользования «Диагностика микро – и наноструктур», в рамках государственного задания НИЦ «Курчатовский институт» разработана модель формирования террасированного рельефа на поверхности Si при наклонном облучении ионами Ga^+ .

- [1.] J. Muñoz-García, L. Vázquez, M. Castro, et.al., Mater. Sci. & Eng. R. 86 (2014) 1.
- [2]. R. Cuerno, J.-S. Kim, J. Appl. Phys. 128 (2020) 180902.
- [3]. G. Carter, V. Vishnyakov, Surf. Interface Anal. 23 (1995) 514.
- [4]. M. Teichmann, J. Lorbeer, F. Frost, B. Rauschenbach, Nanoscale Res. Lett. 9 (2014) 439.
- [5]. D.A. Pearson, R.M. Bradley, J. Phys.: Condens. Matter. 27 (2015) 015010.
- [6]. M.P. Harrison, D.A. Pearson, R.M. Bradley, Phys. Rev. E 96 (2017) 032804.
- [7]. R. Cuerno, A.-L. Barbasi, Phys. Rev. Lett. 74 (1995) 4746.
- [8]. V.I. Bachurin., M. A. Smirnova, K.N. Lobzov, et.al. J. Surf. Invest. 18 (2024) 822.
- [9]. A.S. Rudy, A.N. Kulikov, A.V. Metlitskaya, Russ. Microelectron. 40 (2011) 109.
- [10] A.S. Rudy, V.I. Bachurin, Bull. Russ. Acad. Sci.: Phys. 72 (2008) 586.

РАСПЫЛЕНИЕ ЛЕГКИМИ АТОМАМИ **SPUTTERING BY LIGHT ATOM BOMBARDMENT**

А.Н. Зиновьев, П.Ю. Бабенко, В.С. Михайлов, А.В. Смаев

A.N. Zinoviev, P.Yu. Babenko, V.S. Mikhailov, A.V. Smaev

ФТИ им. А.Ф. Иоффе, 194021, ул. Политехническая, д. 26, Санкт-Петербург, Россия

e-mail: zinoviev@inprof.ioffe.ru

A model of sputtering by light atoms is proposed, considering as the dominant mechanism the sputtering of near-surface layers by a flow of backscattered particles. Taking into account the energy spectrum of backscattered atoms allowed to describe the dependence of the sputtering coefficient on the initial energy in a wide range, including in the near-threshold region.

Рассмотрим вклад различных механизмов, приводящих к распылению: бомбардирующая частица при движении вглубь твердого тела может выбить атом мишени – процесс РКА-in (РКА - Primary Knock-on Atom). Аналогичный вклад могут внести обратно рассеянные первичные частицы – процесс РКА-out. Выбитые атомы мишени могут передать энергию вторичным частицам мишени, образуя каскад столкновений. Будем различать случаи, когда вторичные атомы образовались при движении бомбардирующих частиц вглубь мишени SKA-in (SKA - Secondary Knock-on Atoms) и обратно рассеянными бомбардирующими частицами SKA-out. Вероятности вклада различных механизмов обозначим как: $W^{\text{РКА}}_{\text{in}}$, $W^{\text{РКА}}_{\text{out}}$, $W^{\text{SKA}}_{\text{in}}$, $W^{\text{SKA}}_{\text{out}}$.

Как видно из рис. 1, в широком диапазоне энергий доминирует механизм распыления поверхностных слоев потоком обратно рассеянных частиц.

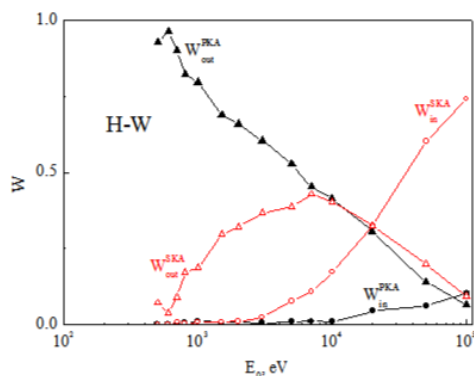


Рис. 1. Вклады различных механизмов в распыление для случаев Н-Ве (а) и Н-В (б)

Оценим сечение образования частиц отдачи $\sigma(E_{\text{th}}, E_0)$ с энергией больше энергии сублимации U_s при энергии налетающей частицы E_0 . порог распыления E_{th}

может быть рассчитан по формуле: $E_{th} = \frac{U_s}{\gamma(1-\gamma)^{0.5}}, \gamma = \frac{4M_1M_2}{(M_1+M_2)^2}$, M_1 и M_2 – масса соответственно налетающего иона и атома мишени.

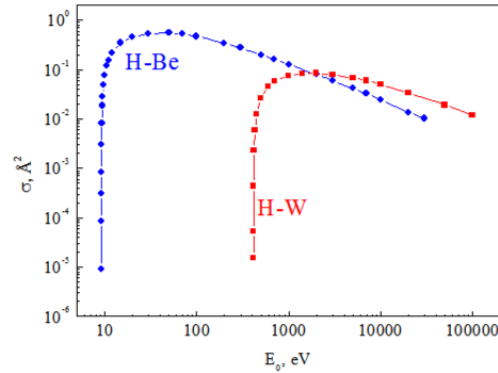


Рис. 2. Сечения передачи энергии больше пороговой для случаев H-Be и H-W

Упрощенная формула для оценки коэффициента распыления для механизма выбивания поверхностных атомов потоком обратно рассеянных частиц может быть записана как: $Y_{out} = \sigma(E_{th}, E_0) \cdot n_t \cdot R_N \cdot \lambda$, здесь n_t – плотность мишени, R_N – коэффициент отражения, λ – характерная глубина выхода распыленных частиц.

На рис. 3 представлен спектр энергий отраженных частиц. Как видно из рис. 3 энергия обратно рассеянных частиц заметно меньше начальной энергии. Только частицы с энергией $E > E_{th}$ должны учитываться. Сечение $\sigma(E_{th}, E_1)$ и глубина выхода выбитых атомов $\lambda(\epsilon(E_1))$ зависят от энергии отраженных ионов.

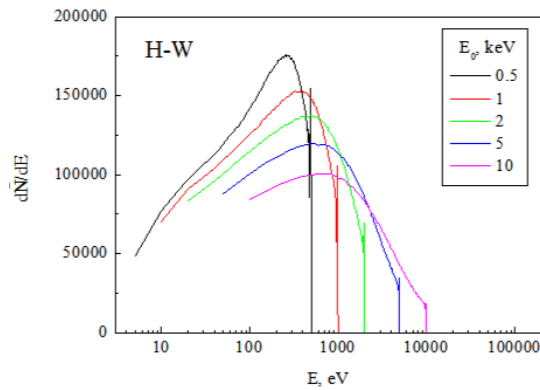


Рис. 3. Спектры отраженных частиц для случая H-W для различных начальных энергий E_0 .

Произведем коррекцию на спектр отраженных частиц, учитывая вес частиц с энергией E_1 в спектре:

$$Y_{out}(E_0) = n_t \cdot R_N(E_0) \cdot \frac{\int_{E_{th}}^{E_0} \sigma(E_{th}, E_1) \lambda(\epsilon(E_1)) \frac{dN}{dE}(E_1) dE_1}{\int_0^{E_0} \frac{dN}{dE}(E_1) dE_1}. \quad (1)$$

Нормирующий интеграл в знаменателе пропорционален $R_N(E_0)$ и вставлен для учета нормировки спектра dN/dE .

Зависимость пробега от энергии атомов Be в мишени из Be и атомов W в мишени из W были получены нами из анализа данных о пробегах из базы SRIM [34]. Эти зависимости описываются в случае Be-Be формулой $\lambda[\text{\AA}] = 0.841 \cdot \varepsilon[\text{eV}]^{0.6}$, а в случае W-W - $\lambda[\text{\AA}] = 0.705 \cdot \varepsilon[\text{eV}]^{0.379}$, где ε – энергия выбитых атомов мишени. Подставляя в качестве ε среднюю энергию выбитых атомов при конкретной начальной энергии E_1 , получаем зависимость $\lambda(\varepsilon(E_1))$.

С ростом энергии соударения коэффициент отражения R_N падает и подключается каскадный механизм, предложенный Зигмундом [1]. Учет вклада каскадного механизма можно оценить по формуле:

$$Y_{in} = Y_{out} \frac{W_{in}^{PKA} + W_{in}^{SKA}}{W_{out}^{PKA} + W_{out}^{SKA}}. \quad (2)$$

Как видно из рис. 4, поправка на каскадный механизм существенна для случая H-Be при энергии более 1 кэВ, а для случая H-W при энергии более 20 кэВ.

В припороговой области механизм распыления обратно рассеянными атомами вносит доминирующий вклад. Поправка на энергетический спектр обратно рассеянных частиц объясняет сдвиг порога распыления и хорошо описывает энергетическую зависимость коэффициента распыления. Как видно из рис. 4, модель Зигмунда в случае распыления мишени легкими атомами не работает.

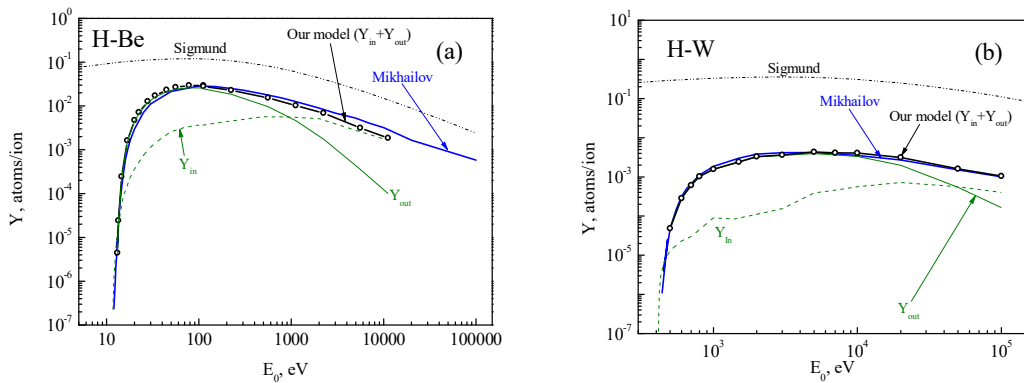


Рис. 4. Зависимость коэффициента распыления от энергии бомбардирующей частицы для случаев H-Be (a) и H-W (b). Синяя кривая - компьютерный расчет для сферического потенциального барьера [2, 3]. Сплошная зеленая линия – оценка вклада механизма выбивания поверхностных атомов потоком обратно рассеянных частиц с учетом энергетических спектров обратно рассеянных ионов Y_{out} , формула (1). Зеленая штриховая кривая – учет вклада каскадного механизма Y_{in} . Открытыми кружками показан наш расчет суммарного вклада $Y_{in}+Y_{out}$. Для сравнения приведена кривая, полученная по формуле Зигмунда [1]

[1] P. Sigmund, Phys. Rev., 184 (1969) 383.

[2] П.Ю. Бабенко, В.С. Михайлов, А.П. Шергин, А.Н. Зиновьев, ЖТФ, 93 (2023) 709.

[3] В.С. Михайлов, П.Ю. Бабенко, А.П. Шергин, А.Н. Зиновьев, ЖЭТФ, 164 (2023) 478.

**ВЛИЯНИЕ ОБЛУЧЕНИЯ АТОМАРНЫМИ И КЛАСТЕРНЫМИ ИОНАМИ
НА ТОПОГРАФИЮ ПОВЕРХНОСТИ СПЛАВОВ Ti6Al4V И AlSi10Mg,
ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО ПЛАВЛЕНИЯ
EFFECT OF ATOMIC AND CLUSTER ION IRRADIATION ON THE SURFACE
TOPOGRAPHY OF Ti6Al4V AND AlSi10Mg ALLOYS MANUFACTURED BY
THE METHOD OF SELECTIVE LASER MELTING**

Д.С. Киреев¹, А.А. Татаринцев¹, К.Ф. Миннебаев¹, Д. Р. Бессмертный¹, Р.Х. Хисамов²,

М.Д. Буруто¹, В.С. Черныш¹, А.Е. Иешкин¹

D.S. Kireev¹, A.A. Tatarintsev¹, K.F. Minnebaev¹, D.R. Bessmertny¹, R.Kh. Khisamov²,

M.D. Buruto¹, V.S. Chernysh¹, A.E. Ieshkin¹

¹*Физический факультет, МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия,*

e-mail: kireev.dmitriy@physics.msu.ru

²*Институт проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук,*

Уфа, Россия

This work examines the possibility of controlled changes in the surface topography of additive materials Ti6Al4V and AlSi10Mg using irradiation with atomic and cluster argon ions with an energy of 10 keV. It is shown that oblique irradiation with atomic ions leads to the formation of a conical nanorelief on the surface of a titanium alloy, while the surface of an aluminum alloy becomes terraced. Irradiation with cluster ions along the normal leads to significant smoothing of the surface relief in the region of high spatial frequencies.

Аддитивное производство, включая метод селективного лазерного плавления (SLM), позволяет создавать изделия сложной формы, сокращая материальные затраты и время производства. Однако низкое качество поверхности, шероховатость и пористость ограничивают применение технологии. Одним из методов модификации поверхности материалов являются ионные пучки [1]. Также хорошо известно, что облучение металлических поверхностей ускоренными газовыми кластерными ионами (GCIB) при нормальном падении пучка приводит к значительному снижению шероховатости на субмикронном масштабе [2], что говорит о потенциальной возможности использования данной методики для постобработки изделий, изготовленных аддитивным методом.

С другой стороны, развитый нанорельеф поверхности может быть полезен для различных прикладных аспектов. Возможность изготовления деталей сложной формы при использовании технологий лазерного аддитивного производства имеет большой потенциал для биомедицины [3]. При этом известно, например, что сформированный с помощью плазменного травления поверхности титана нанорельеф, представляющий собой столбчатые структуры, обеспечивает антибактериальную эффективность против двух распространенных человеческих патогенов [4]. Циклический нагрев под действием лазерного луча вызывает сложную теплопередачу и значительный температурный градиент, что приводит к направленному развитию зерна, анизотропной микроструктуре аддитивного материала [5]. Поэтому можно ожидать отличия в формировании топографии рельефа, обусловленные влиянием структуры материала по сравнению с неаддитивными сплавами.

Перед облучением поверхность образцов Ti6Al4V и AlSi10Mg была механически отполирована абразивным порошком SiC с размером зерна 5 мкм. среднеквадратичная шероховатость до облучения составляла 30-50 нм. Образцы облучались пучком ионов Ag^+ с диаметром пучка 4 мм при энергии 10 кэВ с одинаковым полным флуенсом 2.5×10^{17} ион/см². Давление в рабочей камере поддерживалось на уровне 5×10^{-6} Торр с помощью безмасляных насосов. Для каждого типа материалов облучение проводилось при трех различных углах падения пучка относительно нормали к поверхности θ : 0°, 45°, 60°. Облучение кластерными ионами проводилось при тех же значениях углов падения пучка, что и в случае атомарных ионов при ионном флуенсе 2×10^{16} ион/см² с энергией 10 кэВ. Поскольку обработку кластерными ионами можно рассматривать в качестве финишного этапа обработки, поверхность образцов в этом случае полировалась до значения шероховатости 5-15 нм. Топография поверхности исследовалась методами сканирующей электронной и атомно-силовой микроскопии. Фазовый состав образцов определялся с помощью дифракции обратно отраженных электронов (EBSD).

При нормальном облучении атомарными ионами аргона на поверхности Ti6Al4V при образуется губчатый рельеф, который в дальнейшем эволюционирует в конический при ионном флуенсе 10^{18} ион/см². При этом поверхность AlSi10Mg остается относительно гладкой вплоть до значений ионного флуенса порядка 5×10^{17} ион/см².

При наклонном облучении атомарными ионами на поверхности Ti6Al4V формируется упорядоченный конический рельеф, конусы ориентированы по направлению падения пучка (рис. 1 а). Подобный рельеф является результатом

неустойчивости, развивающейся в рамках двух конкурирующих процессов – эрозии и релаксации поверхности. С одной стороны имеет место зависимость коэффициента распыления от локального угла падения, в результате которой рельеф развивается по мере увеличения ионного флуенса, с другой стороны ионно-стимулированная поверхностная миграция атомов является одним из механизмов релаксации поверхности [6]. При этом на поверхности AlSi10Mg сначала образуются террасы, обусловленные наличием фазовых наночастиц, границы которых распыляются с большей скоростью. Так же в случае Ti6Al4V обнаружено влияние микроструктуры поверхности на формирующийся рельеф для всех значений углов падения пучка.

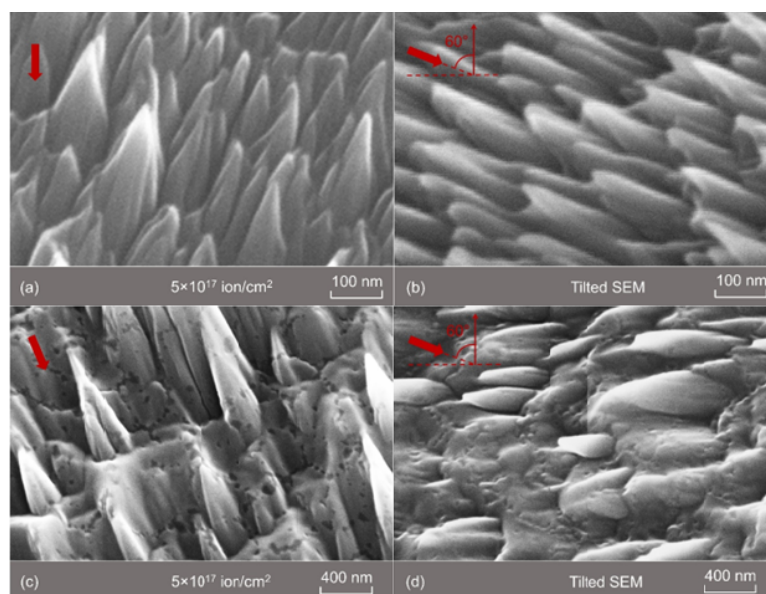


Fig.1. SEM images of the surface of the additive Ti6Al4V – (a), (b) and AlSi10Mg – (c), (d) alloys after irradiation at an angle of 60° with atomic Ar⁺ ions with an energy of 10 keV. The arrow indicates the direction of beam incidence. Fig. (b) and (d) – were obtained at an angle of 45° relative to the surface normal

Облучение аддитивных сплавов Al10SiMg и Ti6Al4V кластерными ионами Ar₁₀₀₀⁺ при нормальном падении пучка привело к значительному сглаживанию поверхности. В случае Ti6Al4V шероховатость поверхности уменьшается практически в 7 раз до значений 0.89 нм. В случае сплава Al10SiMg снижение составило около 4 раз до значений 4.27 нм. Из рис. 2 видно, что нормальное облучение кластерными ионами сглаживает преимущественно рельеф в определенном ($> 5 \times 10^7 \text{ м}^{-1}$) диапазоне пространственных частот, т.е. субмикронные царапины. Таким образом, нормальное облучение кластерными ионами можно использовать в качестве постобработки после механической полировки для достижения высокой степени гладкости поверхности или в случае, когда необходимо уменьшить шероховатость только на субмикронном масштабе.

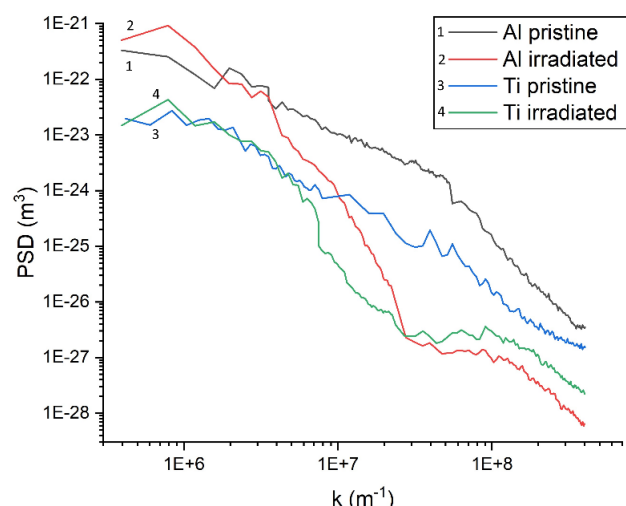


Fig. 2. Power spectral density function of the surface roughness of additive alloys before and after irradiation with Ar_{1000}^+ cluster ions with an energy of 10 keV at an ion fluence of $2 \times 10^{16} \text{ ion/cm}^2$

Наклонное облучение кластерными ионами привело к развитию волнообразного рельефа на поверхности обоих сплавов. Средние значения высоты волн составили 70 нм. При этом волнообразный рельеф развивается однородно по всей поверхности сплавов, что говорит о несущественном влиянии фазового состава поверхности и кристаллической ориентации зерен.

Исследование выполнено при поддержке Российского научного фонда, грант 23-79-01144, <https://rscf.ru/project/23-79-01144>

- [1] S. Grigoriev, A. Metel, M. Volosova, Y. Melnik, E. Mustafaev, Technologies 10 (2022).
- [2] F. Danielli, F. Berti, A. Nespoli, V. Lo Presti, E. Sironi, D. Ninarello, T. Villa, L. Petrini, in: Procedia Structural Integrity (2024) 82–89.
- [3] D.P. Linklater, S. Juodkazis, R.J. Crawford, E.P. Ivanova, Materialia 5 (2019).
- [4] N.N. Andrianova, A.M. Borisov, M.A. Ovchinnikov, R.K. Khisamov, R.R. Mulyukov, Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics 88 (2024) 478–484.
- [5] H. Fan, J. Hu, Y. Wang, H. Zhang, W. Guo, J. Li, S. Xu, H. Li, P. Liu, Opt. Laser Technol. 175 (2024).
- [6] R.M. Bradley, J.M.E. Harper, Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces and Films 6 (1988) 2390–2395.

РАСПЫЛЕНИЕ НИКЕЛЬ-ПАЛЛАДИЕВЫХ СПЛАВОВ SPUTTERING OF NICKEL-PALLADIUM ALLOYS

Д.К. Миннебаев, К.Ф. Миннебаев, Д.С.Киреев, В.С. Черныш

D.K. Minnebaev, K.F.Minnebaev, D.S. Kireev, V.S. Chernysh

Физический факультет МГУ имени М.В. Ломоносова, Москва, Россия

The results of alloys sputtering yields measurements are reported. The relationship between the component partial yield and yield of pure material is discussed.

Информация о коэффициентах распыления многокомпонентных материалов необходима в связи с использованием ионных пучков для решения многих прикладных задач, связанных, например, с осаждением тонкопленочных покрытий или элементным анализом. Такая информация представляет также значительный интерес для понимания механизмов явления преимущественного распыления, которое изучено к настоящему времени недостаточно полно. Поэтому целью настоящей работы являлось экспериментальное исследование распыления никель-палладиевых сплавов.

Эксперименты проводили на ускорителе масс-сепарированных пучков ионов на энергии до 15 кэВ. В качестве исследуемых образцов использовали сплавы Ni₅Pd, NiPd и NiPd₅(99,99 ат%), а также мишени, изготовленные из чистых Ni (99,99 ат. %) и Pd(99,99 ат. %).

Мишени облучали пучком ионов Ag⁺ с энергией 10 кэВ, падающим по нормали к поверхности. Ток пучка диаметром 5 мм составлял ~10 мкА, а флуенс облучения достигал 3×10^{18} ион/см² (1×10^{17} ион/см² на одно измерение). Для подавления вторичной электронной эмиссии образец находился под потенциалом +30 В.

Коэффициент распыления измеряли с помощью весовой методики. При указанном флуенсе облучения потеря веса образца составляла порядка 100 мкг. Точность взвешивания образца на весах Sartorius MSA2.7S-0CE-DM составляет 0,1 мкг. После первого измерения коэффициента распыления образец загружали в камеру и проводили облучение с таким же флуенсом. Точность позиционирования образца в рабочей камере ускорителя была не хуже 0,5 мм. Коэффициент распыления каждого образца определяли как среднее значение измеренное в 4-х экспериментах.

Рельеф поверхности облученных образцов контролировали в растровом электронном микроскопе Supra 40.

На рис. 1 представлены **результаты измерений** коэффициентов распыления сплавов Ni_5Pd , NiPd , NiPd_5 и мишеней из чистого Ni и Pd при облучении ионами Ar^+ с энергией 10 кэВ. Из рисунка видно, что Y - коэффициент распыления сплавов Ni_xPd_y линейно возрастает с увеличением концентрации Pd в сплаве.

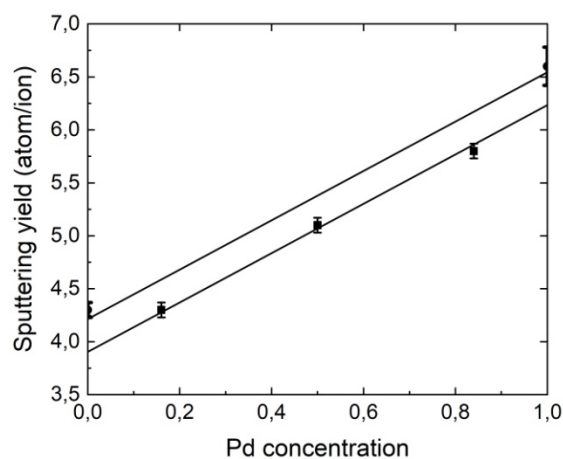


Рис.1. Зависимость коэффициента распыления сплава от концентрации Pd . Сплошные линии – линейная аппроксимация

Результаты исследования топографии поверхности сплавов Ni_xPd_y и одноэлементных мишеней Ni и Pd представлены на рис. 2. Флуенс облучения образцов составлял $\sim(2\div3) \times 10^{18}$ ион/см².

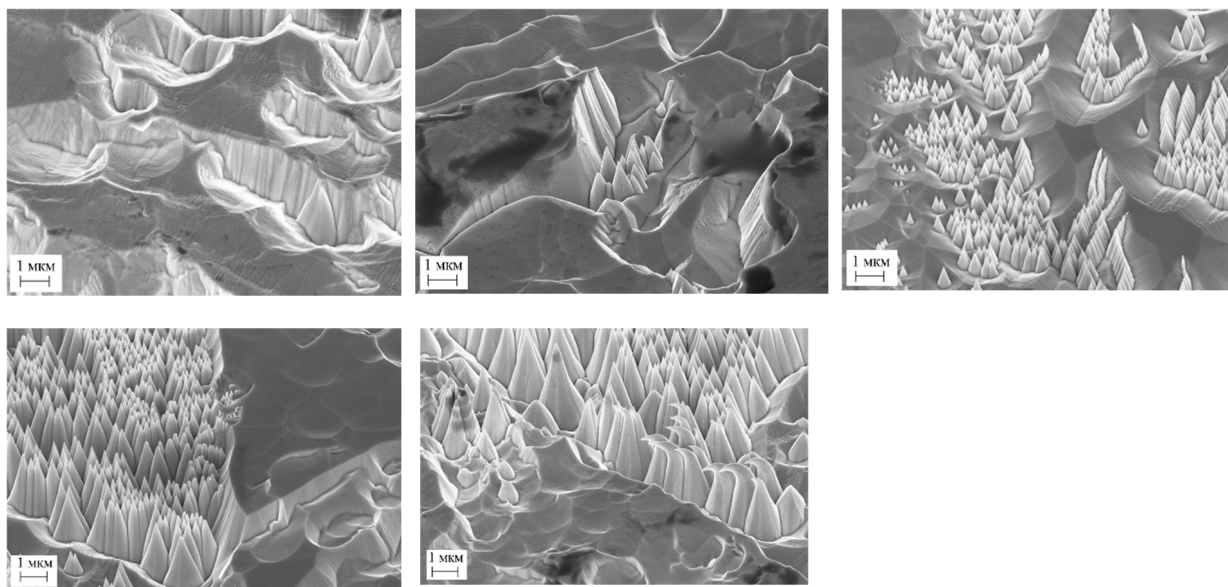


Рис. 2. РЭМ изображения поверхности облученных образцов.. Порядок изображений - слева направо: Ni - Ni_5Pd - NiPd - NiPd_5 – Pd

Из рис. 2 видно, что с увеличением концентрации Pd в поверхностном рельефе возрастает концентрация конусов. Отметим, что в процессе последовательного

измерения коэффициента распыления каждого образца с шагом по флуенсу облучения порядка 2×10^{17} ион/см² мы не наблюдали какой-либо корреляции величины коэффициента распыления и флуенса. Поэтому можно предположить, что в указанном диапазоне флуенсов облучения топография поверхности не оказывает влияние на коэффициент распыления.

Как отмечалось во введении имеется небольшое количество работ, в которых исследовалось влияние концентрации на коэффициент распыления мишеней сложного состава. Линейная зависимость коэффициента распыления сплава CuNi от концентрации компонентов наблюдалась ранее при распылении как в припороговой области энергий бомбардирующих ионов Ag^+ [1], так и в режиме каскадного распыления ионами Ag^+ с энергией 2 кэВ [2]. При этом отметим, что в работе [3] обнаружено, что коэффициент распыления сплава AgAu при бомбардировке ионами Xe^+ с энергией 6 кэВ больше коэффициентов распыления составляющих сплав компонентов.

Коэффициент распыления сплава АВ определяется выражением:

$$Y = c_A^S Y_A + c_B^S Y_B, \quad (1)$$

где Y_A и Y_B – парциальные коэффициенты распыления, а c_A^S и c_B^S средние концентрации элементов сплава в слое, ответственном за распыление в стационарном режиме [4].

Очевидно, что зависимость коэффициента распыления сплава от определяется в первую очередь зависимостью концентрации элементов сплава в слое, ответственном за распыление. В работе [5] с помощью рассеяния ионов низких энергий (LEIS) был изучен состав самого верхнего слоя сплавов Ni_xPd_y , подвергнутых облучению ионами Ag^+ с энергией 3 кэВ. Было установлено, что состав верхнего слоя близок к объемному составу и линейно изменяется в пределах 3 % при переходе от Ni_5Pd к NiPd_5 . Учитывая результаты предыдущих работ [6, 7] был сделан вывод о том, что Pd преимущественно распыляется из сплавов Ni_xPd_y и поверхность сплавов обогащается никелем.

Достаточно ли данных LEIS для количественного описания коэффициента распыления сплава? Отметим, что в работе [8], в которой с помощью компьютерного моделирования исследовалось распыление Ge установлено, что глубина выхода частиц, ответственных за распыление, составляет два верхних монослоя: верхний монослой дает вклад в распыление $V = (80-90) \%$, а остальные $Z = (20-10) \%$ определяются вкладом второго слоя. Таким образом, выражение (1) следует записать в виде:

$$Y = V[c_A^1 Y_A + c_B^1 Y_B] + Z[c_A^2 Y_A + c_B^2 Y_B] \quad (2)$$

где c_A^1 и c_B^1 – концентрации компонентов А и В в верхнем слое сплава, c_A^2 и c_B^2 – соответствующие концентрации во втором слое, а V и Z вклад верхнего и второго слоя в распыление.

В работе [5] было высказано предположение о том, что совместное действие радиационно индуцированной гиббсовской сегрегации и распыления приводят к формированию в стационарном режиме распыления немонотонного профиля концентрации компонентов сплава глубине. Согласно этим представлениям, концентрация сегрегирующего компонента (он же и преимущественно распыляемый компонент) в верхнем слое всегда меньше его объемной концентрации. Более того, концентрация этого компонента во втором слое меньше, чем в первом. Насколько меньше? К настоящему времени ответа на это вопрос нет. Однако мы надеемся, что исследование измененного слоя поверхности сплавов с помощью спектроскопии рассеяния ионов средних энергий позволит решить проблему.

Другой проблемой в количественном описании коэффициента распыления сплавов является вопрос о величине парциальных коэффициентов. Обычно при описании распыления многокомпонентных материалов в качестве парциальных коэффициентов распыления используются коэффициенты распыления компонентов. Оценки, выполненные с использованием выражения (1), показывают, что в пределах точности 10 % такой подход оправдан. Отметим, что решение проблемы с концентрацией компонентов во 2-м слое позволит с большей достоверностью решить вопрос о соотношении парциальных коэффициентов с коэффициентами распыления элементов сплава.

- [1] L.B. Begrambekov, A.M. Zakharov, A.A. Pustobajev, M. Suchaiiska, S. Kaluuia, V. Chodorek, Nucl. Instr. Meth. B 85, 331 (1994).
- [2] G. Betz, Surf. Sci., 92, 283 (1980).
- [3] M. Szymonski, R.S. Bhattacharya, H. Overeijnder, A.F. de Vries, J. Phys. D, 11, 751 (1978).
- [4] Holloway P.H., Surf. Sci., 66, 479 (1970).
- [5] V.S. Chernysh, H.H. Brongersma, P. Bruner, T. Grehl. Nucl. Instrum. Meth. B460, 180. (2019).
- [6] V.S. Chernysh, A.S. Patrakeeve, Nucl. Instr. Meth., B270, 50. (2012).
- [7] H.H. Andersen, B. Stenum, N. Sorensen, H. Whitlow, Nucl. Instr. Meth., 209/210, 487 (1983).
- [8] V.I. Shulga. Nucl. Instr. Meth., B 155, 382 (1999).

**ДИНАМИКА НАЧАЛЬНОЙ СТАДИИ ОБРАЗОВАНИЯ УГЛЕРОДНЫХ
ПОКРЫТИЙ ПРИ ОБЛУЧЕНИИ КРЕМНИЯ ИОНАМИ C₆₀
DYNAMICS OF INITIAL STAGE OF CARBON COATING FORMATION UNDER
C₆₀ ION IRRADIATION**

К.П. Карасев^{1,2}, Д.А. Стрижкин², Е.Д. Федоренко², А.Л. Шахмин², В.Е. Пуха³,

А.И. Титов², П.А. Карасев²

K.P. Karasev^{1,2}, D.A. Strizhkin², E.D. Fedorenko², A.L. Shakhmin², V.E. Pukha³, A.I. Titov²,

P.A. Karasev²

¹*Академический университет им. Ж.И. Алферова, С.-Петербург, Россия*

²*Политехнический университет Петра Великого, С.-Петербург, Россия*

³*ФИЦ проблем химической физики и медицинской химии РАН, Черноголовка, Россия*

Formation of functional carbon nanostructured coatings is of great interest nowadays because of their specific mechanical, electrical, etc. properties. Such films may be obtained by C₆₀ ion bombardment of a target surface. At the initial stage of this process, an intermediate layer formation takes place. In this study analysis of both experimental data (XPS spectra and AFM images) and molecular dynamics simulation (using cumulative dose accumulation regime) results of initial stage of coating formation and transition layer formation will be presented.

С помощью облучения мишеней ускоренными ионами C₆₀ возможно получать разнообразные углеродные покрытия, которые обладают рядом привлекательных свойств, в частности, хорошей проводимостью, высокой механической прочностью и износостойкостью, биосовместимостью и т. д. [1] При этом, варьируя условия облучения, можно управлять перечисленными свойствами формируемых пленок [1-4]. Например, было показано, что при облучении кремниевой мишени ускоренными ионами фуллерена, в зависимости от их начальной энергии в диапазоне от 100 до 500 эВ, наблюдается изменение механических свойств получаемых пленок [2]. Такое поведение объясняется образованием на поверхности аморфного переходного слоя с пониженной концентрацией sp^2 связей. Помимо прочностных характеристик, с помощью ионного облучения возможно контролировать электрические свойства получаемых пленок, в частности, создавая в них дефекты и т. д. [4] Кроме вышеупомянутых объемных свойств, важную роль играет модификация рельефа поверхности, от которой напрямую зависят макроскопические свойства [2, 3]. Выбор

подходящих условий облучения может привести к достижению еще более интересных механических свойств покрытий. Однако, существенной проблемой может быть плохая адгезия покрытия. Таким образом, представляет интерес изучение начальных стадий формирования углеродного покрытия, когда при облучении формируется переходный слой. Его свойства во многом будут определять параметры готового покрытия.

В настоящей работе экспериментально и методом молекулярной динамики изучались особенности взаимодействия ионов фуллерена C_{60} с энергиями несколько кэВ с поверхностью кремниевой мишени. Подробное описание установки и условий облучения можно найти в работах [1, 3]. В качестве мишени использовался кремний (100), часть поверхности прикрывалась прижатой маской из осколка кремниевой пластины. Температура мишени изменялась от 100 до 400 °С, энергии ионов фуллерена изменялись от 5 до 9 кэВ. Облученные мишени изучались методами атомно силовой микроскопии (АСМ) и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС).

Подробное описание системы и граничных условий для моделирования методом МД приведено в [5, 6]. Потенциалы межатомного взаимодействия всех типов атомов в системе описывались функцией Tersoff [7], которая для частиц с высокой энергией была гладко совмещена с ZBL [8]. Помимо падения единичных ионов C_{60} было выполнено моделирование кумулятивного падения с энергией 8 кэВ при температурах 0 и 700 К. При этом после каждого события система термостатировалась до исходной температуры, чтобы избежать перегрева. Для определения параметров поверхности применялись специально разработанные алгоритмы анализа сформировавшихся структур, в частности, строилось угловое распределение массопереноса, изменение концентрации кремния и углерода по глубине, количество sp^2 и sp^3 связей. Также

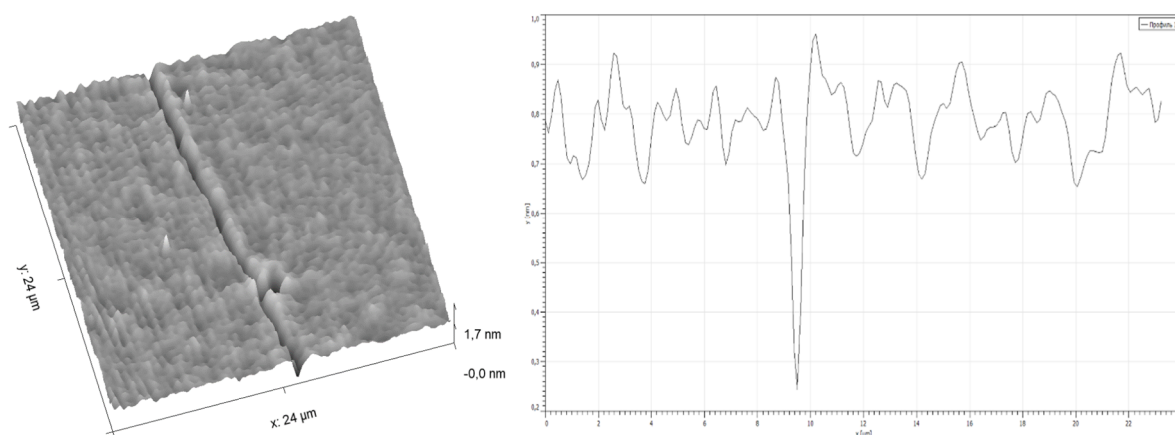


Рис. 1. АСМ изображение поверхности образца в переходной области между облученной и закрытой маской частями и линия профиля поперек канавы. $\Phi = 7.9 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$, $E = 7.5 \text{ кэВ}$

сохранялось изображение профиля поверхности, из которого вычислялись развитие шероховатости и изменение топографии с ростом дозы облучения.

Результаты АСМ, представленные на рис. 1, показали, что на начальном этапе облучения при облучении по нормали к поверхности шероховатость меняется мало, вне зависимости от условий (температура мишени, энергия ионов) облучения. На изображениях граничной области была обнаружена глубокая канава, которая тянулась вдоль края маски. Это явление было изучено методом молекулярной динамики. В результате было показано, что усиленное травление границы между облучаемой и закрытой областями мишени связано с увеличением коэффициента распыления, вызванного изменением формы падающего кластера, которое возникает при его скользящем рассеянии боковой поверхностью маски.

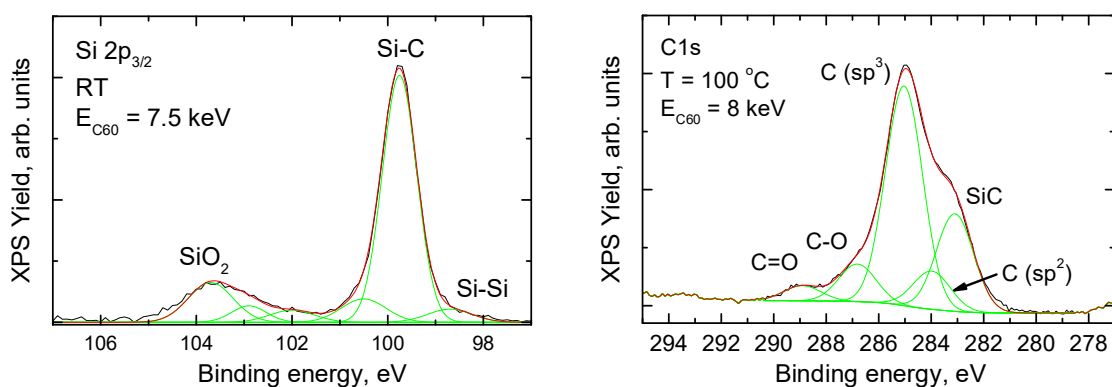


Рис. 2. Спектры РФЭС (а) в области Si2p с учетом расщепления тонкой структуры, (б) в области C1s

На спектрах РФЭС изучались пики кремния Si2p и углерода C1s, разложение которых было выполнено с учетом тонкой структуры приведенных орбиталей и представлено на рис. 2. Видно, что в ходе облучения образуется тонкий переходный слой карбида кремния. Также виден небольшой пик, соответствующий Si-Si связям из исходной подложки и ряд пиков, соответствующих разным степеням окисления атомов кислорода и углерода. Наличие кислорода в переходном слое может значительно влиять на ход протекающих процессов. На разложении C1s пика (рис. 2 б) видно присутствие sp^2 и sp^3 гибридных связей углерода, относительная концентрация которых влияет на механические и другие свойства формируемого покрытия.

Исследование образования переходного слоя и динамики его развития было выполнено методом МД моделирования с помощью свободно распространяемого пакета LAMMPS [9]. Для получения модели переходного слоя был выполнен расчет кумулятивного накопления дозы ионов C₆₀ с энергией 8 кэВ на поверхность кремния

при температурах 0 и 700 К. Всего было проведено моделирование 3600 последовательных падений, что для нашего размера кристалла ($22 \times 22 \times 17$ нм) эквивалентно флюенсу 7.5×10^{14} см⁻². Изучалось изменение состава и формы поверхности мишени, угловых распределений и вида распыленных частиц. Подробный анализ полученных расчетных результатов и их сравнение с экспериментальными данными будут рассмотрены в докладе.

- [1] V.E. Pukha, A.A. Glukhov, A.A. Belmesov, E.N. Kabachkov, I.I. Khodos, M. Khadem, D.-E. Kim, P.A. Karaseov, Vacuum 218 (2023) 112643
- [2] A.G. Dall'Asen, M. Verdier, H. Huck, E.B. Halac, M. Reinoso, Applied Surface Science 252 (2006) 8005–8009
- [3] M. Khadem, V.E. Pukha, O.V. Penkov, I.I. Khodos, A.A. Belmesov, G.V. Nechaev, E.N. Kabachkov, P.A. Karaseov, D. Kim, Surface & Coatings Technology 424 (2021) 127670
- [4] A. V. Krashenninnikov, and K. Nordlund, J. Appl. Phys. 107 (2010) 071301
- [5] K.P. Karasev, D.A. Strizhkin, A.I. Titov, P.A. Karaseov, J. Surf. Investig 18 (2024) 433
- [6] Д.А. Стрижкин, К.П. Карасев, А.И.Титов, П.А. Карасев, Неделя науки ИЭиТ. материалы Всероссийской конференции (2024) 222
- [7] J. Tersoff, Phys.Rev. B, 37(12) (1988) 6991
- [8].J.F. Ziegler, J.P. Biersack, U. Littmark, Pergamon Press, 1 (1985)
- [9].A.P. Thompson et al., 271 (2022) 108171

THE FLUENCE DEPENDENCE OF TUNGSTEN SPUTTERING WITH HELIUM AND DEUTERIUM IONS

N. Ostojic*, N.S. Sergeev, Y.M. Gasparyan, E.A. Narskikh
V.S. Efimov, A.S. Umerenkova, B. M. Kydyrbaev

*National Research Nuclear University MEPhI (NRNU MEPhI), Moscow,
Kashirskoye shosse, 31, Russia, NOstojic@mephi.ru*

A critical challenge in the realization of controlled thermonuclear fusion is the selection of materials for plasma-facing components (PFCs) suitable for extreme thermal and particle fluxes. Tungsten (W) has been identified as a suitable material for PFCs due to its high melting point, superior thermal conductivity, low sputtering yield, and minimal hydrogen isotope retention. It has been selected as an armor material for PFC in the thermonuclear reactor ITER [1], and it is widely regarded as a promising candidate for future demonstration reactors (DEMO) in numerous countries.

Throughout the operation of fusion reactors, the plasma-facing components will be subjected to irradiation not only by fuel particles of hydrogen isotopes but also by helium and neutrons, which are produced during the thermonuclear reaction. The influx of helium impurities in the particle flux impacting the walls will induce changes in the surface topography and alter the properties of the surface layer [2]. These modifications may influence the sputtering rate of the surface layer, as well as the efficiency of hydrogen isotope retention [3], factors that are crucial for both the safe operation of the reactor and the life time of the plasma-facing components.

The aim of this study is to experimentally investigate the sputtering behavior and surface modification of tungsten within deuterium, helium, and mixed deuterium-helium plasmas, with a particular emphasis on the dependence of these phenomena on irradiation fluences.

The quartz microbalance (QMB) method was employed to obtain data regarding the mass change of the sample due to tungsten sputtering induced by helium. Tungsten film was made by magnetron sputtering in Ar plasma on gold quartz microbalance sensor. The energy of helium ions was 3000 eV and the fluence – 1×10^{22} He/m². Based on the data acquired from the QMB sensor, the relationship between the tungsten sputtering yield and the helium fluence was subsequently determined.

The data incorporates the effect of helium accumulation in tungsten. In the case of 3000 eV irradiation, the He retention starts to saturate at the fluence of about 10^{21} He/m² and does not exceed 1.5×10^{21} He/m² at the highest irradiation fluence [4].

The thickness of the sputtered tungsten layer after 1×10^{22} He/m² was calculated from QMB data to be approximately 14 nm over the entire irradiation period. Furthermore, the thicknesses of the tungsten films before and after irradiation were determined using energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS) analysis in conjunction with the CASINO simulation program. The measured sputtered thickness in good agreement. Employing the Eckstein's coefficient [5], the sputtered layer thickness was calculated to be 9 nm.

Utilizing the same QMB method we were able to oversee sputtering dynamics through all time of irradiation till the final fluence of 1×10^{22} He/m². A decrease of the sputtering yield with the fluence was observed.

Additional experiments have been performed using deuterium plasma irradiation up to high fluences. A new set of samples was prepared with molybdenum substrates and the thickness of the tungsten film of 147 nm (fig. 1). The samples were irradiated up to the fluences in the range of 10^{23} - 10^{25} He/m² in the «BPD» facility with a beam-plasma discharge [6]. As a reference, polycrystalline W (50 μm thick PCW) samples have been exposed also and the sputtering yield was determined from the weight loss in this case.

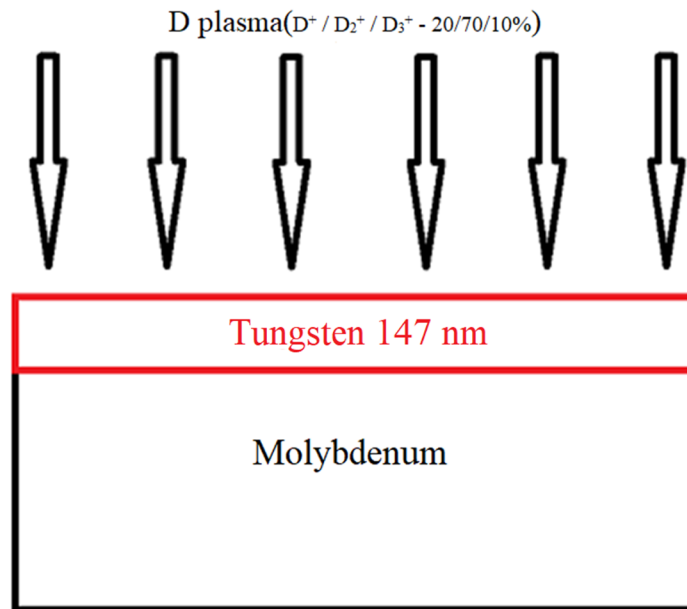


Fig. 1. Tungsten film on molybdenum substrate

The composition of the ion flux to the sample in the case of deuterium plasma was analyzed earlier in separate experiments and it was 20 % of D⁺ ions, 70 % of D₂⁺ ions, and 10 % of D₃⁺ ions. The bias potential of the sample was varied from 100 to 1000 V.

At low fluences, the sputtering yield by deuterium plasma was higher for the W film compared to the PCW samples and exceeded the Eckstein's values by several times. This was attributed to lower binding energies of W atoms. However, with increasing fluences the sputtering rate decreased. These results imply that at lower fluences exist tendency of higher sputtering effect and with further increasing fluence the relationship is nearly monotonic, reaching a plateau in sputtered thickness.

Further experiments will be performed with subsequent irradiation with helium and deuterium plasma.

- [1] P. Barabaschi, A. Fossen, A. Loarte, A. Becoulet, L. Coblentz, ITER progresses into new baseline, *Fusion Engineering and Design*, 2025. Vol. 215
- [2] N. Yoshida, H. Iwakiri, K. Tokunaga, T. Baba, Impact of low energy helium irradiation on plasma facing metals, in: *J. Nucl. Mater.* 2005. Vol. 337–339, № 1-3 SPEC. ISS. P. 946–950.
- [3] O. V. Ogorodnikova, Z.R. Harutyunyan, Y.M. Gasparyan, V.S. Efimov, M.M. Kharkov, A. V. Kaziev, S. Kanashenko, Effect of the presence of helium in tungsten on deuterium retention, *J. Nucl. Mater.* 2021. Vol. 548. P. 152873
- [4] Y. Gasparyan, S. Ryabtsev, V. Efimov, Z. Harutyunyan, A. Aksenova, A. Poskakalov, A. Kaziev, M. Kharkov, O. Ogorodnikova, A. Pisarev, S. Kanashenko, Y. Ivanov, Helium retention in tungsten under plasma and ion beam irradiation and its impact on surface morphology, in: *Phys. Scr.*, Institute of Physics Publishing, Vol. 2020, № T171
- [5] W. Eckstein, *Calculated Sputtering, Reflection and Range values*, 2002
- [6] N.S. Sergeev, I.A. Sorokin, F.S. Podolyako, A new compact linear beam-plasma discharge simulator BPD-PSI, *J. Instrum.* 2022. Vol. 17, № 11.

РАСПЫЛЕНИЕ УЛЬТРАТОНКИХ БИНАРНЫХ ПЛЁНОК СЛАБОТОЧНЫМИ ИОННЫМИ ПУЧКАМИ

ULTRATHIN BINARY FILMS SPUTTERING WITH LOW-CURRENT ION BEAMS

О.И. Лубенченко¹, А.В. Лубенченко¹, Д.А. Иванов¹, Д.С. Лукьянцев¹

O.I. Lubenchenko¹, A.V. Lubenchenko¹, D.A. Ivanov¹, A.B. Pavolotsky², D.S. Lukyantsev¹

¹*Национальный Исследовательский Университет «МЭИ», Красноказарменная ул.,
д. 14, 111250, Москва, Россия, e-mail: IvanovaOI@mpei.ru*

Ultra-thin binary (niobium nitride) films deposited on SiO₂/Si have been sputtered with Ar⁺ ions of 500 eV and 1000 eV in few stages. The films have been studied by means of X-ray photoelectron spectroscopy (XPS). Chemical and phase depth profiles of the ultra-thin niobium nitride films have been obtained before and after each stage of sputtering.

Ультратонкие бинарные плёнки (например, нитрид ниобия, нитрид титана и др.) весьма востребованы в крионанoeлектронике. Они лежат в основе сверхпроводниковых однофотонных детекторов (SSPD) [1] и сверхпроводниковых болометров, работающих на эффекте электронного разогрева в тонких плёнках (НЭВ) [2]. Знание послойного химического и фазового состава плёнок и интерфейса «плёнка-подложка» позволит прогнозировать их функциональные свойства, а также совершенствовать технологию нанесения и модификации ультратонких плёнок. Анализ ультратонких плёнок возможен методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии с ионным профилированием.

В работе были исследованы ультратонкие нитрид-ниобиевые плёнки. Плёнки нитрида ниобия создавались при помощи магнетронной напылительной установки Orion производства AJA International Inc. Мишень из металлического ниобия (99,9 %) распылялась в атмосфере аргона и азота [3, 4]. Нитрид ниобия напылялся на подложку SiO₂/Si. После выгрузки из камеры плёнки подвергались атмосферному окислению.

Рентгеновские фотоэлектронные спектры были получены с помощью модуля электронно-ионной спектроскопии на базе платформы «Нанофаб 25» (НТ-МДТ). В аналитической камере достигался сверхвысокий безмасляный вакуум порядка 10⁻⁶ Па. Спектры снимались электростатическим полусферическим энергоанализатором SPECS Phoibos 225, с использованием рентгеновской пушки с магниевым анодом. Для

нейтрализации эффекта зарядки и определения положений спектральных линий в работе используется калибровка по линии O 1s.

Ультратонкие плёнки облучались пучками ионов Ar^+ с развёрткой $4.0 \times 4.0 \text{ мм}^2$ под углом 70° к нормали поверхности образца с энергиями 500 эВ и 1000 эВ. Для энергии 500 эВ ионный ток равен 0.01 мкА, флюэнс на площадь 0.16 см^2 за 20 мин равен $4.7 \cdot 10^{14} \text{ ат/см}^2$; для энергии 1000 эВ ионный ток – 0.03 мкА, флюэнс на площадь 0.16 см^2 за 20 мин – $1.6 \cdot 10^{15} \text{ ат/см}^2$.

Ультратонкая плёнка нитрида ниобия на подложке SiO_2/Si распылялась в несколько этапов: 1 этап – энергия ионов 500 эВ, со 2 по 5 этап – энергия ионов 1000 эВ. Время распыления на каждом этапе составляла 20 мин. До распыления и после каждого этапа распыления снимались рентгеновские фотоэлектронные спектры. На рис. 1 показаны спектры линий Nb 3d и N 1s до распыления и после каждого этапа. Цифрами обозначены номера этапов.

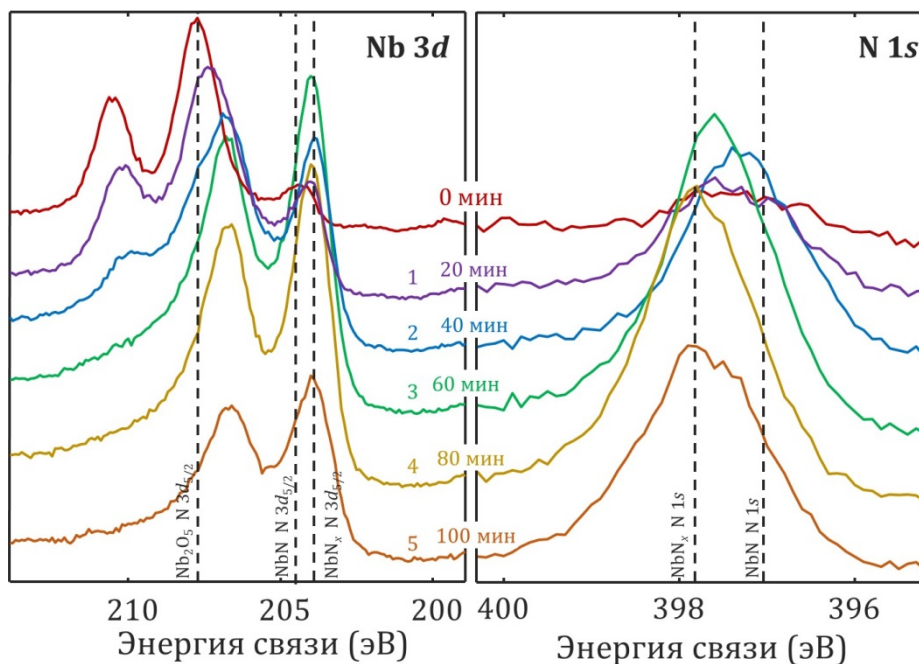


Рис. 1. Рентгеновские фотоэлектронные спектры ультратонкой плёнки нитрида ниобия до распыления и после каждого этапа распыления

При проведении элементного анализа ультратонких плёнок нитрида ниобия были обнаружены следующие элементы: на окисленной кремниевой подложке – Nb, C, O, N, Si. Фазовый анализ ультратонких плёнок NbN на подложке SiO_2/Si проводится одновременно по спектральным фотоэлектронным линиям N 1s, O 1s, Nb 3d. При анализе фотоэлектронных линий N 1s и Nb 3d обнаружены различные фазы нитрида ниобия NbN и NbN_x ; линий O 1s и Nb 3d – оксиды и субоксиды ниобия NbO_2 , Nb_2O_5 ;

линий N 1s, O 1s и Nb 3d – NbNO_x; линии Si 2p – чистый кремний; линий O 1s и Si 2p – SiO₂; линий N 1s, O 1s, Nb 3d и Si 2p – интерфейсная фаза NbN-SiO₂. При анализе линии C 1s свободный углерод и соединения углерода с ниобием не обнаружены, однако обнаружены углеводороды и окиси углерода CO_x.

Послойный химический фазовый анализ ультратонких нитрид-ниобиевых плёнок после каждого этапа распыления проводился методом количественного послойного химического фазового анализа многослойных многокомпонентных ультратонких плёнок с субнанометровой точностью до глубин несколько десятков нанометров, основанный на рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии [5]. На рис. 2 представлен послойный химический состав пленки до распыления и после каждого этапа распыления.

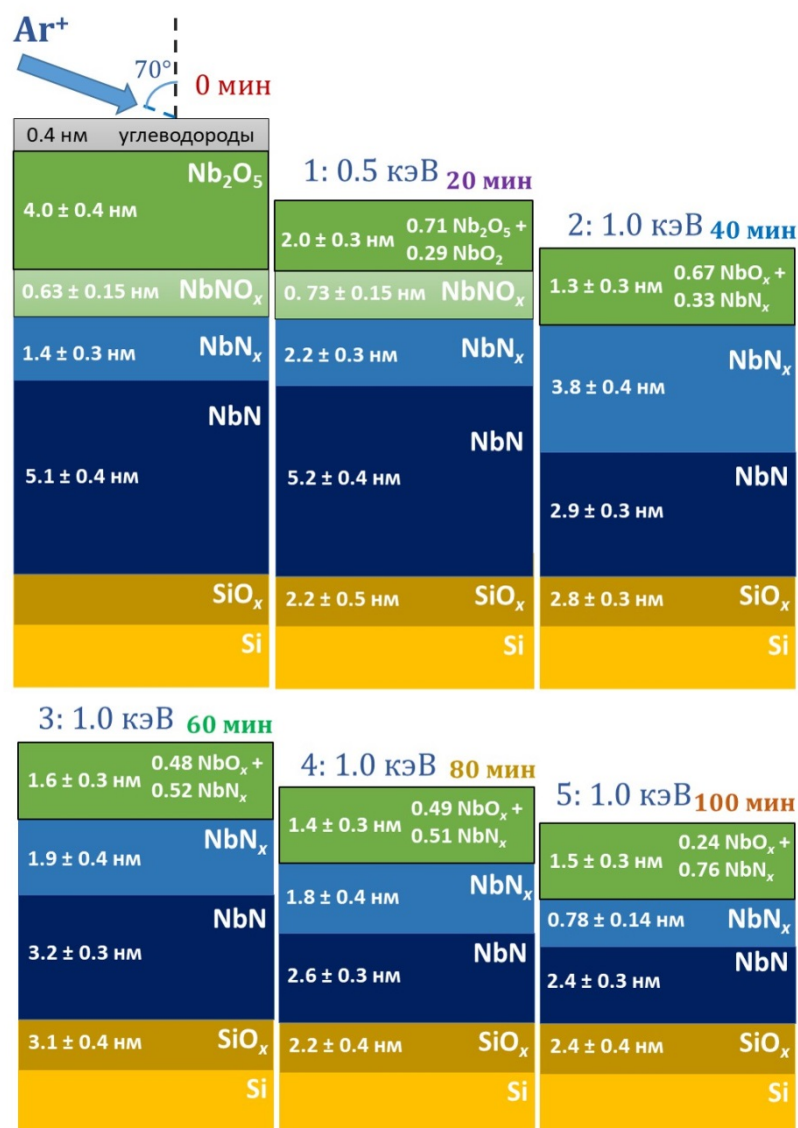


Рис. 2. Послойный химический состав ультратонкой плёнки нитрида ниобия до распыления и после каждого этапа распыления

После первого этапа распыления ионами аргона с энергией 500 эВ был удалён углеводородный слой и оксидный слой толщиной 2 нм. После второго этапа распыления ионами аргона с энергией 1000 эВ оксидный слой был удалён полностью, но в результате распыления образовался перемешанный слой с оксидом ниобия и нитридом ниобия порядка 1.5 нм. При ионном воздействии слой с фазой NbN_x ($x < 1$) увеличивается. При последующих этапах распыления наблюдается образования перемешанного слоя оксида и нитрида ниобия порядка 1.5 нм, общее уменьшение толщин слоев NbN_x и NbN примерно на 1.4 нм за каждый этап распыления.

С помощью программы STRIM-2013 [6] было проведено моделирование взаимодействия ионов с мишенью. Для моделирования был выбран режим «Surface Sputtering/Monolayer Collisions». При моделировании были взяты структуры мишени из рис. 2 до обработки ионами Ar^+ и после каждого этапа распыления. Моделирование показало, что ионы в среднем проникают в мишень на глубину порядка 1.5 нм. Коэффициенты распыления, рассчитанные программой SRIM-2013, существенно зависят от толщин оксидного нитридных слоев. Ионы Ar^+ с энергией 500 эВ и ионном токе 0.01 мкА распыляют плёнку из оксида ниобия со скоростью 0.0014 нм/с. За 20 минут распыляется 1.7 нм оксидной плёнки. Для нитрида ниобия скорость распыления составляет 0.0001 нм/с, за 20 мин – 0.2 нм. Ионы Ar^+ с энергией 1000 эВ и ионном токе 0.03 мкА распыляют плёнку оксида ниобия со скоростью 0.0083 нм/с, за 20 минут распыляется 9.9 нм. Для нитрида ниобия скорость распыления составляет 0.0012 нм/с, за 20 мин – 1.4 нм. Эти результаты соответствуют результатам, полученным из послойного анализа методом РФЭС.

- [1] E.M. Gershenzon, G.N. Gol'tsman, I.G. Gogidze, Y.P. Gusev, A.I. Elant'ev, B.S. Karasik, A.D. Semenov, *Sov. Phys. Superconductivity*. 3 (1990) 1582.
- [2] G.N. Gol'tsman, A.D. Semenov, Y.P. Gusev, M.A. Zorin, I.G. Gogidze, E.M. Gershenzon, P.T. Lang, W.J. Knott, K.F. Renk, *Superconductor Science and Technology*. 4 (1991) 453.
- [3] A.V. Lubenchenko, A.A. Batrakov, A.B. Pavolotsky, S. Krause, I.V. Shurkaeva, O.I. Lubenchenko, D.A. Ivanov, *EPJ Web of Conferences*. 132 (2017) 03053.
- [4] A.V. Lubenchenko, A.A. Batrakov, I.V. Shurkaeva, A.B. Pavolotsky, S. Krause, D.A. Ivanov, O.I. Lubenchenko, *Journal of Surface Investigation*. 12 (2018) 692.
- [5] А.В. Лубенченко, О.И. Лубенченко, Д.А. Иванов, Д.С. Лукьянцев, А.Б. Паволоцкий, О.Н. Павлов, И.В. Иванова, *ЖТФ*. 8 (2024) 1229.
- [6] J.F. Ziegler, et al. SRIM 2013 code. 1984–2013.

ПРИМЕНЕНИЕ МОЩНЫХ ИОННЫХ ПУЧКОВ ДЛЯ МОДИФИЦИРОВАНИЯ ПОВЕРХНОСТИ

HIGH INTENSITY POWERFUL ION BEAM TREATMENT FOR SURFACE MODIFICATION

В.А. Тарбоков, С.К. Павлов, Чжао Чжэнчуань, Г.Е. Ремнёв

V.A. Tarbokov, S.K. Pavlov, Zhengchuan Zhao, G.E. Remnev

*Научно-производственная лаборатория импульсно-пучковых, электроразрядных и
плазменных технологий, ФГАОУ Томский политехнический университет,
пр. Ленина, 30, г. Томск, Российская Федерация, tarbokovv@tpu.ru
R&D Laboratory for Pulse-Beam, Electric Discharge and Plasma Technologies, Tomsk
Polytechnic University, Lenin Ave., 30, Tomsk, Russian Federation, tarbokovv@tpu.ru*

High intensity pulsed ion beams are used as a powerful heating source, providing wide opportunities for modifying the surface layer of materials and simulating thermal and radiation effects on materials. The report describes the use of powerful ion beams of sub-microsecond duration to modify the properties of carbide materials.

Мощные ионные пучки с импульсной мощностью до 10^8 Вт/см² и энерговкладом до 10^4 Дж/см³ позволяют рассматривать их как мощный импульсный источник нагрева поверхности облучаемого материала, обеспечивающего широкие возможности для модифицирования поверхностного слоя и имитации теплового и радиационного воздействия. Изменяя параметры пучков, такие как состав (тип ионов), длительность ускоряющего импульса (10 нс-1 мкс), кинетическую энергию ионов (0,1-1 МэВ), плотность энергии, передаваемой пучком поверхности мишени за импульс (0,1-50 Дж/см²), были определены основные направления применения мощных ионных пучков в материаловедении: модифицирование поверхностного слоя путем сверхскоростной закалки, плавление и сверхбыстрая рекристаллизация с образованием микро- и наноструктур, осаждение тонких пленок и синтез наноразмерных порошков из абляционной плазмы. Отличительной особенностью использования мощных ионных пучков (МИП) для модифицирования материалов от других импульсных источников энергии (лазерного излучения, электронных пучков, искровой обработки, плазменных потоков) является возможность получения больших по сечению ($1-10^3$ см²) потоков энергии, варьируемая глубина поглощения энергии за счет изменения длительности

импульса пучка, энергии ионов и их массы, зарядовая нейтрализация пучка медленными электронами и относительно малое число частиц в пучке, не приводящее к значимому изменению химического состава поверхности. Совокупность этих факторов делает мощные ионные пучки эффективным инструментом для модифицирования изделий из металлических, полупроводниковых и диэлектрических материалов.

Модифицирование поверхности материалов импульсным мощным ионным пучком.

При обработке МИП в поверхностном слое материалов происходит ряд существенных изменений. Эти изменения характерны практически для всех исследованных типов сплавов, в том числе на основе карбидов и различаются только степенью их проявления, зависящей, прежде всего, от теплофизических свойств материала. Для демонстрации возможности поверхностного модифицирования поверхности металлических материалов МИП были выбраны твердые сплавы марок ВК-8, Т5К10, МС-221, основным компонентом которых является тугоплавкий карбид вольфрама.

Растровая электронная микроскопия поперечных шлифов образцов, обработанных МИП в режимах с оплавлением поверхности ($1,5-2,5 \text{ Дж/см}^2$), демонстрирует существенное уменьшение размеров частиц карбида вольфрама и «уплотнение» поверхностного слоя. Рентгено-структурный анализ также показывает уменьшение областей когерентного рассеяния более, чем в 2 раза, формируя «ультрадисперсную» структуру поверхностного слоя с повышенным числом контактов между карбидными зернами, более устойчивую к деформации. Методами электронной и оптической микроскопии фиксируется значительное количество капель кобальта на поверхности обработанных МИП образцов. Снижение количества кобальта в поверхностном слое подтверждают результаты Ожэ-спектроскопии. Это делает поверхность твердого сплава «низкокобальтовой», формируя структуру, характерную для так называемых «градиентных» сплавов с относительно вязкой и пластичной основой за счет большего количества кобальта и поверхностью с повышенной твердостью. В диапазоне плотности энергии ионного пучка ($1,5-2,5 \text{ Дж/см}^2$) микротвердость обработанных МИП твердых сплавов на 15-30 % превышает микротвердость не обработанных образцов. Рентгено-фазовый анализ поверхностного слоя показывает образование новых фаз, обладающих повышенной твердостью и упругостью по сравнению с исходным составом твердого сплава, таких как W_xC_y , Co_xC_y , $Co_xW_yC_z$, $W_x(CO)_y$, что может быть обусловлено радиационно-стимулированными процессами в области межфазных

границ твердого сплава. Высокие температуры и градиенты давления в зоне воздействия ионного пучка способствуют значительному увеличению межфазных напряжений, стимулируют образование дислокаций и дефектов упаковки. Для релаксации напряжений, возникающих в материале при облучении, и снижения степени дефектности кристаллической структуры фазовых составляющих твердого сплава признано целесообразным применение послерадиационного термического отжига. Полученные в ходе лабораторных исследований и производственных испытаний результаты доказали, что совокупность структурных изменений после модифицирования МИП с использованием термического отжига способствует повышению износостойкости инструментального материала в условиях высоких контактных напряжений и температур. Кроме того, такая комплексная обработка обеспечивает стабилизацию физико-механических свойств твердосплавных режущих пластин в условиях знакопеременного нагружения. Производственные испытания показали, что обработка ионным пучком с последующим термическим отжигом приводит к повышению износостойкости твердых сплавов при обработке сталей на высоких скоростях резания в 1,5-2,0 раза. Технология и две установки на базе ускорителя «Темп» были внедрены на НПП «Линэtron-Нижний Новгород» для упрочнения резцов из сплава T14K8, которые используются для черновой обработки колесных пар железнодорожного подвижного состава. Годовая производительность установок составляла 200 000 пластин.

2. Обработка поверхности твердого сплава для увеличения адгезии покрытий.

В результате исследований взаимодействия импульсных мощных пучков с поверхностью твердых сплавов был сделан вывод о перспективности применения такой обработки в качестве подготовки поверхности к осаждению упрочняющих покрытий. В ходе дополнительных исследований была зафиксирована эффективная очистка поверхности от технологических загрязнений и легкоплавких примесей, в частности серы, магния, алюминия, кремния, фосфора, кальция, мышьяка, сурьмы. При этом свободная энергия поверхности, измеренная методом ОВРК, возросла до трех раз в зависимости от режима обработки. Существенной модификации после воздействия ионного пучка подвергаются геометрические характеристики рельефа. В диапазоне плотностей энергии ионного пучка 1,5-2,5 Дж/см² значения шероховатости, измеренной методом атомно-силовой микроскопии на базе 15 мкм, принимают близкие значения для разных сплавов, практически не зависят от исходных величин и находятся в пределах Ra 150-200 нм. Такая величина шероховатости поверхности находится в

оптимальном диапазоне для нанесения покрытий вакуумно-дуговыми и магнетронными методами. Кроме того, технологический разогрев поверхности при нанесении покрытия может являться аналогом послерадиационного термического отжига, что также может служить одним из факторов увеличения стойкости системы покрытие-подложка при эксплуатации твердосплавного инструмента с упрочняющими покрытиями. Таким образом, после обработки импульсным мощным ионным пучком с плотностью энергии $1,5-2,5 \text{ Дж/см}^2$ поверхность твердого сплава приобретает оптимальные параметры рельефа, очищается от легкоплавких загрязнений и обладает повышенной несущей способностью, что должно положительно сказываться на адгезии осаждаемых покрытий. Для проверки этих выводов на поверхность твердых сплавов марок ВК-8 и Т5К10 методом катодно-дугового осаждения было нанесено покрытие из нитрида титана толщиной 3-5 мкм. Результаты скрэтч-тестов осажденного покрытия показали значительное увеличение адгезии, что выражалось в росте нагрузки начала и полного разрушения покрытия на 20-30 %, при этом наблюдалось изменение характера изнашивания с адгезионно-когезионного на когезионный, т.е., разрушение поверхностного слоя образца происходило не по границе раздела твердого сплава и покрытия. Производственные испытания модифицированного твердосплавного инструмента с покрытием из TiN в процессе обработки резанием сварных комбинированных заготовок из сталей 40Х и Р6М5, показано увеличение стойкости в 1,5-2,5 раза для инструмента, поверхность которого перед нанесением покрытия обрабатывалась МИП с плотностью энергии в диапазоне $2-2,5 \text{ Дж/см}^2$. Увеличение стойкости достигалось за счет снижения величины начального износа и увеличения периода нормального изнашивания.

Проведенные исследования доказывают перспективность метода модифицирования поверхности сплавов мощными ионными пучками с целью формирования заданного рельефа, повышения износостойкости, эффективной очистки и активации поверхности, увеличения несущей способности поверхностного слоя с целью повышения адгезии наносимых износостойких покрытий. Для реализации процессов модификации поверхностей различных сплавов в лаборатории создана совмещенная установка, включающая импульсный ускоритель мощных ионных пучков и магнетронную (с возможностью установки вакуумно-дуговой) систему осаждения покрытий.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 25-49-00169, <https://rscf.ru/project/25-49-00169>

**ВОЗДЕЙСТВИЕ ПУЧКА ИОНОВ АРГОНА И ГЕЛИЕВОЙ СТАЦИОНАРНОЙ
ПЛАЗМЫ НА МЕЛКОЗЕРНИСТЫЙ ВОЛЬФРАМ**
**EFFECT OF ARGON IONS BEAM AND A HELIUM STATIONARY PLASMA
ON THE FINE-GRAINED TUNGSTEN**

Н.Н. Андрианова^{1,2}, А.М. Борисов^{1,2,3}, Р.Р. Мулюков⁴, М.А. Овчинников¹,
С.Д. Федорович^{5*}, Р.Х. Хисамов⁴
N.N. Andrianova^{1,2}, A.M. Borisov^{1,2,3}, R.R. Mulyukov⁴, M.A. Ovchinnikov¹,
S.D. Fedorovich^{5*}, R.Kh. Khisamov⁴

¹*Научно-исследовательский институт ядерной физики имени Д.В. Скобельцына
МГУ имени М.В. Ломоносова, 119991, Москва, Россия*

²*Московский авиационный институт (Национальный исследовательский
университет), 125993, Москва, Россия*

³*Московский государственный технологический университет “СТАНКИН”, 127055,
Москва, Россия*

⁴*Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, 450001, Уфа, Россия*

⁵*Московский энергетический институт (Национальный исследовательский
университет «МЭИ»), 111250, Москва, Россия*

**e-mail: fedorovichsd@mail.ru*

The experimental studies of the effect of high-fluence argon ion irradiation with an energy of 30 keV and a helium stationary plasma on the fine-grained tungsten morphology have been carried out. The influence of the surface relief on the sputtering yield is analyzed. It is shown that the reason for the stability of the sputtering yield is the redeposition of atoms on the ion-induced relief elements.

Вольфрам рассматривается как один из перспективных материалов для внутренних стенок термоядерного реактора, благодаря сочетанию высоких значений температуры плавления, коэффициента теплопроводности и низких значений коэффициентов теплового расширения и распыления. В условиях работы реактора вольфрамовые стенки будут подвергаться ионно-плазменному воздействию, при котором на поверхности вольфрама могут развиваться структуры типа блистер, пух, разрушающие материал [1-4].

В работе исследовано влияние ионного и плазменного воздействия на морфологию поверхности мелкозернистого вольфрама. Образцы изготавливали из

вольфрама марки ВА. Для удаления текстуры листовой вольфрам переплавили с помощью аргоно-дуговой плавки в слиток, из которого вырезали дисковые заготовки диаметром 10 мм, толщиной 1 мм. Для измельчения зерен проводили интенсивную пластическую деформацию методом кручения под высоким давлением (КВД) [5] при усилии гидравлического пресса около 50 тонн, при комнатной температуре. Затем, для формирования мелкозернистой структуры деформированные образцы отжигали при температуре 1500°C в течение часа в вакууме при давлении не выше $5 \cdot 10^{-3}$ Па.

Облучение образцов ионами аргона с энергией 30 кэВ проводили на масс-монохроматоре НИИЯФ МГУ [6]. Морфологию поверхности исследовали с помощью растрового электронного микроскопа Tescan Mira 3LHM. Измерения коэффициента распыления проведены при высокодозном облучении ионами аргона весовым методом с шагом по флюенсу 3×10^{18} ион/см² до флюенса 1.5×10^{19} ион/см².

Воздействие гелиевой стационарной плазмы проводили на установке ПЛМ-М НИУ «МЭИ», которая представляет собой линейную магнитную ловушку с восьмипольной мультикасповой схемой магнитного удержания плазмы [7]. Дополнительно используется продольное магнитное поле, создаваемое соленоидом для обеспечения МГД устойчивости разряда. Особенностью этой установки является стационарный режим многочасового удержания плазмы, что представляет преимущество для отработки технологий испытания материалов. Источником плазмы в установке служит мощный стационарный разряд в плазмообразующем газе (гелии, смеси гелия и водорода). Ионизация атомов плазмообразующего газа происходит электронным ударом в специальном катодном узле в разрядной камере.

При обработке образца из вольфрама с мелкозернистой структурой в установке ПЛМ-М испытуемый образец находился в центре плазменного пучка. Температура поверхности образца 840°C контролировалась с помощью хромель-алюмелевой термопары и ИК пирометром. Энергия ионов гелия на образец не превышала 80 эВ и определялась по создаваемому с помощью биполярного источника напряжения смещению потенциала образца относительно потенциала плазмы. Ток плазменного разряда достигал значения 3.8 А, ионный поток до 3×10^{17} см⁻²/с, флюенс 3.6×10^{21} см⁻² (за время стационарного разряда 200 минут).

На рис.1 а приведено РЭМ изображение поверхности мелкозернистого вольфрама со средним размером зерен 7 мкм после облучении ионами Ar^+ с энергией 30 кэВ и флюенсом 9×10^{18} ион/см². Наблюдается рельеф с перепадом высот между зернами, сопоставимый с размером зерен. На поверхности зерен наблюдаются ямки травления,

террасы и немногочисленные конусы. Есть также зерна с относительно гладкой поверхностью.

Результат воздействия на мелкозернистый вольфрам с ионно-индуцированным рельефом (рис.1 а) гелиевой стационарной плазмы приведен на рис. 1 б. Видно, что на всех элементах рельефа, отражающих разные грани зерен вольфрама образовалась высокопористая структура, маскирующая наноразмерные элементы рельефа после облучения ионами аргона.

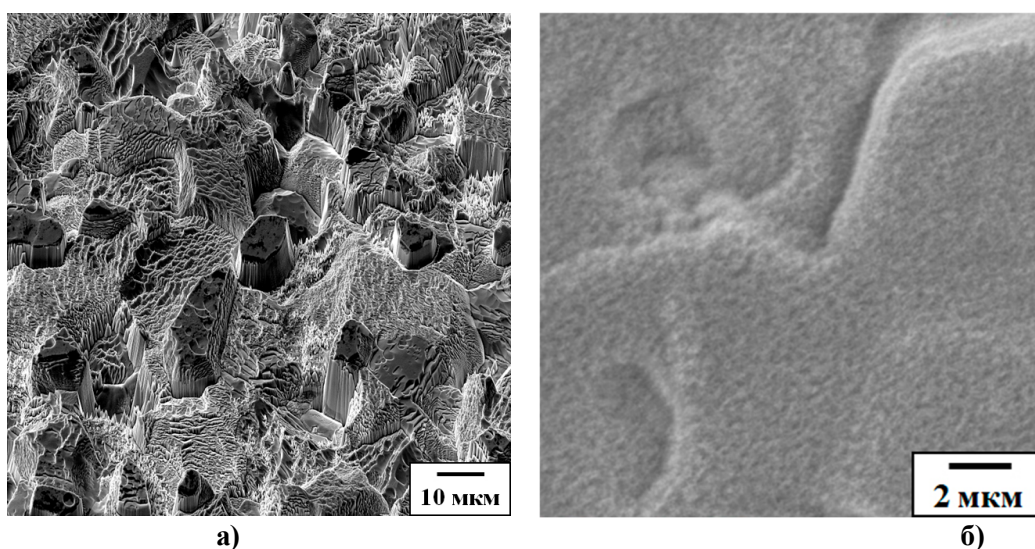


Рис.1. РЭМ изображения ионно-индуцированной морфологии мелкозернистого вольфрама после облучения ионами Ar^+ с энергией 30 кэВ с флюенсом 9×10^{18} ион/см² (а) и воздействия гелиевой стационарной плазмы (б). Угол съемки 45°(а) и 0 (б)

На рис. 2 представлена зависимость коэффициента распыления Y от толщины распыленного слоя Δx мелкозернистого вольфрама при облучении ионами Ar^+ с энергией 30 кэВ при нормальном падении ионов на мишень.

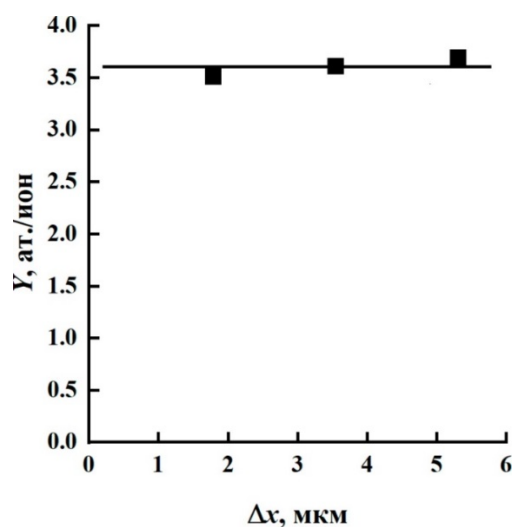


Рис. 2. Зависимость коэффициента распыления Y от толщины распыленного слоя Δx мелкозернистого вольфрама при облучении ионами Ar^+ с энергией 30 кэВ при нормальном падении ионов на мишень (температура мишени не выше 50°C)

Среднее значение коэффициента Y для мелкозернистого вольфрама составило 3.4 ± 0.1 ат./ион. Отметим, что размер зерен в образце достигает 25 мкм, поэтому флюенс облучения ионами аргона 10^{19} ион/см², распыляющий толщину слоя около 5 мкм недостаточен для формирования квазистационарного рельефа. Можно предположить, что, увеличивая флюенс и, соответственно, толщину распыленного слоя можно достичь квазистационарного конусообразного рельефа, подобно тому, как уже наблюдалось для мелкозернистой меди [8]. Вместе с тем видно, что коэффициент Y практически не зависит от толщины удаленной поверхности и, следовательно, является стационарным. Рассмотрение распыления шероховатой поверхностью показывает, что основной причиной такой инвариантности коэффициента распыления оказывается перепыление атомов на элементы ионно-индуцированного рельефа.

Работа выполнена в рамках государственных заданий МГУ, ИПСМ РАН и FSWF-2025-0001 (МЭИ). Исследования выполнены на базе ЦКП ИПСМ РАН «Структурные и физико-механические исследования материалов» и «Ускорительного комплекса МГУ».

- [1] Guseva M.I., Martynenko Yu.V. // Sov. Phys. Usp. 1981. V. 24. P. 996
- [2] Martynenko Yu.V., Nagel M.Yu. // Plasma Phys. Rep. 2012. V. 38. P. 996.
- [3] Kajita S., Kawaguchi S., Ohno N., Yoshida N. // Sci. Rep. 2018. V. 8. 56.
- [4] Budaev V.P., Fedorovich S.D., Dedov A.V., Karpov A.V., Martynenko Yu.V., Kavyrshin D.I., Gubkin M.K., Lukashevsky M.V., Lazukin A.V., Zakharenkov A.V., Sliva A.P., Marchenkov A.Yu., Budaeva M.V., Tran Q.V., Rogozin K.A., Konkov A.A., Vasilyev G.B., Burmistrov D.A., Belousov S.V. // Plasma Discharge. Fusion Science and Technology. 2023. V. 79. Iss. 4. P. 404.
- [5] Khisamov R.Kh., Andrianova N.N., Borisov A.M., Ovchinnikov M.A., Musabirov I.I., Timiryayev R.R., Mulyukov R.R. // Phys. Atom. Nucl. 2024. V. 87 (10). P. 1493.
- [6] <http://beam.sinp.msu.ru>
- [7] Будаев В.П., Федорович С.Д., Дедов А.В., и др.// Вопросы атомной науки и техники. Сер. Термоядерный синтез. 2024. Т. 47. Вып. 2. С. 49.
- [8] Andrianova N.N., Borisov A.M., Ovchinnikov M.A., Khisamov R.Kh, Mulyukov R.R. // J. Surf. Investig. 2024. V. 18. P. 305–312.

**МОДИФИКАЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ МЕДИ ПРИ ИНТЕНСИВНОМ
ВОЗДЕЙСТВИИ ИОНОВ КСЕНОНА
MODIFICATION OF THE COPPER SURFACE UNDER INTENSE EXPOSURE
TO XENON IONS**

А.В. Бабайцев¹, В.В. Валиуллин², А.Б. Надирадзе²

A.V. Babaitsev¹, V.V. Valiullin², A.B. Nadiradze²

¹*Кафедра 610, Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет), 125993, Волоколамское шоссе, д.4, Москва, Россия,*

²*Кафедра 208, Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет), 125993, Волоколамское шоссе, д.4, Москва, Россия, * nadiradze@mai.ru*

The experimentally measured sputtering coefficients at high current density and with conical structures on the surface practically coincided with the values for a smooth target at room temperature. At low current densities, there is no coincidence, which is due to errors in measuring the current density and energy spectrum of ions, as well as the influence of contamination of samples with sputtering products of the structural elements of the vacuum chamber.

Процессы распыления поверхности твердых тел при комнатной температуре исследованы достаточно хорошо [1]. Однако с ростом интенсивности воздействия ионного пучка температура поверхности повышается и спектр процессов взаимодействия расширяется. Влияние температуры мишени на ее коэффициент распыления в общем незначительно при температурах, не очень близких к температуре плавления. Когда же температура приближается к точке плавления, коэффициент распыления резко возрастает [1]. Этот эффект объясняется в теории теплового пика [2], в котором температура мишени является тем уровнем, по отношению к которому определяется температура пика. Можно выделить два случая по степени локализации пиков. Первый случай реализуется при очень высоких энергиях частиц (10-100 МэВ) и малой плотности тока. При этом пики не перекрываются и могут рассматриваться независимо. Второй случай характеризуется относительно невысокими энергиями частиц (1-10 кэВ), но высокой плотностью тока, что приводит к равномерному прогреву поверхностных слоев мишени до температуры близкой к температуре плавления и слиянию пиков.

В данной работе приведены результаты экспериментов, в которых был реализован

второй случай. Исследовались образцы меди марки М1 по ГОСТ 859-2014 (99 %) размером 40x40 мм толщиной 1 мм. Облучение производилось ксеноновой плазмой с энергиями ионов 400 и 800 эВ при ширине энергетического спектра около 200 эВ при нормальном падении ионов. Плотность тока ионов на образцах составляла 69 и 425 мкА/см² при энергии ионов 800 эВ и 105 и 620 мкА/см² при энергии 400 эВ. Время воздействия составляло 8,55 часа на режиме 800 В и 8,25 часа на режиме 400 эВ. Расчетные значения равновесной температуры, полученные в предположении лучистого теплообмена (верхняя оценка) и степени черноты поверхности образцов 0,3, составили 128 °С, 302 °С и 112 °С и 262 °С для указанных значений плотности тока, соответственно. Таким образом, во всех случаях температура образца $T_{обр}$ была существенно меньше температуры плавления меди $T_{пл} = 1083^{\circ}\text{C}$ ($T_{обр} \approx (0,3-0,4) \cdot T_{пл}$).

На рис. 1 приведены результаты исследования поверхности образцов на растровом электронном микроскопе.

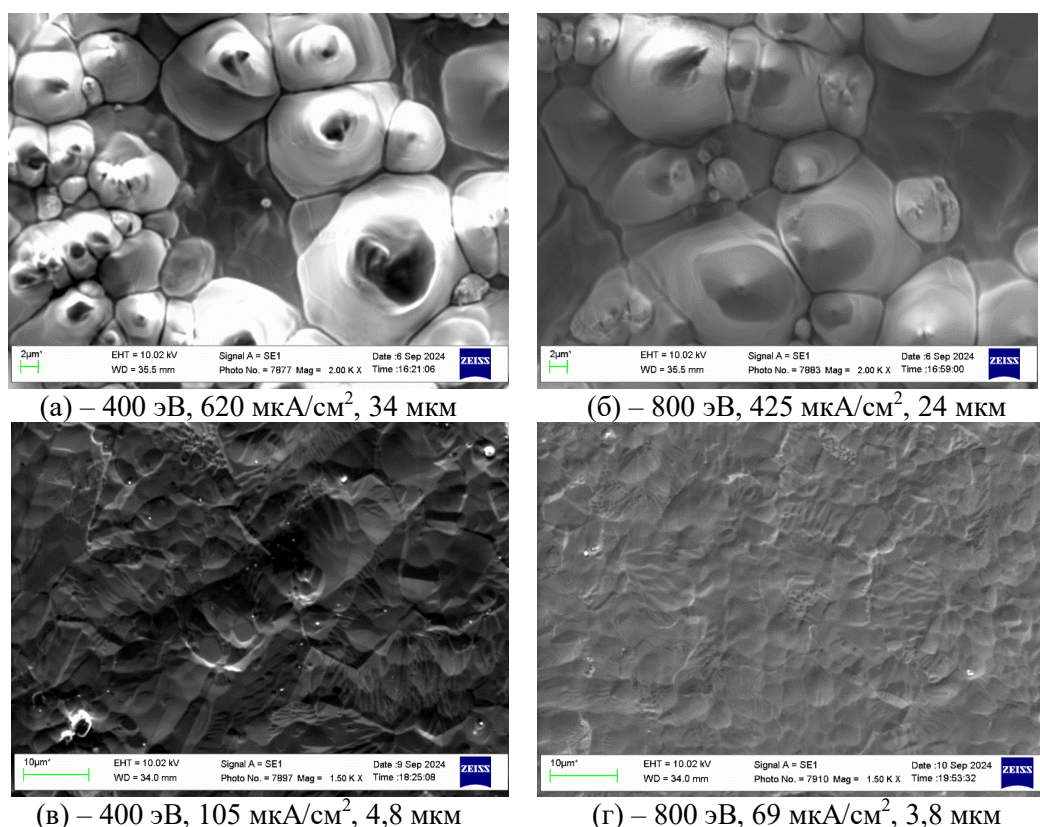


Рис. 1. РЭМ-изображения поверхности образцов, подвергнутых интенсивному воздействию ксеноновой плазмы (под каждым изображением указаны значения энергии ионов, плотности тока и глубины эрозии)

При низкой плотности тока (рис. 1 в, г) морфология поверхности не меняется. Однако при увеличении плотности тока (и, соответственно, температуры) на поверхности образуются характерные конические структуры. Аналогичные конусы, их

особенности и закономерности роста детально описаны в работе [3]. Отмечается, что существенную роль в процессе образования конических структур играют сжимающие напряжения и диффузионные потоки атомов мишени по склонам конусов к их вершине.

Коэффициенты распыления, вычисленные по потерям массы образцов, составили для указанных выше режимов: 2,4 и 3,5 при энергии ионов 800 эВ и 2,1 и 1,8 при энергии 400 эВ, соответственно. Значения коэффициентов распыления меди при этих энергиях по данным [1] составляют 3,4 и 1,7 атом/ион, соответственно.

Таким образом, экспериментально измеренные коэффициенты распыления при большой плотности тока и с коническими структурами на поверхности практически совпали со значениями для гладкой мишени при комнатной температуре. При малой плотности тока совпадения не наблюдается, что связано с погрешностями измерения плотности тока и энергетического спектра ионов, а также с влиянием загрязнений образцов продуктами распыления элементов конструкции вакуумной камеры.

- [1] Распыление твердых тел ионной бомбардировкой: Физ. распыление одноэлементных твердых тел. Пер. с англ. / Под ред. Р. Бериша – М.: Мир, 1984. – 336 с., ил.
- [2] Weisman R., Sigmund P. // Rad. Eff., 1979. V.19. P.7-17.
- [3] Беграмбеков Л.Б. Модификация поверхности твердых тел при ионном и плазменном воздействии. Учебное пособие. – М.: МФТИ, 2001

**ЭМИССИЯ И ФРАГМЕНТАЦИЯ КЛАСТЕРНЫХ ИОНОВ,
РАСПЫЛЕННЫХ С ГРАНИЦЫ РАЗДЕЛА ЖЕЛЕЗО-УГЛЕРОД
EMISSION AND FRAGMENTATION OF CLUSTER IONS SPUTTERED FROM
THE IRON-CARBON INTERFACE**

Р.Т. Курбанов¹, С.Е. Максимов²

R.T. Kurbanov¹, S.E. Maksimov²

¹*Белорусско-Узбекский межотраслевой институт прикладных технических
квалификаций, Ташкентская область, Кибрайский р-н, пос. Салар,
ул. Карамурт, 1, Узбекистан;*

²*Институт ионно-плазменных и лазерных технологий им. У.А. Арифова Академии Наук
Республики Узбекистан; ул. Дурмон Йўли, 33, Академгородок, 100125 Ташкент;
e-mail: r.kurbanov@sbumiptk.uz*

The investigations of the negatively charged metal-carbon clusters under bombardment of the interface of pyrolytic graphite sample with Fe target by 18.5 keV Cs⁺ ions have been performed. It is shown that this method allows to obtain heterogeneous cluster ions with relative large amount of atoms.

Современные ионные технологии характеризуются всё более широким использованием для решения различных фундаментальных и прикладных задач пучков полиатомных кластерных частиц, что делает актуальной проблему развития эффективных методов их получения. Образование и эмиссия кластеров при ионном распылении поверхностей занимает здесь особое место, поскольку даёт возможность синтезировать кластеры, которые сложно получить другими способами. Значительный интерес в этой связи представляет описанный в [1] метод генерации гетероядерных кластеров типа $A_nB_m^+$ при ионной бомбардировке границ раздела двух механически состыкованных мишеней из различных элементов A и B , что позволяет получать структуры с необходимым элементным составом. Особые перспективы этот метод может иметь в случае моноизотопных мишеней; кроме того, изменяя геометрию эксперимента, можно увеличивать выходы кластеров с нужной стехиометрией.

С точки зрения развития данного метода, нами на установке [2] были изучены процессы эмиссии и фрагментации отрицательно заряженных металл-углеродных кластеров при бомбардировке ионами Cs⁺ с энергией 18,5 кэВ границы раздела образца пиролитического графита с Fe мишенью. Выбор объектов исследования, помимо

прикладных аспектов, связан с традиционным интересом к свойствам железо-углеродных кластеров [3-5]. Величина токов ионов Cs^+ составляла 250-500 нА при начальной плотности тока порядка $1 \cdot 10^{-3} \text{ А/см}^2$. Образцы располагались относительно первичного пучка таким образом, чтобы перепыление происходило в основном с графитового образца на металл. Такая геометрия эксперимента связана с тем, что, согласно имеющимся литературным данным [3], образование кластеров с углеродными структурами, отличными от характерной для графита структуры из шестиугольных колец, может быть существенно затруднено на поверхности графита; генерация же металлоуглеродных кластеров на металле с перепыленными атомами углерода может происходить более эффективно. Экспериментально установлено, что незначительная расфокусировка первичного пучка приводит к увеличению выхода вторичных кластерных ионов.

Анализ масс-распределений металлоуглеродных кластеров, распыленных с границы раздела Fe-C, позволяют выявить ряд существенных закономерностей. Прежде всего, обращает на себя внимание образование при распылении металлоуглеродных кластеров, имеющих в своём составе значительное (до нескольких десятков) число атомов углерода. Наряду с кластерами вида FeC_n^- (рис. 1) и Fe_2C_n^- (рис. 2), наблюдается выход цезийсодержащих металлоуглеродных кластеров вида FeCsC_n^- и $\text{Fe}_2\text{CsC}_n^-$. При этом масс-распределение ионов FeC_n^- характеризуется достаточно монотонным спадом интенсивностей пиков с увеличением числа атомов углерода в кластере в области $n < 18$.

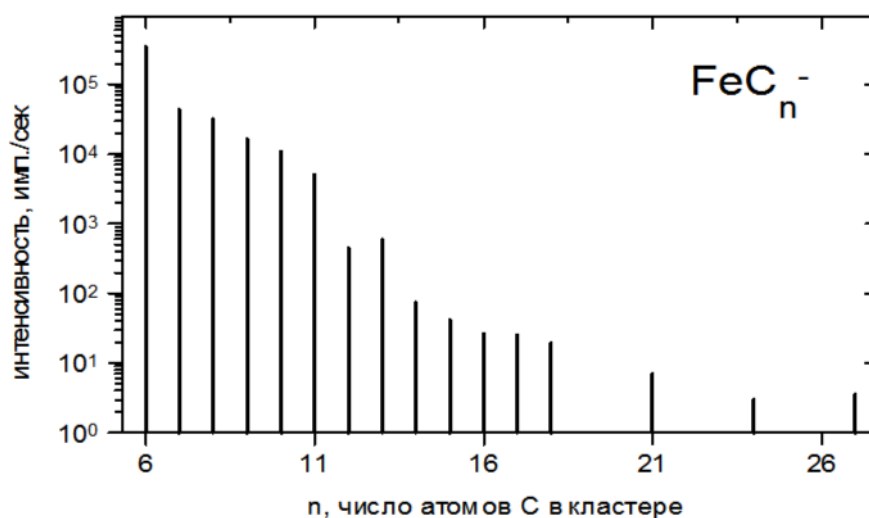


Рис. 1. Диаграмма выходов гетероядерных кластеров FeC_n^- , распыленных ионами Cs^+ с энергией 18,5 кэВ с границы раздела железо-углерод

В данном диапазоне атомных номеров практически отсутствуют какие-либо особенности, связанные с появлением чётно-нечётных осцилляций. В области $n > 18$ выход кластеров с числом атомов углерода $n = 18 + 3 \cdot k$, где $k = 1, \dots, n$, повышен, однако более детальное изучение данной закономерности практически невозможно из-за сильного падения интенсивности пиков (более чем на 5 порядков по сравнению с $n = 6$).

В масс-распределении кластеров вида Fe_2C_n^- (рис. 2) можно выделить существование нескольких областей с различным видом изменения интенсивностей выхода кластерных ионов в зависимости от n . Так, для $n < 5$ величины пиков монотонно спадают с увеличением числа углеродных атомов. Область $n > 6$ характеризуется, в основном, чётно-нечётными осцилляциями с преобладанием кластеров с чётными n ; имеются, однако, и явные отклонения от указанной закономерности, и интенсивности кластеров с $n = 19, 21, 23$, а также с $n = 41, 43, 45$ выше, чем у их чётных соседей. В целом для данного масс-распределения характерно отсутствие явного падения интенсивностей пиков при увеличении n , и для $n = 36$ наблюдается локальный максимум выхода кластерных ионов.

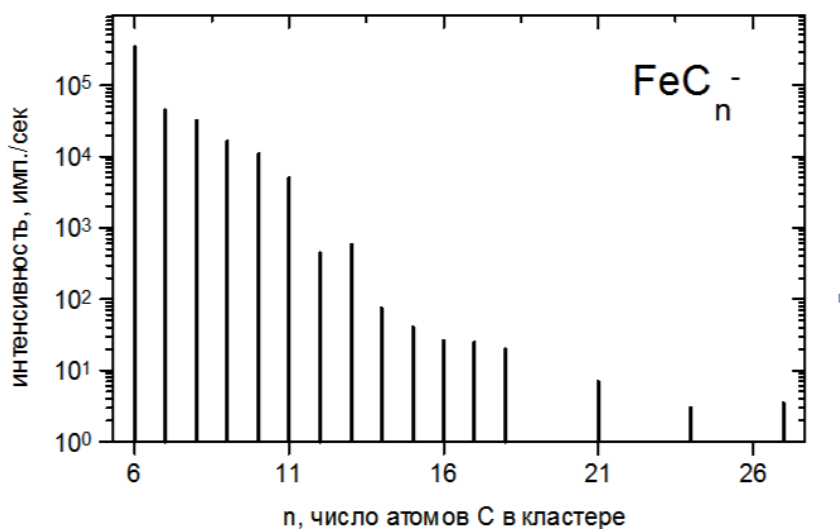


Рис. 2. Диаграмма выходов гетероядерных кластеров Fe_2C_n^- , распыленных ионами Cs^+ с энергией 18,5 кэВ с границы раздела железо-углерод

Интенсивности цезийсодержащих металлоуглеродных кластеров в наших экспериментах значительно ниже, что связывается с уменьшенной вероятностью захвата атомов Cs в процессе кластерообразования. В целом данные масс-распределения характеризуются отсутствием монотонного спада интенсивностей при увеличении числа атомов углерода n . Для кластеров вида FeCsC_n^- наблюдаются ярко выраженные чётно-нечётные осцилляции с увеличением выхода ионов с чётными n . Напротив, у $\text{Fe}_2\text{CsC}_n^-$ преобладают пики с нечётным числом атомов углерода.

Следует отметить, что во всех представленных масс-распределениях отсутствуют какие-либо выделенные по интенсивности пики кластеров, которым могла бы быть приписана структура с повышенной стабильностью.

Изучение по стандартной методике процессов фрагментации кластеров в беспольных зонах масс-спектрометра [2] во временных диапазонах $10^{-6} \div 10^{-5}$ с и $10^{-5} \div 10^{-3}$ с после эмиссии показало, что для всех вышеназванных кластеров существует общий канал распада с выбросом нейтрального Fe^0 .

Указанные закономерности позволяют сделать вывод о том, что исследованные кластерные ионы имеют в своей основе структуры углерода с захваченными атомами металла. Образование таких структур может быть существенно облегчено в слое углерода, перепыленном под действием ионного пучка на поверхность металлической мишени. С практической точки зрения, полученные результаты указывают на возможность использования метода [1] ионной бомбардировки границы раздела двух образцов для эффективной генерации гетероядерных кластеров, имеющих достаточно большое число атомов в своём составе.

[1] Р.Т.Курбанов, З.А.Исаханов. Узбекский Физический Журнал 22(5) (2020) 308.

[2] A.D.Bekkerman, N.Kh.Dzhemilev, V.M.Rotstein, Surf. and Interf. Anal. 15 (1990) 587.

[3] J.S.Pilgrim, M.A.Duncan. J.Am.Chem.Soc. 115(15) (1993) 6958.

[4] H.H.Harris, I.G.Dance. Polyhedron 26 (2007) 250–265

[5] LZheng, X.Liu et al. Phys. Chem. Chem. Phys. (2016) doi:10.1039/C6CP06224E

**ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ ВЫСОКОЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ ИОНОВ XE
С КРИСТАЛЛИЧЕСКИМ ОКСИДОМ АЛЮМИНИЯ (ЛЕЙКОСАПФИРОМ)
INTERACTION OF HIGH-ENERGY XE IONS WITH CRYSTALLINE ALUMINUM
OXIDE (LEUCOSAPPHYRE)**

М.Н. Ларичев¹, Г.Е. Беляев^{1,2}, Д. Сидельников^{1,3}, О.В. Белов⁴

M.N. Larichev¹, G.E. Belyaev^{1,2}, D. Sidelnikov^{1,3}, O.V. Belov⁴

¹*ФИЦ Химическая Физика им. Н.Н. Семенова РАН, Москва, Россия;*

mlarichev@chph.ras.ru

²*ОИВТ РАН, Москва, Россия;* ³*МФТИ, Москва, Россия;*

⁴*ОИЯИ, Дубна, Россия¹*

The putting of the NICA (Nuclotron based Ion Collider Facility) megaproject at JINR (Dubna) will not only allow studying the properties of dense baryonic matter, but also opens a new stage in the development of radiation biology, chemistry and radiation materials science. The problem of a comprehensive study of radiation-induced changes in various characteristics of substances, compounds and materials under the influence of ultra-high energy IR (from 1 to 10 GeV/nucleon) is becoming relevant. The ARIADNA infrastructure [1] created within the framework of NICA provides a unique opportunity to study the interaction of high-energy radiation generated by the complex with various forms of matter. The aim of this work is to study the interaction of heavy high-energy ions with compounds that have the ability to incongruent evaporation when heated using crystalline aluminum oxide (sapphire) as an example. These compounds are widely represented in the composition of extraterrestrial rocks, functional and structural materials of space stations and ships. They are exposed to radiation from galactic cosmic rays (GCR) They are exposed to the radiation effects of galactic cosmic rays (GCR), which can be experimentally modeled using NICA radiation.

Запуск в ОИЯИ (г. Дубна) мегапроекта NICA (Nuclotron based Ion Collider Facility) не только позволит проводить изучение свойств плотной барионной материи, но и открывает новый этап в развитии радиационной биологии, химии и радиационного материаловедения. Становится актуальной проблема комплексного изучения

радиационно-индуцированных изменений различных характеристик веществ, соединений и материалов в условиях воздействия ИИ сверхвысоких энергий (от 1 до 10 ГэВ/нуклон). Инфраструктура ARIADNA, созданная в рамках NICA [1], представляет уникальную возможность для исследования взаимодействия генерируемого комплексом высокоэнергетического излучения с различными формами материи. Целью настоящей работы является изучение на примере кристаллического оксида алюминия (сапфира) взаимодействия тяжелых высокоэнергетических ионов с соединениями, обладающими способностью к инконгруэнтному испарению при их нагревании. Эти соединения широко представлены в составе внеземных пород, функциональных и конструкционных материалов космических станций и кораблей. Они подвергаются радиационному воздействию галактического космического излучения (ГКЛ), которое может быть экспериментально смоделировано с использованием излучения NICA.

Характерной особенностью проявляющего способность к инконгруэнтному испарению оксида алюминия и его кристаллической формы – сапфира является образование при нагревании субоксидов алюминия, молекулы которых являются относительно легко летучими радикалами, переходящими в газовую фазу. В них атом алюминия имеет валентность, отличающуюся от трех. По всем канонам субоксиды должны обладать высокой химической активностью: легко вступать в реакцию с молекулами окружающей среды, рекомбинировать в столкновениях друг с другом и с поверхностью. Однако, эти свойства были подвергнуты ревизии, когда мы в экспериментах по изучению лазерной абляции сапфира среди частиц конденсированной фазы, вылетающих из лазерного кратера, впервые обнаружили летающие пузыри с замкнутой оболочкой из расплава оксида алюминия, раздуваемые газообразными субоксидами алюминия [2, 3]. Измеренная спектральными методами температура поверхности летящих частиц могла достигать 2500-3000 К, а газофазных субоксидов 5000К. Документально зарегистрированное время жизни (полета) пузырей, превышало десятки миллисекунд. Диаметр пузырей лежал в диапазоне от нескольких микрон до нескольких миллиметров. Это означает, что давление наполняющих их газообразных компонент могло достигать десятков атмосфер.

На рис. 1 приведены фотографии пузырей, сделанные методами высоко скоростной фотографии и растровой электронной микроскопии.

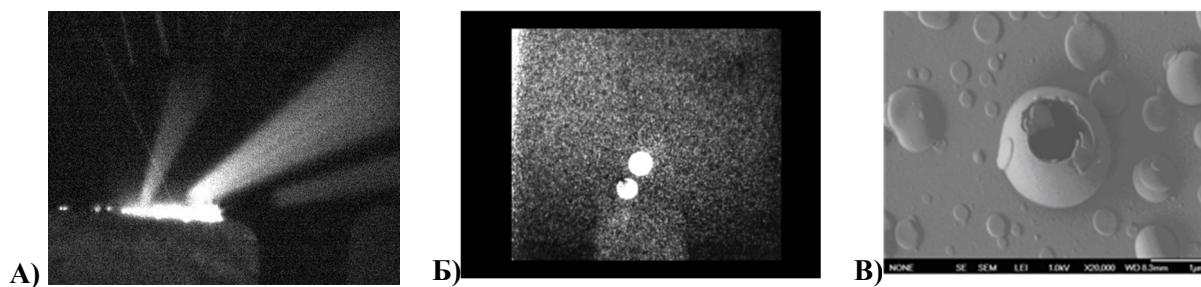


Рис. 1. Микрофотографии: А), Б) миллиметровые летящие пузыри (высокоскоростная фотография); В) разрушенный микронный пузырь на поверхности образца-свидетеля

Полученные ранее и приведенные выше результаты дают основание предполагать, что летучие субоксиды могут образовываться в объеме латентных треков, возникающих при облучении инконгруэнтных соединений (в частности, сапфира) высокоэнергетическими ионами Хе, поскольку выделяющейся при торможении ионов удельной энергии может быть достаточно, чтобы не только расплавить, но и испарить взаимодействующие с ионом области кристалла.

В проводящихся в настоящее время экспериментах для облучения ориентированных кристаллов лейкосапфира используется ионы Хе с энергией 4.8 ГэВ/нуклон. Оценки показывают, что диаметр латентного трека, в объеме которого может достигаться температура кипения оксида алюминия, составляет до 10 нм. Это означает, что в данном объеме будет образовываться перегретый расплав оксида алюминия, который будет частично вытекать через входное и выходное отверстия треков в окружающую среду в виде потока летучих субоксидов и релаксирующего перегретого расплава Al_2O_3 , а также частично остывать и релаксировать в объеме латентного трека, формируя новую пространственную структуру со свойственными ей дефектами. Отметим, что ввиду высокой, приближающейся к скорости света скорости облучающих ионов источник тепловыделения при образовании латентного трека может рассматриваться как мгновенный, что значительно упрощает рассматриваемую задачу. При обозначенных энергиях ионов интерес представляют оба канала релаксации радиационно перегретого оксида алюминия.

На рис. 2 представлены микрофотографии дефектов, наблюдаемых на поверхности сапфира после ее облучения высокоэнергетическими ионами Хе с энергией 3,8 ГэВ/нуклон.

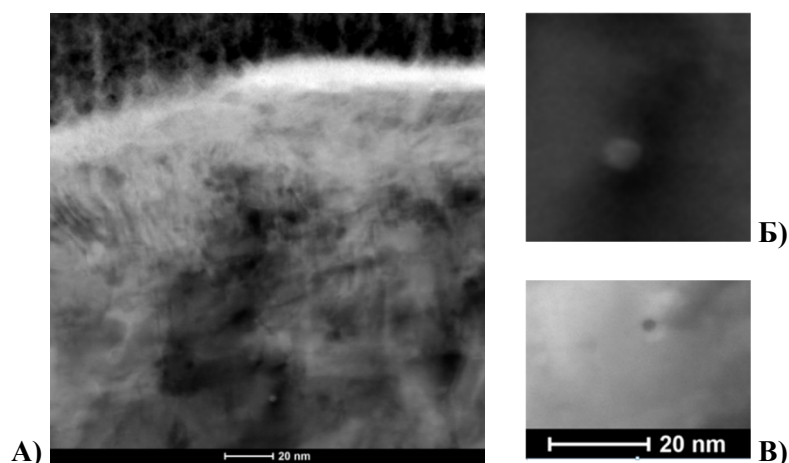


Рис. 2. А) ПЭМ фотографии (Bright Fild and Haadf STEM images): А) облученной поверхности сапфира; Б) увеличенное изображение выхода латентного трека на поверхности А; В) тот же дефект (Haadf STEM режим)

Анализ данных ПЭМ позволяет сделать вывод, что образующиеся в результате облучения латентные треки в сапфире являются полыми, что явно может свидетельствовать об уносе вещества мишени в окружающую образец среду. Отметим, что полученные данные коррелируют с результатами, представленными в работе [4], в которой исследовалось облучение сапфира ускоренными ионами фуллерена.

В ходе дальнейшего выполнения работы предполагается, что на основе радиационных превращений, происходящих под воздействием высокоэнергетических ионизирующих излучений в соединениях, являющихся составными компонентами внеземных пород и минералов, будут:

- сделаны выводы о путях превращения форм внеземной материи (породы) под действием космического излучения;
- проверена гипотеза об образовании в ходе радиационных превращений летучих субоксидов, для соединений, характеризующихся способностью к инконгруэнтному испарению;
- сделаны выводы о возможности практического применения подобных превращений, в том числе в целях освоения окружающего Землю космического пространства,
- получена информация, прогнозирующая поведение микроэлектроники и элементов техники, содержащих исследуемые вещества и соединения, в условиях радиационного воздействия и воздействия космического излучения.

[1] <https://nica.jinr.ru/ru>

- [2] Mikhail N. Larichev, Grigori E. Belyaev, Ilya G. Stepanov, et al., Application of two-color pyrometer for studying of flying luminous particles: Products of alumina laser ablation //Review of Scientific Instruments. – 2019. – Т. 90. – №. 4.
- [3] Ларичев М.Н., А.М. Величко, Г.Е. Беляев, et al., Изучение конденсированной фазы, образующейся при взаимодействии лазерного излучения высокой мощности с кристаллической окисью алюминия, ИЗВЕСТИЯ РАН. СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ, 2016, том 80, № 4, с. 445–449
- [4] S.M.M. Ramos, N. Bonardi, B. Canut, et al., Damage creation in-Al₂O₃ by MeV fullerene impacts, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 143 (1998) 319±332

FORMATION OF DIELECTRIC AMORPHOUS DIAMOND-LIKE COATINGS ON THE SURFACE OF PLASMA FACING GRAPHITE IN THE EAST TOKAMAK

L.G. Lobanova^{1,2}, V.P. Afanas'ev², L. Zhang¹, M.A. Semenov-Shefov², S. Wang¹,
J. Chen¹, H. Liu¹

¹*Institute of Plasma Physics, Chinese Academy of Sciences, 350 Shushanhu Road, Hefei,
China, lidiia@ipp.ac.cn*

²*National Research University «MPEI», Krasnokazarmennaya 14, Moscow, Russia*

Graphite possesses a number of properties that allow its use as a plasma-facing material. These include a low atomic number, high melting point, and relatively low sputtering yield. Fine-grained dense graphite grade FDG-8 is used as the first wall material in the T-15MD tokamak. For an extended period, graphite was used as the first wall in the EAST tokamak. The present work is dedicated to the study of a graphite sample, originally similar to FDG-8, which was used for a long time as the first wall in the EAST tokamak.

Optical microscopy of the plasma-facing surface of the graphite was performed, along with analysis using X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) on both the plasma-facing side and the inner side of the graphite located at a depth of 3 mm.

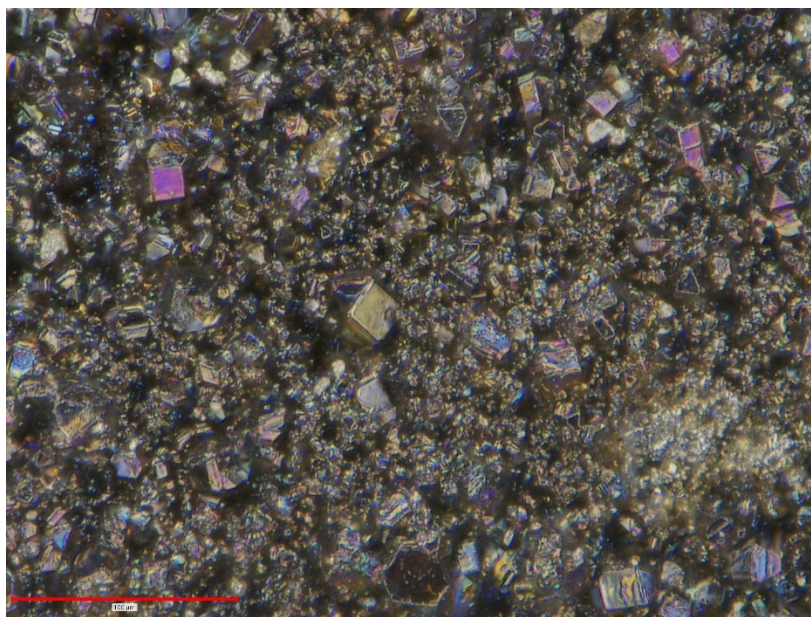


Fig. 1. Surface of plasma-facing side of graphite observed under an optical microscope at 700x magnification

Fig. 1 shows a photo of the graphite sample taken with an optical microscope at 700x magnification. The surface of the diamond crystals is clearly visible in fig. 1. The charging of the sample during XPS experiments indicates the presence of a wide-bandgap semiconductor

on the surface of the graphite sample. The high hardness of the surface, observed during the cutting of samples into formats required for XPS analysis, suggests the presence of diamond-like structures.

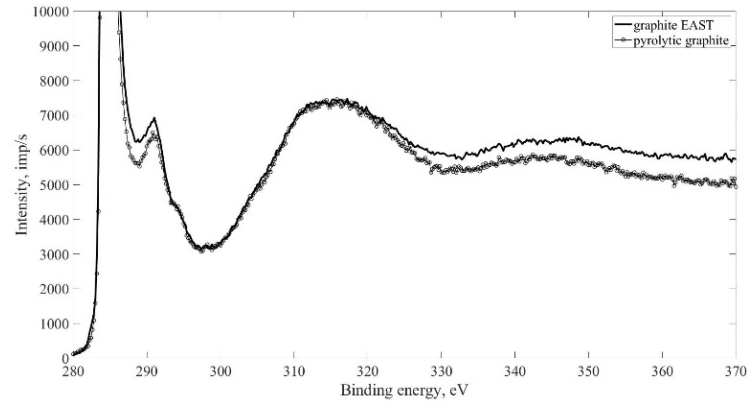


Fig. 2. High-resolution XPS spectra of the 1s carbon line for the internal surface of the EAST graphite sample and pyrolytic graphite

XPS analysis of the internal surface of the graphite sample (at a depth of 3 mm) revealed that the graphite surface at a macro depth of 3 mm transforms into pyrolytic graphite as a result of plasma exposure, i.e., it shifts to a state of lowest potential energy (fig. 2).

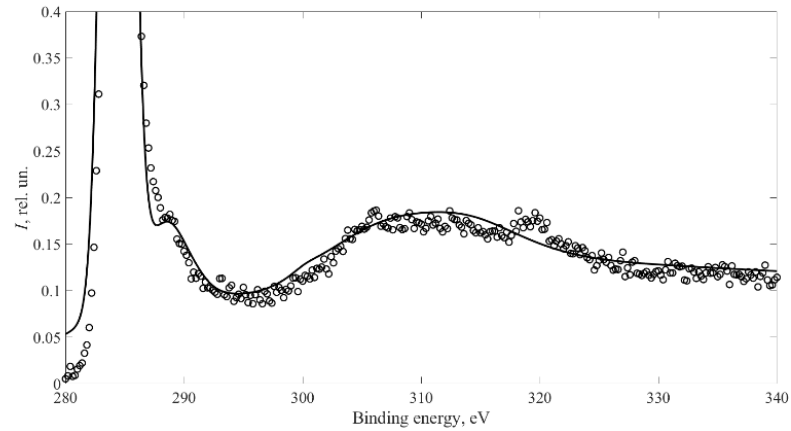


Fig. 3. XPS spectrum of the 1s line of carbon, obtained with high resolution, from the EAST tokamak graphite sample. Circles – experimental data; line – calculation for a target model representing a layer of diamond on a hydrocarbon substrate

XPS spectra of the 1s carbon line measured for the graphite sample, shown in fig. 3, are distinctly different from the XPS spectrum of pyrolytic graphite (fig. 2). The most characteristic difference is the positions of the $\pi + \sigma^-$ plasmon maxima in the energy loss spectra and the absence of the π -plasmon peak in the XPS spectrum of the sample, which suggests that there is no sp^2 hybridization in the graphite from EAST. Fig. 3 shows a satisfactory agreement between the experimental 1s peak line of the graphite sample and the

calculation performed using a model of a diamond layer on a hydrocarbon substrate (CH). The calculated thickness of the diamond layer is 1.1 nm. The calculated spectrum in fig. 3 was computed using the methodology presented in [1]. Therefore, the surfaces of the transparent crystals shown in fig. 1 should be considered as carbon in sp^3 hybridization.

Let's examine the process of diamond-like structure formation. The graphite surface in the EAST tokamak is bombarded by deuterium ions with energies reaching hundreds of eV. The penetration depth of deuterium ions with an energy of 200 eV in carbon is several nanometers, corresponding to about a dozen interatomic distances. During plasma exposure, there is sub-implantation of deuterium ions into the surface of the carbon coating. As a result, hydrocarbons grow in the surface layers, where carbon is in sp^3 hybridization [2]. The streams of deuterium ions in the plasma transfer most of their energy to the hydrogen subsystem of similar mass, leading to both sputtering of deuterium in hydrocarbons and the process of radiation-stimulated diffusion of deuterium throughout the hydrocarbon and carbon structure. The preferential sputtering of deuterium from the surface carbon structures results in their depletion of deuterium, while the carbon structures remain in an sp^3 hybridization state, forming diamond-like coatings.

Thus, it has been established that as a result of the operation of graphite materials in the EAST tokamak and the exposure of graphite to deuterium plasma, their surface becomes covered with a dielectric amorphous diamond-like layer. Diamond, being a material with high thermal conductivity, is a wide-bandgap semiconductor. The electrical conductivity of such a coating is approximately 10 orders of magnitude lower than that of graphite. The low electrical conductivity of diamond-like structures leads to challenges when using them as plasma-facing materials.

This work was supported by the National Magnetic Confinement Fusion Energy R&D Program of China (Grant No. 2019YFE0304003, 2022YFE03180400, 2022YFE03020004), National Natural Science Foundation of China (Grant No. 12322512 and Grant No. 12105319), and the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation (project No. FSWF-2023-0016).

- [1] V.P. Afanas'ev, A.S. Gryazev, D.S. Efremenko, P.S. Kaplya, Vacuum 136, (2017) 146. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2016.10.021>.
- [2] J. Robertson, Mater. Sci. Eng., R 37 (4-6), (2002) 129. [https://doi.org/10.1016/S0927-796X\(02\)00005-0](https://doi.org/10.1016/S0927-796X(02)00005-0)

ВЛИЯНИЕ ПОСТОЯННОГО И ПЕРЕМЕННОГО МАГНИТНЫХ ПОЛЕЙ НА ДЕСОРБЦИЮ ВОДОРОДА ИЗ ЦИРКОНИЯ И ТИТАНА EFFECT OF DC AND AC MAGNETIC FIELDS ON HYDROGEN DESORPTION FROM ZIRCONIUM AND TITANIUM

Ма Ли, В.С. Сыпченко, Ю.И. Тюрин, Сюй Цзиньтянь
Ma Li, V.S.Sypchenko, Y.I. Tyurin, Xu Jintian

*Томский политехнический университет, 63405, Россия, г.Томск, пр. Ленина, 30
e-mail: sypchenko@tpu.ru
Tomsk polytechnic university, Lenin ave., 30, Tomsk 634050, Russia
e-mail: sypchenko@tpu.ru*

This study investigates the effects of constant and alternating magnetic fields (0.946-3.784 mT) on hydrogen desorption in zirconium alloys and pure titanium. Constant fields significantly reduce desorption temperatures and activation energy in zirconium, while alternating fields minimally effects on desorption temperatures, but it reducing the value of the energy barrier in titanium. The obtained research results demonstrate the advantages of magnetic fields in the study of control of hydrogen desorption, aiding in mitigating hydrogen embrittlement and optimizing hydrogen storage in metal hydride systems.

Водородное взаимодействие с металлами, такими как цирконий и титан, представляет значительный научный и практический интерес в связи с их применением в ядерной энергетике, аэрокосмической промышленности и водородной энергетике. Однако накопление водорода в этих материалах может приводить к охрупчиванию, что ограничивает их эксплуатационные характеристики. Изучение процессов десорбции водорода из циркония и титана под воздействием внешних факторов, включая магнитные поля, является актуальной задачей. Магнитные поля, как постоянные, так и переменные, могут влиять на кинетику десорбции, изменяя энергетические барьеры и активируя дополнительные механизмы выделения водорода. Результаты исследования могут быть использованы для разработки методов контроля водородной хрупкости и оптимизации условий хранения водорода в металлгидридных системах.

1. Объекты исследования

Исследовались образцы чистого титана (Вt1-0) и циркониевого сплава (Э110). Образцы титана имели форму плоскопараллельных пластин размером $22,4 \times 5 \times 0,16$ мм³ (площадь поверхности 112 мм²), циркония – $11,2 \times 97,2 \times 0,11$ мм³ (площадь поверхности 2201,13 мм²). Поверхность образцов была механически отшлифована и отполирована.

2. Экспериментальная методика

Насыщение водородом проводилось методом Сиверса [1] при температуре 350 °С: для титана и циркония – 2 часа. Концентрация поглощенного водорода составила

0,012 масс. % для обоих материалов. Для анализа выделения водорода из образцов применялся метод термодесорбционной спектроскопии, а именно метод термостимулированного газовыделения (ТСГВ) [2]. Для создания однородного магнитного поля в эксперименте использовались катушки Гельмгольца [3] в качестве источника магнитного поля.

3. Результаты и обсуждение

Экспериментальные исследования показали, что магнитные поля оказывают значительное влияние на процесс десорбции водорода из сплавов циркония и титана. В отсутствие магнитного поля в циркониевом сплаве десорбция водорода начинается при 550 °С, и наблюдаются два пика около 648 °С и 697.1 °С (разница $\Delta T = 49.1$ °С) (рис. 1). В чистом титане десорбция начинается при 407 °С, с пиками при (513 ± 4) °С и (694 ± 8) °С (рис. 2).

При наложении постоянного магнитного поля (0.946–3.784 мТл) в циркониевом сплаве наблюдается значительное снижение температур пиков десорбции до диапазонов (472-482) °С и (504-537) °С, что на (160-192) °С ниже, чем без поля. Это сопровождается снижением энергии активации на (0.137-0.164) эВ, что указывает на «облегчение» процесса десорбции. При увеличении индукции постоянного поля разница между температурами пиков уменьшается (9.8 °С и 31.6 °С при $B = 3.784$ мТл и $B = 0.946$ мТл соответственно), что подтверждает благоприятное влияние более сильных полей на десорбцию. В случае переменного магнитного поля (0.946-3.784 мТл) в циркониевом сплаве температуры пиков десорбции остаются близкими к условиям без поля (646 ± 4 °С и 696 ± 6 °С), что свидетельствует о меньшем влиянии переменных полей на процесс.

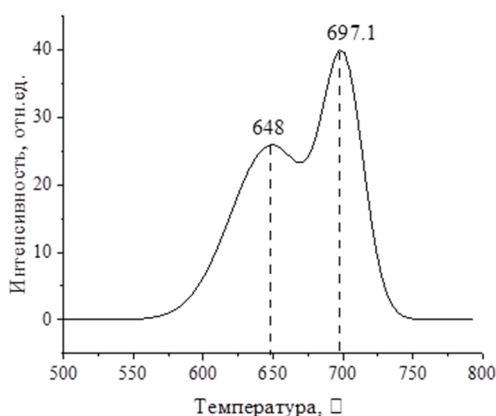


Рис. 1. Интенсивность десорбции H_2 из сплавов циркония без магнитного поля

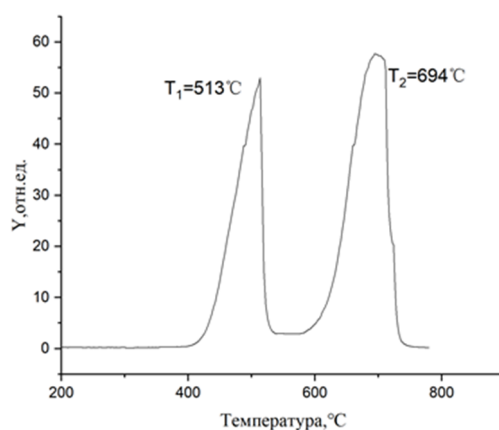


Рис. 2. Интенсивность десорбции H_2 из титана без магнитного поля

В титане, однако, наблюдается смещение низкотемпературного пика в сторону высоких температур с увеличением индукции поля, в то время как

высокотемпературный пик остается стабильным ($713.25 \pm 10.57^\circ\text{C}$). Кроме того, с увеличением индукции переменного поля энергетический барьер между пиками уменьшается (от $\Delta E_a = 0.137$ эВ при $B = 0$ мТл до $\Delta E_a = 0.109$ эВ при $B = 3.784$ мТл), что указывает на влияние магнитных полей на кинетику десорбции.

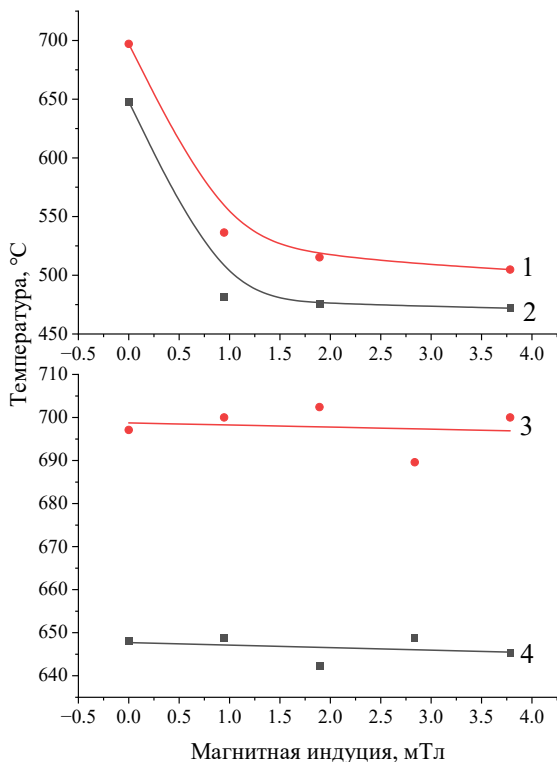


Рис. 3. Зависимость между индукцией магнитного поля и температурой в условиях постоянного и переменного магнитного поля: 1, 2 – постоянное магнитное поле; 3, 4 – переменное магнитное поле

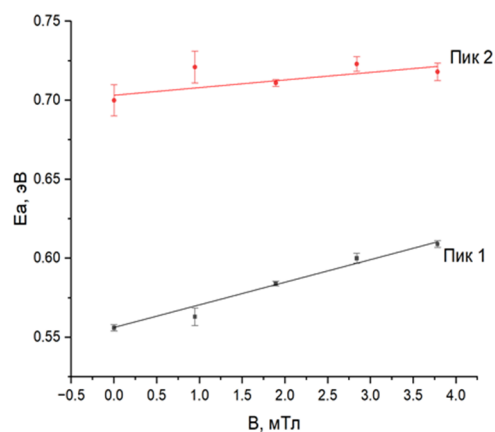


Рис. 4. Зависимость энергии активации десорбированного водорода из титана от индукции постоянного магнитного поля

Таким образом, постоянное магнитное поле оказывает более выраженное влияние на десорбцию водорода, снижая температуры пиков и энергию активации, особенно в циркониевых сплавах. Переменное поле, напротив, имеет меньший эффект, сохраняя температуры десорбции близкими к исходным значениям, но способствует снижению энергетического барьера в титане. Эти результаты подчеркивают важность выбора типа магнитного поля для управления процессом десорбции водорода в металлических материалах.

- [1] Blach T. P., Gray E. M. A. Journal of Alloys and Compounds, 446 (2007) 692.
- [2] Никитенков Н. Н. и др. Взаимодействие ионов с поверхностью (ВИП–2009), (2009)152.
- [3] N. N. Nikitenkov, A. M. Khashkhash, I. A. Shulepov, V. D. Khoruzhii, Yu. I. Tyurin, I. P. Chernov, and E. N. Kudryavtseva. Instruments and Experimental Techniques. 52 (2009) 865.

**СТЕХИОМЕТРИЧЕСКОЕ РАСПЫЛЕНИЕ ПЕНТАОКСИДА ТАНТАЛА
ИОНАМИ ГЕЛИЯ**
**STOICHIOMETRIC SPUTTERING OF TANTALUM PENTOXIDE WITH
HELIUM IONS**

В.В. Манухин¹

V.V. Manukhin¹

¹*Кафедра ОФиЯС, НИУ «МЭИ», Красноказарменная ул., д.14., Москва, Россия,*

e-mail: manukhinvv@mpei.ru

A method is proposed for calculating the component composition and thickness of a layer of twocomponent targets changed as a result of prolonged (stoichiometric) sputtering when irradiated with light ions. The method is based on a previously tested model of sputtering inhomogeneous two-component materials by light ions bombardment. In the case of stationary sputtering of Ta₂O₅ with helium ions, the results of calculations of the component composition and thickness of the modified layer are presented in comparison with experimental data.

При продолжительном облучении потоками легких ионов многокомпонентных материалов наблюдается эффект преимущественного распыления, который был обнаружен Гилламом в 1959 году [1]. Этот эффект [2, 3] наряду с другими явлениями (например, ионно-индуцированная диффузия, радиационно-индуцированная сегрегация, ионное перемешивание) [1, 4, 5] приводит к образованию измененного слоя на поверхности облучаемого соединения. Для решения ряда практических задач необходима информация о распределении концентраций компонентов по глубине во всем измененном слое. В настоящей работе предложен метод оценки толщины и состава измененного поверхностного слоя пентаоксида тантала (как одного из наиболее используемого материала в современных технологиях) при стехиометрическом распылении мишеней ионами гелия. В основе метода лежит модель распыления слоисто-неоднородных двухкомпонентных материалов легкими ионами [6, 7], позволяющая достаточно адекватно описать процесс распыления неоднородных мишеней. На базе этой модели, а также при условии, что при стехиометрическом процессе распыления должен сохраняться баланс атомов [8], предложен метод оценки толщины измененного слоя Ta₂O₅ и его компонентного состава при длительном распылении мишени ионами гелия.

В предложенном методе основной процесс, приводящий к изменению поверхности Ta₂O₅ при длительной бомбардировке ионами гелия – преимущественное распыление. Для описания распыления двухкомпонентных материалов легкими ионами использована модель [7], которая была неоднократно протестирована на различных комбинациях ион–мишень. Она позволяет рассчитать парциальные коэффициенты распыления компонентов измененного слоя пентаоксида тантала, находящегося на подложке основной мишени (компонентный состав подложки отличается от состава слоя), в зависимости от толщины измененного слоя. Поскольку при стехиометрическом распылении должен наблюдаться баланс атомов компонентов (отношение парциальных коэффициентов распыления компонентов должно быть пропорционально отношению концентраций компонентов в основном материале), концентрацию атомов компонентов в измененном слое рассчитывают исходя из соотношения Паттерсона и Ширна [8]:

$$Y_{Ta}(E_0, \theta_0, x_0)/Y_O(E_0, \theta_0, x_0) = c_{Ta}^b/c_O^b. \quad (1)$$

Здесь $Y_{Ta}(E_0, \theta_0, x_0)$ – парциальный коэффициент распыления тантала, $Y_O(E_0, \theta_0, x_0)$ – парциальный коэффициент распыления кислорода, c_{Ta}^b и c_O^b – относительные концентрации тантала и кислорода в основном материале мишени.

Парциальные коэффициенты распыления компонентов неявным образом зависят от относительных концентраций компонентов в измененном слое (c_{Ta}^s и c_O^s). Таким образом, соотношение (1) представляет собой нелинейное уравнение относительно концентраций компонентов c_{Ta}^s и c_O^s в измененном слое. Его решение при условии, что $c_{Ta}^s + c_O^s = 1$, позволяет определить содержание компонентов в измененном слое при стехиометрическом режиме распыления мишени. Уравнение решено численным методом деления отрезка пополам с точностью 0,0001 для различных толщин измененного слоя. Результаты расчетов показали, что с ростом толщины измененного в результате длительного распыления слоя концентрации компонентов меняются незначительно, и начиная с толщины порядка 2 нм изменения сравнимы с точностью расчета. Парциальные коэффициенты распыления меняются в диапазоне больших толщин (сравнимых с проективным пробегом ионов в мишени) и достигают максимального значения (или стационарного значения) при больших толщинах модифицированного слоя. Исходя из этого, предложено два способа определения толщины измененного слоя: 1) при достижении коэффициентов распыления максимального значения; 2) при достижении коэффициентов распыления стационарного значения.

Расчеты проводили в случае стехиометрического распыления мишеней из Ta_2O_5 ионами гелия с различной энергией. В ходе исследования были рассчитаны полные коэффициенты стехиометрического распыления мишеней Ta_2O_5 ионами гелия (нормальное падение) в зависимости от энергии ионов, относительные концентрации компонентов в модифицированном слое, а также проведена оценка толщины измененного слоя.

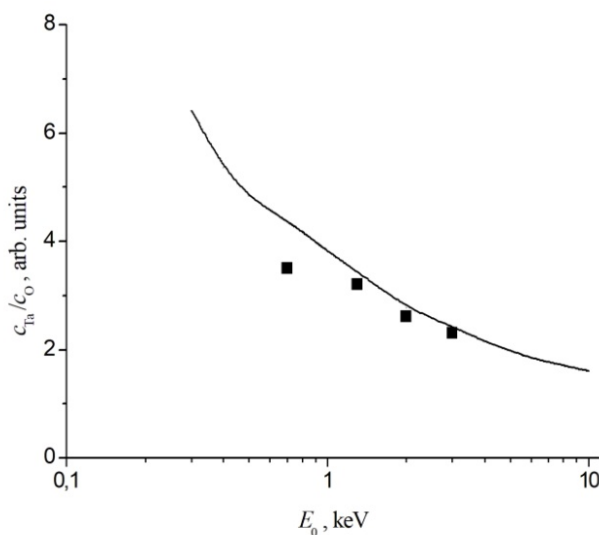


Рис.1. Зависимость отношения относительных концентраций тантала и кислорода от энергии ионов гелия при стехиометрическом распылении Ta_2O_5 : символы – эксперимент [9], сплошная линия – расчет

На рис. 1 приведены результаты расчетов отношения относительных концентраций тантала и кислорода в измененном слое Ta_2O_5 в сравнении с экспериментальными данными [9] при стехиометрическом распылении ионами гелия различных энергий. Результаты расчетов хорошо согласуются с данными экспериментов.

На рис. 2. представлены расчетные (для двух методов расчета) и экспериментальные значения толщины измененного слоя [9] в зависимости от энергии ионов гелия при стехиометрическом распылении Ta_2O_5 . Следует отметить, что экспериментальные значения толщины модифицированного слоя (имеющие большой разброс) частично совпадают с обоими методами расчета. Исходя из этого, считаем необходимым провести дополнительные исследования по определению толщины измененного слоя, в том числе с использованием современных экспериментальных методов.

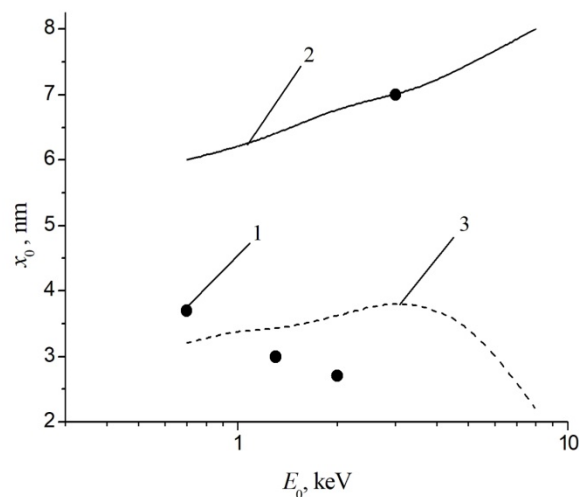


Рис. 2. Зависимость толщины измененного слоя (x_0) от энергии ионов гелия при стехиометрическом распылении Ta_2O_5 : 1 – эксперимент [9], 2 – расчет x_0 при достижении постоянного значения коэффициента распыления, 3 – расчет x_0 при достижении максимального значения коэффициента распыления

Результаты расчетов, проведенных в рамках предлагаемого метода оценки компонентного состава и толщины измененного поверхностного слоя при стехиометрическом распылении неоднородных двухкомпонентных мишеней легкими ионами, верифицированы экспериментальными данными. Исследования показывают, что предлагаемый метод может быть использован для создания материалов с заданными свойствами поверхностного слоя.

- [1] H. Wiederish, Surface Modification and Alloying. N.Y: Springer, 1983.
- [2] P. Sigmund, A. Oliva, Nucl. Instr. and Meth. B. 1993. V. 82. P. 242-254.
- [3] M.P. Seah, T.S. Nunney, J. Phys. D. V. 43 № 25 (2010) 253001.
- [4] G. Betz, G.K. Wehner, Sputtering by Particle Bombardment II. / Ed. Behrisch R. Berlin–Heidelberg: Springer–Verlag, 1983.
- [5] H.H. Andersen, Ion Implantation and Beam Processing / Ed. Williams J.S., Poate J.M. Sydney: Academic, 1984.
- [6] V.V. Manukhin, J. Phys.: Conf. Ser. 1683 (2020) 032002.
- [7] V.V. Manukhin, J. Phys.: Conf. Ser. 2388 (2022) 012009.
- [8] W.L. Patterson, G.A. Shirn, J. Vacuum Sci. Technol. V. 4 (1967) 343.
- [9] P. Varga, E. Taglauer, Nucl. Instr. and Meth. B2 (1984) 800

РАСПЫЛЕНИЕ ВОЛЬФРАМА АЛЬФА-ЧАСТИЦАМИ

SPUTTERING OF TUNGSTEN BY ALPHA PARTICLES

В.С. Михайлов, П.Ю. Бабенко, А.Н. Зиновьев

V.S. Mikhailov, P.Yu. Babenko, A.N. Zinoviev

ФТИ им. А.Ф. Иоффе, 194021, ул. Политехническая, д. 26, Санкт-Петербург, Россия

e-mail: chiro@bk.ru

The dependences of the tungsten sputtering coefficients on the energy of incident alpha particles are obtained. The results are obtained by computer modeling using an original code. A distinctive feature of our calculations is the use of multiparticle potentials obtained using the density functional theory.

В современных токамаках уже достигается ионная температура плазмы несколько кэВ. Наблюдается образование термоядерных альфа-частиц с энергией 3.5 МэВ. В качестве материала первой стенки планируется использовать W. Экспериментальные данные о распылении вольфрама альфа-частицами в литературе отсутствуют. Имеются данные теоретических расчетов вплоть до энергии 100 кэВ. Прямые расчеты для МэВ-энергий отсутствуют. В качестве экстраполяции можно использовать данные, полученные при энергиях менее 100 кэВ, используя предложенные в работах [1, 2] аналитические зависимости.

При торможении частиц МэВ-энергий доминируют электронные тормозные потери. На рис. 1 представлены данные из базы данных NDS [3].

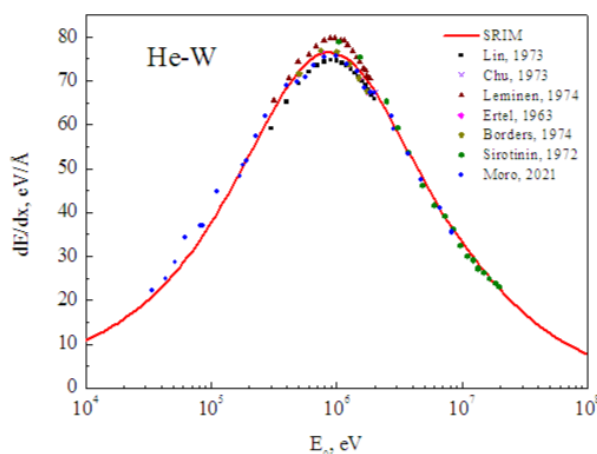


Рис. 1. Зависимость электронных тормозных способностей от энергии бомбардирующих частиц

Как видно из рис. 1, данные значения dE/dx достаточно надежны. Для описания столкновений альфа-частиц в твердом теле мы использовали DFT потенциал [4]. Для расчета движения выбитых атомов мишени использовались многочастичные потенциалы [5]. Расчеты проводились для двух моделей поверхностного потенциального барьера. Для плоского потенциального барьера предполагалось, что энергия выбитого атома $E_1 > U_s/\cos^2\theta$, где $U_s = 8.9$ эВ – энергия сублимации для W, θ – угол вылета атома относительно нормали к поверхности. Для сферического потенциального барьера (сильно неровная поверхность, состоящая из отдельных атомов) условие вылета меняется на $E_1 > U_s$. Расчет проводился с помощью оригинального кода, описанного в работе [4]. Основная трудность расчета состояла в длительности вычислений, так как проективный пробег He в W для энергии 3.5 МэВ превышает 50000 Å и частица испытывает множество соударений.

На рис. 2 представлены результаты расчетов коэффициента распыления W в широком диапазоне энергий. Данные расчетов Экштайна [1] и Ямамуры [2] представлены с учетом экстраполяции на диапазон МэВ-энергий, предложенных авторами этих работ. Как видно из рис. 2, коэффициент распыления сильно падает с ростом энергии и для проведения расчетов требуется статистика $\sim 10^7$ падающих частиц.

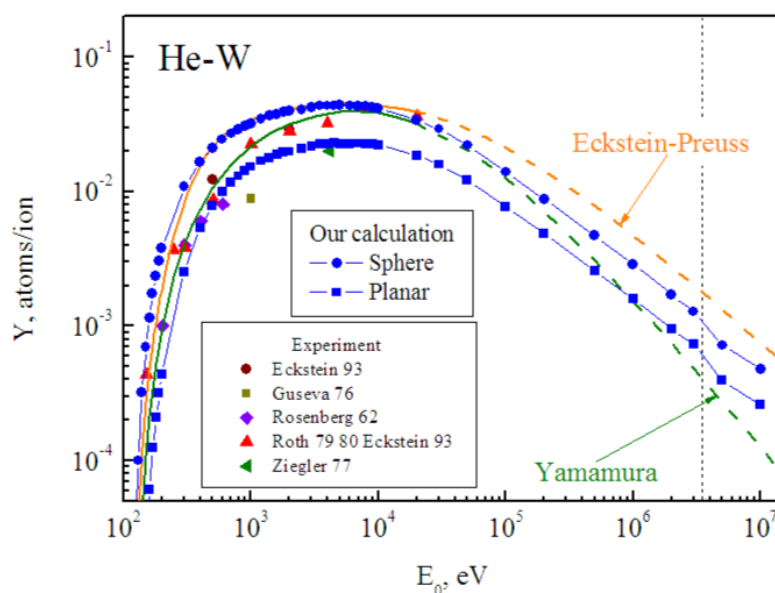


Рис. 2. Коэффициенты распыления для случая He-W для различных энергий. Точки – эксперимент. Линии с точками – результаты нашего расчета. Линии – экстраполяция по формулам из работ Экштайна и Ямамуры

Как ожидалось коэффициент распыления Y для МэВ-энергий сильно растет для скользящих углов падения, то есть $\theta \rightarrow 90^\circ$. На рис. 3 представлены результаты нашего

расчета в сопоставлении с расчетами программами SRIM-2013 [6] и SDTrimSP [7]. Как видно из рис. 3, при скользящих углах падения коэффициент распыления растет быстрее, чем традиционно используемая зависимость $Y \sim 1/\cos\theta$. Формула, предложенная Ямамурой, также не описывает зависимость коэффициента распыления от угла падения.

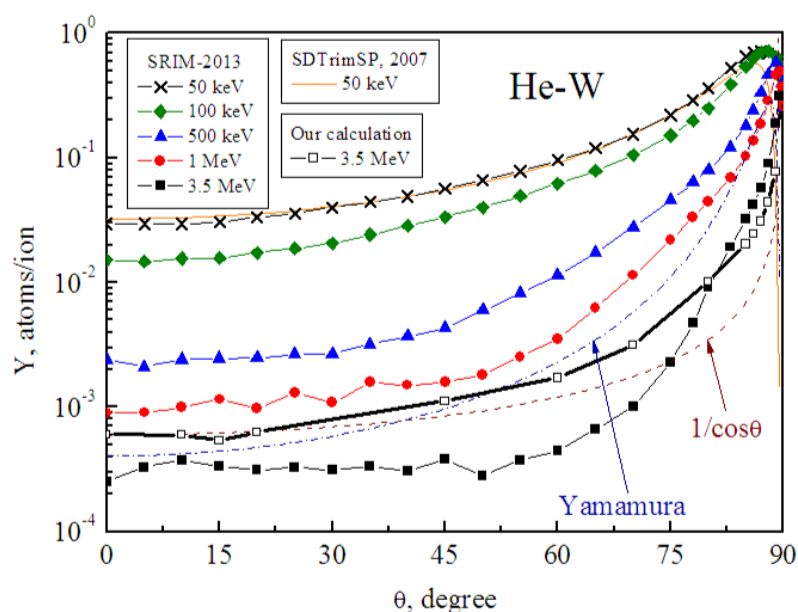


Рис. 3. Зависимость коэффициента распыления от угла падения ионов на мишень для различных энергий. Для сопоставления приведена кривая $1/\cos\theta$ и расчет по формуле Ямамуры [8]

- [1] W. Eckstein, Vacuum, 82 (2008) 930.
- [2] Y. Yamamura, H. Tawara, At. Data Nucl. Data Tables, 62 (1996) 149.
- [3] NDS database, <https://www-nds.iaea.org/stopping>
- [4] В.С. Михайлов, П.Ю. Бабенко, А.П. Шергин, А.Н. Зиновьев, ЖЭТФ, 164 (2023) 478.
- [5] C. Bjorkas, K. Nordlund, J. Nucl. Mater., 439 (2013) 174.
- [6] J.F. Ziegler, J.P. Biersack SRIM. <http://www.srim.org>.
- [7] A. Mutzke, R. Schneider, W. Eckstein, R. Dohmen, K. Schmid, U. von Toussaint, G.A. Bandelow, SDTrimSP Version 6.00. IPP 2019-02 (Garching: IPP, 2019)
- [8] Y. Yamamura, Y. Itikawa, N. Itoh, Angular dependence of sputtering yields of monatomic solids, IPPJ-AM-26 (Nagoya: IPPJ, 1983).

**АНАЛИТИЧЕСКАЯ МОДЕЛЬ ЭМИССИИ АТОМОВ
С ПОВЕРХНОСТИ (111) Ni В НЕСИММЕТРИЧНОМ НАПРАВЛЕНИИ
ОТНОСИТЕЛЬНО ЦЕНТРА ЛИНЗЫ
ANALYTICAL MODEL OF ATOMIC EJECTION FROM (111) Ni FACE
IN ASYMMETRIC DIRECTION RELATIVELY TO THE LENS CENTER**

А.И. Мусин¹, В.Н. Самойлов², П.В. Аристархов³

A.I. Musin¹, V.N. Samoilov², P.V. Aristarkhov³

¹*Вятский государственный университет, Киров, Россия*

²*Физический факультет МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия*

³*Московский государственный технологический университет «СТАНКИН», Москва,
Россия, e-mail: ai.musin@physics.msu.ru*

The ejection of atoms from a lattice site on the (111) Ni face in an asymmetric direction relative to the azimuthal direction to the center of the lens consisting of two nearest surface atoms was calculated. The ejected atoms are divided into three cones of ejection based on the number of collisions with lens atoms. The results agree with those obtained earlier for the case of symmetric ejection.

В некоторых предыдущих наших работах, например, в [1], обсуждался эффект блокировки и его роль в формировании угловых распределений атомов, распыленных с поверхности монокристалла. В рамках этих исследований была также рассчитана эмиссия атомов с поверхности граней (111) Ni и (001) Ni с помощью трехмерной аналитической модели для случая, когда атом эмитируется в азимутальном направлении на центр линзы из двух ближайших атомов поверхности [2].

В настоящей работе мы развиваем идею аналитического решения задачи трех тел, высказанную в [2], и рассчитали эмиссию атомов из узла на поверхности грани (111) Ni в несимметричном направлении относительно азимутального направления на центр линзы из двух ближайших атомов в плоскости поверхности. Подобно [2], взаимодействие эмитируемого атома с атомами линзы описывалось в приближении жестких сфер. Диаметр сталкивающихся атомов определялся (в приближении парных столкновений) выражением

$$d = b_1 \ln(2A / E_0),$$

где E_0 – начальная энергия эмитируемого атома, A и b_1 – параметры потенциала Борна-Майера из работы [3]. Столкновение считалось абсолютно упругим, а массы атомов –

одинаковыми.

Схема столкновения представлена на рис. 1. Начало координат совпадает с начальным положением эмитируемого атома, ось Ox направлена вдоль азимутального направления на центр линзы. Атом эмитируется с начальной энергией E_0 (в эВ), начальная скорость составляет с осью Oz полярный угол ϑ_0 . Проекция вектора начальной скорости атома на плоскость Oxy составляет с осью Ox положительный азимутальный угол $\varphi_0 > 0$.

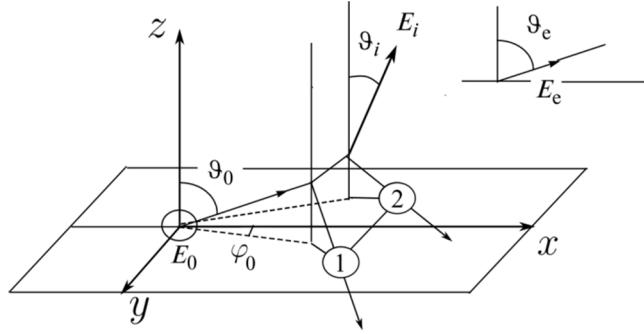


Рис. 1. Схема столкновения эмитируемого атома с ближайшими соседями в плоскости поверхности

Обозначим за $\mathbf{R}$ радиус-вектор эмитируемого атома, $\mathbf{r}_1$ и $\mathbf{r}_2$ – радиус-векторы атомов линзы. Зададим координаты векторов в начальный момент: $\mathbf{R} = (0; 0; 0)$, $\mathbf{r}_1 = (l; b; 0)$ и $\mathbf{r}_2 = (l; -b; 0)$, где l и b – положительные параметры, измеряемые в $\text{\AA}$. Эмитируемый атом вылетает в направлении, задаваемым ортом $\mathbf{e}_0 = (\sin \vartheta_0 \cos \varphi_0; \sin \vartheta_0 \sin \varphi_0; \cos \vartheta_0)$. Выберем единицу измерения скорости так, чтобы она соответствовала кинетической энергии 1 эВ. Тогда начальная скорость $\mathbf{v}_0 = \sqrt{E_0} \mathbf{e}_0$.

Обозначим за R_1 расстояние, которое пролетел эмитируемый атом до столкновения с атомом 1. Тогда

$$R_1 = (\vec{r}_1 \cdot \vec{e}_0) - \sqrt{D_1},$$

где $D_1 = (\vec{r}_1 \cdot \vec{e}_0)^2 - \vec{r}_1^2 + d^2$. Далее найдем вектор, соединяющий центры столкнувшихся атомов, $\Delta \vec{r}_1 = \vec{r}_1 - R_1 \vec{e}_0$ и скорость атома после первого столкновения:

$$\vec{v}_1 = \vec{v}_0 - d^{-2} (\vec{v}_0 \cdot \Delta \vec{r}_1) \Delta \vec{r}_1.$$

Теперь атом летит в направлении $\mathbf{e}_1 = \mathbf{v}_1/v_1$.

Обозначим за R_2 расстояние, которое пролетел эмитируемый атом до столкновения с атомом 2. Тогда

$$R_2 = ((\vec{r}_2 - R_1 \vec{e}_0) \cdot \vec{e}_1) - \sqrt{D_2},$$

где $D_2 = ((\vec{r}_2 - R_1 \vec{e}_0) \cdot \vec{e}_1)^2 - (\vec{r}_2 - R_1 \vec{e}_0)^2 + d^2$. Далее найдем вектор, соединяющий центры столкнувшихся атомов, $\Delta \vec{r}_2 = \vec{r}_2 - (R_1 \vec{e}_0 + R_2 \vec{e}_1)$ и скорость атома после второго столкновения:

$$\vec{v}_2 = \vec{v}_1 - d^{-2}(\vec{v}_1 \cdot \Delta \vec{r}_2) \Delta \vec{r}_2.$$

Определим теперь, чему равны углы ϑ_i и φ_i , а также энергия эмитируемого атома E_i сразу после рассеяния на линзе. Зависимость этих величин от начальных параметров эмиссии $E_0, \vartheta_0, \varphi_0$ можно записать в виде кусочно-заданных функций:

$$\cos \vartheta_i = \begin{cases} \cos \vartheta_0, D_1 \leq 0 \\ v_{1z} / v_1, D_1 > 0, D_2 \leq 0 \\ v_{2z} / v_2, D_1 > 0, D_2 > 0 \end{cases}, \quad \varphi_i = \begin{cases} \varphi_0, D_1 \leq 0 \\ \arctg(v_{1y} / v_{1x}), D_1 > 0, D_2 \leq 0 \\ \arctg(v_{2y} / v_{2x}), D_1 > 0, D_2 > 0 \end{cases},$$

$$E_i = \begin{cases} E_0, D_1 \leq 0 \\ v_1^2, D_1 > 0, D_2 \leq 0 \\ v_2^2, D_1 > 0, D_2 > 0 \end{cases}.$$

Значения величин D_1 и D_2 , являющиеся дискриминантами соответствующих квадратных уравнений, задают число столкновений эмитируемого атома с атомами линзы: 0, 1 или 2. Именно, если $D_1 < 0$, то формула для R_1 не имеет смысла, и первого столкновения не произошло. Атом продолжает лететь прямо без взаимодействия, и его параметры $E_0, \vartheta_0, \varphi_0$ остаются неизменными. В случае $D_1 = 0$ столкновение произойдет по касательной, что не приведет к передаче импульса при столкновении, поэтому оба случая можно объединить неравенством $D_1 \leq 0$.

Если $D_1 > 0$, то происходит столкновение с атомом 1 линзы, после этого скорость эмитируемого атома пересчитывается. Когда $D_2 \leq 0$, то не происходит столкновения с атомом 2 линзы (или происходит касание), поэтому $E_i, \vartheta_i, \varphi_i$ определяются по результатам первого столкновения. Наконец, если $D_1 > 0, D_2 > 0$, происходят оба столкновения, и $E_i, \vartheta_i, \varphi_i$ определяются по результатам второго столкновения.

В данной модели не учитывается возможность третьего, четвертого и т.д. столкновений по двум причинам. Во-первых, чтобы возникло как минимум три столкновения эмитируемого атома с атомами линзы, необходимо сделать начальный полярный угол ϑ_0 близким к 90° , а такие атомы дают малый вклад в начальное распределение эмитируемых атомов, если мы будем использовать начальную функцию распределения Зигмунда $F_0 \sim \cos \vartheta_0 / E_0^2$. Во-вторых, при первых двух столкновениях эмитируемый атом налетает на покоящиеся атомы, а третье столкновение происходит с атомом линзы, который уже получил импульс отдачи по направлению вглубь кристалла, что, опять же, накладывает серьезные требования близости начального

полярного угла ϑ_0 к 90° , и этот фактор дополнительно понижает вероятность распыления таких атомов.

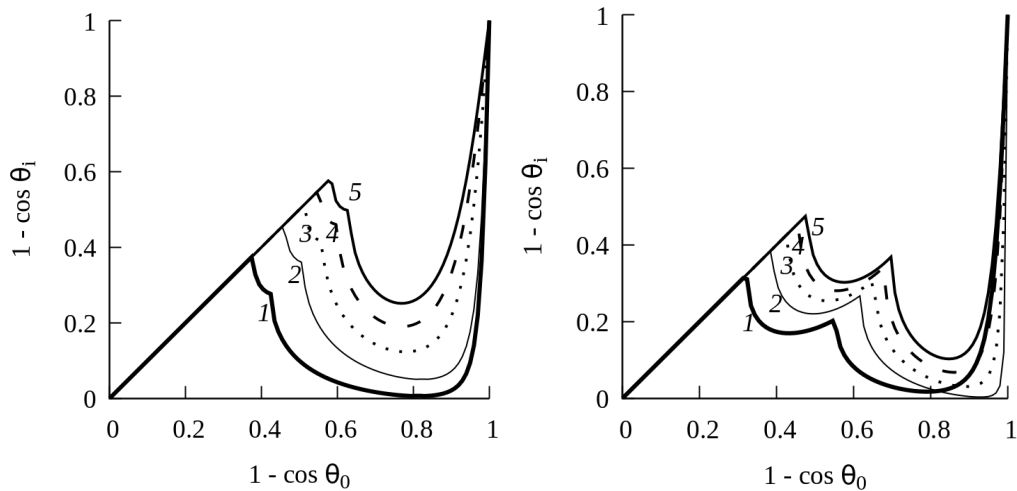


Рис. 2. Зависимости $1 - \cos \vartheta_i$ от $1 - \cos \vartheta_0$ при эмиссии атомов с поверхности грани (111) Ni для начальных азимутальных углов $\varphi_0 = 2^\circ$ (слева) и $\varphi_0 = 10^\circ$ (справа) и начальной энергии $E_0 = 5$ (1), 10 (2), 15 (3), 20 (4), 25 (5) эВ

На рис. 2 представлены зависимости $1 - \cos \vartheta_i$ от $1 - \cos \vartheta_0$ при эмиссии с поверхности грани (111) Ni для различных начальных азимутальных углов $\varphi_0 = 2^\circ$ и $\varphi_0 = 10^\circ$, которые в данном случае имеют физический смысл отклонения от азимутального направления $\langle 010 \rangle$ на центр линзы. В этих расчетах $l = 2.1536 \text{ \AA}$ и $b = 1.2434 \text{ \AA}$.

Зависимости на рис. 2 для $\varphi_0 = 2^\circ$ похожи на зависимости на рис. 2 из работы [2] для случая $\varphi_0 = 0^\circ$, однако здесь на рис. 2 появляется небольшой промежуточный конус вылета – область, в которую летят атомы, испытавшие ровно одно столкновение с атомом линзы. При увеличении угла φ_0 этот конус вылета расширяется. Таким образом, все атомы можно разделить на группы, испытавшие 0, 1 или 2 столкновения соответственно, и каждой группе соответствует свой конус вылета на рис. 2.

Работа выполнена с использованием оборудования Центра коллективного пользования сверхвысокопроизводительными вычислительными ресурсами МГУ имени М.В. Ломоносова [4].

- [1] В.Н. Самойлов, О.С. Корсакова, В.А. Елесин. Изв. РАН. Сер. физ. 2000. Т. 64. № 4. С. 821.
- [2] Н.Ю. Туляков, Ф.Л. Левкович-Маслюк, В.Н. Самойлов. Поверхность. 2011. № 4. С. 34.
- [3] V.I. Shulga. Radiat. Eff. 1980. V. 51. No. 1-2. P. 1.
- [4] V.I. Voevodin, A. Antonov, D. Nikitenko, P. Shvets, S. Sobolev, I. Sidorov, K. Stefanov, Vad. Voevodin, S. Zhumatiy. Supercomputing Frontiers and Innovations. 2019. V. 6. No. 2. P.

**СИНЕРГИЗМ В ПРОЦЕССАХ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ИОНОВ
С ПОВЕРХНОСТЬЮ И ЕГО МОДЕЛИРОВАНИЕ В РАМКАХ
ТЕОРИИ КАТАСТРОФ**

**SYNERGISMS IN THE PROCESSES OF INTERACTION OF IONS WITH
THE SURFACE AND ITS MODELING WITHIN THE FRAMEWORK OF THE
THEORY OF CATASTROPHES**

Б.Л. Оксенгендлер¹, С.Е. Максимов², С.Х. Сулейманов¹, Н.Н. Никифорова¹,

Ф.А. Искандарова³, Г.Ё. Ахматова¹, Р.Р. Иброхимов^{1,4}

B.L. Oksengendler¹, S.E. Maksimov¹, S.Kh. Suleymanov¹, N.N. Nikiforova¹,

F.A. Iskandarova³, G. Akhmatova¹, R.R. Ibrohimov^{1,4}

¹*Институт материаловедения НПО «Физика-Солнце» Академии наук Республики
Узбекистан; ул. Чингиза Айтматова 2 Б, 100084 Ташкент*

²*Институт ионно-плазменных и лазерных технологий им. У.А. Арифова Академии Наук
Республики Узбекистан; ул. Дурмон Йўли, 33, Академгородок, 100125 Ташкент*

³*Центр развития нанотехнологии при Национальном Университете Узбекистана
имени Мирзо Улугбека; ул. Университетская 4, 100174, Ташкент*

⁴*Ташкентский государственный технический университет имени Ислама Каримова
e-mail: oksengendlerbl@yandex.ru*

The article based on the ideas of synergism, examines the mechanisms of the birth of new properties at all stages of the radiation response under combined action (including radiation) on complex objects. General results applied to radiation processes in physics, chemistry, biology and medicine expand the possibilities of the concept of «Complexity».

За прошедшие более чем 150 лет первые эффекты с радиационным воздействием превратились в радиационную физику конденсированных сред (РФКС) ставшую мощной отраслью науки и техники, а также технологии, в значительной степени, определяющей современный уровень достижений цивилизации. Теперь стало очевидным, что все скачки прогресса в области радиационной физики и технологии объектов неживой и живой Природы связаны с тремя факторами: появлением новых материалов; появлением новых облучающих аппаратов; наличием (развитием) новых мощных теоретических концепции взаимодействия радиации с веществом, основанных на наиболее фундаментальных свойствах Природы. Именно к таким концепциям

следует отнести концепцию «**Complexity**», базирующуюся и развернувшуюся в виде науки синергетика, реализованная в трех парадигмах (рис. 1).

В этой схеме особый интерес вызывают механизмы, приводящие к рождению **нового**, что стало называться специальным термином «**эмерджентность**». С достаточной надежностью можно считать, что, эта эмерджентность связана именно с нелинейностью, которая в более общем контексте обусловлена **синергизмом** под которым понимается совместные действия **разнородных** факторов совместного воздействия. Систематический анализ синергизма в области РФКС делает первые шаги [1]; данная работа существенно развивает это направление.



Рис.1. Схема расширенной концепции «Complexity» применительно к радиационным эффектам в сложных средах, отражающая состояние интереса исследователей по РФТТ в первой половине XX века (роль физико-химии) и современный интерес конца XX века – начало XXI века (проблема структуры)

Базовая позиция реализации концепции синергизм в радиационном макроэффекте продемонстрирована на рис. 2. Здесь показано как два различных фактора воздействия (ионизация и сторонний прогрев объекта) реализуют повреждение его элементов [2]. Видно, что раковые клетки уничтожаются как при раздельном воздействии, каждым из факторов линии 1 и 2, и как должно было бы выглядеть их совместное воздействие при простой аддитивности (линия 3) – простая сумма эффектов. Однако в реальности имеем эффект: аддитивность пропадает, и проявляется нелинейный эффект усиления совместного действия (линия 4). Каковы механизмы этого нелинейного эффекта? Для выяснения этого вопроса можно использовать 4-стадийную схему Плацмана-Стародубцева (1952-1960 гг.) [3], включающую последовательность четырех стадий: физическую, физико-химическую, химическую, биологическую, чтобы выяснить, как пять базовых каналов передачи энергии от радиации к веществу (ионизация, упругое

рассеяние, тепло, упругие волны, ударные волны), комбинированно воздействуя, проявляются на каждой стадии. Важно выяснение вопроса: где появляется **нелинейность** (эмерджентность) радиационного отклика?!

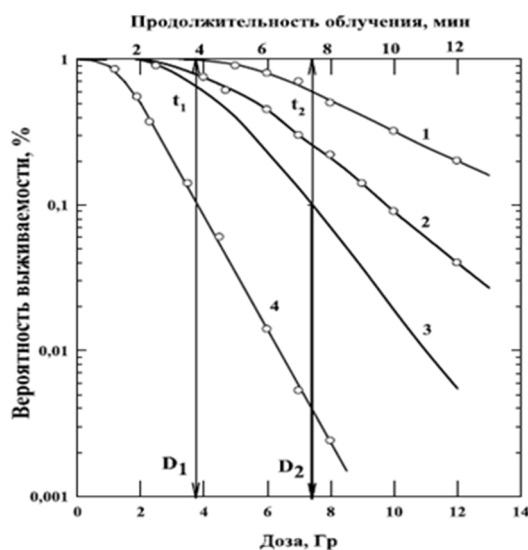


Рис. 2. Пример количественной оценки коэффициента синергического усиления повреждаемости объектов [2]

Применение этой методологии чрезвычайно многообразно, причём особенно это касается ситуаций, если радиация одновременно обладает несколькими факторами воздействия на объект. Так, для случая радиационной технологии в Большой Солнечной Печи (БСП) приходится анализировать не 2, а 4 фактора влияния: наличие широкого солнечного спектра, высокой интенсивности радиации, температуры и её градиента [3]. Другим примером является воздействие от сильноточного эмиссионного импульсного, электронного ускорителя, где присутствует 5 факторов воздействия [3]. Несомненно, один из наиболее интересных примеров – это ионное облучение и радиационная технология на его основе, поскольку каждый ион в принципе, вполне реально может осуществлять также 5 факторов радиационного воздействия (ионизация, тепло, упругое рассеяние, ударные и упругие волны) [4]. Интересно отметить, что именно при ионном облучении, тонко варьируя энергию, состав ионов и его заряд, направление облучения можно избирательно получать разнообразный радиационный отклик, успешно используемый в радиационной технологии [4]. Даже частичный анализ ситуации приводит к совершенно новым явлениям и соответственно, механизмам РФКС. Для этого 2 фактора воздействия различной природы полагаются **управляющими параметрами**, а сам эффект разрыва связи следует назвать **параметром порядка**. Анализ методами теоретической физики дает некоторое нелинейное выражение параметра порядка (z) через управляющие параметры (x, y). В

результате, если теоретическая модель выбрана правильно, то (в обязательном порядке!) графическое изображение, указанной выше функции, должно выглядеть как на рис. 3. Это – так называемая прямая задача теории катастроф; возможно и обратная задача (Р. Том, 1972). В случае же несоответствия описания модели формулой и одной из стандартных поверхностей Р. Тома, модель однозначно бракуется.

Концепция Синергизм (рис. 1), реализуемая в синергистике, которая в комбинации с синергетикой адекватно и мощно адаптируются под «общий зонтик» - **Complexity**. Суть синергистики – выявление механизма появления нового качества – эмерджентности за счёт нелинейности, осуществляемой при согласованном действии нескольких причин. При анализе эффектов взаимодействия радиации с веществом оказывается удобным провести анализ синергистики по всей схеме Плацмана-Стародубцева. Кроме аналитических методов, обычно используемых в синергистике, чрезвычайно полезным оказывается топологический метод моделирования на основе теории катастроф Рене Тома.

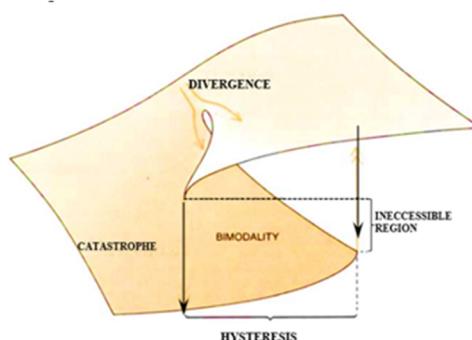


Рис. 3. Катастрофа «Сборка», изображаемая поверхностью Уитни, содержащей 5 флагов катастроф: $z^3 - xz + y = 0$

Вся эта методология одинаково эффективна для радиационных явлений как в неживой природе (напр., БСП [3]), так и в живой (напр., радиология [2, 5]). Применяя эти представления к проблеме ионного облучения поверхности, выделим 2 фактора: упругий механизм локального дефектообразования и нелокальным действием ударной волны на исходную поверхность с метастабильными дефектами; при учете теплового и радиационного отжига (радиационная тряска), получим обобщенное уравнение кинетики для дефектов:

$$\frac{dn}{dt} = A(n)N_0 - B(n, n_0)n \left(\frac{1}{\tau_T} + \frac{1}{\tau_{yb}} \right).$$

Здесь $A(n)$ включает сечение дефектообразования с параметрами, зависящими от уровня Ферми (через n): $B(n, n_0)$ включает эффекты преодоления барьеров метастабильности: $\left(\frac{1}{\tau_T}, \frac{1}{\tau_{yb}} \right)$ – вероятности теплового и радиационного (ударная

волна) отжига соответственно. Стационарное состояние, следующее из (1), позволяет сравнить $n_{\text{ст}}$ при учете модифицированных $A(n)$, $B(n, n_0)$ – в соответствии физическим смыслом, с рис. 3. При верном $A(n)$ и $B(n, n_0)$ будет полное соответствия с рисунком, что свидетельствует о верно отобранных механизмах радиационного отклика. Такой алгоритм оказывается применимым большому классу радиационных явлений, учитывающих синергизм.

- [1] Б. Аскаров, Б.Л.Оксенгендлер, Н.Н.Тураева, С.Е.Максимов, С.Х.Сулейманов, Г.С.Нуждов. Scient.Bull. Phys. Math. Res. 7 (2024) 59-64.
- [2] Е.С. Евстратова. Исследование и практика в медицине. 70(2) (2020) 82-92.
- [3] B.L. Oksengendler, A.Kh. Ashirmetov, F A.Iskandarova, A.F.Zatsepin, N.N.Nikiforova, S.Kh.Suleimanov, N.N.Turayeva, J. Surf. Invest. 17 (2023) 31–42.
- [4] И. Броудай, Дж. Мерей, Физические основы микротехнологии, М.: «Мир». 1985.
- [5] B.L. Oksengendler, A.Kh.Ashirmetov, N.N.Turaeva et al. Nucl. Inst. Meth Phys. Res. B. 512(4) (2022) 66.

ЗОНДОВАЯ ДИАГНОСТИКА ПРОЦЕССА ИОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ PROBE DIAGNOSTICS OF THE ION SPUTTERING PROCESS

И.Р. Романов¹, А.С. Скрябин¹, Д.Б. Пушкин², В.Г. Жупанов²

I.R. Romanov¹, A.S. Skriabin¹, D.B. Pushkin², V.G. Zhupanov²

¹Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана,

105005, ул. 2-я Бауманская, д.5, стр.1, Москва, Россия, terra107@yandex.ru

²АО «Научно-исследовательский институт научно-производственное объединение

«ЛУЧ», 142103, ул. Железнодорожная, д.24, Подольск, Россия

The study presents the parameters of reflected ions (Ar^+ , Kr^+) during ion beam sputtering. The spatial distribution of the primary beam current density, the angular distribution of the reflected ion flux, and their energy distribution have been obtained. It was shown that the primary beam current density is inhomogeneous, and the maximum reflected ion flux was achieved at an angle of 45° , which did not coincide with the distribution of film-forming particles.

Потребность в тонкопленочных покрытиях с индивидуально подобранными свойствами требует использования контролируемых методов напыления. Ионно-лучевое распыление, или IBS (англ. Ion beam sputtering), – это вакуумный метод напыления, способный решить технологические задачи создания качественных покрытий. В отличие от других методов метод IBS предлагает уникальную возможность адаптировать свойства пленкообразующих частиц (распыленная мишень и рассеянные первичные частицы) и, следовательно, свойства тонких пленок [1]. Это связано с тем, что генерация и ускорение первичных частиц от источника ионного пучка, генерация пленкообразующих частиц на мишени и рост тонких пленок на подложке пространственно разделены. Таким образом, за счет изменения параметров ионного пучка (типа ионов, энергии ионов) и геометрических параметров (угла падения ионов, угла вылета) изменяются энергетические распределения пленкообразующих частиц.

Подбор материала мишени и других параметров процесса (толщины и числа слоёв) позволяет получать покрытия с необходимыми спектральными параметрами. Отметим также, что нанесение высококачественных покрытий с рекордными параметрами спектральных характеристик (выше 99,99 %) и радиационной прочности может быть осложнено влиянием упруго- и неупруго отраженных ионов рабочих газов

(Ar, Xe, Kr), а также ионов и атомов материалов мишени. Это вызвано, во-первых, теми радиационными дефектами, которые могут быть привнесены в покрытия, а во-вторых, немонотонностью функции распределения ионов по энергиям (ФРИЭ), которыми обладают ионы, достигающие подложку.

В данной работе методами зондовой диагностики экспериментально исследованы характеристики ионного источника, с известными ВАХ, а также энергетические характеристики (ФРИЭ) потоков частиц, отражённых от металлических мишеней. Конечной целью является получение новой информации о параметрах и энергетическом распределении отраженных ионов, а также частиц распылённых мишеней, что достигается путем сравнительного исследования параметров ионного источника, а также характеристик потока ионов, приходящих на подложку и формирующих покрытие.

Все исследования, приведенные в данной работе, проведены с использованием специализированного оборудования ION PROBE G5 на основе многосеточного зонда, схема которого приведена на рис. 1.

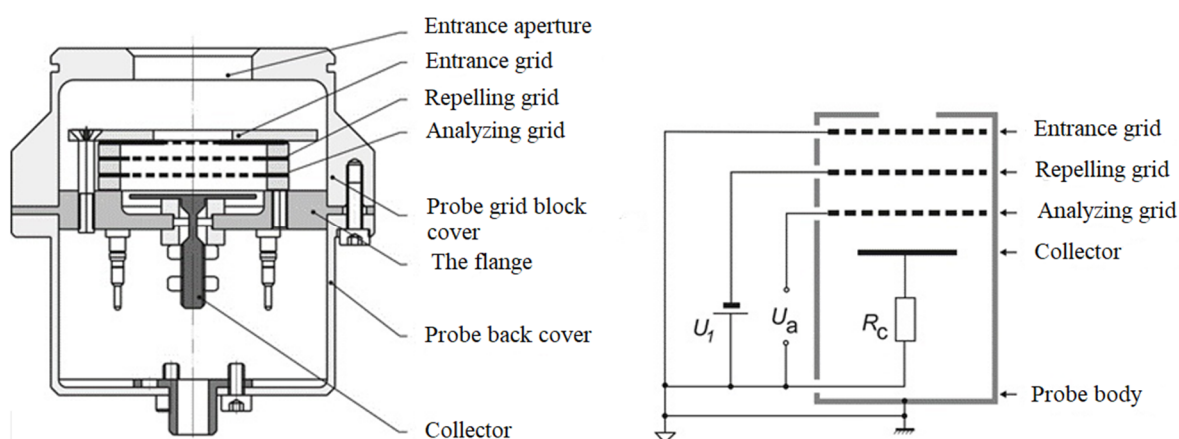


Рис. 1. Схема многосеточного зонда (слева) и схема его подключения для измерения параметров ионного потока (справа)

Поперечное зондирование ионного пучка позволило выявить пространственное распределение плотности ионного тока при различных режимных параметрах работы ионного источника, с использованием двух различных рабочих газов (Kr, Ar). На рис. 2 представлены соответствующие зависимости для напряжений 1500 и 2500 В токе 200 мА в разных позициях (положениях) измерительного зонда.

Область пучка представляет собой трубчатое тело, которое в процессе истекания из источника деформировалось под действием токовых неустойчивостей и электростатических сил. Распределение плотности тока имеет два экстремума,

определяющееся тем, что токовый слой соответствовал проекции межэлектродного зазора на нижний фланец камеры с системой зондирования. Различие в высотах экстремумов объяснялось неравномерностью распределения ионных токов вследствие особенностей позиционирования межэлектродного зазора и различиями в условиях теплового состояния медного охлаждаемого анода по азимутальной угловой координате.

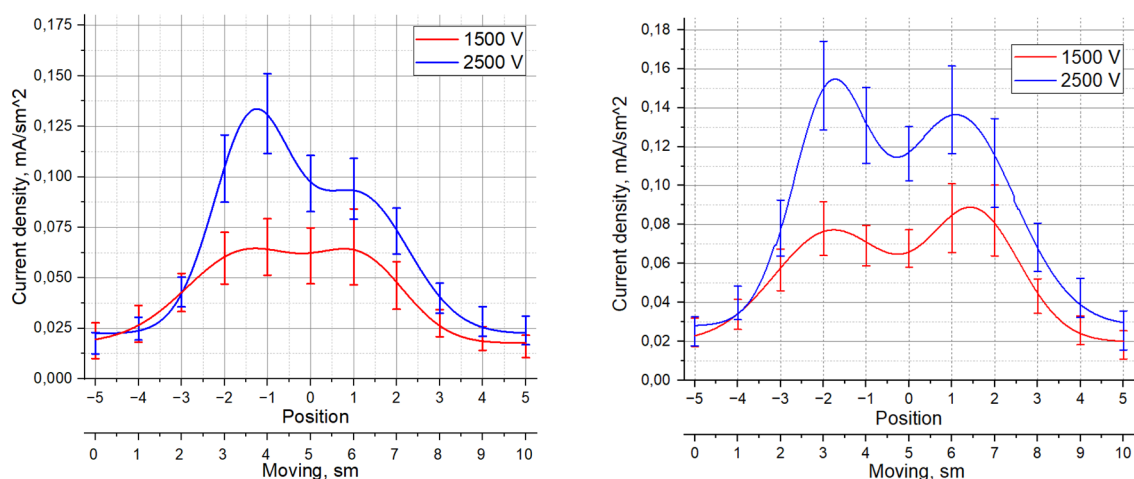


Рис. 2. Пространственное распределение плотности ионного тока по сечению криптонового (слева) и аргонного (справа) пучка при разных параметрах и режимах работы источника

В ходе исследования энергетических характеристик первичного пучка ионов было обнаружено, что доминирующей составляющей являются ионы с энергией от 746 до 900 эВ в зависимости от режима; в меньшей степени присутствовали ионы с меньшей энергией около 400-470 эВ и ионы с большей энергией около 1230-1270 эВ. Ширина спектра ФРИЭ существенно возрастает при увеличении напряжения на источнике питания за счет увеличения доли ионов с меньшей и большей энергией по сравнению с доминирующей.

Измерения углового распределения плотности ионного потока от мишени проводилось при использовании двух рабочих газов: Ar и Kr. Результаты измерений (мишень – Ta, рабочий газ – Kr) приведены на рис. 3. Во всех случаях присутствует фоновое значение ионного тока приблизительно равное 3 мкА/см². При использовании танталовой мишени для обоих рабочих газов максимум ионного тока приходит на угол $\theta = 45^\circ$ и достигает 5 мкА/см², при изменении угла плотность тока падает. Нами были получены пленки в аналогичных условиях. Проведен анализ данных пленок двумя независимыми методами: контактная профилометрия на стилусном профилометре KLA D-600; оптическая интерферометрия поверхности на приборе 4D NanoCam Sq, которые

давали близкие результаты. На рис. 3 (справа) приведен результат измерения в пересчете на скорость роста. Важным результатом является то, что максимумы плотности ионного и пленкообразующего потоков не совпадают.

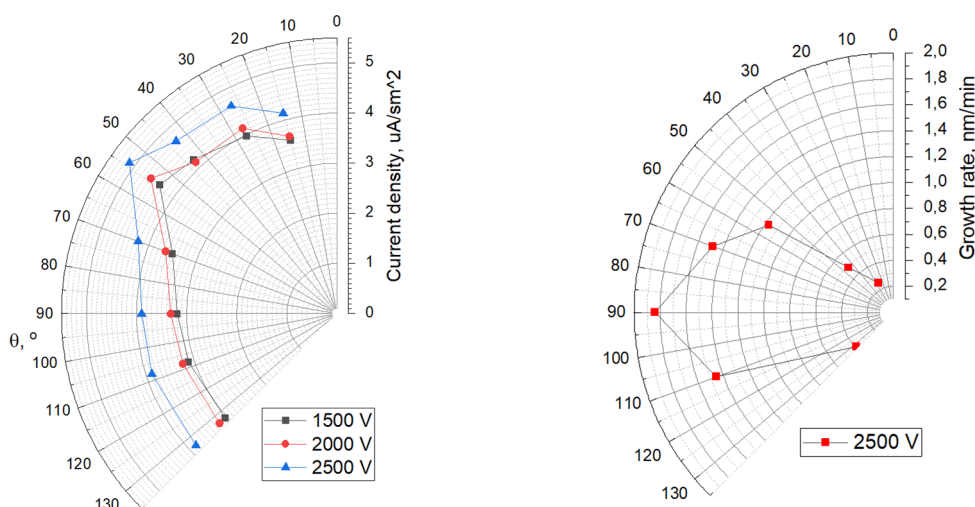


Рис. 3. Угловое распределение плотности потока ионов (слева) и скорости роста пленки (справа) с использованием танталовой мишени для криптонового пучка при разных параметрах и режимах работы источника

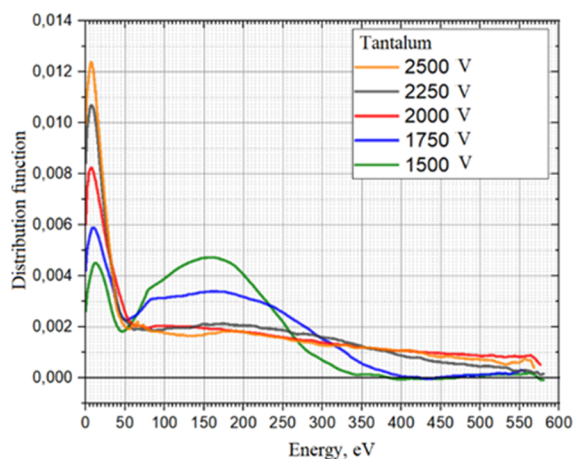


Рис. 4. Функция распределения отраженных от танталовой мишени ионов по энергии при различных значениях напряжения

ФРИЭ, приведённая на рис. 4, указывает на наличие двух компонент отражённых ионов. Доминирующая компонента (100-200 эВ) представляет собой отраженные первичные ионы рабочего газа, когда низкоэнергетичная компонента (с энергией менее 60 эВ) предположительно состоит из ионизированных атомов мишени, распыленных первичным пучком.

[1] Bundesmann C., Neumann H. Tutorial: The systematics of ion beam sputtering for deposition of thin films with tailored properties // Journal of Applied Physics. 2018. Vol. 124. P. 231102.

**ОЦЕНКА ПАРАМЕТРОВ ТРЕКОВ, ОБРАЗУЮЩИХСЯ ПРИ
ВЗАИМОДЕЙСТВИИ ВЫСОКОЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ ИОНОВ ХЕ С
КРИСТАЛЛИЧЕСКИМ ОКСИДОМ АЛЮМИНИЯ**
**ESTIMATION OF TRACK PARAMETERS FORMED BY THE INTERACTION
OF HIGH-ENERGY XE IONS WITH CRYSTALLINE ALUMINIUM OXIDE**

М.В. Свижевская^{1,2}, М.Н. Ларичев², Г.Е. Беляев²
M.V. Svizhevskaya^{1,2}, M.N. Larichev², G.E. Belyaev²

¹*Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова,
факультет фундаментальной физико-химической инженерии, Москва, Россия*

²*ФИЦ Химическая Физика им. Н.Н. Семенова, РАН, Москва, Россия*
maria.svizhevskaya@chph.ras.ru

Track defects in leucosapphire under xenon ion irradiation (3.2 MeV, 100 MeV, 3.8 GeV) were studied to model the effects of galactic cosmic rays on extraterrestrial rocks. The radii of melting/evaporation zones were estimated using SRIM, and experimental verification by SEM confirmed the agreement between calculated and experimental data. The results reveal the mechanisms of radiation damage of crystalline oxides and are important for the development of radiation-resistant materials.

Результаты исследования воздействия высокоэнергетических ионов, энергии которых сопоставимы с энергиями галактических космических лучей (ГКЛ), с кристаллическими оксидами (в данном исследовании с оксидом алюминия) позволяют смоделировать химические и физические процессы, происходящие в космосе при облучении ГКЛ внеземных пород, в частности лунного грунта (реголита) и материалов, используемых в конструкциях космических кораблей и межпланетных станций.

Энергетический спектр ГКЛ чрезвычайно широкий. Энергия ионов Хе, доступных для проведения экспериментов в данном исследовании, составляет 100-200 МэВ/нуклон, 3,8 ГэВ/нуклон для облучения на воздухе и 3,2 МэВ/нуклон для облучения в условиях вакуума. Если соотносить данные энергии с энергетическим спектром ГКЛ можно заметить, что данные значения энергий находятся в его нижней границе [1]. С помощью изучения взаимодействий таких энергий можно оценить условия начала ионизации вещества, это важно для моделирования радиационного воздействия на материалы.

Тяжелый ион высокой энергии (в данной работе ион Хе), проходя через кристаллический оксид, образует при своем торможении трековые повреждения. Эти повреждения характеризуются высокой концентрацией дефектов и модифицированной структурой материала вдоль узкой траектории иона. Понимание механизмов образования и свойств трековых повреждений имеет ключевое значение для радиационного материаловедения, нанотехнологий, а также космической геохимии и минералогии. Исследование взаимодействия высокоэнергетических ионов с кристаллическими оксидами не только расширяет фундаментальное понимание физических и химических процессов в космосе, но и находит практическое применение. Например, образующиеся трековые дефекты можно использовать при изготовлении мембран для фильтрации.

Целью работы авторы ставят оценку характерных размеров латентных треков в процессе облучения высокоэнергетическими ионами Xe^{124} кристаллического оксида алюминия. Оценки предполагается использовать для определения поисковых признаков в последующем исследовании облученных образцов с помощью просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и атомно-силовой микроскопии (АСМ). Образцы облучались на базе Объединённого института ядерных исследований с помощью нового ускорительного комплекса «NICA» (г. Дубна, ОИЯИ, Россия) в рамках Коллаборации ARIADNA [2].

Для оценки количества тепла, выделившегося при торможении иона на единицу длины образующегося трека, использовалась программный пакет (ПП) SRIM [3]. Результаты оценки радиусов характерных зон плавления и испарения вещества представлены в табл. 1. Приведем подробный расчет этих параметров для энергии 3,8 ГэВ/нуклон.

Табл. 1. Результаты оценки латентных треков плавления/испарения для оксида алюминия

	dE/dx (МэВ/микрон)	R (нм) плавление	R (нм) кипение
3,8 ГэВ/нуклон	2,04	3,47	2,94
100 МэВ/нуклон	6,65	5,75	5,30
3,5 МэВ/нуклон	28,20	12,90	10,93

Величина поглощаемой энергии dE/dx составила 2,04 МэВ на микрон. Будем считать, что вся эта энергия, выделившаяся при торможении иона, расходуется на нагревание вещества мишени. Смоделировать процесс теплопереноса от атомов вещества мишени, непосредственно взаимодействующих с ионом, вглубь мишени

предлагается с помощью уравнения теплопроводности. Похожая задача была рассмотрена в [4].

Трек, образуемый в мишени ионом Хе, может рассматриваться как источник тепла, распространяющегося в полу-бесконечном пространстве. Задача имеет цилиндрическую симметрию. В этой модели распространение тепла происходит только в радиальном направлении – перпендикулярно направлению движения иона, плоскость, ограничивающая полупространство теплоизолированная. Модель описывает изменение температуры в зависимости от времени и расстояния от источника тепла. Источник тепла может рассматриваться как мгновенный, поскольку скорость пролетающего иона близка к скорости света. Температурное поле, формирующееся в радиальном направлении, за счет распространения тепла в исследуемом материале мишени описывается уравнением вида:

$$T(r, t) = \frac{Q}{2\pi k} \exp\left[-\frac{r^2}{4at}\right] \quad (1)$$

где Q – количество тепла, выделившееся на единице длины нагревателя; r – расстояние от нагревателя в плоскости перпендикулярной траектории движения иона; k – теплопроводность материала; a – температуропроводность; t – время. Для того, чтобы оценить время процесса воспользуемся уравнением теплопроводности, вида:

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \alpha \nabla^2 T$$

Значение температуропроводности, определяющей скорость распространения теплового потока, для оксида алюминия при комнатной температуре равно $1,2 \times 10^{-5} \frac{\text{м}^2}{\text{с}}$.

Используя приведенные выше данные, построим графики зависимости температуры, достигаемой внутри латентного трека, от его радиуса (расстояния до источника тепла) и определим момент времени t , при котором температура внутри трека еще превышает температуру плавления сапфира, то есть оксид алюминия находится в жидком состоянии.

Считаем, что вся энергия, выделившаяся ионом при торможении в оксиде алюминия, пошла на нагрев вещества до температуры плавления и фазовый переход. Для построения графика используем формулу (1). Получившийся график представлен на рис. 1.

Зависимость, приведенная на графике, показывает, что радиус латентного трека, внутри которого значения температуры окажутся выше значения температуры плавления оксида алюминия, будет равен приблизительно 3,47 нанометров.

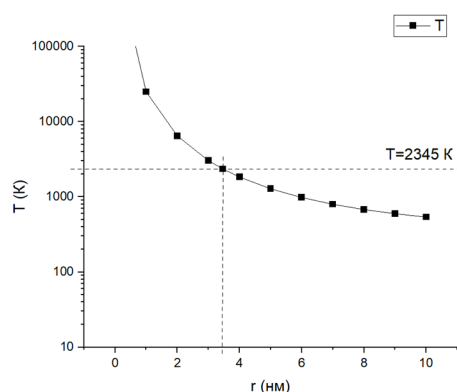


Рис. 1. График зависимости температуры трека, формирующегося ионом с энергией 3,8 ГэВ/нуклон, от радиуса трека. Значение $T = 2345$ К достигается при радиусе 3,47 нм для значения времени $9,35 \times 10^{-13}$ с

Отметим, что значения радиусов дефектов, образовавшихся при облучении кристалла сапфира и измеренные с помощью ПЭМ (рис. 2), дают разброс значений от 5 до 8 нм, что показало хорошее соответствие с данными по параметрам треков иона Xe^{124} , полученными моделированием.

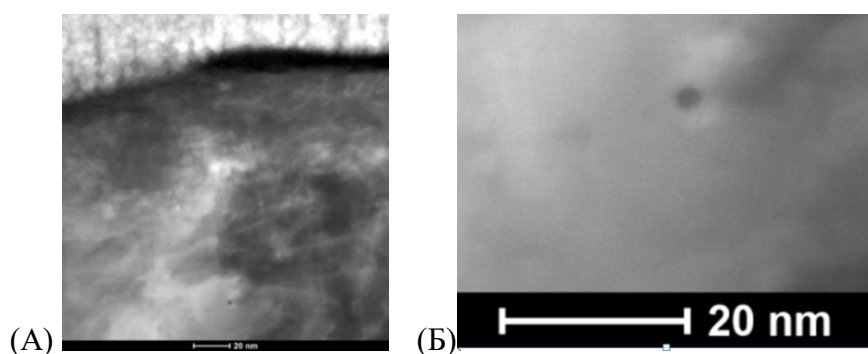


Рис. 2 . Результаты ПЭМ анализа поверхности сапфира, облученной энергией 3,8 ГэВ/нуклон: (А) – общий вид дефектов структуры; (Б) – увеличенный фрагмент поверхности с дефектом типа «отверстие», образованным ионом Хе

На основании результатов моделирования (3,47 нм для энергии 3,8 ГэВ/нуклон при дозе 2×10^5 ион/см²) установлены требования к флюенсу ионов для планируемых экспериментов, обеспечивающие получение образцов с радиационными повреждениями, удовлетворяющим требованиям для анализа ПЭМ и РФА.

- [1] Н.Л. Григоров, Е.Д. Толстая «Спектр космических лучей и их происхождение» ЖЭТФ 2004г. Том 125. Выпуск 4, стр. 734-743.
- [2] Nuclotron-based Ion Collider fAcility [официальный сайт]. – URL: <https://nica.jinr.ru/ru> (дата обращения 10.03.2025).
- [3] INTERACTIONS OF IONS WITH MATTER [официальный сайт]. – URL: <http://srim.org> (дата обращения 10.03.2025).
- [4] Н.П. Жуков, Ю.Л. Муромцев, Н.Ф. Майникова, И.В. Рогов//ISSN 0136-5835. Вестник ТГТУ. 2002. Том 8. № 2. Transactions TSTU.

**ФОРМИРОВАНИЕ ЭЛЛИПТИЧЕСКОГО ПРОФИЛЯ ЭПИТАКСИАЛЬНОЙ
ПЛЁНКИ ФЕРРИТ-ГРАНАТА МЕТОДОМ ИОННОГО ТРАВЛЕНИЯ
FORMATION OF ELLIPTICAL PROFILE FOR EPITAXIAL FERRITE-GARNET
FILM BY ION ETCHING METHOD**

А.А. Сыров, О.А. Томилина, С.В. Томилин

А.А. Syrov, O.A. Tomilina, S.V. Tomilin

*Крымский федеральный университет им. В.И. Вернадского,
просп. Вернадского 4, г. Симферополь, Российская Федерация,
e-mail: anatoly199824@rambler.ru, olga_tomilina@mail.ru*

This work presents the results of the study of elliptical profile formation on iron-garnet epitaxial films (EIGF) doped by rare-earth elements using inhomogeneous ion etching through a mask with spherical form. A numerical model was evaluated the efficiency of surface sputtering by ions accelerated in an alternating electromagnetic field, which moving in the gap between the flat surface of the EIGF and the spherical surface of the mask.

Эпитаксиальные плёнки феррит-гранатов (ЭПФГ), содержащие редкоземельные компоненты, широко используются для разработки различных технических устройств, например, высокочувствительных датчиков магнитного поля [1], или для магнитооптической визуализации неоднородных магнитных полей [2].

Одной из ключевых задач в эпитаксиальном материаловедении является увеличение эффективности использования эпитаксиальных плёнок феррит-гранатов, что делает поверхностную обработку синтезированных ЭПФГ крайне важным направлением решения данной проблемы. Подобная обработка может быть использована как для постростовой модификации (снятие поверхностных загрязнений и слоёв с отличными свойствами), так и для создания заданного профиля (понижение краевых напряжений, достижение нужного форм-фактора и т.д.).

В данной работе для постростовой обработки при создании структур с заданным пространственным профилем, осуществляется ионно-плазменное травление поверхности ЭПФГ. Данная обработка позволяет создавать высокоточные структуры на поверхности образцов, что особенно важно при регистрации сигнала ФМР, где необходимо минимизировать дополнительные сигналы, возникновение которых связано с возбуждением магнитоэлектронных волн и присутствием краевых дефектов.

Обработка полученных в результате синтеза монокристаллических ЭПФГ выполнялась при помощи ионов высокочастотной плазмы, сформированных в газовой смеси Ar (60 %_{мол}) + O_2 (40 %_{мол}), при использовании «МВУ ТМ Плазма 06» (НИИ ТМ, Зеленоград). Удаление материала осуществлялось в результате физического взаимодействия с ускоренными в ВЧ-плазме ионами аргона и поверхностным слоем эпитаксиальной плёнки. Процесс осуществлялся при низком давлении, что позволяет достичь высокой точности и избирательности травления.

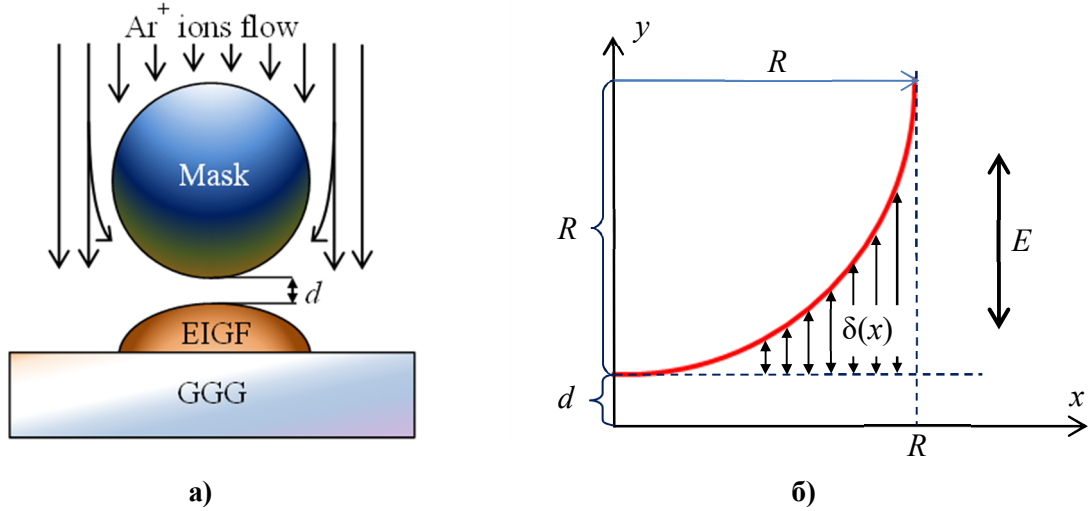


Рис. 1. Ионно-плазменное травление с использованием сферической маски: схема травления (а), рассмотренная модель (б)

Для формирования заданного эллиптического профиля травления используется сферическая маска (рис. 1 а), расположенная над поверхностью эпитаксиальной плёнки на фиксированном расстоянии d . Вследствие чего, создаётся неоднородный по толщине зазор. Ускоренные ионы аргона в зазоре будут проходить различные пути $S = \delta + d$ (рис. 1 б), где δ – расстояние прошедшее ионом при отсутствии зазора между поверхностью плёнки и маской. Ионы аргона приобретают различную кинетическую энергию Q , которая определяется расстоянием S . Полученная на данном принципе модель позволяет получить оценку эффективности поверхностного травления ускоренными ионами аргона в переменном высокочастотном поле, при перемещении в зазоре между поверхностью эпитаксиальной плёнки и сферической маски.

Решение уравнения движения электрона в переменном электрическом поле даёт зависимость пройденного электроном расстояния от времени:

$$S = y = \frac{qE_0}{m} \int d\tau \int \sin(\omega\tau) d\tau = \frac{qE_0}{m\omega^2} (-\sin(\omega\tau)) + const. \quad (1)$$

Учитывая граничные условия выражение (1) примет следующий вид:

$$S = C_0 \sin(\omega\tau), \quad (2)$$

Выражая τ из (2) и подставляя в выражение для напряжённости поля, получим:

$$E = E_0 \sin(\omega\tau) = E_0 \frac{S}{C_0} = CS, \quad (3)$$

Энергия ионов, от пройденного пути S в зазоре между сферической маской и поверхностью ЭПФГ с учётом (3), описывается квадратичной функцией:

$$Q = Uq = \frac{Cq}{2} S^2.$$

При этом вероятность распыления поверхности будет пропорциональна:

$$P \sim \exp\left(\frac{Q}{W}\right),$$

где W – энергия выхода (выбивания) атома с поверхности.

Скорость травления поверхности ускоренными ионами в различных точках поверхности $v(x)$ описывается уравнением Аррениуса (как вероятность активации):

$$v = v_{Q \gg W} \exp\left(-\frac{2W}{qCS^2}\right),$$

где $v_{Q \gg W}$ – значение скорости распыления при условии $Q \gg W$.

Следовательно, присутствие неоднородного щелевого зазора между поверхностью ЭПФГ и маской сферической формы приводит к пространственно-неоднородному травлению и созданию эллиптического профиля.

Процесс создания плёночных структур с эллиптическим профилем показан на рис. 2. Стадия 1→2 предполагает наложение маски в виде пластины толщиной 0.5 мм из монокристаллического граната $Gd_3Ga_5O_{12}$ в форме диска диаметром 3 мм на поверхность образца ЭПФГ в форме квадрата размером 5×5 мм. Далее осуществляется первый этап ионного травления на глубину, равную толщине ЭПФГ. На рис. 3 а штрихпунктирной линией обозначена граница интерфейса плёнки ЭПФГ (EIGF) и подложки GGG после травления ЭПФГ $(YLa)_3(FeGaAl)_5O_{12}$ толщиной 2 мкм.

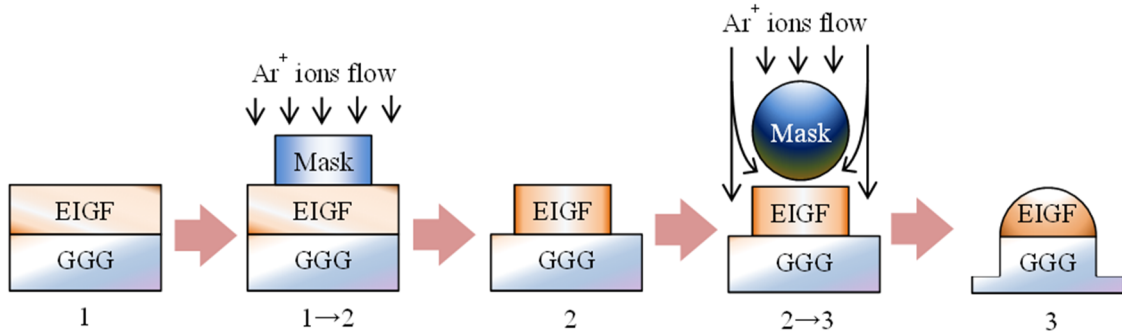


Рис. 2. Поэтапная схема формирования эллиптического профиля плёнки феррит-граната при ионном травлении: 1 – исходная плёнка; 1→2 – травление с применением маски в виде диска

$R = 1.5$ мм; 2 – сформированный профиль травления в виде диска; 2→3 – травление с применением маски в виде шара $R = 1.5$ мм; 3 – итоговая структура с эллиптическим профилем

Стадия 2→3 включает в себя расположение керамической маски сферической формы диаметром 3 мм на поверхности созданной дисковой структуры и осуществление второго этапа травления. Результатом травления является гладкий профиль высотой 2 мкм и шириной 3 мм по форме близкий к эллиптическому (рис. 3 б). Профиль травления, полученный с помощью зондового профилометра, демонстрирует хорошее соответствие между моделью и экспериментальными результатами.

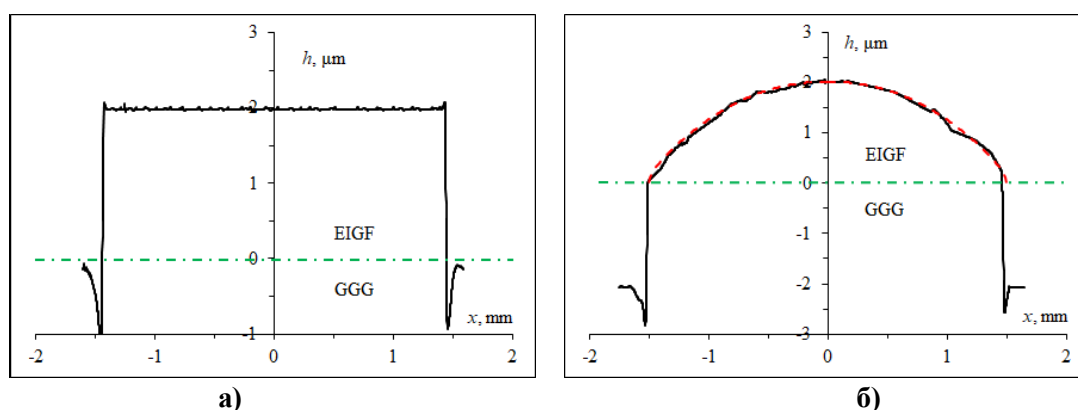


Рис. 3. Профиль поперечного сечения сформированной поверхности с использованием маски в виде диска (а) и последующим наложением сферической маски (б). Штрих-пунктиром отмечена граница между плёнкой ЭПФГ (EIGF) и подложкой GGG, пунктиром показана модельная аппроксимация гладкого профиля травления

Работа выполнена при финансовой поддержке ФГАОУ ВО «КФУ им. В.И. Вернадского» в рамках проекта МОЛ/2024/2.

- [1] П.М. Ветошко, Н.А. Гусев, Д.А. Чепурнова, Е.В. Самойлова, И.И. Сыворотка, И.М. Сыворотка, А.К. Звездин, А.А. Кортаева, В.И. Белотелов. Письма в ЖТФ, 42 (2016) 64.
- [2] В.Г. Вишневский, Р.М. Михерский, С.В. Дубинко. ЖТФ, 72 (2002) 96.

**РАЗВИТИЕ ТОПОГРАФИИ ПОВЕРХНОСТИ ПОЛУПРОВОДНИКОВ АЗВ5
ПРИ ОБЛУЧЕНИИ ФОКУСИРОВАННЫМ ИОННЫМ ПУЧКОМ ГАЛЛИЯ
DEVELOPMENT OF SURFACE TOPOGRAPHY OF AZB5 SEMICONDUCTORS
IRRADIATED WITH A FOCUSED GALLIUM ION BEAM PERIODIC**

М.А. Смирнова, В.И. Бачурин, М.Е. Лебедев, К.Н. Лобзов, Л.А. Мазалецкий,

Д.Э. Пухов, С.Г. Симакин, А. Б. Чурилов

М.А. Smirnova, V.I. Bachurin, M.E. Lebedev, K.N. Lobzov, L.A. Mazaletsky, D.E. Pukhov,

S.G. Simakin, A.B. Churilov

*НИЦ «Курчатовский институт» – Отделение Физико-технологического института
им. К.А. Валиева, ЦНИТ-Ярославль, 150067, Ярославль, Россия; vibachurin@mail.ru*

The report presents the results of sputtering InP, InSb and InAs with a focused beam of Ga ions. The development of surface topography with changes in the fluence and angles of ion incidence is investigated, and the composition of the surface layer of the sputtered samples at different angles of ion beam incidence is determined. The observed surface morphology of AZB5 semiconductors is explained by the predominant sputtering of B5 group elements.

Распыление фокусированным ионным пучком (ФИП) в настоящее время широко применяется для создания наноструктур на поверхности полупроводников [1]. На сегодняшний день накоплен значительный объем теоретических и экспериментальных данных для различных материалов и бомбардирующих ионов [2]. Установлено, что практически для любой комбинации «ион-мишень» процесс распыления в первую очередь зависит от энергии, флюенса и угла падения ионов, влияние которых уже изучено весьма хорошо. Однако, в случае использования ФИП, кроме самих условий облучения на процесс распыления могут существенно влиять такие факторы, как имплантация первичных ионов, переосаждение распыленного материала, изменение состава приповерхностного слоя под действием ионной бомбардировки. Влияние этих эффектов до сих пор остается мало изученным и касается, в основном, Si, SiO₂, Ge [3-5]. Поэтому существует необходимость в получении новых экспериментальных данных относительно материалов и ионов, для которых данные эффекты проявляются в большей степени. Полупроводники типа AZB5 являются важными примерами подобных материалов, так как состоят из компонентов с заметно отличающимися парциальными коэффициентами распыления. Как правило, элемент V группы

распыляется быстрее, что приводит к обогащению приповерхностного слоя элементом III группы. Это приводит к развитию рельефа в виде островков, наноконусов или ряби. Так, при распылении ионами Ga^+ на поверхности InP наблюдалось развитие рельефа в виде наноконусов и наноточек [6], а для InSb морфология развивалась в виде наноконусов [7]. Все имеющиеся на сегодняшний день экспериментальные данные получены при нормальном падении ионного пучка. В настоящей работе приводятся результаты по исследованию развития топографии на поверхностях InP, InSb и InAs, облученных ионами Ga^+ при различных флюенсах и углах падения ионов.

Эксперименты по распылению проводились на двухлучевой установке Quanta 3D 200i с использованием ионов Ga^+ с энергией $E = 30$ кэВ в качестве распыляющего пучка при комнатной температуре. Углы падения пучка изменялись в пределах $\theta = 0\text{--}85^\circ$. Ток ионного пучка I составлял 5 нА, диаметр – 85 нм, стратегия сканирования – серпантин. Перекрытие пучка (Ol) – 30 %, время задержки пучка в точке при сканировании (dwell time) – 1 мкс. Для измерения угловой зависимости состава поверхностного слоя при $\theta = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ сформированы кратеры распыления размером 200×200 мкм. Параметры облучения в этом случае: $I = 15$ нА, диаметр пучка – 182 нм, Ol – 30 %, dwell time – 1 мкс. Анализ состава приповерхностного слоя подготовленных образцов осуществлялся методом вторичной ионной масс-спектрометрии (ВИМС) на времяпролетном масс-спектрометре TOF.SIMS⁵. В качестве анализирующего пучка использовались ионы Bi^+ с энергией 25 кэВ. В качестве распыляющего пучка использовались ионы Cs^+ с энергией 1 кэВ. Детальный анализ морфологии поверхности осуществлялся методом РЭМ на установке Supra 40. Поверхность сканировалась электронным пучком с энергией 20 кэВ при нормальном падении и под углом 70° .

В результате проведенных исследований было установлено, что формирование рельефа при нормальном падении ионного пучка начинается при флюенсах $\sim 10^{16}$ см⁻² в виде капель, диаметр и высота которых составляет ~ 30 нм для всех образцов. При увеличении флюенса на поверхности InP и InAs наблюдается появление холмов, которые, по-видимому, являются результатом слияния капель. Латеральный размер и высота таких капель увеличиваются с ростом флюенса, достигая в среднем субмикронных значений. При флюенсах от $5 \cdot 10^{17}$ см⁻² до $5 \cdot 10^{18}$ см⁻² морфология изменяется слабо и представляет собой набор крупных и мелких капель (рис. 1).

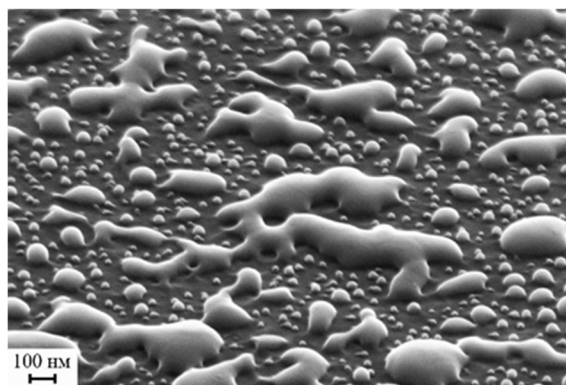


Рис. 1. РЭМ изображение поверхности InAs, облученной с флюенсом 10^{18} см^{-2} при нормальном падении ионного пучка

При наклонном падении ионного пучка, начиная с $\theta = 30^\circ$, наблюдается практически линейное уменьшение средних размеров капель до $\sim 30 \text{ нм}$ при $\theta = 70^\circ$. В случае облучения InSb на поверхности развивается рельеф в виде наноконусов.

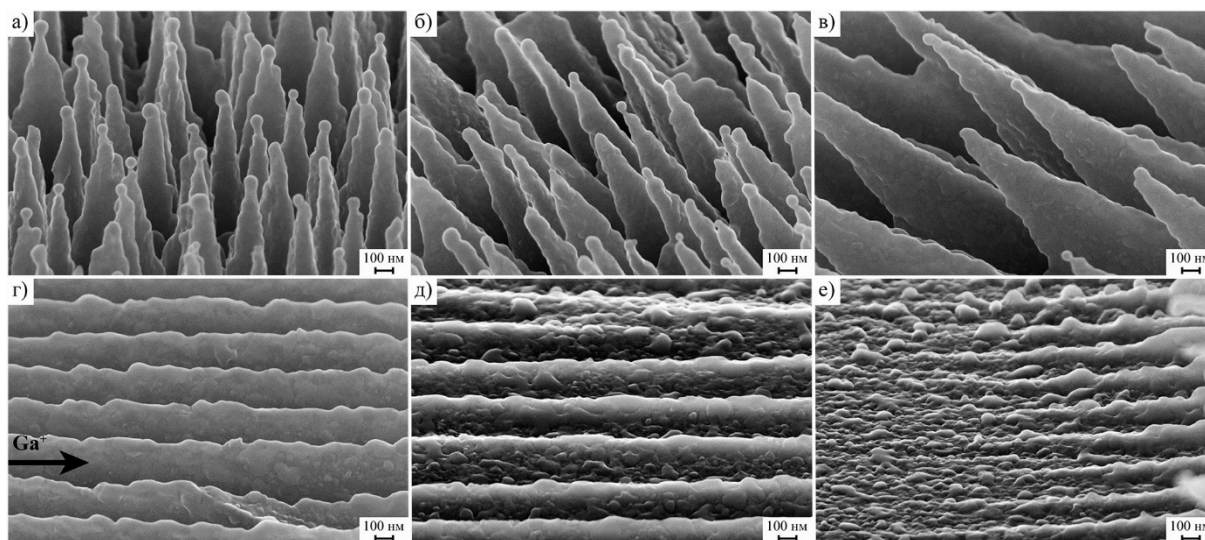


Рис. 2. РЭМ изображения поверхности InSb, облучённой ионами Ga^+ при фиксированном флюенсе $5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ и различных θ : (а) 0° , (б) 30° , (в) 50° , (г) 60° , (д) 70° , (е) 80° . Стрелка указывает направление падения ионного пучка

При $\theta > 0^\circ$ наблюдается наклон конусов в направлении, коллинеарном направлению падения пучка. При малых θ , угол наклона конусов остается приблизительно равным углу падения ионов. С ростом θ наблюдается постепенное упорядочивание структуры поверхности в перпендикулярном падающему пучку направлению. При $\theta = 40^\circ\text{--}50^\circ$ угол наклона конусов начинает быстро расти, и поверхностная структура постепенно приобретает черты волнообразного рельефа. В результате, при $\theta = 60^\circ$ морфология поверхности уже полностью развивается в виде ряби, что отражено на рис. 2 (г). При дальнейшем увеличении θ амплитуда этой ряби уменьшается, и при $\theta = 80^\circ$ поверхность становится практически ровной, за

исключением небольшой области у самой стенки кратера, как можно видеть на рис. 2 (e).

На рис. 3 приведены угловые зависимости интегральных концентраций элементов для случая облучения поверхности InP фокусированным пучком ионов Ga^+ .

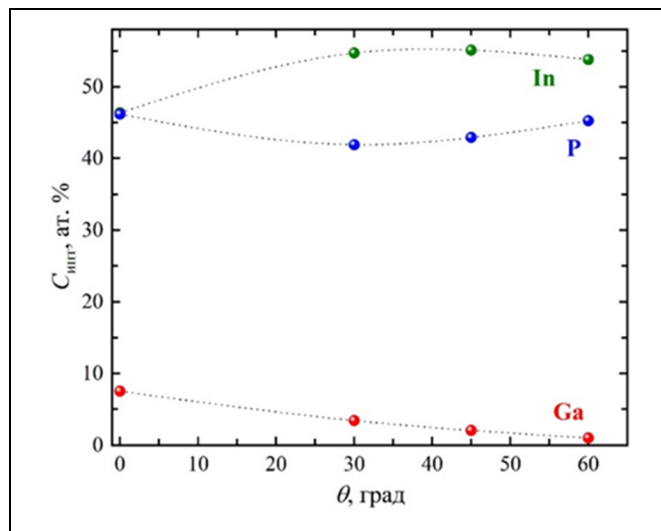


Рис. 3. Интегральное содержание элементов в приповерхностном слое InP, полученное из профилей послойного ВИМС анализа

Анализ химического состава приповерхностного слоя, выполненный методом ВИМС, показал, что для всех исследуемых образцов наблюдается обогащение поверхности In. Это является следствием преимущественного распыления элементов группы В5. Можно предположить, что избыточный In аккумулируется на поверхности в виде капель, которые при облучении сливаются в случае InP и InAs. При бомбардировке InSb капли In экранируют распыление нижележащих атомов и вызывают рост наноконусов.

Работа выполнена в рамках государственного задания НИЦ «Курчатовский институт» на оборудовании Центра коллективного пользования «Диагностика микро- и наноструктур».

- [1] L. Bruchhaus, P. Mazarov, L. Bischoff, et al., Appl. Phys. Rev. 4 (2017) 011302.
- [2] Распыление твердых тел ионной бомбардировкой / Под ред. Бериша Р. Вып. 1. М.: Мир, 1984. 336 с.
- [3] М.А. Smirnova, V.I. Bachurin, M.E. Lebedev, et.al. Vacuum 203 (2022) 111238.
- [4] A.V.Rumyantsev, N.I. Borgardt, R.L. Volkov, Y.A. Chaplygin, Vacuum 202 (2022) 111128.
- [5] М.А. Смирнова, К.Н. Лобзов, В.И. Бачурин, и др., ПЖТФ 50 (2024) 21
- [6] K. Grossklaus, J. Millunchick, J. Appl. Phys. 109 (2011) 014319
- [7] Y. Yanagida, T. Oishi, T. Miyaji, et. al. Nanomaterials. 7 (2017) 180.

**ПЕРИОДИЧЕСКИЕ НАНОСТРУКТУРЫ НА ПОВЕРХНОСТИ GAAS И ALGAAS
САМОФМИРУЕМЫЕ РАСПЫЛЕНИЕМ ИОНАМИ АЗОТА
PERIODIC NANOSTRUCTURES ON THE SURFACE OF GAAS AND ALGAAS
SELF-FORMING BY SPUTTERING OF NITROGEN IONS**

В.К. Смирнов, Д.С. Кибалов, В.И. Бачурин, А.Б. Чурилов, А.С. Рудый

V.K. Smirnov, D.S. Kibalov, V.I. Bachurin, A.B. Churilov, A.S. Rudy

*НИЦ «Курчатовский институт» – Отделение Физико-технологического института
им. К.А. Валиева, ЦНИТ-Ярославль, 150067, Ярославль, Россия vibachurin@mail.ru*

Periodic wave-ordered structure (WOS) self-forms on the surface of GaAs and AlGaAs by oblique bombardment of nitrogen ions. In the N_2^+ -GaAs system high coherency WOS was revealed at the range of bombardment angles $\theta = 55^\circ$ – 59° and ion energy $E = 8$ keV. The angular dependence of the ion yield was measured for N_2^+ -GaAs in the range $\theta = 40^\circ$ – 65° . In the N_2^+ -AlGaAs system WOS is self-forming nanomask, where the wave slopes directed towards the ion flow are enriched with AlN.

Самоформирование периодических волнообразных структур (ripples) на поверхности кремния наблюдается для широкого набора ионных пучков, как инертных, так и химически активных (O_2^+ , N_2^+) [1-6]. В отношении арсенида галлия информации о волнообразных структурах ограничена двумя типами ионных пучков Ar^+ [7] и O_2^+ [8]. Представляет интерес исследование систем N_2^+ -GaAs и N_2^+ -AlGaAs на предмет образования волнообразных периодических наноструктур.

Эксперименты по воздействию ионов на поверхность образцов с вариацией энергии E и углов бомбардировки θ выполнялись на электронном оже-спектрометре РНІ 660, оснащенный ионной пушкой с источником ионов типа дуоплазматрон. Глубина кратеров ионного распыления измерялась на профилометре Talystep. Морфология волнообразных наноструктур исследовались при помощи растрового электронного микроскопа (РЭМ, Zeiss LEO 430).

Система N_2^+ -GaAs. В экспериментах использовались фрагменты полированной пластины GaAs (100). При углах бомбардировки $\theta = 45^\circ$ – 55° наблюдается образование периодической структуры при высоких дозах ионов около 10^{19} см⁻² и на больших глубинах распыления 35 мкм (рис. 1 а). На глубине распыления 35 мкм в узком интервале углов $\theta = 55^\circ$ – 59° обнаружена периодическая волнообразная малоамплитуд-

ная структура с периодом $\lambda = 130$ нм, принципиальным отличием которой является ее высокая степень пространственной когерентности (рис. 1 б). Склоны волн малоамплитудной структуры наклонены под углом $8^\circ - 9^\circ$ относительно горизонтали. Аналогичная структура с тем же самым периодом образуется на глубине распыления около 1 мкм, что свидетельствует об ее удивительной стабильности. Данная структура является единственной существующей на глубинах распыления около 1 мкм в интервале углов $\theta = 45^\circ - 65^\circ$.

Повышение угла наклона склонов волн наноструктуры до 30° и, соответственно, ее амплитуды достигнуто в двухстадийном процессе формирования (рис. 1 в). На первой стадии в системе N_2^+-GaAs создавалась волнообразная наноструктура с $\lambda = 130$ нм на глубине распыления $D = 1,5$ мкм при условиях $E = 8$ кэВ и $\theta = 57^\circ$. На второй стадии осуществлялось воздействие на данную наноструктуру потока ионов O_2^+ при $E = 5,5$ кэВ и $\theta = 39^\circ$.

Для понимания явления самоформирования волнообразной наноструктуры с высоким уровнем когерентности в узком интервале углов бомбардировки $\theta = 55^\circ - 59^\circ$ закономерным явилось получение угловой зависимости коэффициента распыления $Y(\theta)$ в диапазоне $\theta = 40^\circ - 65^\circ$ (рис. 2). Значения коэффициентов распыления определялись

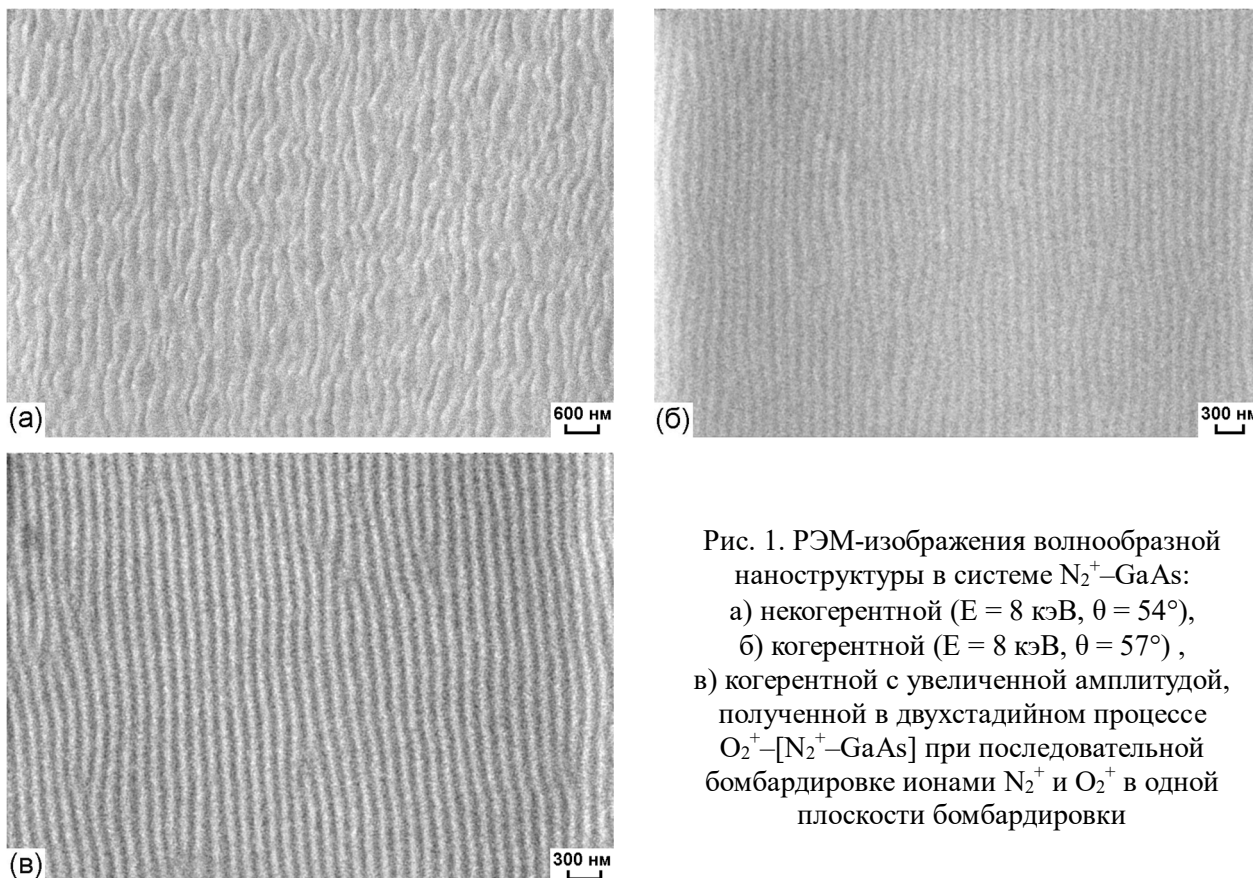


Рис. 1. РЭМ-изображения волнообразной наноструктуры в системе N_2^+-GaAs :
а) некогерентной ($E = 8$ кэВ, $\theta = 54^\circ$),
б) когерентной ($E = 8$ кэВ, $\theta = 57^\circ$),
в) когерентной с увеличенной амплитудой, полученной в двухстадийном процессе $O_2^+-[N_2^+-GaAs]$ при последовательной бомбардировке ионами N_2^+ и O_2^+ в одной плоскости бомбардировки

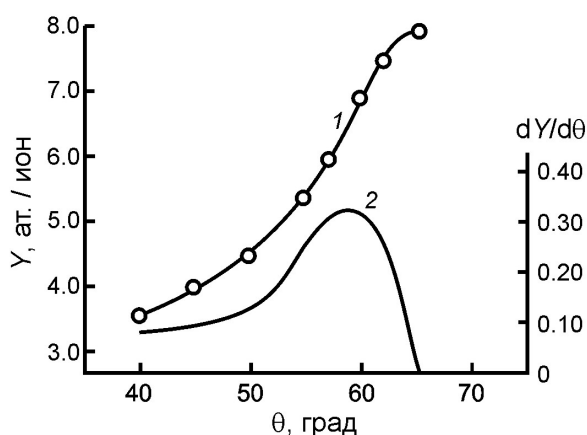


Рис. 2. Угловые зависимости коэффициента рассеяния $Y(\theta)$ (1) и его производной (2) для системы N_2^+-GaAs при $E = 8$ кэВ

из объема кратеров распыления, площадь которых находилась по РЭМ-изображениям, а глубина измерялась при помощи профилометра Talystep. На рис. 2 также приведена функция $dY/d\theta$. Видно, что максимальные значения $dY(\theta/d\theta)$ являются угловым сектором образования когерентной волнообразной наноструктуры в системе N_2^+-GaAs . Вероятно, вне интервала

$\theta = 55^\circ-59^\circ$, факторы сглаживания амплитуды наноструктуры преобладают над распылением. Внутри интервала $\theta = 55^\circ-59^\circ$ наоборот, распыление, как фактор роста амплитуды структуры находится в равновесии со сглаживающими факторами. Данное равновесие является причиной стабильности структуры, а его динамический характер, возможно, и ее высокой когерентности. Образование подобных высококогерентных малоаспектных волнообразных структур наблюдается в инертных системах Ar^+ , He^+ , Kr^+-Si в широком диапазоне доз ионного облучения ($10^{18}-10^{19}$ см $^{-2}$) [2].

Система $N_2^+-AlGaAs$. Главное отличие системы $N_2^+-AlGaAs$ состоит в наличии химически активного к азоту алюминия в составе материала, что нашло отражение в морфологии волнообразной структуры и области ее существования: энергия и угол падения ионов. Минимальный период в системе N_2^+-GaAs $\lambda = 130$ нм, а в случае системы $N_2^+-AlGaAs$ $\lambda = 40$ нм при $E = 2$ кэВ и $\theta = 53^\circ$. В системе $N_2^+-AlGaAs$ формирование волнообразного рельефа наблюдается в диапазоне углов падения ионов $\theta = 40^\circ-59^\circ$, а энергий – $E = 2-8$ кэВ. В то же время пространственная когерентность волнообразной структуры в системе $N_2^+-AlGaAs$ уступает таковым для системы N_2^+-GaAs .

По энергетическим и угловым зависимостям периода волнообразной наноструктуры система $N_2^+-AlGaAs$ близка к системе N_2^+-Si . Более того, на склонах волн, обращенных к ионному потоку, образуются нанополоски, представляющие собой наномаску. В системе N_2^+-Si – это нитрид кремния, а в случае $N_2^+-AlGaAs$ – нитрид алюминия. Последнее подтверждено данными оже-электронной спектроскопии и процессом жидкостного селективного травления. На рис. 3 представлены РЭМ-изображения волнообразной структуры на сколах образца. Видно, что исходная

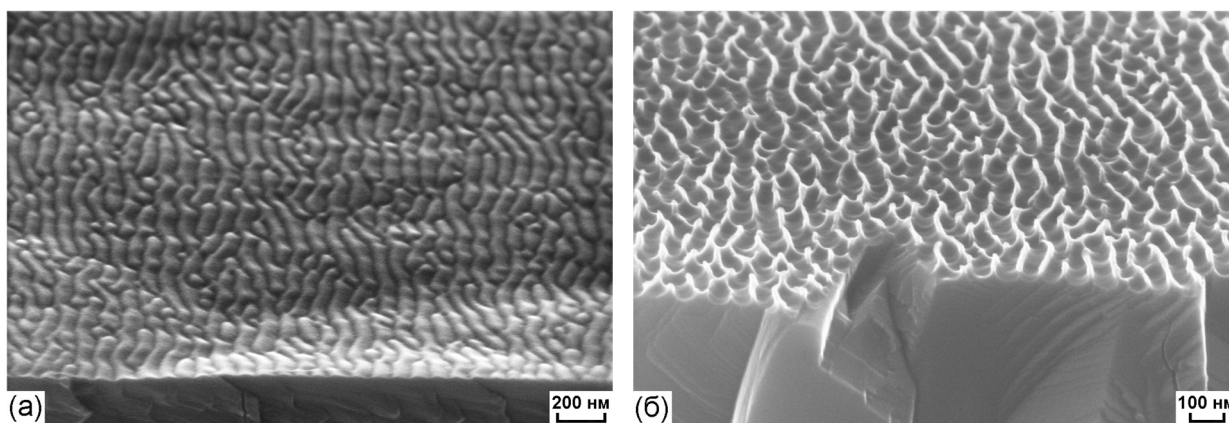


Рис. 3. РЭМ-изображения сколов (вид под углом 70°) волнообразной наноструктуры в системе $N_2^+-Al_{0.2}Ga_{0.8}As$, сформированной при $E = 5$ кэВ, $\theta = 53^\circ$ с периодом $\lambda = 73$ нм на глубине распыления $D = 130$ нм: а) исходная структура, б) структура, подвергнутая жидкостному травлению в растворе $H_2SO_4/H_2O_2/H_2O$.

наноструктура (рис. 3а) имеет четко выраженную волнообразную геометрию с углами наклона склонов волн около 30° . На рис. 3 б РЭМ-изображение наноструктуры демонстрирует существование наномаски из полос ионно-синтезированного AlN. В растворе $H_2SO_4/H_2O_2/H_2O$ происходит селективное травление AlGaAs относительно AlN.

Работа выполнена в рамках государственного задания НИЦ «Курчатовский институт» на оборудовании Центра коллективного пользования «Диагностика микро- и наноструктур».

- [1] J.D. Erlebacher, M.J. Aziz, E. Chason, M.B. Sinclair, J.A. Floro, Phys. Rev. Lett. 82 (1999) 2330.
- [2] B. Ziberi, F. Frost, Th. Höche, B. Rauschenbach, Phys. Rev. B. 72 (2005) 235310-1.
- [3] P. F. A. Alkemade, Z. X. Jiang, J. Vac. Sci. Technol. B. 19 (2001) 1699.
- [4] Y. Kataoka, K. Wittmaack, Surf. Sci. 424 (1999) 299.
- [5] В.И. Бачурин, М.А. Смирнова, К.Н. Лобзов, М.Е. Лебедев, Л.А. Мазалецкий, Д.Э. Пухов, А.Б. Чурилов, Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. № 7 (2024) 69.
- [6] В.К. Смирнов, Д.С. Кибалов, П.А. Лепшин, И.В. Журавлев, Г.Ф. Смирнова, Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронный исследования. № 11 (2024) 69.
- [7] D. Datta, S.R. Bhattacharyya, T.K. Chini, M.K. Sanyal, Nucl. Instrum. Methods B. 193 (2002) 596.
- [8] A. Karen, K. Okuno, F. Soeda, A. Ishitani, J. Vac. Sci. Technol. A. 9 (1991) 2247.
- [9] P. W. Wang, S. Shixian, W.G. Durrer, J.H.Jr. Craig, Surf. Interface Anal. 35 (2003) 141.

**МАГНИТОПЛАЗМОННЫЕ СТРУКТУРЫ НА ОСНОВЕ АСИММЕТРИЧНЫХ
ПЛАЗМОННЫХ РЕШЁТОК**
**MAGNETOPLASMONIC STRUCTURES BASED ON ASYMMETRIC PLASMONIC
GRATINGS**

С.В. Томилин, С.Д. Ляшко, О.А. Томилина

S.V. Tomilin, S.D. Lyashko, O.A. Tomilina

*Крымский федеральный университет им. В.И. Вернадского,
просп. Вернадского 4, г. Симферополь, Российская Федерация,
Республика Крым, 295007, e-mail: tomlin_znu@mail.ru*

The paper presents the results of synthesis and investigation of magnetoplasmonic heterostructures based on magneto-optical bismuth-substituted iron-garnet films with asymmetric plasmonic gratings. Iron-garnet and plasmonic aurum films was deposited using the method of magnetron ion-sputtering. The formation of plasmonic gratings was carried out by ionic etching through electron-lithographic mask. Asymmetric plasmonic grating allows one to generate the propagating modes of surface plasmon-polaritons, which enhanced the magneto-optical Faraday effect in iron-garnet film. The mane approach in this work is the excitation of propagation plasmonic modes by normally incidence light beam.

Магнитоплазмонные структуры на основе тонких плёнок висмут-замещённых феррит-гранатов, заключённых между плазмонными слоями золота с асимметричными дифракционными решётками, получены методом магнетронного ионного распыления мишеней соответствующего состава в вакууме. Для формирования структуры (рис. 1 а) слой золота (Au) толщиной порядка 45 нм напылялся на подложку из монокристаллического гадолиний-галлиевого граната $Gd_3Ga_5O_{12}$ (GGG). Слой феррит-граната состава $Bi_{1,0}Lu_{0,5}Gd_{1,5}Fe_{4,2}Al_{0,8}O_{12}$ (BiIG) толщиной 105 нм напылялся поверх слоя Au. После напыления осуществлялась атмосферная кристаллизация феррит-граната методом «окунания» образца в печь шахтного типа при температуре 715 °С на 20 мин. На поверхность магнитооптического слоя феррит-граната напылялся второй слой Au толщиной порядка 45 нм, в котором методом электронно-лучевой литографии с последующим ионно-плазменным травлением выполнялась асимметричная плазмонная решётка (рис. 1 б). Принцип асимметрии подразумевает, что вдоль штрихов плазмонной решётки невозможно провести плоскость зеркального отражения, что

делает неэквивалентными встречные направления распространения плазмон-поляритонных волн перпендикулярно штрихам решётки. Таким образом, в основу идеи положена гипотеза о возможности возбуждения распространяющихся мод поверхностных плазмон-поляритонов при нормальном падении светового луча на поверхность решётки в результате формирования неоднородных электромагнитных полей с чётко выраженной асимметрией.

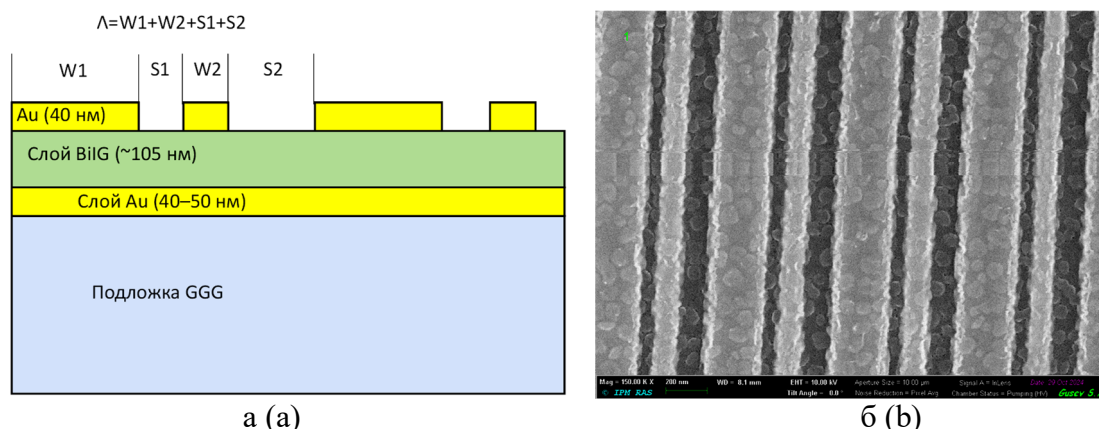


Рис. 1 – Магнитоплазмонная гетероструктура на основе асимметричной плазмонной решётки:
а – схема структуры в боковом сечении, б – РЭМ-изображение асимметричной решётки.

Fig. 1 – Magnetoplasmonic heterostructure based on asymmetric plasmonic grating
a – scheme of the structure (cross-section), b – SEM-image of asymmetric grating

Период плазмонной решётки Λ состоит из двух штрихов шириной W_1 и W_2 и двух «скважностей» шириной S_1 и S_2 , соответственно. В рамках данной работы были изготовлены три типа плазмонных решёток с различным периодом:

1) $\Lambda = 600$ нм

$W_1 = 250$ нм, $W_2 = 100$ нм, $S_1 = 100$ нм, $S_2 = 150$ нм

2) $\Lambda = 650$ нм

$W_1 = 250$ нм, $W_2 = 100$ нм, $S_1 = 100$ нм, $S_2 = 200$ нм

3) $\Lambda = 700$ нм

$W_1 = 250$ нм, $W_2 = 100$ нм, $S_1 = 100$ нм, $S_2 = 250$ нм

На рис. 2 показаны спектры оптического пропускания (Transmittance), магнитооптического вращения (Faraday rotation) и асимметрии магнитооптических спектров (Faraday delta) [1] для плёнки феррит-граната на подслое золота GGG/Au/BiIG. Спектр оптического пропускания и магнитооптического эффекта Фарадея имеют классический вид характерный для магнитооптических плёнок феррит-гранатов. При этом локальный минимум пропускания в окрестности длины волны 615 нм свидетельствует о поглощении энергии в результате возбуждения плазмонного резонансного состояния. Интерес представляет присутствие ненулевого спектра

асимметрии магнитооптического вращения (фарадеевской «дельты») характерного для магнитоплазмонных систем как раз при наличии плазмонного резонанса. При этом видно, что величина эффекта асимметрии в несколько раз больше магнитооптического вращения Фарадея, что свидетельствует о сильном ближнепольном взаимодействии магнитооптической и плазмонной подсистем гетероструктуры. Подробный анализ такого взаимодействия описан в работе [2].

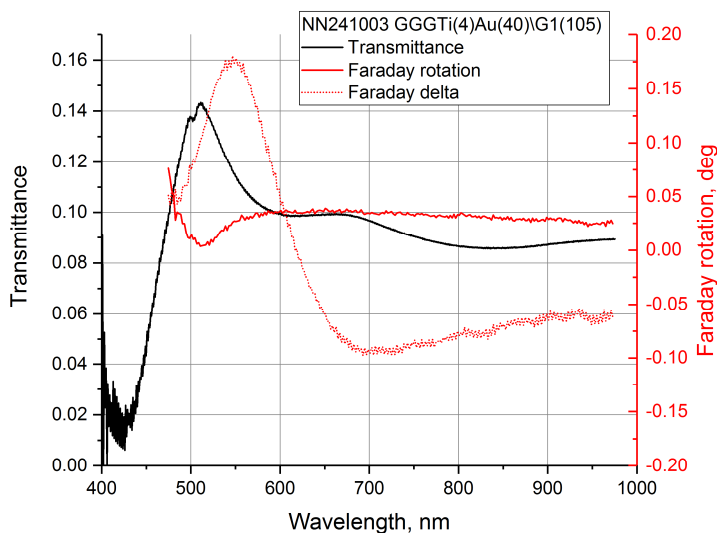


Рис. 2 – Спектры оптического пропускания, магнитооптического эффекта Фарадея и асимметрии магнитооптического вращения (фарадеевская «дельта»).

Fig. 2 – Spectra of transmittance, magneto-optical Faraday rotation and asymmetry of magneto-optical rotation (Faraday delta).

Таким образом видно, что в результате возбуждения резонансных плазмонных мод в слоях золота возникают резонансные электромагнитные поля, которые взаимодействуя с магнитооптическим слоем висмут-замещённого феррит-граната и приводят к появлению сильно выраженного эффекта асимметрии магнитооптического вращения, который превосходит по амплитуде непосредственно эффект фарадеевского вращения.

Структуры изготовлены с использованием технологического и аналитического оборудования ЦКП «Физика и технология микро- и наноструктур» ИПФ РАН. Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РНФ № 19-72-20154, <https://rscf.ru/project/19-72-20154/>.

- [1] Tomilin S.V., Berzhansky V.N., Shaposhnikov A.N., Lyashko S.D., Mikhailova T.V., Tomilina O.A. Spectral Properties of Magneto-plasmonic Nanocomposite. Vertical Shift of Magneto-Optical Hysteresis Loop // Journal of Physics: Conference Series. – 2019. – N. 1410. – P. 012122 (6pp).
- [2] С.В. Томилин, А.В. Каравайников, С.Д. Ляшко, Е.Т. Милюкова, О.А. Томилина, В.Н. Бержанский. Резонансное усиление эффекта Фарадея в магнитоплазмонном нанокompозите // Физика металлов и металловедение. – 2024. – Т. 125, № 3. – С. 280–286.

**НИЗКОЭНЕРГЕТИЧЕСКОЕ РАСПЫЛЕНИЕ Al-Cu В АРГОНОВОЙ ПЛАЗМЕ.
ЭКСПЕРИМЕНТ И МОДЕЛИРОВАНИЕ
LOW-ENERGY SPUTTERING OF Al/Cu IN ARGON PLASMA.
EXPERIMENT AND MODELING**

И.И. Амиров, А.Н. Куприянов, М.О., Изюмов, Л.А. Мазалецкий

I.I. Amirov, A.N. Kupriyanov, M.O. Izyumov, L.A. Mazaletskiy

*ЦНИТ - Ярославль ОФТИ им. К.А. Валиева НИЦ «Курчатовский институт», 150007,
Университетская, 21, г. Ярославль, Россия, ildamirov@yandex.ru.*

The results of a study of low-energy sputtering of an Al-4 %Cu alloy in a dense argon plasma as a function of ion energy (75-200 eV) at low ($T \approx 300$ K) and high temperature ($T \sim 500$ K) of a sample are presented. The morphology of the alloy surface during sputtering at low and high temperatures, as well as the sputtering rate, were different. The determination of the Al-Cu sputtering coefficient by the method of molecular dynamics using the EAM and MEAM potentials showed that they differed.

Динамика распыления сплавов определяется поверхностной концентрацией компонентов, которая отличается от их объемной концентрации, особенно когда парциальные коэффициенты распыления Y_i атомов сплава различны [1]. Так при низкоэнергетическом распылении сплава Al-1 %Si ионами Ar^+ происходило увеличение поверхностной концентрации Si почти в 10 раз и наблюдалось формирование наноструктур в виде холмов диаметром размером 15-50 нм [2]. При низкоэнергетическом распылении сплава Al-Cu также может наблюдаться обогащение поверхности атомами Al, так как коэффициент его распыления намного меньше коэффициента распыления Cu [3]. Целью работы было экспериментальное и теоретическое исследование методом молекулярной динамики (МД) низкоэнергетического ($E_i = 50-200$ эВ) распыления сплава Al-Cu ионами Ar^+ , изменения топографии поверхности и химического состава приповерхностного слоя при бомбардировке образцов Al-4 %Cu 50-200 эВ.

Эксперименты проводили в реакторе плотной аргонной плазмы ВЧИ разряда подробно описанном в [2]. Образцы помещались на Al держателе в виде диска диаметром 160 мм на ВЧ электроде, на который от отдельного генератора подавали ВЧ ($f = 13.56$ МГц) мощность самосмещения W_{cm} . В зависимости от U_{cm} на электроде

устанавливался отрицательный потенциал самосмещения $U_{см}$, который определял энергию ионов [3]. Плотность ионного потока определяли из линейной зависимости $U_{см}$ ($W_{см}$). $j_i = \Delta W_{см} / \Delta U_{см} S$, где S – площадь поверхности Al держателя. $j_i = 4.2 \text{ мА/см}^2$. Скорость распыления определяли лазерно-рефлектометрическим способом из данных времени удаления пленки металла определенной толщины [4]. Образцы – окисленные пластинки Si (размером 10x10 мм) с нанесенной магнетронным способом пленкой Al-4 %Cu толщиной 150 нм. Образцы устанавливались на охлаждаемом Al держателе на вакуумной смазке ($T \approx 300 \text{ К}$) или без смазки. В последнем случае они нагревались в процессе распыления до температуры $\sim 500 \text{ К}$. Анализ морфологии и состава Al-4 %Cu определяли с использованием электронного микроскопа Supra 440 с приставкой энергодисперсионного рентгеновского анализа (ЭДРА) INCA Energy (Oxford Instruments).

Скорость распыления сплава при температуре образца $\approx 300 \text{ К}$ линейно увеличивалась с 0.65 до 1.9 нм/с с увеличением энергии ионов от 70 до 150 эВ. Коэффициент распыления сплава Y изменялся в диапазоне 0.15-0.44 атом/ион. Полученные величины Y были более чем в два раза больше коэффициента распыления Al [3]. Такое большое различие в коэффициенте распыления может быть обусловлено как влиянием меди, так и развитием сильной шероховатости поверхности сплава в процессе распыления (рис. 1 а, б).

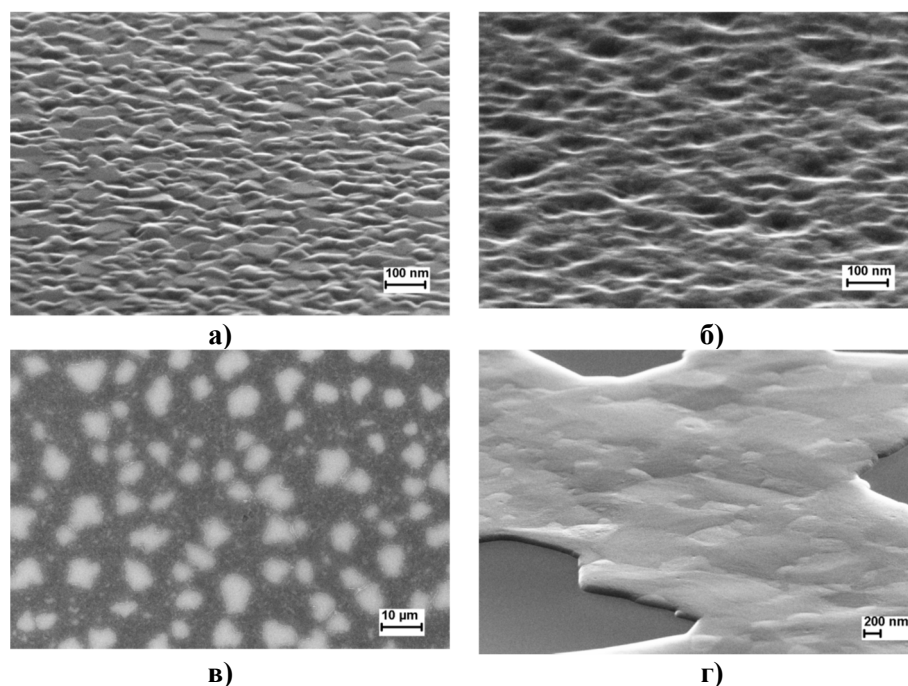


Рис.1. РЭМ снимки исходной поверхности пленки Al-4 %Cu – (а), после травления при $T \approx 300 \text{ К}$ – (б) и $T \sim 500 \text{ К}$ (в, г), (г) – вид под углом 70°

Более сильно развитая поверхность сплава наблюдается при распылении при температуре образца ~ 500 К (рис. 1 в, з). В этом случае в определенный момент времени наблюдается резкое изменение величины сигнала лазерного луча. При этом на поверхности наблюдается вскрытие площадок до SiO_2 микронных размеров (рис. 1 в, з). Причина возникновения такого эффекта обсуждается.

Моделирование распыления сплавов Al-Cu с содержанием меди 4, 20 и 40 ат. % ионами Ar^+ энергией от 50 до 200 эВ (с шагом 50 эВ) проводили с использованием свободного пакета для классической молекулярной динамики LAMMPS. Для создания модели сплавов Al-Cu сначала генерировалась модель из чистого алюминия с кристаллической решеткой FCC (001) с шагом 4.05 Å. Затем используя команду замены атомов часть атомов Al были случайным образом с вероятностью 0.04, 0.2 и 0.4 заменены на атомы меди, что дало 4, 20 и 40 ат. %, соответственно. Размер модели из $20 \times 20 \times 20$ элементарных ячеек равнялся $81 \times 81 \times 81$ Å числом 32800 атомов. Модель предварительно подвергалась минимизации энергии и термической релаксации. Взаимодействие Al-Cu описывалось с применением EAM потенциала [4]. Распыление проводилось в течение 2 нс с последующей релаксацией в течение 100 пс. Шаг моделирования 1 фс. Всего было сброшено 4000 ионов аргона с интервалом 0,5 пс. На модель действовал термостат Берендсена с температурой поддержания 300 К.

В зависимости от энергии ионов коэффициент распыления сплава увеличивался линейно при содержании меди 4, 20 и 40 % (рис. 3 а). Однако, с увеличением содержания меди в сплаве коэффициент распыления увеличивался нелинейно при разной энергии ионов (рис. 3 б). Это может быть обусловлено тем, что модель создавалась при размере решетки 4.05 Å соответствующей решетке Al, а модель с высокой концентрацией Cu должна моделироваться при размере решетки близком размеру решетки Cu - 3.62 Å или среднему арифметическому взвешенному числу.

В [6] отмечали, что модифицированный EAM потенциал (MEAM) более точно описывает механические свойства сплава. Расчет γ с использованием MEAM потенциал показал, что для сплава Al-4 %Cu он равнялся $\gamma(\text{EAM})$ при энергии ионов 200 эВ, но был намного меньше при энергии 50 эВ. Вид кристаллической структуры моделей EAM, MEAM после распыления, определенных по методу Common neighbor analysis без атомов принадлежащих кристаллической решетке FCC показал, что структура аморфизованного слоя в процессе распыления разная (рис. 3). В случае использования EAM потенциала глубина аморфизованного слоя сплава намного больше,

чем при использовании MEAM потенциала. Таким образом, использование EAM и MEAM потенциалов приводит к разным результатам моделирования распыления.

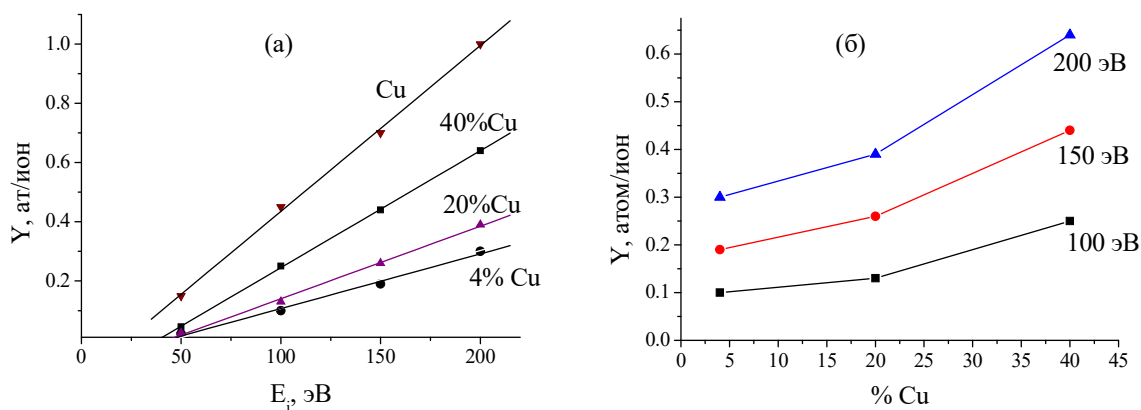


Рис. 2. Зависимость коэффициента распыления Al-4%Cu, Al-20%Cu, Al-40%Cu и Cu (4) [4] от энергии ионов – (а) и от содержания меди в сплаве при разной энергии ионов – (б)

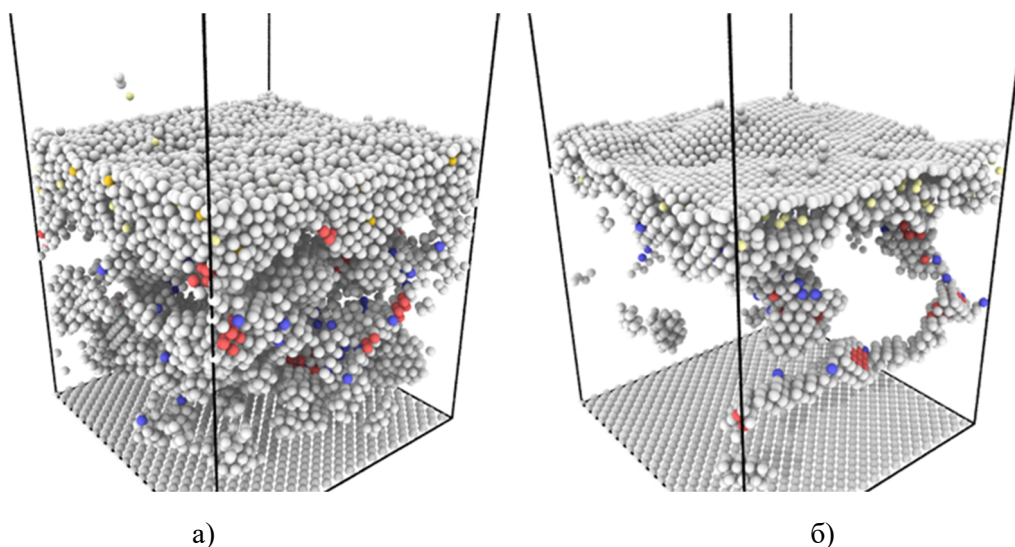


Рис. 3. Вид моделей Al-4 %Cu на 2,1 нс моделирования при энергии ионов 200 эВ без атомов принадлежащих кристаллической решетке FCC. EAM – а, MEAM – б

Работа проведена в рамках выполнения государственного задания НИЦ «Курчатовский институт».

- [1] Г. Бетц, Г. Венер. Распыление твердых тел ионной бомбардировкой. Под ред. Бериша. Выпуск II. М.Мир. 1986. С.25.
- [2] В.И. Бачурин, И.И. Амиров, К.Н. Лобзов, С.Г. Симакин, М.А. Смирнова. Поверхность 11 (2024) 24.
- [3] N. Matsunami, Y.Yamamura, Y.Hikawa, N.Itoh, Y.Kazumata, S. Miyagawa, K. Morita, R. Shimizu, H. Tawara. Atomic Data Nucl. Data Tables. 31(1984) 1.
- [4] I. I. Amirov, M.O. Izyumov, V.V. Naumov, E S Gorlachev. J. Phys. D: Appl. Phys. 54 (2021) 065204.
- [5] X.-Y. Liu, C.-L. Liu, L.J. Borucki, Acta Materialia 47 (1999) 3227.
- [6] Е.О. Хазиева, Н.М. Щелкачев, А.О. Типеев, Р. Е. Рыльцев, ЖЭТФ. 164 (2023) 980.

***Секция № 2. Рассеяние и эмиссия ионов, электронов,
фотонов и рентгеновских лучей
при ионной бомбардировке***

***Section 2. Ion scattering and propagation Emission of ions,
electrons, photons and X-rays under ion-surface interaction***

**ДИАГНОСТИКА ПОВЕРХНОСТИ МЕТОДОМ СПЕКТРОСКОПИИ ОБРАТНО
РАССЕЯННЫХ ИОНОВ НИЗКИХ ЭНЕРГИЙ**
SURFACE ANALYSIS BY LOW ENERGY ION SCATTERING SPECTROSCOPY

А.Б. Толстогузов¹⁻³

A. Tolstoguzov¹⁻³

¹*Факультет вычислительной техники, Рязанский государственный радиотехнический
университет им. В.Ф. Уткина, Рязань 390005, Российская Федерация*

e-mail: tolstoguzov52@mail.ru

²*Zhuhai Tsinghua University Research Institute Innovation Center, Zhuhai 519000, China*

³*Centre for Physics and Technological Research, Universidade Nova de Lisboa,
Caparica 2829-516, Portugal*

A review of physical processes underlying the method of backscattered noble gas ions in the low-energy range (LEIS) and apparatus realization of this method are presented. The features of surface diagnostics by LEIS, including interpretation of energy spectra, quantitative elemental analysis and possibility of chemical analysis are discussed. Advantages of energy-mass analysis of scattered ions are demonstrated, and the main areas of LEIS application in the modern technologies are presented.

***Посвящается памяти Георгия Николаевича Шуппе, который в далеком 1978 г. стал
инициатором и научным руководителем этой работы.***

Данная обзорная работа посвящена спектроскопии ионного рассеяния (англ. Ion Scattering Spectroscopy, ISS) – методе, основанном на обратном рассеянии (отражении) ионов от атомов поверхности. У этого метода несколько названий, которые используются как в русскоязычной, так и международной (англоязычной) научной литературе. В диапазоне низких энергий первичных ионов, о котором пойдет речь в данной работе, а это обычно 0.5-5 кэВ, основным является англоязычное Low Energy Ion Scattering (LEIS) [1], которое в последнее время дополнилось приставкой HS (англ. High Sensitive, HS-LEIS) - рассеяние низкоэнергетических ионов с высокой чувствительностью. В русскоязычной научной литературе использовались названия ионно-рассеивательная спектроскопия (ИРС) [2], спектроскопия обратно рассеянных ионов низких энергий (СОРИНЭ) [3] и рассеяние медленных ионов (РМИ) [4].

Эффект обратного рассеяния низкоэнергетических ионов на атомах поверхности металлов в результате парных упругих соударений (англ. Binary Elastic Collisions), что аналогично соударениям атомных частиц в газовой фазе, был впервые обнаружен в 1951 г. советскими физиками Арифовым [5] и Еремеевым [6]. Отправной точкой для спектроскопии ионного рассеяния можно считать работу Панина [7], в которой приведены результаты измерений энергетических спектров вторичных (рассеянных) ионов, образованных при взаимодействии различных положительных первичных ионов, в том числе ионов инертных газов He^+ и Ar^+ с энергиями 7.5-80 кэВ, с поверхностью мишеней из молибдена и бериллия.

LEIS, как метод элементного анализа верхнего слоя атомов поверхности, был впервые детально описан и апробирован Смитом (D.P. Smith) [8], в работах которого приведены энергетические спектры ионов He^+ и Ne^+ с энергией 0.2-2 кэВ, рассеянных на угол 90° от поверхности различных мишеней, в том числе поликристаллической меди, золота, полярных граней кристаллов CdS и ZnS, оксида алюминия и т.д.

Большую роль в развитии метода СОРИНЭ в Советском Союзе сыграл Научно-исследовательский технологический институт (НИТИ, Рязань), который был отраслевым научно-исследовательским институтом Министерства электронной промышленности (МЭП СССР). Инициатором работ по СОРИНЭ и другим методам диагностики поверхности в НИТИ, как, собственно, и одним из основателей этого института, был Г.Н. Шуппе, признанный международный авторитет в области эмиссионной (катодной)

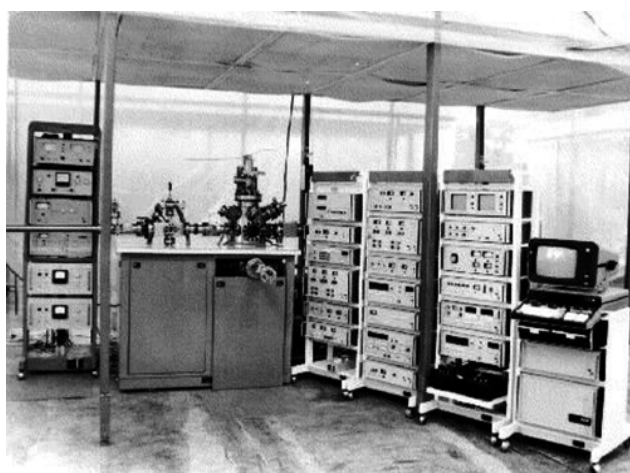


Рис. 1. Комбинированный спектрометр УАЭ.ОПР-5-007 для диагностики поверхности методами оже-электронной спектроскопии и СОРИНЭ (НИТИ, Рязань)

электроники. Первые исследования методом СОРИНЭ, сделанные в НИТИ в конце 70-х начале 80-х гг. автором данного обзора, были посвящены изучению механизмов работы эффективных термоэлектронных катодов и процессов адсорбции/сегрегации на поверхности металлических сплавов. В дальнейшем работы по СОРИНЭ были продолжены в НИТИ в лаборатории С.С. Волкова. Важным результатом этих работ было создание коллективом НИТИ под руководством директора А.Г. Денисова опытного образца установки УАЭ. ОПР-5-007 для исследования поверхности твердых

тел методами ЭОС-СОРИНЭ (рис. 1), которая в начале 80-х годов демонстрировалась на международной научно-технической выставке в Экспоцентре «Сокольники» в Москве.

Опираясь на свой почти 50-летний опыт экспериментальных исследований и разработки аналитической аппаратуры в СССР, России и за рубежом, автор обзора постарался наиболее полно проанализировать фундаментальные и прикладные аспекты метода LEIS/СОРИНЭ, причем не только с использованием в качестве первичных легких ионов гелия, но и более тяжелых ионов неона и аргона. В аппаратном разделе подробно рассмотрены особенности реализации и преимущества совместного энерго-масс анализа рассеянных и вторичных ионов [9-11], а также применение ионного рассеяния в современных ионных микроскопах. Интерес представляет рассеяние ионов инертных газов в диапазоне гипертермальных энергий (ниже 100 эВ) [12]. В разделе применения сделан акцент на результаты исследований наночастиц и кластеров, материалов и приборов современной микроэлектроники, включая их послойный анализ. Помимо анализа твердых тел LEIS применяется для анализа поверхности жидких сред, что также не осталось без внимания в данном обзоре. Все перечисленные выше вопросы либо вообще не рассматривались в известных нам обзорах и монографиях по низкоэнергетическому ионному рассеянию, либо им уделялось недостаточное внимание.

Стоит подчеркнуть, что метод LEIS/СОРИНЭ обладает уникальной чувствительностью к элементному составу и структурным особенностям самого верхнего слоя поверхности с возможностью количественной интерпретации результатов исследований. Вместе с тем, предел обнаружения метода относительно невелик, обычно он составляет несколько процентов от концентрации монослойного покрытия, т.е. $\sim 10^{12}$ ат/см² для легких элементов ($M < 20$ а.е.м.) с использованием первичных ионов He⁺ и $\sim 10^{11}$ ат/см² для тяжелых элементов с использованием Ne⁺ и Ar⁺. Более того, метод LEIS/СОРИНЭ плохо подходит для исследования объектов неизвестного состава, и он не позволяет получить достоверную информацию о химическом составе поверхности, несмотря на попытки использовать для этого осцилляции ионного выхода в зависимости от энергии (скорости) первичных ионов.

Многие LEIS/СОРИНЭ исследования были сделаны совместно с методами электронной и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии, причем ионное рассеяние часто было дополнительным методом. По мнению автора [11, 13], «союз» LEIS/СОРИНЭ с масс-спектрометрией вторичных ионов в варианте энерго-масс

анализа под аббревиатурой MARISS (Mass Resolved Ion Scattering Spectrometry [9]) выглядит более информативным, чем с электронными методами диагностики поверхности. В качестве примера на рис. 2 приведены результаты MARISS-SIMS совмещенного послойного анализа пленки оксида кобальта толщиной 25 нм на подложке из оксида индия.

С точки зрения фундаментальных основ метода ионного рассеяния надо обратить внимание на некий дуализм, лежащий в его основе. С одной стороны, элементарный акт рассеяния и энергетическое положение пиков рассеяния рассматриваются в рамках модели парных упругих соударений, а процессы сохранения заряда рассеянным ионом, т.е. интенсивность сигнала рассеянных ионов, в основном интерпретируются как результат взаимодействия с электронами твердого тела. Еще надо отметить, что модель парных упругих соударений и модель коллективного (многочастичного) взаимодействия могут совместно «работать» в диапазоне гипертермальных энергий, ниже 100 эВ.

Прогресс в развитии метода LEIS/КОРИНЭ базируется не только на результатах фундаментальных исследований и компьютерного моделирования, в которых советские исследователи были на ведущих позициях, но и на аппаратном обеспечении этого метода. К сожалению, в настоящее время в России не ведется разработка современной аппаратуры для методов диагностики поверхности, включая LEIS/КОРИНЭ, и, как следствие, практически отсутствуют исследования прикладного характера, направленные на создание новых материалов, приборов и технологий. Остается надеяться, что низкоэнергетическое ионное рассеяние вместе с другими методами диагностики поверхности будет востребовано развивающейся российской промышленностью.

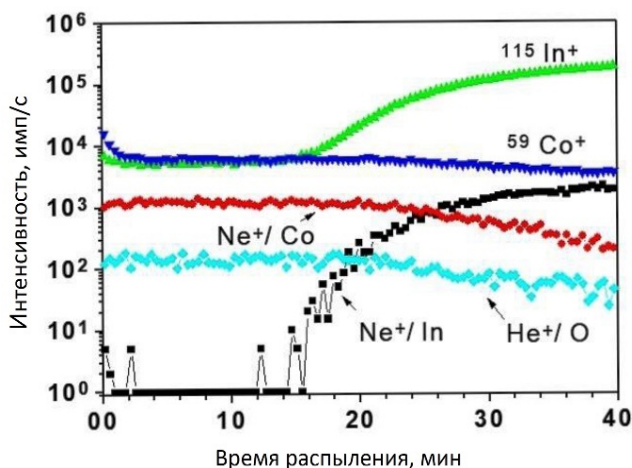


Рис. 2. MARISS-SIMS послойный анализ пленки оксида кобальта (25 нм) на подложке оксида индия. Первичные ионы $^4\text{He}^+$ и $^{20}\text{Ne}^+$ ($E_0 = 1$ кэВ, $\theta = 120^\circ$)

[1] Н.Н. Brongersma, M. Draxler, M. de Ridder, P. Bauer, Surf. Sci. Rep. 62 (2007) 63.

[2] Е.С. Машкова, В.А. Молчанов, Применение рассеяния ионов для анализа твердых тел, М.: Энергоиздат, 1995.

- [3] С.С. Волков, А.Б., Толстогузов, Спектроскопия обратно рассеянных ионов низких энергий. Обзоры по электронной технике. Сер. 7 Технология, организация производства и оборудование, М.: ЦНИИ «Электроника», 1981, Вып. 15 (820).
- [4] И.К. Гайнуллин, УФН 190 (2020) 950.
- [5] У.А. Арифов, А.Х. Аюханов, Докл. АН Узб. ССР №4 (1951) 12.
- [6] М.А. Еремеев, Докл. АН СССР 79 (1951) 775.
- [7] Б.В. Панин, ЖЭТФ 42 (1962) 313.
- [8] D.P. Smith J. Appl. Phys. 18 (1967) 340.
- [9] K. Wittmaack, Surf. Sci. 345 (1996) 110.
- [10] A. Tolstogouзов, S. Daolio, C. Pagura, Surf. Sci. 441 (1999) 213.
- [11] A.B. Tolstogouзов, C.L. Greenwood, Поверхность №12 (2002) 33ю
- [12] A. Tolstogouзов, S. Daolio, C. Pagura, Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. B 183 (2001) 116.
- [13] А.Б. Толстогузов, С.И. Гусев, Письма ЖТФ 49, Вып.1 (2023) 35

NUCLEAR REACTION ANALYSIS IN THE CRYSTAL CHANNELING MODE

M. Erich¹, M. Kokkoris², M. Gloginjic¹, S. Petrovic¹, S. Chen³

¹*Laboratory of Physics, Institute of Nuclear Sciences «Vinca» – National Institute of the Republic of Serbia, University of Belgrade, Belgrade, Serbia*

²*Department of Physics, School of Applied Science and Mathematics, National Technical University of Athens, Athens, Greece*

³*Institute of Micro/Nano Materials and Devices, Ningbo University of Technology, Ningbo, P. R. China*

Ion Beam Analysis (IBA) is a family of nuclear techniques focused on usage of ion beams in the MeV range for quantitative analysis of layers relatively close (<10 μm) to surface of solid materials [1]. Mostly IBA techniques are focused on usage of light element ions as a probing beam, since there is significantly reduced possibility of damage creation in the analyzed material. One of the most interesting aspects of IBA techniques is detection of light elements in the solid materials (almost always heavier). Proton Induced X and γ - ray Emission (PIXE and PIGE) though having relatively high cross-sections for emission of photon the cross-sections for their detection are relatively small, making experiment and analysis time consuming. Furthermore, both PIXE and PIGE give elemental composition without depth profiling. Elastic Recoil Detection Analysis (ERDA) allows for light element depth profiling near surface area of the solid materials by utilizing heavier elements as probing ion beams which eject lighter than them elements in forward direction. This technique does do somewhat higher damage to the probed material since it uses heavier elements, but it also has more complex experimental setup. The backscattering Spectrometry including Rutherford Backscattering Spectrometry (RBS) and especially Elastic (non-Rutherford elastic cross-sections) Backscattering Spectrometry (EBS) offer limited ability of analysis of light elements in the monocrystal solids. However, for the purely amorphous materials RBS technique isn't really suitable, since there is an overlap of spectrum backscattered from light elements and the one backscattered from the solid material. In the case of Rutherford cross-section, it scales with the square of the atomic number, so the backscattered yield of the light element is dwarfed against large background signal. The EBS could solve this problem for limited number of cases where there is presence of a strong cross-section resonance which would give more prominent signal from the light material. However, RBS and EBS techniques in the channeling mode (RBS/C and EBS/C) in the case

of monocrystals could be used for profiling light elements in solids, since in the crystal channeling mode background signal is reduced allowing for more specific background signal originating from light elements [2, 3].

Nuclear Reaction Analysis (NRA) is an IBA technique based on nuclear reactions between atom nuclei and ion beam particle which results in emitted new charged particle that is then detected. The main benefit of the NRA in the detection of light elements is that emitted charged particle as a result of the nuclear reaction is often of high enough energy which shifts its signal in the detector away from background of the backscattered probing ions on the atom solid material. This separation in the energy spectrum makes NRA highly effective technique in light element detection. The chief positive characteristics of NRA making it suitable for light element profiling are its high isotope selectivity, high sensitivity, simultaneous detection of different light elements. One of the most often utilized ion probing beams is a deuterium one, as it offers some critical advantages such as: 1) simultaneous nuclear reactions with variety of numerous light and light to medium elements (C, N, O, F, Mg, Al, S) which are often main constituents of many compounds or impurities in them; 2) relatively high cross section values of its nuclear reactions with light elements which enhances NRA sensitivity with deuterons; 3) the relative ease of obtaining deuteron ion beam which allows for small accelerators unlike in the case of ERDA; 4) it offers nanometer resolution and it is the most suitable technique for light element depth profiling in the complex matrix; 5) NRA quantifies isotopes absolutely rather than relatively. On the other hand, there are downsides of usage of deuterons as probing beam for NRA mainly focused on the radiation safety due to residual activation from (d,n) reactions, and the deuteron break up at 2.2 MeV and above. With the deuterons there is possibility of peaks overlap originating from different elements, as well as three body kinematics in some cases.

One of the aspects of IBA techniques, specifically RBS/C and EBS/C, is possibility of studying the damage incurred in the monocrystal solids [2, 3]. This is done by comparing charge normalized spectra of the pristine monocrystal with the damaged one, out of which the quantified damage profiled could be extracted. In the similar manner, the impinging ions (deuterons) could be channeled through monocrystal, leading to dechanneling process along the crystal channel. The dechanneled ions could then experience the nuclear reaction emitting charged particle, in which case we could talk NRA in the channeling mode (NRA/C). As it is the case for RBS/C and EBS/C techniques, crystal channeling leads to lower yields in the corresponding spectrum than in the random one due to lower probability of interaction between impinging ions and atom nuclei. This lower probability is explained by ion

experiencing energy loss while being channeled, while at the same time having very low possibility of interacting with atom nuclei. This in turn reduces the number of higher energy ions that are dechanneled (randomized) with high enough values of cross-section for nuclear reactions, hence lower spectrum yields. However, NRA/C technique, especially for deuteron probing beams, has enhanced sensitivity which would make it more suitable for quantifiable monocrystal damage profiling and light element depth profiling than RBS/C and/or EBS/C. Enhanced sensitivity also allows crystal damage detection of lower intensity than what was possible with RBS/C and EBS/C.

In this talk we shall focus on the overview of the irradiation of diamond crystal by the deuterons of 1.2, 1.3, 1.4 and 1.5 MeV energy in the crystal channeling orientation performed in the Institute of Nuclear Physics of N.C.S.R. “Demokritos” using their 5.5 MV TN-11 HV Tandem Accelerator. The orientation of the diamond crystal has been controlled by goniometer with the accuracy of 0.01° , with detector placement at 160° in comparison with incident ion beam. The focus of the experiments was on the $^{12}\text{C}(\text{d},\text{p}_0)^{13}\text{C}$ nuclear reaction [4], the one the most useful for the profiling of the low concentration C in the heavy matrices, as it has high sensitivity due to relatively high cross-section values at lower energies (<2.2 MeV) (fig. 1 – green line).

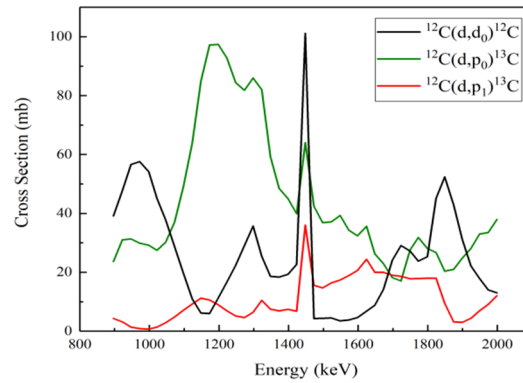


Fig. 1: Cross-sections for $^{12}\text{C}(\text{d},\text{d}_0)^{12}\text{C}$ (black line), $^{12}\text{C}(\text{d},\text{p}_0)^{13}\text{C}$ (green line) and $^{12}\text{C}(\text{d},\text{p}_1)^{13}\text{C}$ (red line) nuclear reactions

The experimental NRA and NRA/C spectra recorded by irradiating deuteron of 1.2, 1.3, 1.4 and 1.5 MeV upon diamond were shown in Figure 3, black lines for random and red lines for [100] crystal orientation. Strong dominant peaks in the right hand-side originate from ejected p_0 at 3.1, 3.15, 3.2 and 3.28 MeV energy for corresponding deuterons. The shape of these peaks correspond to the $^{12}\text{C}(\text{d},\text{p}_0)^{13}\text{C}$ cross-section (fig.1 – green line). In the case of 1.5 MeV spectrum the resonance at 1448 keV is showing at 3224 keV. As it can be observed,

the channeling direction has reduced yields (red line), denoting good channeling of probing deuterons.

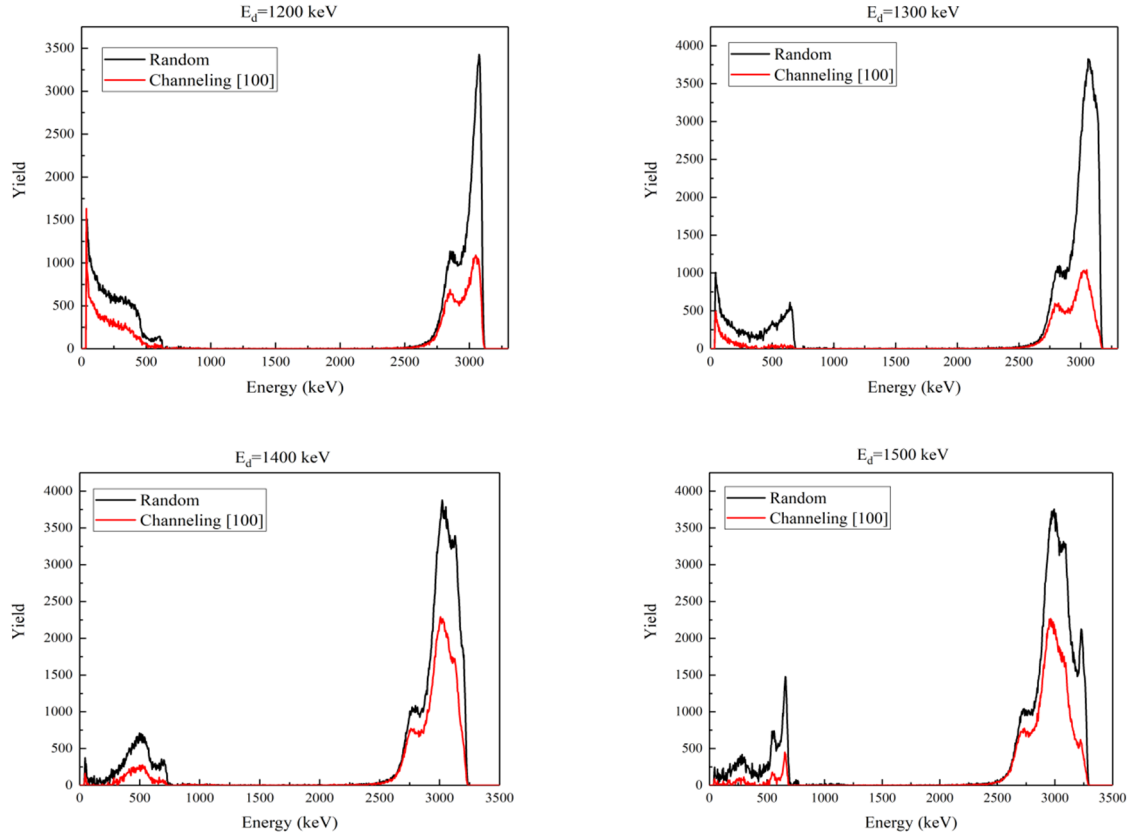


Fig. 2. Experimental NRA spectra recorded in the random (black line) and [100] crystal channeling (red line) orientation for probing deuteron beam of 1.2 MeV (top left), 1.3 MeV (top right), 1.4 MeV (bottom left) and 1.5 MeV (bottom right) energy

Besides the signal from the $^{12}\text{C}(\text{d},\text{p}_0)^{13}\text{C}$ nuclear reaction there are also elastically backscattered deuterons starting at 620, 670, 725 and 780 keV for respective deuteron energies. This deuteron backscattering signal overlaps with protons from $^{12}\text{C}(\text{d},\text{p}_1)^{13}\text{C}$ the nuclear reaction [5], which $^{12}\text{C}(\text{d},\text{p}_0)^{13}\text{C}$ reaction comparable cross-sections were presented at fig. 1 (red line). These protons start at 460, 520, 590 and 650 keV for 1.2, 1.3, 1.4 and 1.5 MeV deuterons, respectively. This makes the analysis in the low energy part of the spectrum more difficult. The resonance peak at 1448 keV exists for the $^{12}\text{C}(\text{d},\text{p}_1)^{13}\text{C}$ reaction too, though less pronounced and it can be observed at 660 keV for the spectrum of 1.5 MeV deuterons. However, in this left hand-side part of the spectra there is a reduction of yields for the channeling orientations as well.

The experimental spectra shown in the fig. 2 normalized on the collected charge were actually corrected ones. Namely, deuteron irradiation had activated diamond crystal via $^{12}\text{C}(\text{d},\text{n})^{13}\text{N}$ nuclear reaction, where ^{13}N being a β emitter. The actual recorded spectra had a

contribution in the low energy spectrum originating from this emission. Fig. 3 depicts the in situ recorded spectrum and subsequently corrected one in the low energy range (left side), while in the right side are recorded spectra after the deuteron beam stoppage used for obtaining the corrected NRA spectra.

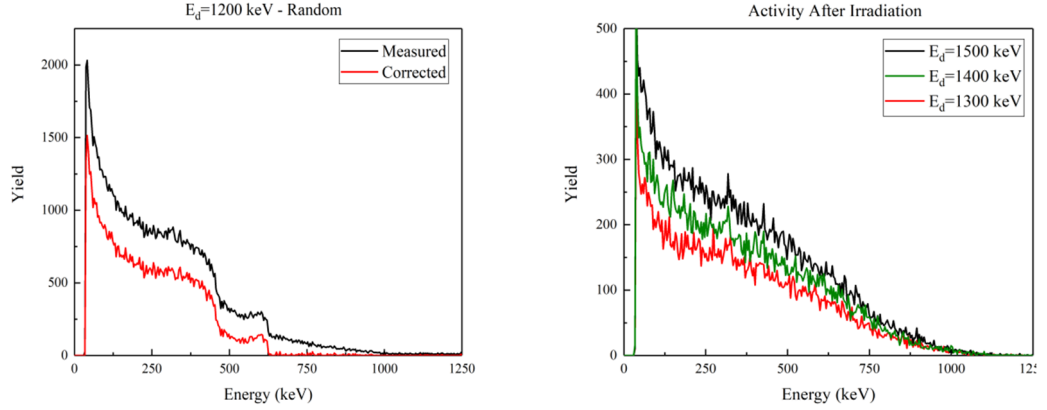


Fig. 3: Low energy part of the spectrum measured (black line) and corrected (red line) for 1.2 MeV deuterons (left hand-side) and activity after irradiation with deuterons of 1.3 (red), 1.4 (green) and 1.5 MeV (black) – the correcting spectra (right hand-side)

In summary, NRA/C offers great characteristics for monocrystal absolute damage depth profiling due to high sensitivity and nanometer depth resolution, with caveat of radiation hazard while working with deuteron beams. The follow up computer code for NRA/C analysis will be developed in the line of previously demonstrated CSIM [2, 3]

- [1] Y. Wang, M. Nastasi, Handbook of Modern Ion Beam Material Analysis, Materials Research Society, Warrendale, Pennsylvania 2009.
- [2] M. Erich, M. Kokkoris, S. Fazinic, S. Petrovic, Nucl. Instr and Meth. Phys Res. B, 416 (2018) 89.
- [3] M. Gloginjc, M. Erich, M. Kokkoris, E. Liarokapis, S. Fazinic, M. Karlusic, K. Tomic-Luketic, S. Petrovic, J. Nucl. Mat., 555 (2021) 153143
- [4] M. Kokkoris, P. Misealidis, S. Kossionides, Ch. Zarkadas, A. Lagoyannis, R. Vlastou, C.T. Papadopoulos, A. Kontos., Nucl. Instr and Meth. Phys Res. B, 249 (2006) 77.
- [5] M. Kokkoris, P. Misealidis, A. Kontos, A. Lagoyannis, S. Harrisopoulos, R. Vlastou, C.T. Papadopoulos, Nucl. Instr and Meth. Phys Res. B, 254 (2006) 10.

**АНАЛИЗ КОМПОНЕНТНЫХ И СТРУКТУРНЫХ ИЗМЕНЕНИЙ МО И W
ПРИ ВЗАИМОДЕЙСТВИИ С ПЛАЗМОЙ НА ОСНОВЕ РЕНТГЕНОВСКОЙ
ФОТОЭЛЕКТРОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ**

**ANALYSIS OF THE COMPONENT AND STRUCTURAL CHANGES OF MO
AND W DURING INTERACTION WITH PLASMA BASED ON X-RAY
PHOTOELECTRON SPECTROSCOPY**

В.П. Афанасьев¹, Л.Г. Лобанова¹, М.А. Семенов-Шефов¹, С.Д. Федорович¹,

А.М. Завгородняя¹, Т.В. Пушкин¹, М.К. Шишкин¹

V.P. Afanas'ev¹, L.G. Lobanova¹, M.A. Semenov-Shefov¹, S.D. Fedorovich¹,

A.M. Zavgorodnaya¹, T.V. Pushkin¹, M.K. Shishkin¹

¹НИУ «МЭИ», ул. Красноказарменная 14, Москва, Россия, v.af@mail.ru

Abstract: The electronic structure changes of molybdenum and tungsten due to the exposure to helium plasma in the PLM facility at NRU MPEI are studied using X-ray photoelectron spectroscopy. The interaction with helium plasma leads to the formation of «fuzz»-type structures. It has been established that during the formation of molybdenum and tungsten fuzz, the electronic structure of the materials does not change – no new allotropes are formed. However, an increase in the layers of molybdenum and tungsten carbides is observed.

Переходные металлы, такие как молибден и вольфрам, широко используются в качестве материалов «первой стенки», дивертора, «первого зеркала» и т.д. термоядерных установок. Взаимодействие поликристаллов Мо и W с плазмой, параметры которой соответствуют ожидаемым в термоядерном реакторе, приводит к ряду принципиальных изменений в материалах: нагревание, имплантация и распыление, перепыление, радиационно-стимулированное дефектообразование и т.д. Цикличность работы экспериментальных термоядерных реакторов приводит к необходимости анализа процессов, происходящих с поверхностью Мо и W в принципиально различные моменты работы токамака. В моменты плазменных разрядов материалы находятся в условиях, резко отличных от тех, что наблюдаются в моменты отсутствия разрядов. В отсутствие разрядов создаются условия для оксидирования Мо и W благодаря относительно большому количеству H₂O в камере токамака. Карбидизация поверхностей Мо и W предотвращает их коррозию.

В настоящей работе методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) исследован состав поверхности Mo и W образцов, облученных высокоэнергичными потоками стационарной горячей плазмы в плазменной установке ПЛМ [1]. Параметры установки: магнитное поле 0.01 Тл, в каспах до 0.2 Тл, ток плазменного разряда до 15 А, плотность плазмы до $3 \cdot 10^{18} \text{ м}^{-3}$, электронная температура до 4 эВ с фракцией горячих электронов до ~ 30 эВ, стационарный разряд более 200 мин, плазменно-тепловая нагрузка на испытываемые образцы 1 – 5 МВт/м², ионный поток до $3 \cdot 10^{21} \text{ м}^{-2} \text{ с}^{-1}$, рабочий газ – гелий. РФЭС спектры измерены на установке Kratos Axis Ultra DLD с использованием K α линии Al с монохроматором в геометрии «magic angle». Исследованы исходные образцы Mo и W фольги, и образцы Mo и W фольги, обработанные гелиевой плазмой.

РФЭС эксперименты показали, что минутная выдержка образцов при температуре 700°C в условиях высокого вакуума приводит к удалению оксидов MoO₃ и WO₃ с поверхности образцов.

Наряду с традиционной методикой РФЭС анализа, основанной на определении площадей под пиками, сформированными фотоэлектронами, вылетевшими в вакуум, не испытав неупругих потерь энергии (Peak Shape Analysis – PSA анализ), в настоящей работе развивается методика расшифровки сигнала, сформированного наряду с пиком широкой областью потерь энергии, примыкающей к пику. Развиваемый так называемый PES анализ (Photoelectron Spectra analysis) позволяет избавиться от ошибок и неоднозначностей, которые следуют из традиционного PSA анализа.

Процедура PES анализа строится следующим образом. Сперва определяется решение чисто упругой задачи рассеяния фотоэлектронов, т.е. находится уравнение для распределения плотности потока фотоэлектронов по длинам пробега s в мишени $Q(s, \mu, \mu_1)$:

$$Q(s_{tr}, \mu, \mu_1) = \mu \frac{\sigma_{x \rightarrow e}}{2} \left[\exp\left(-\frac{\xi s_{tr}}{4}\right) - \frac{\beta}{4} \exp\left(-\frac{(1-x_2)}{(1-x_1)} s_{tr}\right) (3\mu_1^2 - 1) \right], \quad (1)$$

где $Q(s_{tr}, \mu, \mu_1)$ – плотность потока фотоэлектронов; $s_{tr} = s/l_{tr}$ – пробег фотоэлектронов в мишени, выраженный в длинах транспортного пробега l_{tr} ; μ, μ_1 – косинус полярного угла между направлением вылета фотоэлектронов и нормалью к поверхности мишени, и направлением зондирующего рентгеновского излучения и направлением вылета фотоэлектронов, соответственно; $\sigma_{x \rightarrow e}$ – сечение фотоэмиссии; β – параметр асимметрии сечения фотоэмиссии; x_l – коэффициенты разложения сечения упругого рассеяния электронов x_{el} в ряд по полиномам Лежандра.

Энергетический спектр фотоэлектронов определяется сверткой уравнения (1) и функции Ландау:

$$Q(\Delta, \mu, \mu_1) = \sum_{k=0}^{\infty} \mu l_{in} \frac{\sigma_{x \rightarrow e}}{4} \left[\frac{1}{\left(1 + \frac{\xi l_{in}}{4 l_{tr}}\right)^{k+1}} - \frac{\beta}{4} \frac{(3\mu_1^2 - 1)}{\left(1 + \frac{(1-x_2)l_{in}}{(1-x_1)l_{tr}}\right)^{k+1}} \right] x_{in}^k(\Delta), \quad (2)$$

где Δ – потери энергии; l_{in} – средняя длина свободного пробега электронов между двумя актами неупругого соударения; $x_{in}(\Delta)$ – нормированное дифференциальное сечение неупругого рассеяния электронов; $x_{in}^k(\Delta)$ – вероятность потери энергии в результате k последовательных актов неупругого рассеяния.

Методы восстановления сечений $x_{in}(\Delta)$ из экспериментальных данных представлены в [2].

При воздействии гелиевой плазмы на вольфрамовую или молибденовую поверхность могут образовываться наноструктуры – вольфрамовый или молибденовый «пух». Появление «пуха» наблюдалось на линейных симуляторах и токамаках при воздействии гелиевой плазмы с параметрами, ожидаемыми в ИТЭР (доза $\sim 10^{20} - 10^{21} \text{ см}^{-2}$; $T \sim 1000 - 2000 \text{ К}$; энергия ионов $\sim 20 - 200 \text{ эВ}$). Образование пуха на обращенной к плазме поверхности приводит к значительным изменениям ее взаимодействия с плазмой, например, способствует зажиганию дуг. Пух представляет структуру, состоящую из переплетённых нановолокон вольфрама, внутри которых содержатся гелиевые пузырьки. Установлено, что плотность пуха составляет 6 % от плотности вольфрама.

Для описания потерь энергии электронов в вольфраме необходимо использовать модель твердого тела, учитывающую различия процессов потерь энергии в однородном массиве, удаленном от поверхности (bulk) $x_{inB}(\Delta)$, и в приповерхностной области (surface) $x_{inS}(\Delta)$. На рис. 1 представлен вид дифференциальных сечений $x_{inB}(\Delta)$ и $x_{inS}(\Delta)$ для вольфрама. Одна из задач, решаемых в данной работе, заключается в том, чтобы установить, различаются ли процессы потерь энергии электронов в вольфраме и вольфрамовом «пухе», т.е. возможно ли говорить о различных аллотропных видах вольфрама.

При воздействии гелиевой плазмы на образцы W наблюдается рост карбида WC в количестве 12 % (рис. 2). На образцах Mo прослеживается рост слоя бикарбида с увеличением длительности плазменной обработки. PES анализ образцов W не показал изменения аллотропного вида вольфрама в образованиях типа «пух». Аналогичный результат получен и при интерпретации спектров молибдена.

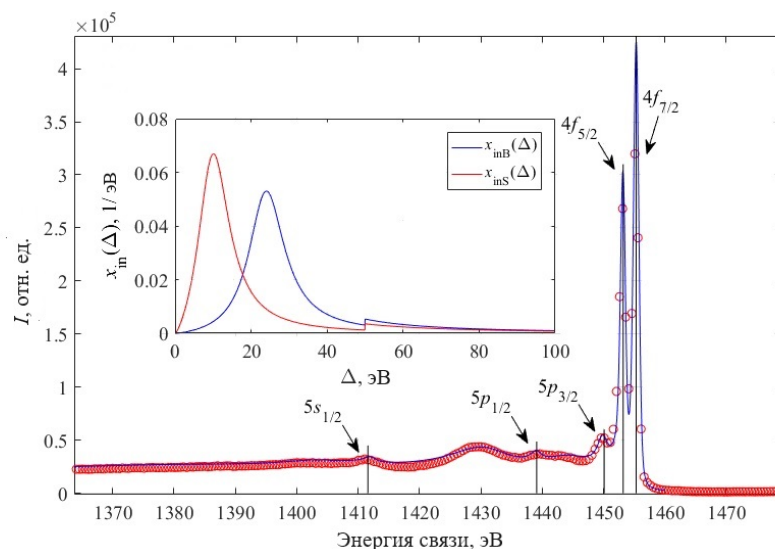


Рис. 1. РФЭС спектр 4f линии вольфрама. Кружки – эксперимент; линия – расчет по формуле (2) с учетом потерь энергии электронов в приповерхностном слое

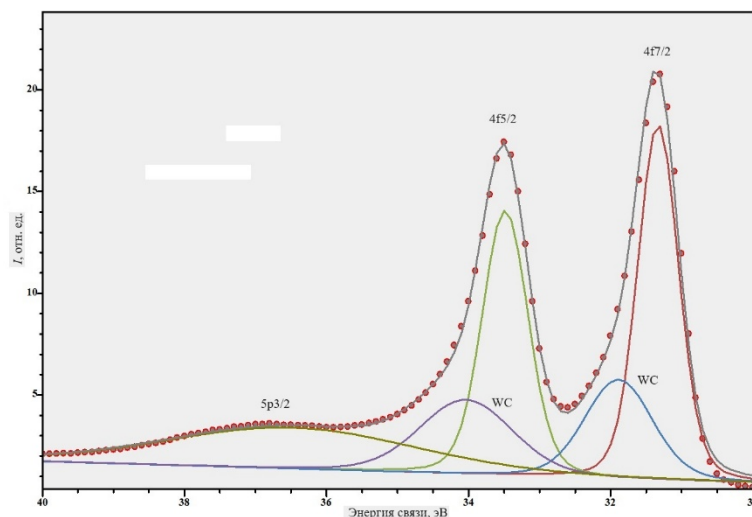


Рис. 2. РФЭС спектр 4f линии вольфрамового «пуха», снятый с высоким разрешением

Исследование проведено в Национальном исследовательском университете «МЭИ» при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках государственного задания № FSWF-2023-0016.

[1] В.П. Будаев и др., ВАНТ Сер. Термоядерный синтез 40 (2017) 23.

[2] V.P. Afanas'ev, A.S. Gryazev, D.S. Efremenko, P.S. Kaplya, Vacuum 136 (2017) 146.

ON THE QUANTITATIVE SURFACE ANALYSIS OF Au-Pd STRIPED FILMS USING GRAZING ANGLE ION SCATTERING SPECTROSCOPY

N.E. Efimov¹, D.N. Sinelnikov¹, D.V. Kolodko^{1,2}, M.V. Grishaev¹, I.A. Nikitin¹,
A.S. Mosiakova¹

¹*National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute),
115409 Kashirskoe shosse 31, Moscow, Russia, NEEfimov@mephi.ru*

²*Kotel'nikov Institute of Radio Engineering and Electronics (Fryazino Branch), Russian
Academy of Sciences, 141190, Russian Federation, Fryazino, Moscow oblast*

Modern advances in surface science have had a profound impact on numerous scientific disciplines and technological innovations. The study of the physical and chemical properties of surfaces and interfaces plays a central role in understanding and controlling processes at the atomic and molecular scales. Significant progress in surface functionalization has unlocked new opportunities in fields such as catalysis, nanotechnology, and materials science. The ability to engineer surface properties at the nanoscale has enabled the creation of highly efficient catalysts, advanced sensors, and materials with unique electronic, optical, and mechanical properties. The development of methods for analyzing thin films and nanostructures has greatly enhanced understanding of the novel properties that emerge at scales ranging from a few to several hundred nanometers.

Low-energy ion scattering spectroscopy (LEIS) is a highly surface-sensitive analytical technique, capable of determining the elemental composition and structure of the outermost atomic layer [1]. This method finds wide application in fields that rely on the functionality of thin films, including semiconductors [2], ceria-based [3] and perovskite-based [4] solid oxide fuel cells, metal catalysts [5], and self-passivating alloys [6, 7]. Typically, it involves directing a narrow, monoenergetic beam of noble gas ions with specific energy onto the target surface at a specific angle of incidence. The analysis is provided by the energy spectra of ions scattered at the specific angle of reflection, as the position of the peaks for elastic scattering are determined by the initial beam, the scattering angle and the masses of the target atoms.

In this study, various quantification approaches of experimental LEIS spectra were compared using Ne⁺ and Ar⁺ with the initial energies in range of 11-15 keV scattered at an angle of 32° from Au-Pd films with well-defined relative surface concentrations. The choice of Au-Pd films is justified by several factors. First, some of the methods used must account for positive charge fraction, which remain largely unknown for many elements and are

challenging to model accurately. However, as noble metals, gold and palladium are resistant to oxidation under normal conditions. Furthermore, the peaks resulting from the elastic scattering of noble gas ions in grazing incidence geometries are closely spaced in the energy spectrum. Consequently, given that charge fraction is not highly sensitive to energy [8], it can be reasonably assumed that the charge fractions for Au and Pd are comparable. Similar reasoning regarding ion fraction can be found in [3]. Secondly, gold-palladium materials attract significant attention due to their distinctive physical and chemical properties, which enable their use in a broad spectrum of applications, ranging from catalytic converters in heterogeneous catalysis to advanced electronic devices.

The study was performed on the «Crocodile» facility, described in [6]. The scheme of the experiment is shown in fig. 1. The Au and Pd were deposited on the silicon wafer due to its relatively low roughness with thin intermediate nickel layer for better adhesion. The palladium film on Si was coated with photoresist and exposed to form a pattern of rectangle stripes with a width of $24\text{ }\mu\text{m}$ equal to the distance between them. Next, a layer of gold was deposited on the obtained mask using electron beam evaporation and finally the photoresist was removed, leaving a pattern of alternating strips of palladium and gold on the surface, with gold acting as the steps and palladium as the substrate. The image of the sample surface is shown in fig. 2.

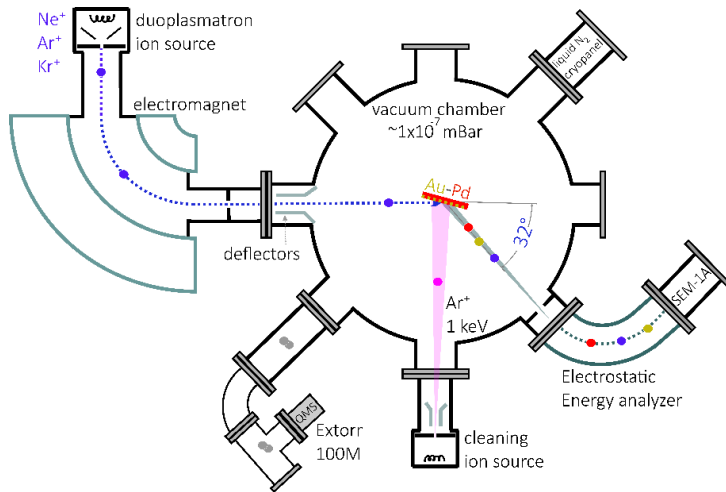


Fig. 1. The scheme of the experiment

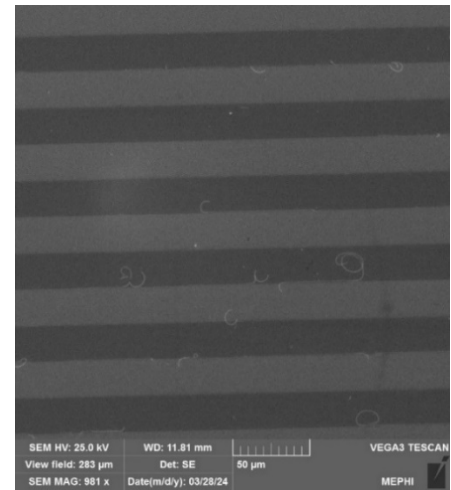


Fig. 2. Image of Au-Pd stripes, measured by a «Tescan Vega 3» scanning electron microscope

Typical spectra for Ne^+ and Ar^+ are shown in fig. 3. As observed, despite the small energy difference, the peaks for Au and Pd are fairly well resolved, though a separation procedure using semi-reference spectra as suggested in [6] remains necessary. In addition to these peaks, a signal associated with scattering on Ni is detected, likely due to a small area of

the sample being covered by the fasteners of the target holder during palladium film deposition. A peak corresponding to oxygen scattering is also evident. The presence of oxygen is attributed to residual vacuum water deposition. The sensitivity to oxygen is supposed to be higher compared to Pd and Au due to its greater electronegativity, which may influence the positive charge fraction coefficient.

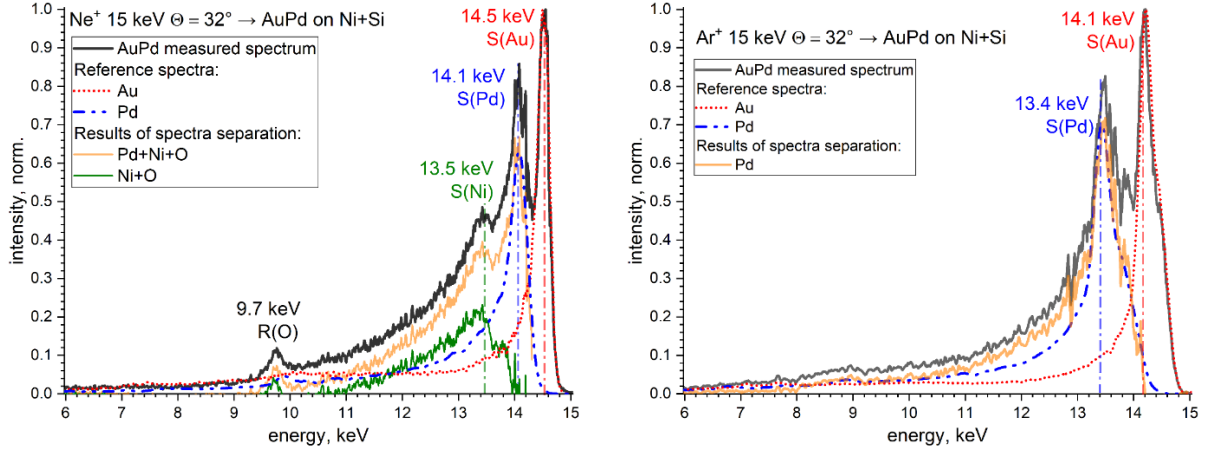


Fig. 3. Experimental energy spectra of Ne⁺ (left) and Ar⁺ (right) with initial energy 15 keV scattered at an angle of 32° on AuPd striped film (black solid line), on reference Au (red dotted line) and Pd (blue dashed line) targets

To distinguish the peaks of gold, palladium, and nickel, semi-reference spectra for Ne⁺ scattering on palladium and gold in the same experimental geometry were used. During this process, the semi-reference spectrum of gold was normalized to the gold peak in the AuPd sample spectrum. The normalized spectrum was subsequently subtracted from the sample spectrum, isolating the signal primarily from Ne⁺ scattering on palladium, nickel, and oxygen (orange line in fig. 3). This procedure was then repeated for the resulting signal using the semi-reference spectrum of palladium, which allowed the isolation of a signal predominantly from nickel and oxygen (green line in fig. 3). Finally, to provide quantitative assessments in semi-reference approach the maximum of the separated elastic peaks were normalized to the corresponding differential scattering cross-sections, calculated for ZBL screened potential (not shown in figure). A similar algorithm was performed for Ar⁺ particles, as shown in the right part of fig. 3.

Quantification of experimental spectra was also performed by semi-empirical Nelson's fitting as suggested in [7, 9] combined with normalization by the cross-section and finally by the reference samples, which allow not to consider elemental sensitivity factors, as advised in [1]. These three procedures were applied to experimental spectra for several similar AuPd striped samples. As a result, the following concentration estimates were obtained: for semi-reference approach with Ar⁺ beam calculated Au concentration averaged by 7 spectra is

48 % $\pm$ 1 %, for Ne⁺ beam 58 % $\pm$ 6 %. In case of semi-empirical approach with Ar⁺ beam calculated average Au concentration is 51 % $\pm$ 6 %, for Ne⁺ beam 56 % $\pm$ 7 %. Finally, according to reference samples, the concentration of Au for Ar⁺ beam is 60 %, for Ne⁺ beam – 56 %.

The following conclusions can be made. Firstly, all approaches showed error in Au concentration below 10 %. Secondly, there is a spread in results for different spectra from one sample due to the influence of signal's noise and changes in surface condition during analysis. For Ar⁺ beam the spread is on average lower than for Ne⁺. Thirdly, for Ne⁺ semi-reference and reference approaches have not shown sufficient difference in accuracy. From general considerations it seems that the accuracy of the reference method should be higher, since it does not rely on the approximation of low influence of the charge fraction. In practice, it turned out that measuring the spectrum from references with the same incident ion beam current is a very non-trivial task, and even small fluctuations introduce errors into the final estimates. Thus, the reference approach makes sense only in case of highly stable diagnostic beam for samples of similar roughness. Finally, despite the semi-reference approach showing the best results, it should be considered that its accuracy very much depends on the shape of the spectrum and shows fine accuracy only if the elastic part is well resolved. Overall, LEIS can be used for quantitative assessments, but the achievable accuracy depends on the specific case and the chosen quantification method.

- [1] Cushman C.V., Br uner P., Zakel J., Major G.H., Lunt B.M., Smith N.J., Grehl T., Linford M.R. Low energy ion scattering (LEIS). A practical introduction to its theory, instrumentation, and applications // *Anal Methods*. 2016. Vol. 8, № 17. P. 3419–3439. <https://doi.org/10.1039/C6AY00765A>.
- [2] Dittmar K., Triyoso D.H., Erben E., Metzger J., Binder R., Brongersma H.H., Weisheit M., Engelmann H.-J. The application of low energy ion scattering spectroscopy (LEIS) in sub 28-nm CMOS technology // *Surf. Interface Anal.* 2017. Vol. 49, № 12. P. 1175–1186. <https://doi.org/10.1002/sia.6312>.
- [3] Scanlon P. Surface composition of ceramic CeGd–oxide // *Solid State Ion.* 1998. Vol. 112, № 1–2. P. 123–130. [https://doi.org/10.1016/S0167-2738\(98\)00198-2](https://doi.org/10.1016/S0167-2738(98)00198-2).
- [4] Druce J. et al. Surface termination and subsurface restructuring of perovskite-based solid oxide electrode materials // *Energy Env. Sci.* 2014. Vol. 7, № 11. P. 3593–3599. <https://doi.org/10.1039/C4EE01497A>.
- [5] Brongersma H.H., Grehl T., Schofield E.R., Smith R.A.P., Ter Veen H.R.J. Analysis of the Outer Surface of Platinum-Gold Catalysts by Low-Energy Ion Scattering: Improved resolution allows selective analysis of mixed metal systems // *Platin. Met. Rev.* 2010. Vol. 54, № 2. P. 81–87. <https://doi.org/10.1595/147106710X494358>.
- [6] Efimov N., Sinelnikov D., Grishaev M., Nikitin I., Wang Y., Harutyunyan Z., Gasparyan Y. On the possibility of quantitative W-Cr-Y analysis by grazing ion-surface scattering spectroscopy // *Nucl. Instrum.*

Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. Mater. At. 2024. Vol. 546. P. 165177.
<https://doi.org/10.1016/j.nimb.2023.165177>.

- [7] Koslowski H.R., Schmitz J., Linsmeier Ch. Temporally resolved LEIS measurements of Cr segregation after preferential sputtering of WCrY alloy // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. Mater. At. 2020. Vol. 479. P. 42–46. <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2020.06.005>.
- [8] Holeňák R., Lohmann S., Sekula F., Primetzhofer D. Simultaneous assessment of energy, charge state and angular distribution for medium energy ions interacting with ultra-thin self-supporting targets: A time-of-flight approach // Vacuum. 2021. Vol. 185. P. 109988. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2020.109988>.
- [9] Young V.Y., Hoflund G.B., Miller A.C. A model for analysis and quantification of ion scattering spectroscopy data // Surf. Sci. 1990. Vol. 235, № 1. P. 60–66. [https://doi.org/10.1016/0039-6028\(90\)90106-I](https://doi.org/10.1016/0039-6028(90)90106-I).

ANALYSIS OF ADSORBED PROTIUM AND DEUTERIUM USING SCATTERED AND RECOILED IONS

I.A. Nikitin, D.N. Sinelnikov, N.E. Efimov, M.V. Grishaev

National Research Nuclear University MEPhI, Kashirskoe shosse, 31, Moscow, Russia

e-mail: iv.an.nikitin@mail.ru

Interaction of hydrogen isotopes with various materials is a critical issue for hydrogen energy applications and future fusion devices. There are strict restrictions on amounts of retained tritium in plasma facing materials. Therefore new hydrogen sensitive methods of surface analysis are under development. Each of these techniques has its own unique applications, determined by their specific parameters.

Low energy ion scattering (LEIS) spectroscopy is one of such methods with an extremely high surface sensitivity [1]. It is based on the scattering of noble gas ions in keV energy range on an investigated target, followed by the analysis of scattered particles energy spectra. If the angle between the direction of the primary particle beam and the direction from the target to the energy analyzer (scattering angle) is less than 90° , recoiled particles from the sample can be also detected. This technique is known as direct recoil spectroscopy (DRS) [2]. It allows to analyze light elements on the surface, even down to hydrogen isotopes. Combination of sensitivity to hydrogen isotopes and the ability to provide information about the first monolayers of a sample makes LEIS and DRS unique instruments in surface analysis. LEIS and DRS can be applied not only for qualitative analysis of the first monolayers but also for quantitative analysis.

LEIS and DRS are realized on the «Large Mass-Monochromator «MEPhI»» facility. This installation is described in detail in [3]. The scattering angle is 32° , the energy of primary particles can be varied in the range of 5-25 keV. Energy spectra are obtained using a quarter-spherical electrostatic analyser. Ions of noble gases, hydrogen, nitrogen can be used as primary particles.

We used the scattering of Ar^+ ions on tungsten because, if Ne^+ is used, the position of recoiled deuterium would be approximately the same as the position of recoiled W^+ . Initially, only peaks of Ar^+ scattered from W and recoiled H^+ were observed (fig. 1a). In some studies, such as [4, 5], deuterium was observed using DRS after exposing a metallic sample to D_2 at pressure up to 4×10^{-7} Torr. However, we could not obtain a resolvable peak of recoiled deuterium even after exposing the tungsten sample to D_2 at pressure of 1×10^{-4} Torr for an hour.

Another way to obtain spectra with both protium and deuterium peaks is to use vaporous D_2O adsorption. Earlier the use of LEIS and DRS for analyzing adsorbed water layers was demonstrated in [6]. However, H_2O , which can not be distinguished with water adsorbed from the residual gas, was used in that case. In our experiments heavy water was puffed into the installation by evaporating liquid D_2O in vacuum. Under normal conditions deuterium was not visible in energy spectra, so we cooled the target. This led to the appearance of the deuterium peak, but if the sample was kept at a low temperature for a long time, the entire surface was covered with water and we observed only broad peaks of recoiled hydrogen and oxygen (fig. 1 b). These broad peaks can be explained by the formation of water layer on the surface, in which multiple scattering takes place.

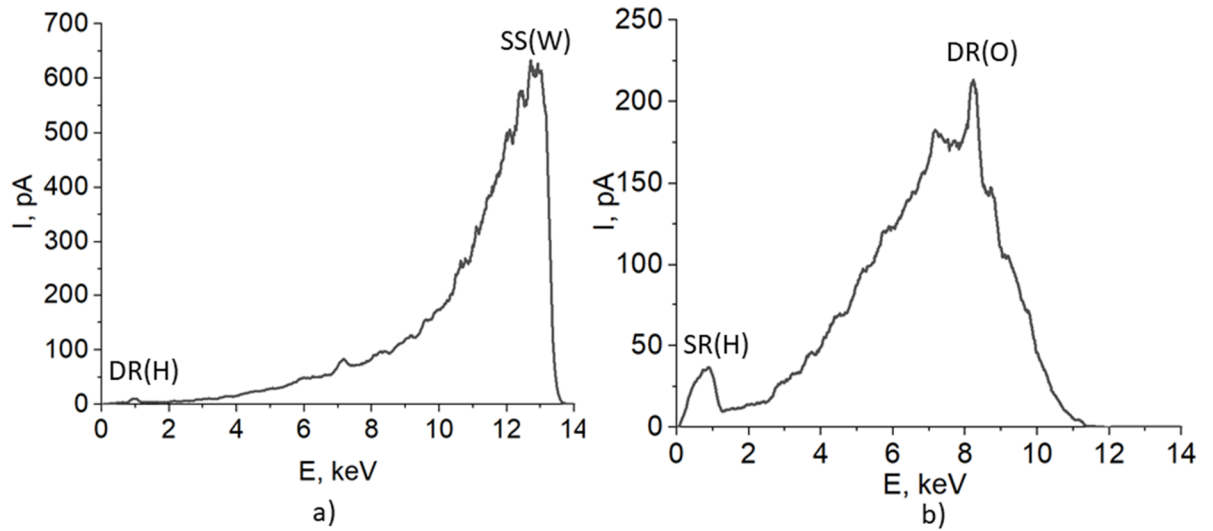


Fig. 1. a) Energy spectrum of Ar^+ , $E_0 = 14 \text{ keV}$, scattering angle 32° scattered from W (SS – single scattering, DR – direct recoiling); b) Energy spectrum after target icing (SR –surface recoiling)

At the initial stage of D_2O adsorption without cooling the protium peak becomes lower, but there is no resolvable peak of deuterium. This can be explained by two times lower cross-section for recoiled deuterium. As a result, the contribution of detected deuterium to the spectrum is comparable with noise and we do not see the peak. In fig. 2 the time dependence of measured spectra is demonstrated, with time measured from the start of cooling the target. The pressure of D_2O was about $1e-5$ Torr. Over time, the protium peak decreases and the deuterium peak increases due to the exchange between H_2O and D_2O . After turning off the heavy water injection (at 33 minutes) the deuterium peak quickly decreases and the protium peak returns to its initial intensity due to the sputtering of heavy water by the ion beam and the adsorption of H_2O from the residual gas. If we calculate maximal relative concentration of deuterium, taking into account cross-sections and the influence of the energy analyzer, we obtain the deuterium to protium ratio of 3:2.

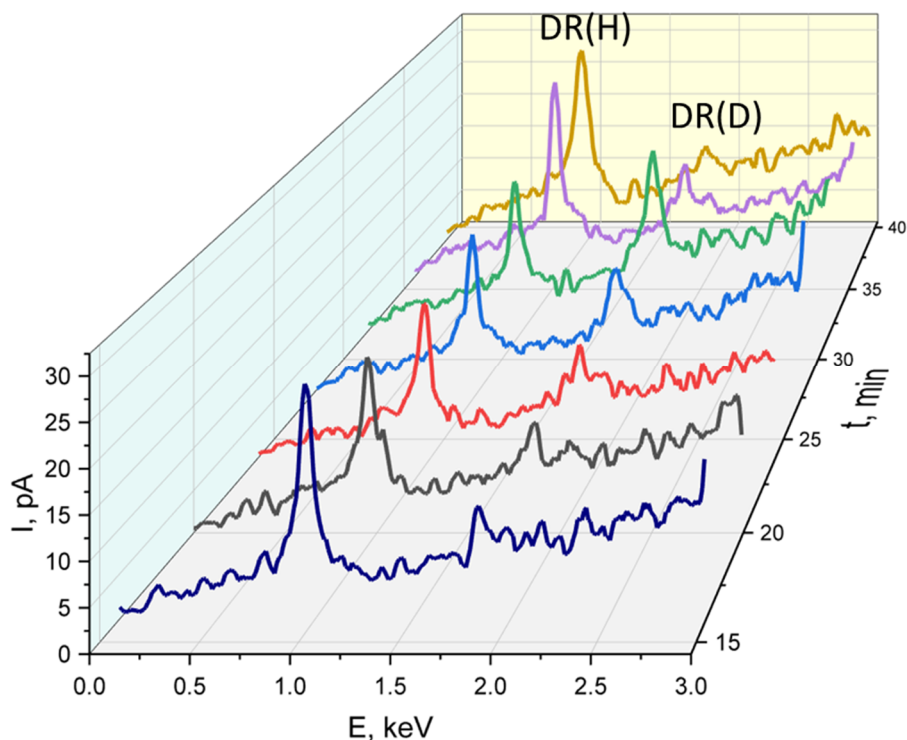


Fig. 2. Energy spectra of direct recoiled protium and deuterium in dependence of target cooling time

So, DRS spectra with deuterium and protium peaks can be obtained using heavy water vapor injection and cooled target. This demonstrates the sensitivity of DRS to hydrogen isotopes and can be applied to determine optimal experimental conditions for detecting gaseous hydrogen adsorbed on surfaces using DRS.

- [1] H.H. Brongersma, M. Draxler, M. de Ridder, P. Bauer Surface composition analysis by low-energy ion scattering, *Surface Science Reports* 62 (2007) 63–109. doi: 10.1016/j.surfrep.2006.12.002
- [2] J. Wayne Rabalais Direct recoil spectrometry, *Critical Reviews in Solid State and Material Sciences*, 14:4, (1988), 319-376, DOI: 10.1080/10408438808242607
- [3] D. Bulgadaryan, D. Kolodko, V. Kurnaev, D. Sinelnikov, Facility and the method for MEIS analysis of layers redeposited in plasma devices, *J. Phys. Conf. Ser.* 748 (1) (2016). DOI: 10.1088/1742-6596/748/1/012016
- [4] Zachary A. Piazza, Robert D. Kolasinski, Muthali Ajmalghan, Etienne A. Hodille, Yves Ferro Predictive Atomistic Model for Hydrogen Adsorption on Metal Surfaces: Comparison with Low-Energy Ion Beam Analysis on Tungsten, *The journal of physical chemistry* 125 (2021) p.16091-16092. DOI: 10.1021/acs.jpcc.1c01068
- [5] I. Kambali, D.J. O'Connor, M.J. Gladys, M.A. Karolewski Determination of deuterium adsorption site on palladium(1 0 0) using low energy ion recoil spectroscopy, *Applied Surface Science*, 254 (2008) 4245–4250. DOI: 10.1016/j.apsusc.2008.01.037
- [6] N.V. Mamedov, D.N. Sinelnikov, V.A. Kurnaev, D.V. Kolodko, I.A. Sorokin, LEIS analysis of the W surface during water vapor adsorption, *Vacuum*, Vol. 148, 2018, P. 248-253, <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2017.11.026>.

**ЗАКОНОМЕРНОСТИ ПОВЕРХНОСТНОЙ ИОНИЗАЦИИ НЕКОТОРЫХ
СИНТЕТИЧЕСКИХ ПРОИЗВОДНЫХ МЕТКАТИНОНА
SURFACE IONIZATION REGULARITIES OF SOME SYNTHETIC DERIVATIVES
OF METHCATHINONE**

Ш.М. Ахмедов¹, У. Хасанов¹, С.С. Исхакова¹, Ш.Дж. Ахуннов¹, Т.Х. Эрова¹,
Б.Ш. Касимов^{1,2}, Д.Т. Усманов¹
Sh.M. Akhmedov¹, U. Khasanov¹, S.S. Iskhakova¹, Sh.Dj. Akhunov¹, T.Kh. Erova¹,
B.Sh. Kasimov^{1,2}, D.T. Usmanov¹

¹*Институт ионно-плазменных и лазерных технологий, АН РУз, Ташкент, Узбекистан*

**e-mail: sherzod_in@mail.ru*

²*Белорусско-узбекский межотраслевой институт прикладных технических
квалификаций, Ташкент, Узбекистан*

In this thesis, the surface ionization mass spectra of synthetic methcathinone derivatives – 4-methylmethcathinone (4-MMC) and 4-chloromethcathinone (4-CMC) – were analyzed. The study was conducted on an oxidized tungsten surface under high vacuum conditions. The mass spectra identified ions $[M-H]^+$, $[M-R]^+$, and $[M-R-2nH]^+$, with their formation concluded to be based on dehydrogenation reactions associated with the adsorption of nitrogen and oxygen heteroatoms in the molecules.

Меткатинон и его синтетические производные, широко известные как новые психотропные вещества, привлекают значительное внимание благодаря своим физико-химическим свойствам, что делает их важной темой исследований в области методов анализа веществ. Изучение этих соединений с помощью масс-спектрометрии поверхностной ионизации (ПИМС) позволяет анализировать взаимодействие молекул с поверхностью, химические реакции и эффективность ионизации. Исследование направлено на выявление закономерностей поверхностной ионизации производных меткатинона, а также на понимание роли гетероатомов (азота и кислорода) в процессе ионизации. В данном тезисе анализируются масс-спектры поверхностной ионизации 4-метилметкатинона (4-ММК) и 4-хлорметкатинона (4-ХМК), а также сообщается о результатах их гетерогенных химических реакций.

Масс-спектры поверхностной ионизации производных меткатинона были получены на поверхности окисленного вольфрама в режиме «положительных ионов»

масс-спектрометра в условиях высокого вакуума [1]. В исследовании использовались конфискованные образцы, чистота которых, согласно хроматографическому анализу, составила около 98 %. Эмиссионные и каталитические свойства эмиттера, а также электронная плотность гетероатомов в молекулах исследовались как ключевые факторы, влияющие на эффективность ионизации.

Масс-спектры ПИ 4-ММК и 4-ХМК содержат меньше линий по сравнению с масс-спектрами электронного удара (ЭУ), предоставляя больше информации в области квазимолекулярных масс. В масс-спектрах были идентифицированы ионы, образованные в результате гетерогенных реакций – $[M-H]^+$, $[M-R]^+$ и $[M-R-2nH]^+$. Эти ионы возникают в результате отщепления атомов водорода и радикалов, а также ароматизации кольца в адсорбционном слое на нагретой поверхности эмиттера [2-3].

Для 4-ММК основная линия ионов наблюдается при $m/z = 119$, а для 4-ХМК – при $m/z = 139$ (137); эти ионы классифицируются как радикальные ионы. Хотя пути фрагментации в процессах ЭУ и ПИ схожи, масс-спектры ПИ отличаются отсутствием линий ионов типа $[M-H-2nH]^+$, что отличает их от спектров ЭУ.

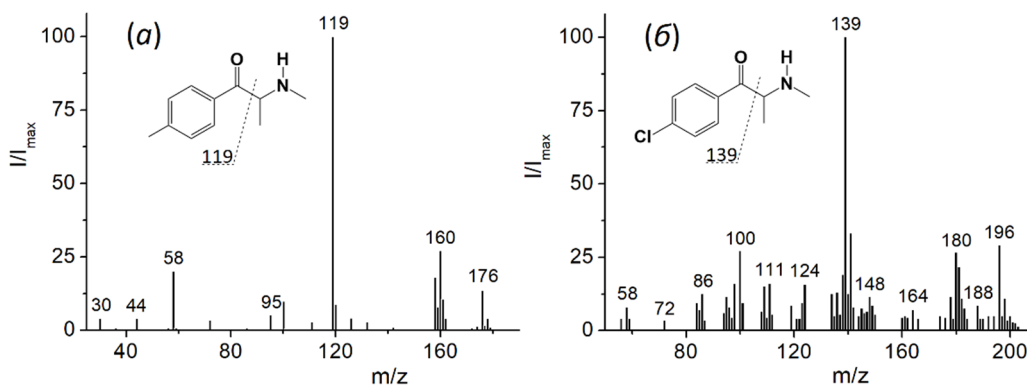


Рис. 1. Масс-спектры: (а) – 4-ММК $T_{эм} = 900$ К, $T_{яч} = 350$ К, (б) – 4-ХМК $T_{эм} = 1000$ К, $T_{яч} = 360$ К

Молекулы производных меткатинона содержат гетероатомы азота и кислорода, которые направляют реакции дегидрирования по двум различным каналам – аминному (через азот) и ароильному (через кислород) — во время адсорбции. Для 4-ММК при адсорбции через азот происходит отщепление до трех атомов водорода, тогда как при адсорбции через кислород — одного атома водорода. Для 4-ХМК с учетом изотопов хлора наблюдаются линии ионов при $m/z = 196$ (198) и $m/z = 194$ (196) (рис. 1).

Схемы реакций дегидрирования (для 4-ММК и 4-ХМК) показывают, что эти процессы протекают по двум каналам в зависимости от центров адсорбции молекул.

При адсорбции через азот степень дегидрирования выше, что сопровождается большим отщеплением атомов водорода.

Интенсивность линий ионов $[M-H]^+$ в масс-спектрах ПИ варьируется от 5 % до 20 % относительно основных линий. Максимумы этих линий ионов наблюдаются при высоких температурах эмиттера (примерно 1020 К), что связано с физико-химическими свойствами молекул и каталитической активностью эмиттера.

Масс-спектры поверхностной ионизации синтетических производных меткатинона – 4-ММК и 4-ХМК – отражают сложные процессы гетерогенного дегидрирования и диссоциации. Гетероатомы азота и кислорода оказывают значительное влияние на эффективность ионизации и пути фрагментации. Результаты исследования создают важную основу для понимания закономерностей поверхностной ионизации органических соединений и их применения в разработке газоаналитических приборов. Дальнейшие исследования влияния атмосферного воздуха на свойства эмиттера и процессы ионизации могут привести к обнаружению новых закономерностей, не наблюдаемых в вакуумных условиях.

- [1] Sh.Dj. Akhunov, K.B. Ashurov, Sh.M. Axmedov, B.Sh. Kasimov, V. Rotshteyn, A.Sh. Radjabov, D.T. Usmanov, Eur. Jour. of Mass Spec.. 27 (2021) 29-38.
- [2] Э.Я. Зандберг, У.Х. Расулев, Успехи химии. 51.9 (1982). 1425-1446.
- [3] D.T. Usmanov, U. Khasanov, U.K. Rasulev, Chem. of nat. com. 39 (2003) 489-494

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФИЗИЧЕСКОГО СВОЙСТВА ТОНКИХ
ТРЕХКОМПОНЕНТНЫХ ПЛЁНОК CdMgTe НА ПОВЕРХНОСТИ CdTe(111)
ПРИ ИМПЛАНТАЦИИ ИОНОВ Mg
DETERMINATION OF PHYSICAL PROPERTIES OF THIN THREE-COMPONENT
CdMgTe FILMS ON THE CdTe(111) SURFACE WITH Mg ION IMPLANTATION**

А.А. Абдувайитов, Б.Е.Умирзаков, Х.Х.Болтаев, Х. Шамаев, И.К.Кодирова,
Д. Расулова

A.A. Abduvayitov, B.E.Umirzakov, Kh.Kh.Boltaev, X. Shamayev, I.K.Kodirova,
D. Rasulova.

*Ташкентский государственный технический университет им. Ислама Каримова,
Ташкент, 100095 Узбекистан*

The composition, densities of state of electrons in the valence band, and parameters of energy bands of ultrathin CdMgTe layers created on the surface of single-crystal CdTe(111) will be studied by implantation with Mg^{+} ions with energies $E_0 = 1$ keV with different doses $D \approx 2 \cdot 10^{15} - 6 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ using the methods of Auger electron spectroscopy, photoelectron spectroscopy, and energy dependences of secondary electron emission coefficients in this article. After heating at $T = 900$ K CdTe (111) implanted with Mg^{+} ions at $D = 6 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$, a $Cd_{0.6}Mg_{0.4}Te$ film with a thickness of $40 \text{ \AA}$ is formed. For this film, the value of E_g is ~ 2.1 eV.

В последнее 15-20 лет активно изучаются полупроводниковые наноструктуры созданные основе бинарных полупроводников типа A^2B^6 обладающие специфическими эмиссионными, оптическими, магнитными и транспортными свойствами [1-3]. В частности, тонкие пленки оксида CdTe имеют несколько практических применений; например, при производстве высокоэффективных солнечных элементов [4-10]. Целью данной работы является получение ультратонких слоев CdMgTe на поверхности монокристаллического CdTe (111) имплантацией ионов Mg^{+} и изучение их состава и электронной структуры.

Образцы устанавливали в сверхвысоковакуумный прибор, который состоит из двух отсеков. В первом отсеке проводили отжиг, термическое окисление и ионную бомбардировку. Во втором исследовали состав, плотность состояния валентных электронов, зонно-энергетические параметры эмиссионные и оптические свойства.

В качестве объектов исследования использованы хорошо полированные и обработанные в травителе монокристаллы CdTe(111) n-типа с толщиной 0,6 мм. Основные исследования проводили при вакууме не хуже 10^{-7} Па с использованием методов ЭОС, ФЭС и измерением энергетической зависимости коэффициента упруго-отражённых электронов R. Перед ионной имплантацией CdTe обезгаживался прогревом до $T = 1100$ К в течение 3 часов в сочетании с мягким травлением поверхности ионами Ag^+ при вакууме 10^{-7} Па. Имплантация ионов Mg^+ проводилась с $E_0 = 1$ кэВ разными дозами.

Перед ионной имплантацией CdTe обезгаживался прогревом до $T = 1100$ К в течение 3 часов в сочетании с мягким травлением поверхности ионами Ag^+ при вакууме 10^{-7} Па. При этом поверхностная концентрация углерода уменьшалась до $\sim 0,5$ -1 ат. %, кислорода – до 0,5 ат. %, а серы – до 0 ат. % (в пределах чувствительности оже-спектрометра). Имплантация ионов Mg^+ проводилась с $E_0 = 1$ кэВ разными дозами. В интервале $D \approx 10^{14}$ - $2 \cdot 10^{15}$ см $^{-2}$ с ростом дозы ионов наблюдалось обогащение поверхности атомами Te (до 60-65 ат. %). Начиная с $D \approx 5 \cdot 10^{15}$ см $^{-2}$ наблюдалось обогащение поверхности атомами Mg, Cd и уменьшение концентрации Te. Эти изменения происходили до $D = 5 \cdot 10^{16}$ см $^{-2}$. Затем с ростом дозы ионов поверхностные концентрации Mg, Cd и Te практически не изменяются: $C_{Mg} = \sim 44$ ат. %, $C_{Te} = 20$ ат. %, $C_{Cd} = 36$ ат. %. При этом частично (~ 2 -30 ат. %) образовались соединения типа Cd – Mg и Cd – Mg – Te.

При $D \geq 5 \cdot 10^{15}$ см $^{-2}$ разложение CdTe сопровождается интенсивным испарением атомов Te и обогащением приповерхностных слоев атомами металлов. При дозе насыщения $(4-6) \cdot 10^{16}$ см $^{-2}$ в спектре в основном содержатся пики, характерные для Mg и Mg+Cd, т.е. происходит «металлизация» поверхности, а значение E_g приближается к нулю (см. табл. 1). При этом начало спектра CdTe смещается в сторону больших энергий на 1,5-1,8 эВ, в нем практически исчезают все особенности, относящиеся к подложке, и появляются новые особенности. Эти изменения в основном могут быть связаны с аморфизацией поверхностных слоев, образованием интерметаллических соединений типа Mg+Cd и наличием избыточных атомов Mg. После прогрева при $T = 900$ К в течение 40 мин CdTe, имплантированного ионами Mg^+ при $D = D_n$ образовалось трёхкомпонентное соединение с примерным составом $Cd_{0.6}Mg_{0.4}Te$ толщиной ~ 35 -40 Å, в спектре появлялись новые пики характерные для соединения типа Cd + Mg + Te.

В табл. 1 приведены энергетические положения пиков и возможные причины их появления для пленки CdTe, имплантированного ионами Mg^+ с $E_0 = 1$ кэВ и разными дозами. Из табл. 1 видно, что после ионной имплантации с $D = 6 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ основные пики спектра образуются вследствие гибридизации энергетических уровней валентных электронов Mg и Cd. Поэтому в данном случае начало спектра, т.е. положение E_v смещается на ~ 2 эВ в сторону больших энергий. После прогрева формируется широкозонный полупроводник типа $Cd_{0.6}Mg_{0.4}Te$.

Табл. 1 Значение энергии $E_{св}$ основных пиков наблюдаемых на спектре фотоэлектронов и их интерпретация

Исследуемый объект	Энергетические положения пиков, эВ	Возможные механизмы их появления (интерпретация)	Свойства поверхностного слоя
CdTe (111)	– 0,5 – 1,1 – 3,2 – 4,5	SS 5s Cd 5s Cd + 5p Te 5p Te	полупроводник
$Mg^+ \rightarrow CdTe$ $E_0 = 1$ кэВ $D = 2 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$	+ 1,5 + 0,5 – 0,2 – 2,4 – 4,3 – 6,1	узкая n-тип зона узкая p-тип зона 3s Mg + 5p Te 3s Mg + 5p Te + 5p Te 5p Te 5p Te + 5s Te	вырожденный полупроводник
$Mg^+ \rightarrow CdTe$ $E_0 = 1$ кэВ $D = 6 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$	– 0,6 – 1,8 – 4,1 – 7,3	3s Mg 3s Mg + 5s Cd + 5p Te 5s Cd 4d Cd	металл
$Mg^+ \rightarrow CdTe$ $T = 900$ К $Cd_{0.6}Mg_{0.4}Te$	– 1,3 – 2,1 – 4,7	3s Mg + 5p Te 3s Mg + 5s Cd + 5p Te 5s Cd + 5p Te	полупроводник

По КЭР фотоэлектронов определены основные параметры энергетических зон исследуемых пленок (см. табл. 2).

Табл. 2. Параметры энергетических зон исследуемых пленок

Параметры зон, эВ	Пленка CdTe	$Mg^+ \rightarrow CdTe$, $E_0 = 1$ кэВ, $D = 6 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$	$Cd_{0.6}Mg_{0.4}Te$
E_v	5,65	3,6	5,5
E_F	4,30	3,6	–
E_g	1,45	0,3	2,1
χ	4,20	3,6	3,4

Из табл. 2 видно, что после ионной имплантации значение E_g резко уменьшается, что объясняется разупорядочением приповерхностного слоя, образованием различных

дефектных уровней с большой плотностью в запрещенной зоне, обогащением поверхности атомами Mg и Cd. Здесь ширина запрещенной зоны определена условно, так как она очень близка к нулю. После прогрева этой системы формируется пленка $\text{Cd}_{0,6}\text{Mg}_{0,4}\text{Te}$ с толщиной $d \approx 40 \text{ \AA}$. Для этой пленки значение $E_g \approx 2,1 \text{ эВ}$. При увеличении толщины пленки до 80-100 $\text{\AA}$ значение E_g заметно не изменяется.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Впервые исследовано влияние имплантации ионов Mg^+ на состав и электронную структуру монокристаллических образцов CdTe.

2. Показано, что при дозах $D \leq 2 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ поверхностные слои пленок CdTe(111) обогащаются атомами Te, а при $D \geq 5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ – атомами Cd и Mg. При этом значение E_g CdTe уменьшается до 0,2 – 0,3 эВ.

3. После прогрева при $T = 900 \text{ К}$ CdTe (111), имплантированного ионами Mg^+ при $D = 6 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ формируются пленка $\text{Cd}_{0,6}\text{Mg}_{0,4}\text{Te}$ с толщиной 40 $\text{\AA}$. Для этой пленки значение E_g составляла $\sim 2.1 \text{ эВ}$.

- [1] Palomera R.C., Martínez O.S., Pantoja-Enriquez J., Mathews N.R., Reyes-Banda M.G., Krishnan B., Mathew X. Appl. Eng. 2017, 114, 1169–1175.
- [2] Alexandra M. Bothwell; Jennifer A. Drayton; Pascal Jundt; James R. Solar Cells 2019 IEEE 46th Photovoltaic Specialists Conference (PVSC) DOI: 10.1109/PVSC40753.2019.8980651
- [3] P. Bartolo-Pérez, J.L. Peña, and M.H. Farías, Rev. Mex. Fis. 44, 9 (1998).
- [4] W. Grieshaber, A. Haury, J. Cibert, Y. Merle d'Aubigne, A. Wasiela, J.A. Gaj. Phys. Rev. B, 53, 4891 (1996).
- [5] A.M. Kapitonov, U. Woggon, D. Kayser, D. Hommel, T. Itoh. J. Luminecs., 112, 177 (2005)
- [6] C. Drexler, C., V.V. Bel'kov, B. Ashkinadze, P. Olbrich, C. Zoth, V. Lechner, Ya.V. Terent'ev, D.R. Yakovlev, G. Karczewski, T. Wojtowicz, D. Schuh, W. Wegscheider, S.D. Ganichev. Appl. Phys. Lett., 97, 182 107 (2010).
- [7] В.Ф. Агекян, Е.В. Борисов, А.Ю. Серов, Н.Г. Философов, G. Karczewsk. Физика твердого тела, 2019, том 61, вып. 8. Стр.1523-1525. DOI: 10.21883/FTT.2019.08.47982.460
- [8] Б.Е. Умирзаков, Ж.Ш. Содикжанов, Д.А. Ташмухамедова, А.А. Абдувайитов, Э.А. Раббимов. Письма в Журнал технической физики, 2021, том 47, выпуск 12, стр.3–5
- [9] A.A. Abduvayitov, G. Imanova, D.A. Tashmukhamedova, Kh.Kh. Boltaev, B.E. Umirzakov. Scientific Herald of Uzhhorod University. Series "Physics", 2023, vol. 54, pp.27–35. DOI: 10.54919/physics/54.2023.27
- [10] A.A. Abduvaitov, G.T. Imanova, Kh.Kh. Boltaev, B.E. Umirzakov, D.A. Tashmukhamedova, G. Abdurakhmanov. Advanced Physical Research, 2024, Vol.6, No.1, pp. 36-41. <https://doi.org/10.62476/apr61.41>

**СОСТАВ И СТРУКТУРА СЛОЕВ CdBaTe, СОЗДАНЫХ
В ПРИПОВЕРХНОСТНОЙ ОБЛАСТИ CdTe ИМПЛАНТАЦИЕЙ ИОНОВ Ba⁺
COMPOSITION AND STRUCTURE OF CdBaTe laYERS CREATED
IN THE NEAR-SURFACE REGION OF CdTe BY IMPLANTATION
OF Ba⁺ IONS**

Б.Е. Умирзаков, Д.А. Ташмухамедова, А.А. Абдувайитов, Ж.Б. Хужаниёзов,
И.К. Кодирова, Х.Х. Болтаев

B.E. Umirzakov, D.A. Tashmukhamedova, A.A. Abduvayitov, J.B. Khuzhanyozov,
I.K. Kodirova, Kh.Kh. Boltayev

*Ташкентский государственный технический университет им. Ислама Каримова,
Ташкент, 100095 Узбекистан*

For the first time, using implantation of Ba⁺ ions of medium energies ($E_0 = 10\text{-}50$ keV) with subsequent annealing in the near-surface region of CdTe, buried layers of Cd_{0.5}Ba_{0.5}Te were obtained. It was shown that the band gap width E_g of this layer is ~ 1.32 eV. In this case, a three-layer heterostructure of the CdTe/Cd_{0.5}Ba_{0.5}Te/CdTe type is formed. By changing the energy of ions E_0 , it is possible to regulate the depth of formation and thickness of hidden three-component layers.

В последнее 15-20 лет активно изучаются полупроводниковые наноструктуры [1-3], созданные на основе бинарных полупроводников типа A^2B^6 обладающие специфическими эмиссионными, оптическими, магнитными и транспортными свойствами [4-6]. В частности, тонкие пленки оксида CdTe имеют несколько практических применений, например, при производстве высокоэффективных солнечных элементов [2, 3]. В последние годы для получения однородных наноразмерных многокомпонентных структур и слоев с заданными физическими свойствами на поверхности и приповерхностной области полупроводников и диэлектрических пленок эффективно используются метод ионной имплантации [5-7]. В данной работе методом ионной имплантации и последующим отжигом получены скрытые наноразмерные фазы и слои CdBaTe в CdTe и изучены их состав, структура и физические свойства.

В качестве объекта исследования использовались монокристаллические образцы CdTe(111). Все технологические операции (прогрев, имплантация) и исследования

состава и электронной структуры проводились) в одном и том же сверхвысоковакуумном приборе ($P \approx 10^{-7}$ Па) с использованием методов электронной оже-спектроскопии (ЭОС) и ультрафиолетовой фотоэлектронной спектроскопии (УФЭС). Исследование кристаллической структуры и параметры энергетических зон проводились рентгеновским дифрактометром (XRD-6100) и спектрофотометром типа UV-1280 (Shimadzu, Япония). Имплантация ионов Ba^{+} проводилась с $E_0 \geq 10$ кэВ разными дозами.

Перед исследованием пленка CdTe (111) обезгаживалась при $T = 800$ К в течение 3-4 часов и кратковременно при $T = 900$ К в сочетании с мягким травлением поверхности ионами Ar^{+} с $E_0 = 2$ кэВ под углом 80° относительно поверхности при вакууме 10^{-7} Па. При этом поверхностная концентрация углерода уменьшалась до $\sim 0,5$ -1 ат. %, кислорода – до 0,5 ат. %, а серы – до 0 ат. % (в пределах чувствительности оже-спектрометра). Рентгенограмма показывает, что пленка кадмий теллур имеет кубическую решётку, с постоянной решетки $a = 6,52$ Å. Для получения скрытых наноразмерных фаз и слоев типа Cd – Ba – Te монокристаллы CdTe(111) имплантировались ионами Ba^{+} в интервале энергий E_0 от 10 до 50 кэВ. На рис.1 приведены зависимости поверхностной концентрации атомов Cd, Te и Ba от дозы ионов для CdTe(111), имплантированного ионами Ba^{+} с $E_0 = 15$ кэВ.

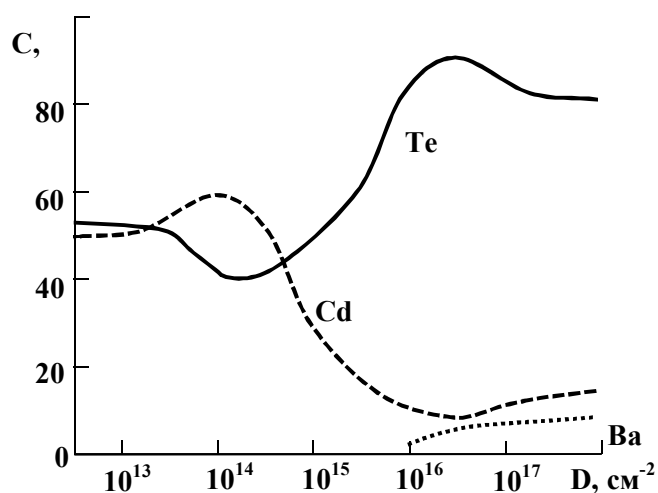


Рис. 1. Зависимость поверхностной концентрации атомов Cd, Te и Ba от дозы облучения для CdTe, имплантированного ионами Ba с $E_0 = 15$ кэВ

Из рис. 1 видно, что сначала с ростом дозы ионов до $D = 10^{14}$ см $^{-2}$ концентрация Cd увеличивается на 10-15 ат. %, в интервале $D = 10^{14}$ - 10^{16} см $^{-2}$ резко уменьшается до ~ 8 -10 ат. %, затем при $D \geq 5 \times 10^{16}$ см $^{-2}$ заметно не меняется. Поверхностная концентрация Te сначала при $D \approx (2-3) \times 10^{14}$ см $^{-2}$ проходит через минимум (~ 40 ат. %), затем при $D \approx 5 \times 10^{16}$ см $^{-2}$ через максимум (~ 85 -90 ат. %). Начиная с $D = 10^{16}$ см $^{-2}$ на

поверхности появляются атомы Ва и при $D \approx 10^{17} \text{ см}^{-2}$ концентрация $C_{\text{Ва}}$ составляет 5-6 ат. %. При $D \approx 10^{17} \text{ см}^{-2}$ поверхностные концентрации Те, Сд и Ва устанавливаются соответственно на уровне 82-84 ат. %, 10-12 ат. %, 6-8 ат. %. Дальнейшее увеличение D не приводит к заметному изменению состава поверхности. Поверхностные слои CdTe, начиная с дозы ионов $D \sim 10^{15} \text{ см}^{-2}$, полностью раз упорядочиваются.

Постимплантационный отжиг в зависимости от температуры приводит к перераспределению атомов Ва, Сд и Те в ионно-легированном слое и кристаллизации разупорядоченных слоев. Отжиг при каждой температуре проводили в течение 30 мин. Полная кристаллизация наблюдается при $T = 1000 \text{ К}$. При этом концентрация Ва в максимуме увеличивается до 25-28 ат. %, общая концентрация Ва (площадь под кривой $C_{\text{Ва}}(d)$) немного уменьшается и положение максимума смещается к поверхности (рис. 2). При этом на глубине $d = 9-10 \text{ нм}$ формируется слой с примерным составом $\text{Cd}_{0.5}\text{Ba}_{0.5}\text{Te}$ толщиной $\sim 6-7 \text{ нм}$. В результате образуется трехслойная система $\text{CdTe}/\text{Cd}_{0.5}\text{Ba}_{0.5}\text{Te}/\text{CdTe}$. Между этими слоями содержится переходной слой типа $\text{Cd}_{1-x}\text{Ba}_x\text{Te}$ ($x = 0-0.5$).

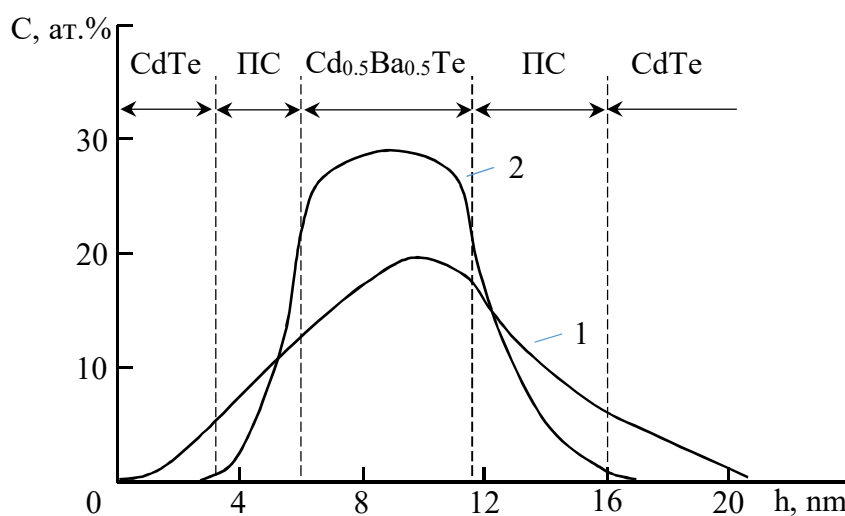


Рис. 2. Концентрационные профили распределения атомов Ва по глубине для CdTe, имплантированного ионами Ba^+ с $E_0 = 15 \text{ кэВ}$ и дозой $D = 10^{17} \text{ см}^{-2}$: 1 – до прогрева; 2 – после прогрева при $T = 1000 \text{ К}$

Аналогичные результаты получены при увеличении энергии до $\sim 30 \text{ кэВ}$. В таблице приведены значения h_m (глубина, которая соответствует максимуму распределения Ва), C_m (концентрация Ва в максимуме), Δd (толщина слоя $\text{Cd}_{0.5}\text{Ba}_{0.5}\text{Te}$), полученные для CdTe, имплантированного ионами Ba^+ с энергиями 15 и 30 кэВ при $D = D_n$ до и после прогрева (в случае $E_0 = 30 \text{ кэВ}$ доза насыщения $\sim 3 \times 10^{17} \text{ см}^{-2}$, $T_{\text{опт}} = 1100 \text{ К}$).

Табл. Значения h_m , C_m , Δd и x для CdTe, имплантированного ионами Ba^+ до и после прогрева при $T = 1\ 100\ K$

Параметр	Прогрев	E_0 , кэВ	
		15	30
h_m , нм	до прогрева	~ 10	18
	после	~ 9	17
C_m , ат. %	до	~ 20	15
	после	27	21
Δd , нм	до	—	—
	после	6	9

Таким образом, впервые изучено изменение состава, структуры и электронных свойств поверхности и приповерхностных слоев CdTe при имплантации ионов Ba^+ с $E_0 > 10$ кэВ.

- [1] M.A. Green et al., "Solar cell efficiency tables (version 50)", Progress in Photovoltaics: Research and Applications, vol. 25, 2017, no. 7, pp. 668-676.
- [2] М.Ф. Ступак, С.А. Дворецкий, Н.Н. Михайлов, С.Н. Макаров, А.Г. Елесин. Письма в ЖТФ, 2024, том 50, вып. 1. С. 32 – 35. DOI: 10.61011/PJTF.2024.01.56923.19692
- [3] B.E. Umirzakov, J.Sh. Sodikjanov, D.A. Tashmukhamedova, A.A. Abduvayitov, E.A. Rabbimov // Technical Physics Letters. 2021. V.47. No. 8. P.620.
- [4] W. Grieshaber, A. Haury, J. Cibert, Y. Merle d'Aubigne, A. Wasiela, J.A. Gaj. Phys. Rev. B, 53, 4891 (1996).
- [5] A.A. Abduvayitov, Kh.Kh. Boltaev, B.E. Umirzakov, D.A. Tashmukhamedova, G. Abdurakhmanov. Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics. 2024. Vol. 88. Iss. 11. P.1850-1854.
- [6] A.A. Abduvayitov, G. Imanova, D.A. Tashmukhamedova, Kh.Kh. Boltaev, B.E. Umirzakov. Scientific Herald of Uzhhorod University. Series "Physics", 2023, vol. 54, pp.27-35. DOI: 10.54919/physics/54.2023.27
- [7] Б.Е. Умирзаков, Д.А. Ташмухамедова, Д.М. Мурадкалилов, Х.Х. Болтаев // ЖТФ. 2013. Т. 83. Вып. 6. С. 66-70.

**КОМПЬЮТЕРНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ РАССЕЯНИЯ МЕДЛЕННЫХ ИОНОВ
ПРИ ПОПАДАНИИ В РАЗНЫЕ ТОЧКИ
МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ ПОВЕРХНОСТИ
COMPUTER INVESTIGATIONS OF THE SLOW IONS SCATTERING UNDER
HIT INTO DIFFERENT POINTS OF THE MONOCRYSTAL SURFACE**

В.В. Евстифеев¹, Н.В. Костина¹

V.V. Evstifeev¹, N.V. Kostina¹

¹*Кафедра физики, Пензенский государственный университет,
Красная 40, Пенза, Россия, physics@pnzgu.ru*

Numerical investigations of the K^+ -ions scattering by the vanadium monocrystal surface edge (001) in the energy range $E_0 = 15 - 400$ eV have been fulfilled by the molecular dynamics method with usage of the long-range interaction potential. The energy transfer dynamics from the bombarding ion to the crystal surface atoms has been investigated and dependence of the relative energy for scattered ion from points (locations) of its hit to the target has been established.

Экспериментальные энергетические и угловые распределения тяжелых ионов, рассеянных поверхностью, являются интегральными характеристиками, несущими информацию о взаимодействии частиц с большой площади мишени (площадь ионного пятна), и не дают возможности проследить динамику передачи энергии от конкретного иона атомам отдачи в точке его попадания на поверхность монокристалла. В этом случае может оказаться полезным теоретический подход исследования, основанный на компьютерных расчетах энергии E рассеянного иона и углов рассеяния ψ при его попадании в разные точки поверхности.

Целью настоящей работы является численное исследование энергетических и угловых зависимостей рассеянного иона от прицельных параметров, т.е. от попадания в разные фиксированные точки кристалла, и установление механизма передачи энергии.

Расчеты проводили методом молекулярной динамики с использованием дальнедействующего потенциала [1]:

$$V_S = (1/r) \cdot (2117.2 \cdot \exp(-3.217 \cdot r) + 171.2 \cdot \exp(-1.423 \cdot r)),$$

где размерность V_S – в эВ, а r – в Å. Радиус обрезания потенциала равен 3 Å.

В качестве бомбардирующего иона был выбран ион K^+ с энергией $E_0 = 15-400$ эВ. Мишень представляла собой блок из 1000 атомов монокристалла ванадия с поверхностной гранью (001) ОЦК решетки (постоянная решетки $a = 3.024$ Å). Для определения точек попадания иона на грань (001) поверхность последней разбивали на участки в виде сетки (рис. 1) с квадратными ячейками 0.378×0.378 Å². Каждый узел сетки (точки 1-9) с координатами $\rho(\rho_{0x}, \rho_{0y})$ является точкой попадания иона. Анализ расчетов показал, что в силу симметрии расположения атомов в монокристалле значения энергии E и угла рассеяния ψ отраженного иона в точках попадания 1-9 являются достаточными, чтобы судить о динамике передачи энергии от иона к атомам в любой точке поверхности мишени.

Геометрия бомбардировки такова, что в начале старта ион находился на расстоянии $z_0 = 5$ Å от поверхности, а плоскости падения и детектирования рассеянного иона совпадали. Угол падения $\alpha = 55^\circ$.

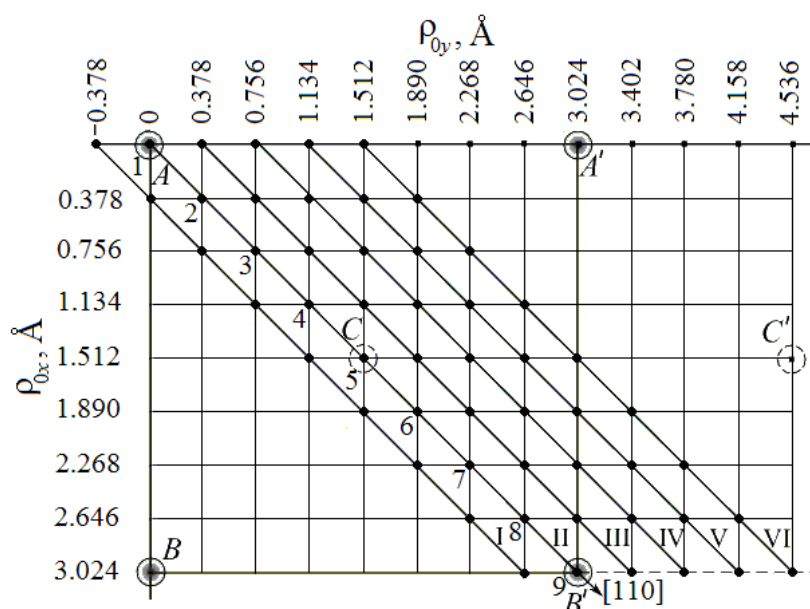


Рис. 1. Модель мишени (точки 1-9 – места попадания иона на мишень – монокристалл ванадия (001); плоскости падения параллельны плоскости $(1\bar{1}0)$)

На рис. 2 и 3 показаны рассчитанные зависимости относительной энергии E/E_0 и угла рассеяния ψ от прицельных параметров $\rho(\rho_{0x}, \rho_{0y})$ (точек попадания) для энергии бомбардировки $E_0 = 15-60$ эВ. Рис. 2 соответствует случаю, когда ион движется в плоскости ρ_{II} , перпендикулярной к грани (001) и проходящей вдоль кристаллографического направления (атомного ряда) $[110]$. Рис. 3 соответствует случаю, когда плоскость ρ_{VI} перпендикулярна грани (001), параллельна плоскости ρ_{II} и отстоит от нее на расстоянии 1.512 Å. Результаты расчетов для случая движения иона в

других плоскостях: ρ_I , $\rho_{III} - \rho_V$ аналогичны. Ход полученных зависимостей $E/E_0(\rho)$ и $\psi(\rho)$ для этих плоскостей характеризует плавный переход от кривых ρ_{II} к кривым ρ_{VI} . Следует отметить, что данные расчетов для случаев ρ_I и ρ_{III} абсолютно совпадают в силу симметрии этих плоскостей.

Когда ион движется в плоскости ρ_{II} , его наименьшая относительная энергия рассеяния (наибольшая энергия отдачи) наблюдается в точках попадания 1(0,0), 2(0.378,0.378) и 3(0.756,0.756) в зависимости от энергии бомбардировки E_0 (рис. 2 а). При этом угол рассеяния иона максимальный (рис.2 б).

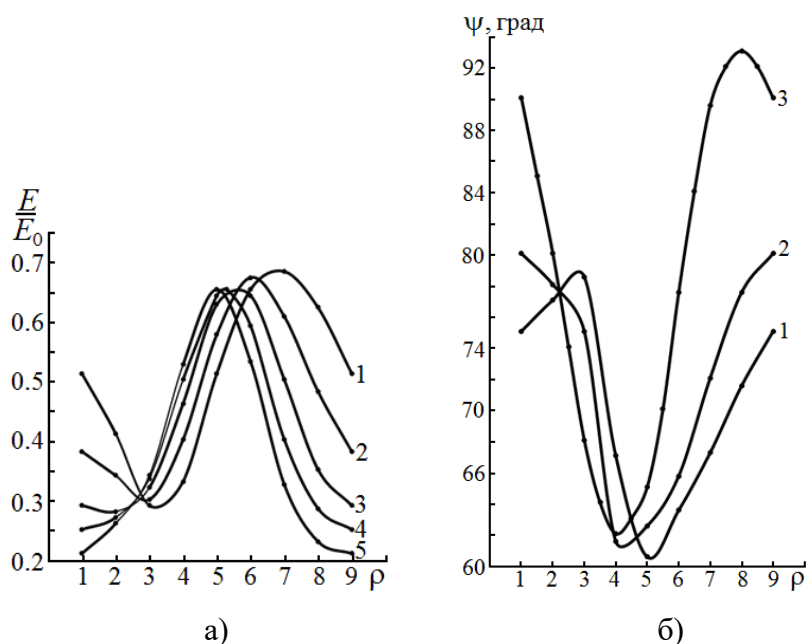


Рис. 2. Зависимости относительной энергии (а) и угла рассеяния (б) иона K^+ поверхностной гранью (001)V, от прицельного параметра при движении в направлении $[110]$, рассчитанные для разных энергий бомбардировки E_0 , эВ:
а) 1 – 15, 2 – 25, 3 – 40, 4 – 50, 5 – 60; б) 1 – 15, 2 – 25, 3 – 60. (Плоскость падения и детектирования ρ_{II} , проходящая по атомному ряду $[110]$)

По мере удаления точек попадания от атома A (рис. 1) энергия рассеянного иона возрастает и в области «пустот» она достигает максимального значения в точках: 5(1.512,1.512) для $E_0 = 40, 50$ и 60 эВ; 6(1.890,1.890) для $E_0 = 25$ эВ и 7(2.268,2.268) для $E_0 = 15$ эВ. При этом угол рассеяния ψ имеет минимальное значение в точках 4(1.134,1.134) и 5(1.512,1.512). В данном случае объемный атом C не участвует во взаимодействии из-за большого расстояния до иона. В силу симметрии кристалла дальнейшее перемещение в плоскости ρ_{II} (точки 7-9) приводит к уменьшению энергии рассеянного иона и увеличению его угла рассеяния, поскольку он переходит в зону действия атома B' и его ближайших соседей.

Когда ион движется в плоскости ρ_{VI} , рассеяние происходит в основном на «пустотах» и он сохраняет большую энергию практически во всех точках попадания

(1-9) с небольшими отклонениями от некоторого среднего значения (рис. 3 а). В этом случае для каждой энергии E_0 угол рассеяния не слишком сильно отличается от среднего значения и по мере ее возрастания угол ψ увеличивается (рис. 3б).

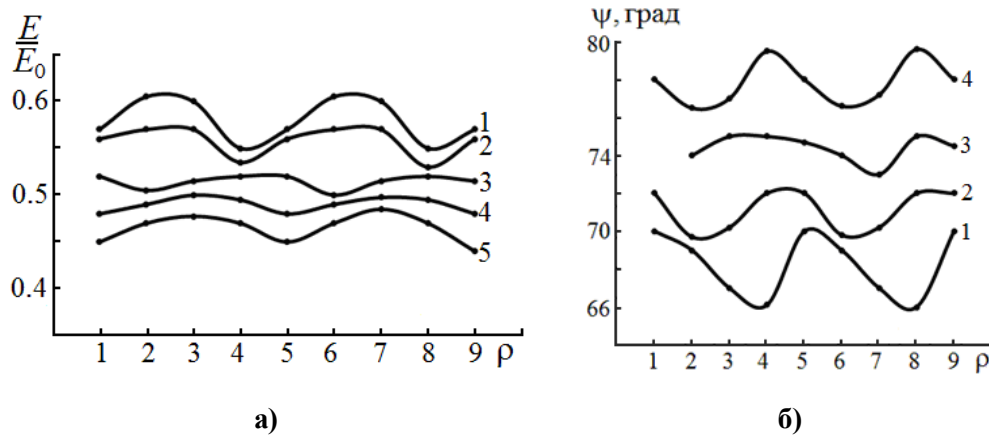


Рис. 3. Рассчитанные зависимости относительной энергии (а) и угла рассеяния (б) иона K^+ поверхностной гранью (001)V от прицельного параметра при движении в направлении [110] для разных энергий бомбардировки E_0 , эВ:
а) 1 – 15, 2 – 25, 3 – 40, 4 – 50, 5 – 60; б) 1 – 15, 2 – 25, 3 – 40, 4 – 60.
(Плоскость падения и детектирования ρ_{VI} , отстоящая от ρ_{II} на расстояние 1.512 Å)

Для $E_0 = 15$ и 25 эВ наименьшая энергия рассеянного иона (наибольшая энергия отдачи) наблюдается в точках попадания 4(1.134, 2.646) и 8(2.646, 4.158), расположенных ближе к атомам A' и B' соответственно, а для $E_0 = 50$ и 60 эВ – в точке 5(1.512, 3.024), лежащей посередине между атомами A' и B' . Как следует из рис. 3 а, по мере увеличения энергии бомбардировки энергия отдачи в этих точках возрастает (энергия рассеяния уменьшается). В процессе расчетов установлено, что число атомов мишени, участвующих одновременно во взаимодействии с бомбардирующим ионом, составляет от 3 до 6 в зависимости от точек попадания иона на мишень. Единственная точка 1(0,0), где ион взаимодействует только с одним атомом, соответствует случаю нормального падения иона на поверхность кристалла ($\alpha = 0^\circ$).

Рассеяние на «пустотах» – это рассеяние иона в местах, где в силу аддитивности потенциала происходит сложение электрических полей от близлежащих атомов кристаллической решетки.

Таким образом, проведенное численное сканирование рассеяния иона в разных точках попадания на мишень в пределах одной–двух атомных ячеек дает детальную информацию о величине энергии рассеянного иона и угле рассеяния при взаимодействии с ближайшими к нему атомами кристаллической решетки.

[1] В.В. Евстифеев, И.В. Иванов, Письма в ЖТФ. 18 (1992) 69.

**КОМПЬЮТЕРНОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ЗАРЯДОВОГО ОБМЕНА
ПРИ СКОЛЬЗЯЩЕМ РАССЕЙАНИИ ИОНОВ НА МЕТАЛЛЕ С ПОМОЩЬЮ
МОДЕЛИ АНДЕРСОНА-НЬЮНСА
COMPUTER SIMULATION OF CHARGE TRANSFER IN GRAZING
SCATTERING OF IONS ON A METAL USING THE ANDERSON-NEWNS MODEL**

С.С. Москаленко, Ю.А. Мелкозерова, И.К., Гайнуллин

S.S. Moskalenko, J.A. Melkozerova, I.K. Gainullin

Физический факультет, Московский государственный университет имени

М.В.Ломоносова, Ленинские горы 1 с.2, Москва, Россия

e-mail: moskalenko.ss17@physics.msu.ru

In this paper, we investigate the grazing scattering of Na ions on metal surfaces using computer modeling. Electron transfer simulation on metal surfaces is based on the non-stationary Anderson-Newns model which assumes a numerical solution of the non-stationary Schrödinger equation. The paper also compares the obtained results with the modeling results obtained in other research groups using other calculation models.

Электронный обмен ионных пучков с поверхностью представляет существенный интерес для фундаментальной науки и является важнейшим фактором при изучении элементного состава и структуры поверхности твердых тел. На сегодняшний день рассеяние медленных ионов (РМИ) является единственным методом, позволяющим определять элементный состав поверхностного слоя атомов; игнорирование или некорректный учет электронного обмена может приводить к кратным ошибкам в определении концентрации элементов.

В настоящее время при изучении электронного обмена набирает популярность метод компьютерного моделирования, поскольку в отличие эксперимента моделирование является недорогим, и с его помощью можно изучать физические явления вблизи поверхности, которые невозможно изучить экспериментально.

На текущий момент существует несколько расчетных моделей, исследующих электронный обмен [1, 2]. Мы используем при изучении электронного обмена модель Андерсона-Ньюнса [3], предполагающей численное решение нестационарного уравнения Шредингера. Преимуществом модели Андерсона-Ньюнса является то, что она позволяет моделировать взаимодействие частицы с поверхностью с учетом

нескольких электронных состояний, в отличие от других теоретических моделей. Также безусловным преимуществом данной модели является тот факт, что она применима как при моделировании взаимодействия частицы с металлом, так и при взаимодействии с диэлектриками. К недостаткам модели следует отнести использование адиабатического приближения, а также отсутствие трехмерной визуализации, в отличие от, например, метода распространения волновых пакетов. Помимо адиабатического приближения модель Андерсона-Ньюнсона предполагает исключение Оже и излучательных процессов.

В настоящей работе исследуется скользящее рассеяние ионов Na на металлических поверхностях. Результат моделирования для случая нормального падения иона Na на поверхность Al(111) представлен на рис. 1. Положительно заряженная частица приближается к металлической поверхности, после чего на расстоянии приблизительно 12 атомных единиц начинаются процессы электронного обмена и вероятность обнаружить нейтральную частицу начинает увеличиваться вплоть до расстояний приблизительно равным 9 а.е. После чего вероятность нахождения ионизованной частицы уменьшается и уже при отдалении от поверхности она снова начинает увеличиваться.

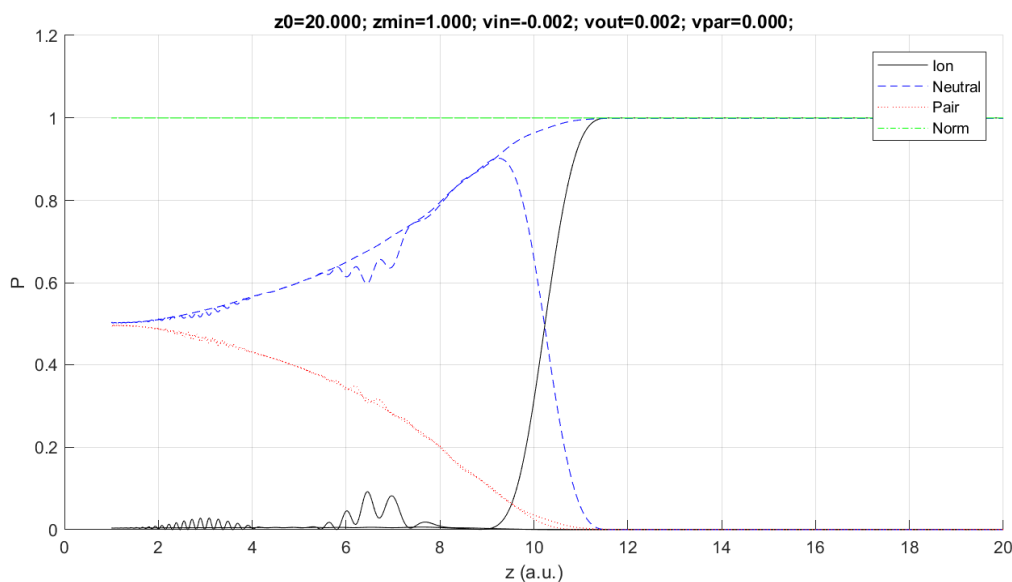


Рис. 1: Распределение вероятности нахождения частицы в следующих состояниях в зависимости от расстояния до поверхности (в атомных единицах) в случае нормального падения иона на поверхность. «Ion» - частица положительно ионизована, «neutra» - частица находится в нейтральном состоянии, «pair» - частица положительно ионизована, но в металле произошло изменение импульса электрон-дырочной пары

Мы также построили график зависимости выхода нейтральных частиц Na с поверхности Al(111) от параллельной скорости движения иона вдоль поверхности. График представлен на рис. 2. Видно падение вероятности выхода нейтральных частиц с увеличением параллельной скорости движения, что согласуется как с экспериментальными данными, так и данными рассчитанными с помощью других расчетных моделей [4, 5].

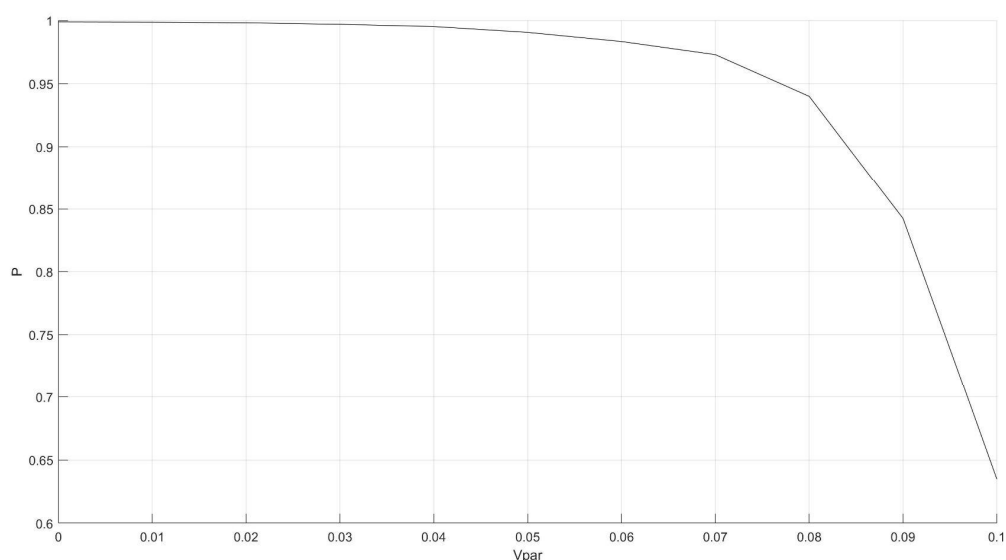


Рис. 2: График зависимости выхода нейтральных частиц Na с поверхности Al(111) от параллельной скорости движения иона вдоль поверхности. Параллельная скорость движения частицы указана в атомных единицах

- [1] Borisov A. G. et al. Resonant charge transfer in grazing scattering of alkali-metal ions from an Al (111) surface //Physical Review B. – 1996. – Т. 54. – №. 23. – С. 17166.
- [2] Gainullin I. K., Dudnikov V. G. Theoretical investigation of the negative ionization of hydrogen particles on metal surfaces with low work function //Plasma Research Express. – 2020. – Т. 2. – №. 4. – С. 045007.
- [3] Newns D. M. Self-consistent model of hydrogen chemisorption //Physical Review. – 1969. – Т. 178. – №. 3. – С. 1123.
- [4] Liu P. et al. Anomalous neutralization characteristics in $N a^+$ neutralization on Al (111) surfaces //Physical Review A. – 2020. – Т. 101. – №. 3. – С. 032706.
- [5] Zimny R., Nienhaus H., Winter H. Neutralization of fast alkali-ions after grazing scattering from Al (111) and Ni (111) //Radiation Effects and Defects in Solids. – 1989. – Т. 109. – №. 1-4. – С. 9-23.

CALCULATION OF THE ANGULAR DISTRIBUTION OF IONS AFTER PASSING THROUGH A FOIL

A. I. Tolmachev², L. Forlano¹

¹*University of Calabria, Cosenza, Italy*

²*Russian New University, Moscow, Russia, tolmachev.alex@rambler.ru*

e-mail: tolmachev.alex@rambler.ru

Introduction. The angular distribution due to multiple scattering of a beam of charged particles reflected from a solid and after passing through a foil has been extensively studied by many authors. If ion energy is much more than the surface binding energy then in every collision event the ions are scattered preferentially on small angles, and the collision integral in equation of transfer can be substituted by the angular Laplace operator. In this case, instead of integrodifferential equation we can consider the equation in partial derivatives

$$\cos\theta \frac{\partial f}{\partial x} = \frac{\partial^2 f}{\partial \theta^2}. \quad (1)$$

here $f(x, \theta)$ denotes the distribution function depending on the depth of ion penetration in the target x (measured in the units of transport path length), and the angle θ between ion velocity and inward target normal. The small angle approximation gives opportunity to obtain solution of some problems in analytical form [1-4]. In ref. [1] the author used the first two terms of the Taylor series for cosine function,

$$\left(1 - \frac{\theta^2}{2}\right) \frac{\partial f}{\partial x} = \frac{\partial^2 f}{\partial \theta^2}, \quad (2)$$

obtained the solution as a series of Hermite polynomials and calculated in analytical form the actual ion path length in thin film. In ref. [2, 3] the authors considered oblique ion incidence on the half-infinite target, measured the angles with respect to the target surface and substituted cosine function in equation (1) by sine function. For grazing incidence angles the authors used the well-known trigonometrical limit $\sin\theta \approx \theta$ and obtained equation

$$\theta \frac{\partial f}{\partial x} = \frac{\partial^2 f}{\partial \theta^2}. \quad (3)$$

Equation (3) was reduced to the Airy differential equation. The authors obtained an analytical formula for the angular distribution of ions reflected from a half infinite target. In ref. [4] the author used three dimensional Laplace angular operator. In the present work we solved equation (1) numerically for ions moving a thin film and obtained angular distributions of reflected and transmitted ions.

Equations. To solve equation (1), we considered two flows of ions moving in inward and outward directions. We divided the angle interval between 0^0 and 180^0 into n equal parts and used discrete formula for the second derivative. We expressed the solution in a form of series

$$f(x, \theta) = \sum_{k=-n}^n C_k Y_k(\theta) \exp(\lambda_k x), \quad (4)$$

where $Y_k(\theta)$ and λ_k represent eigen functions and eigen values of the corresponding differential equation. The expansion coefficients C_k were calculated from the boundary conditions at the foil surfaces $x = 0$ and $x = D$:

$$\begin{cases} f(0, \theta) = \delta(\theta - \theta_0) & \text{for } 0^0 \leq \theta \leq 90^0, \\ f(D, \theta) = 0 & \text{for } 90^0 \leq \theta \leq 180^0, \end{cases} \quad (5)$$

where θ_0 is the angle of ion incidence on the target surface.

Results. Fig. 1 illustrates angular distribution of ions reflected from a half-infinite target. The incidence angles are equal to 0^0 (normal incidence, lower curve), 60^0 and 75^0 (upper curve). All distributions are normalized to their values at zero ejection angle. The last curve demonstrates the same cupola-like shape as theory [2, 3]. Fig. 2 shows the angular distribution of ions after passing through the foil at normal ion incidence. The smooth distribution for large foil width (the lower curve) is gradually transformed to the delta type distribution for thin foils (the upper curve) which is similar to the delta type boundary condition (5) for the angular distribution of ion beam bombarding the foil.

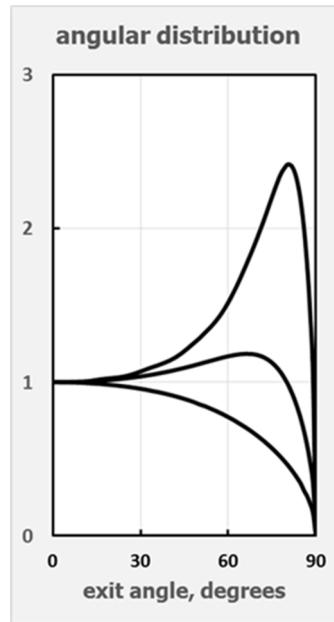


Fig. 1. Angular distribution of ions reflected from a half-infinite target. Incidence angles are equal to 0^0 (normal incidence, lower curve), 60^0 and 75^0 (upper curve). All distributions are normalized to their values at zero exit angle

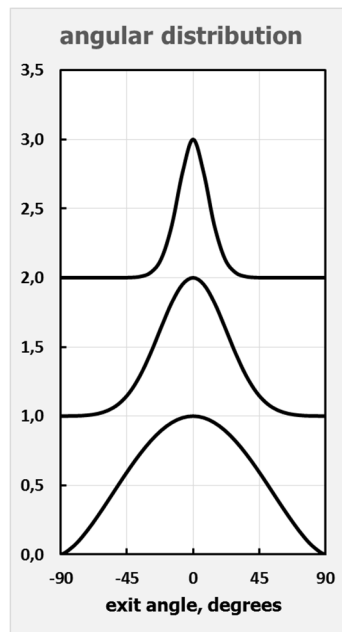


Fig. 2. Angular distribution of ions after passing through a foil. The normalized foil width is equal to $D = 2$ (lower curve), $D = 0.2$ and $D = 0.02$ (upper curve)

- [1] Yang G.N. // Physical Review 84 (1951) 599.
- [2] Firsov O.B. // Soviet Physics Doklady 11 (1967) 732.
- [3] Remizovich V.S., Ryazanov M. I., Tilinin I. S. // Soviet Physics JETP 52 (1981) 225.
- [3] Tolmachev A.I. // Bull. of the Academy of Sciences of USSR, Phys. Series 54 (1990)

***Секция № 3. Имплантация ионов, модификация и
анализ поверхности***

Section 3. Ion implantation and surface modification

SURFACE MODIFICATION OF MULTICOMPONENT TARGETS WITH GAS CLUSTER ION BEAMS

A.E. Ieshkin¹, D.S. Kireev¹, A.A. Tatarintsev¹, V.S. Chernysh¹,
B.R. Senatulin², E.A. Skryleva²

¹*Faculty of Physics, Lomonosov Moscow State University, Leninskie gory, 1,
Moscow 119991, Russia
e-mail: ieshkin@physics.msu.ru*

²*National University of Science and Technology MISIS, Leninsky prosp., 4,
Moscow 119049, Russia*

Ion beams are widely used for materials modification and analysis. One of their effects on surface is topography development. Depending on the application, it can be considered as either positive or negative effect. For example, ion beam etching for depth profiling in X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) or secondary ion mass-spectroscopy (SIMS) requires a smooth crater bottom. On the other hand, well-ordered self-organized surface ripples can be used for plasmonic, optoelectronics, photovoltaics, flexible electronics, photocatalysis, magnetism, biomaterials, wettability, etc. [1] Another side of the topography modification is high-precision surface smoothing, which is extremely demanded for visible and X-ray mirrors, waveguides and other optical and electronic components.

Most of the materials used in practice are actually multicomponent. It is clear that the target composition determines the regularities of the surface relief formation. Furthermore, the layer exposed to a beam can obtain a different composition due to preferential sputtering, ion beam stimulated segregation and diffusion [2]. So, both effect have to be studied together.

The physics underlying the process of interaction of a large gas cluster ion, such as Ar_{1000}^+ , with surface drastically differs from the case of an atomic ion. First of all, the entire kinetic energy of a cluster (say 10 keV) is shared among its atoms, giving only 10 eV per atom. All the atoms of a cluster almost simultaneously interact with about the same number of the surface atoms, giving rise to a highly nonlinear cascade of atomic collisions. The cluster energy is deposited in this local area, which results in very high local temperatures and pressures. As the result, observable characteristics of the irradiated surface can be very unusual for gas cluster ion beams (GCIB) [3].

In the work we investigate the influence of GCIB irradiation on surface composition and topography of multicomponent targets, such as metal alloys (Ni_xPd_y , NiTi , NiMoRe),

semiconducting compounds (InP, GaAs, etc.) and insulators (LiNbO₃). Ion irradiation was performed using PHI 5000 VersaProbeII (ULVAC-PHI) facilities equipped with atomic and cluster ion guns. Ar_n cluster ions had the energy of 10 keV or 20 keV and the average size $n = 1000$ at./cluster or $n = 2500$ at./cluster. The samples were irradiated at normal incidence either at $\theta = 55^\circ$ from surface normal. Surface composition during ion irradiation was measured *in situ* with XPS technique using Al K α source. Irradiation steps alternated with spectra collection steps, which made it possible to observe the evolution of the surface composition. Surface topography was examined using atomic-force microscope (AFM) VEGA by NT-MDT and scanning electron microscope (SEM) Supra 40 by ZEISS.

The evolution of surface composition of NiPd irradiated by atomic ions or cluster ions is shown in fig. 1 (a). At the initial moment surface was enriched with Pd due to mechanical polishing of the sample. It can be seen that cluster irradiation results in greater surface enrichment with Ni as compared to atomic ion irradiation. Further, much longer fluences are needed for clusters to reach the steady-state.

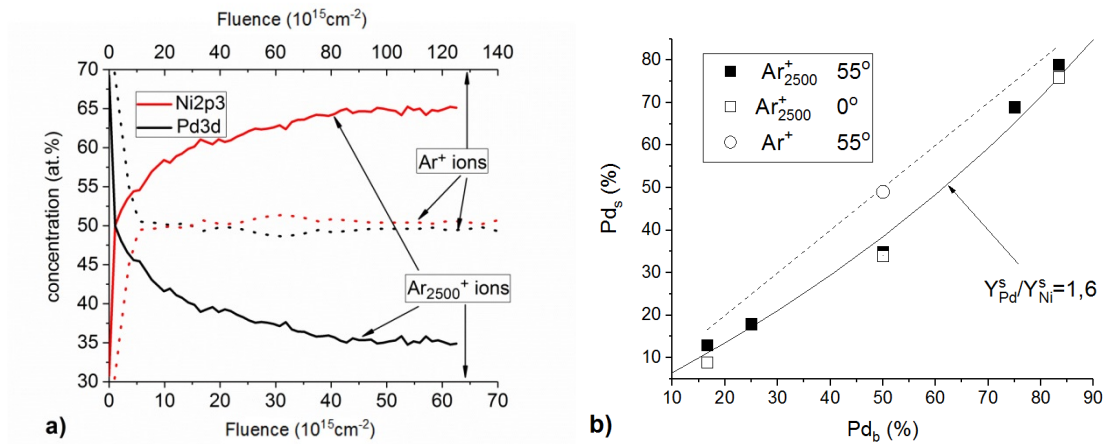


Fig. 1. a) Surface composition evolution of NiPd under surface irradiation with atomic (3 keV, $\theta = 55^\circ$) and cluster ($n = 2500$, 20 keV, $\theta = 55^\circ$) ions measured by XPS. b) Surface concentration of Pd for different alloys depending on bulk Pd concentration. Concentrations without preferential sputtering are shown with dashed line

Under preferential sputtering steady state sputter yields of the components A and B can be expressed using the surface concentration C_A^s and bulk concentration C_B [4]:

$$\frac{Y_A}{Y_B} = \frac{C_A}{C_B} \cdot \frac{C_A^s}{C_B^s} \quad (1)$$

The relation of surface composition to bulk composition calculated for the sputter yields ratio 1.6 is shown in fig. 1 (b) as a solid line. The experimental results for cluster ions sputtering are quite close to the line. The surface was enriched with Ni for all the alloys. Indeed, both for linear sputtering theory and thermal spike theory the lighter component or the

component with lower surface binding energy should be sputtered. In our case lower surface binding energy of Pd (3.89 eV) resulted in surface enrichment with Ni (4.44 eV). The same tendency was found for NiMoRe alloy, but the degree of enrichment was much higher because of large differences in surface binding energies (6.82 eV for Mo, 8.03 for Re). Surprising, NiTi alloy was enriched with Ni as well, which contradicts the idea above. Chemical-driven segregation of Ti to surface with its following sputtering was invoked to explain this result [5].

The experiments described above were initially conducted at 55° angle of GCIB incidence from the surface normal. Very similar ripple-like topographies were found after irradiation on each sample, fig. 2 (left). Similar experiments, but with normal GCIB irradiation, resulted in surface smoothing in the spatial frequencies range of about 1-20 μm^{-1} . Surface composition changed in the same manner as for inclined incidence. So, in the case of alloys, surface topography development did not influence surface composition establishment.

It is commonly accepted that normal cluster ion irradiation results in surface smoothing, and inclined irradiation results in surface ripples development. Nevertheless, it was found that nanopillars facing the beam developed on InP both for normal and inclined cluster irradiation [6]. Ar₃₀₀ clusters at 8 keV were used, which gives 27 eV/at. It should be underlined that this type of topography is well known for atomic ion irradiation of compound semiconductors. We used a wide set of materials (combinations of In and Ga with P, As and Sb with (100) surface orientation) at various irradiation conditions with cluster ions to reveal the regularities of surface relief and composition formation.

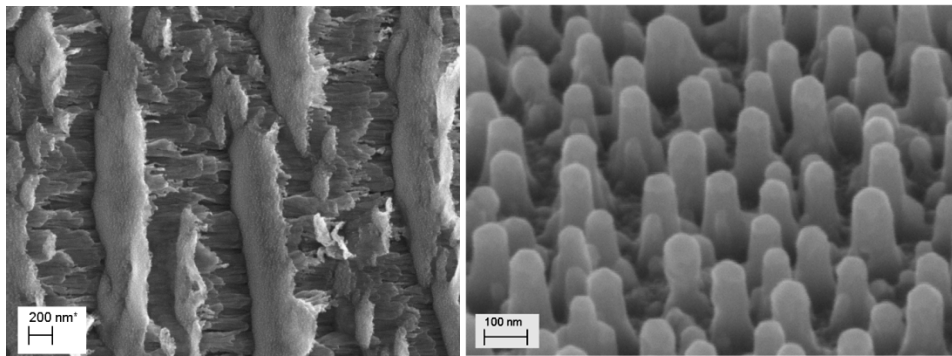


Fig. 2. SEM images of the surface topography after Ar₂₅₀₀⁺ bombardment at 20 keV: NiPd, $\theta = 55^\circ$, the beam directed from the left(left image); InP, $\theta = 0^\circ$ (right, image taken at 45°)

Surface topography of InP irradiated at normal incidence with 20 keV Ar₂₅₀₀⁺ is shown in fig. 2 (right). Indeed, developed topography in form of pillars covered with a metal cap was found on the surface. Generally, all indium containing compounds demonstrated this kind of relief, while gallium containing compounds showed rather smooth surface of the crater

bottom. It made it possible to determine sputter yields of the semiconductors (given in tabl. 1). Sputter yield of gold is given to compare with. Sputter yields by atomic ions have close values for all materials. At the same time, cluster ions have much higher sputter yields for semiconductors, which imply a different sputtering mechanism. It can be related to thermal decomposition of the semiconductors in the hot impact area and further evaporation. From this point of view, the component with the lower binding energy is expected to be sputtered preferentially. Nevertheless, all the compounds demonstrated surface enrichment with the metallic component, though it has lower binding energy for the most compounds.

Tabl. 1. Sputter yields: cluster ions - experimental results for compounds and Seah formula [7] for Au, atomic ions – TRIM simulation

	GaP	GaAs	GaSb	Au
Ar ₂₅₀₀ ⁺ , 20 keV	72	87	117	11.2
Ar ₂₅₀₀ ⁺ , 10 keV	8.8	-	13	1.9
Ar ⁺ 3 keV, 55°	6.8	6.9	6.2	9.1

The surface composition evolution for InP (which obtained a developed topography) and GaP (which kept a smooth surface) is shown in fig. 3. Unlike the case of alloys, steady state surface composition under cluster bombardment is reached very fast, about at the same fluences as for atomic ions. Combining this result with very large sputter yield, it can be concluded that decomposition of a semiconductor and separation of phases with different composition is responsible for preferential sputtering in this case. For the alloys, which allow of continuous composition change, such segregation did not occur. Finally, phase separation was nonuniform along the surface for In-containing materials and resulted in the nanopillars development. For Ga-containing components, phase separation was uniform (like a film wetting the surface), so the relief did not develop.

So, though sputtering and preferential sputtering mechanisms of compounds are very different for cluster and atomic ions, the form of surface topography is universal [8], which suggests that the mechanism of its development is independent on the character of the ion energy release. Considering steady state surface compositions, among the used specific energies (2 eV/at., 4 eV/at., 8 eV/at., 20 eV/at.), the degree of surface enrichment was generally the highest for 4 eV/at. We can suppose that cluster impact was quite soft at lower specific energy, and significant surface enrichment did not occur ($C_{Ga}^s / C_{In}^s = 1.1$ for GaAs). On the other hand, the sputtering yield was large enough at high specific energy to remove the major part from the damaged layer.

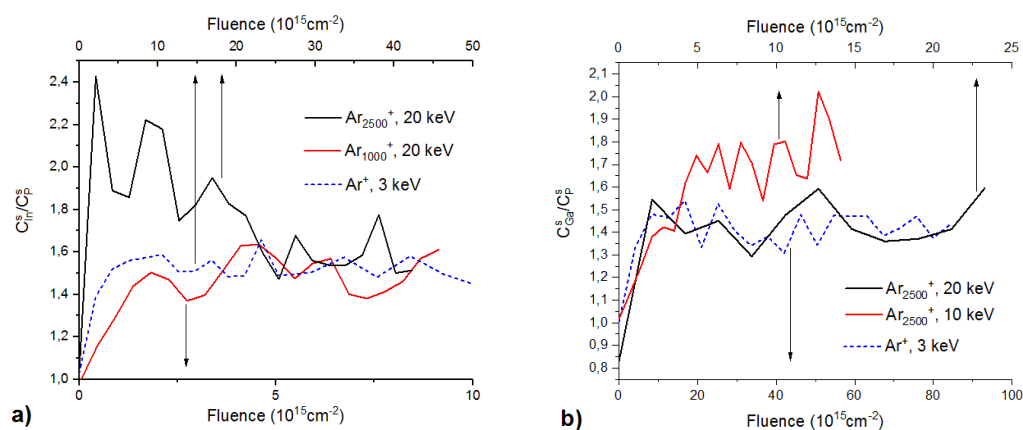


Fig. 3. Surface composition evolution of InP (a) and GaP (b) under ion bombardment

It can be concluded that local nature of energy release under cluster ion bombardment results in different sputtering and preferential sputtering mechanisms for atomic and cluster ions, and as well for alloys and compounds. As a result, under GCIB irradiation surface was heavily and slowly depleted with the component having lower binding energy (Ni_xPd_y , NiMoRe) or the component segregating to the surface (NiTi) for alloys; it was fast depleted with non-metallic component for compound semiconductors. Surface topography of alloys obey the general rules of GCIB irradiation: smoothing at normal incidence and ripples self-organization at inclined incidence. In-based compound semiconductors demonstrated nanopillars development, which is the only known case of such a topography under cluster ions.

- [1] Y. Liu, H. Li, C. Wang, G. Yang, F. Frost, Y. Hong, *Nanomaterials*. 15 (2025) 438. <https://doi.org/10.3390/nano15060438>
- [2] В.С. Черныш, *Вестник МГУ. Физика. Астрономия*. 79 (2024) 2410301. <https://doi.org/10.55959/MSU0579-9392.79.2410301>
- [3] A.E. Ieshkin, A.B. Tolstoguzov, N.G. Korobeishchikov, V.O. Pelenovich, V.S. Chernysh. *Physics-Uspekhi* 65(7) (2022) 677. <https://doi.org/10.3367/UFNe.2021.06.038994>
- [4] R. Behrish, ed., *Sputtering by Particle Bombardment II*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 1983. <https://doi.org/10.1007/3-540-12593-0>
- [5] V.S. Chernysh, A.E. Ieshkin, D.S. Kireev, A.A. Tatarintsev, B.R. Senatulin, E.A. Skryleva. *Nucl. Instrum. Methods B* 554 (2024) 165463. <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2024.165463>
- [6] A.J. Barlow, N. Sano, B.J. Murdoch, J.F. Portoles, P.J. Pigram, P.J. Cumpson. *Appl. Surf. Sci.* 459 (2018) 678. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2018.07.195>
- [7] M.P. Seah. *J. Phys. Chem. C* 117 (2013) 12622. <https://doi.org/10.1021/jp402684c>
- [8] А.Е. Иешкин, А.А. Татаринцев, Б.Р. Сенатулин, Е.А. Скрылева. *Физика и техника полупроводников*. 58 (12) (2024) 676. <https://doi.org/10.61011/FTP.2024.12.59828.7328>

**ГАЗОКЛАСТЕРНЫЕ ИОННЫЕ ПУЧКИ ДЛЯ ПОВЕРХНОСТНОЙ
ИНЖЕНЕРИИ: ПРОГРЕСС, ВЫЗОВЫ И РЕШЕНИЯ**
**GAS CLUSTER ION BEAMS FOR SURFACE ENGINEERING: PROGRESS,
CHALLENGES, AND SOLUTIONS**

Н.Г. Коробейщиков

N.G. Korobeishchikov

*Отдел прикладной физики, Новосибирский государственный университет, 630090,
ул. Пирогова, 2, г. Новосибирск, Россия, e-mail: korobei@nsu.ru*

Gas cluster ion beams are currently promising methods of surface engineering and diagnostics. The special nature of the formation of such beams imposes certain restrictions on the achievable characteristics of such beams and, thus, on their possible applications. The report discusses the features of using gas clusters for certain types of materials, some problems and ways to solve them.

Возможность использовать пучки ускоренных ионизированных газовых кластеров (gas cluster ion beam, GCIB) для обработки поверхности материалов впервые была доказана сравнительно недавно, в 1990-х годах. В таких источниках кластеры, образующиеся в результате неравновесной конденсации рабочего газа при его адиабатическом истечении через сопло в вакуумную камеру, выделяются из сверхзвукового потока с помощью конусной диафрагмы (скиммера), а затем ионизируются, как правило, с помощью электронного пучка, и ускоряются до желательной энергии [1, 2].

К настоящему времени сформировались два основных направления практического применения газоструйных ионно-кластерных пучков. Во-первых, это высокоразрешающий анализ поверхности: профилирование по глубине мишени, вторично-ионная масс-спектрометрия, in situ 3D анализ биологических объектов, и др. Во-вторых, это функционализация поверхности материалов путем целенаправленного изменения (модификации) их физико-химических свойств.

Особый характер формирования газоструйных ионно-кластерных пучков накладывает определенные ограничения на достижимые параметры таких пучков и таким образом на их возможные применения. В докладе рассмотрены некоторые проблемы и пути их решения.

При обработке материалов ионно-кластерным пучком характерные дозы бомбардировки составляют 10^{15} кластерных ионов на см^2 и выше. Соответственно, для достаточной эффективности процесса требуется обеспечить ток ионно-кластерного пучка на микроамперном уровне. Известно, что консервативный характер адиабатической конденсации приводит к тому, что доля истекающего газа, преобразующегося в кластеры, в оптимальных условиях не превышает 10 % [3]. Поэтому для формирования интенсивного ионно-кластерного пучка, пригодного для обработки поверхности материалов, необходимо поддерживать большой расход рабочего газа и соответственно требуется применение высокопроизводительных вакуумных насосов. Для аналитических приложений, требующих микронного уровня локального разрешения, достаточным считается ионный ток на наноамперном уровне, что существенно понижает требования к производительности вакуумной системы. Это позволяет делать такие системы достаточно компактными в виде приставок к исследовательским установкам.

Принципиальным отличием ионно-кластерных от традиционных ионных пучков является возможность независимо управлять как кинетической энергией, так и размерами (массой) кластерных ионов. Размеры исходных нейтральных кластеров, формируемых в газовом потоке, предварительно задаются геометрией сопла, а в ходе экспериментов легко варьируются изменением параметров газа в источнике (давления или температуры торможения газа). Однако, особенность газоструйной конденсации такова, что одновременно с изменением среднего размера газовых кластеров N , изменяется массовая доля конденсата на оси струи q , и, таким образом, плотность потока кластеров J (кластер/ $\text{см}^2 \times \text{с}$). Например, при $N = 100$ $q \approx 8\%$, тогда как в оптимальных режимах составляет 30-35 % [4]. Таким образом, получение интенсивного потока кластерных ионов малого размера путем уменьшения среднего размера исходных кластеров неэффективно из-за значительного понижения интенсивности потока кластеров. Значительное увеличение размеров нейтральных кластеров неизбежно увеличивает сечение их ионизации и таким образом приводит к появлению нежелательных многозарядных кластерных ионов. Например, при среднем размере кластеров $N \approx 10^4$ средний заряд ионно-кластерного пучка аргона достигает +3,2 [5]. Указанные факторы являются основной причиной того, что сегодня «традиционными» параметрами газокластерных пучков, реализованных в большинстве как экспериментальных, так и технологических установок, являются $N \approx 1000-3000$ атомов/кластер при кинетической энергии $E \approx 10-30$ кэВ [2].

Анализируя взаимодействие кластерных ионов с поверхностью различных типов материалов, можно выделить следующие особенности и закономерности. В одинаковых условиях коэффициенты распыления кластерами поверхности органических и биоматериалов на 1-2 порядка превышают аналогичные величины для неорганических материалов [6]. При этом в продуктах распыления биоматериалов наблюдается значительный выход в виде крупноформатных ионов – биомолекул, включая пептиды, белки и т.д. Этот фактор в совокупности с субклеточным пространственным разрешением делают газокластерные ионные пучки незаменимым аналитическим инструментом для исследований фундаментальных биологических процессов в качестве первичного ионного пучка в составе вторично-ионной масс-спектрометрии [7, 8]. Для повышения эффективности диагностики (в части выхода вторичных ионов) наблюдается тенденция увеличения среднего размера кластерных ионов до нескольких десятков тысяч молекул в кластере, а также использование «мягких» реактивных веществ, таких как CO_2 , H_2O . Соответственно, типичная кинетическая энергия сверхбольших кластерных ионов увеличивается до несколько десятков кэВ [9].

При распылении кластерными ионами поверхности неорганических материалов в продуктах разлета обычно наблюдаются преимущественно атомарные фрагменты мишени. Доказано, что коэффициенты распыления Y для таких материалов обобщаются в виде нелинейной функции Y/N от E/N [6], что определяется долей исходной энергии кластеров, передаваемой мишени [10]. Бомбардировка кластерными ионами однокомпонентных неорганических материалов вносит минимальное повреждение в структуру мишени. Однако, распыление многокомпонентных неорганических материалов, как правило, сопровождается преимущественным распылением и рядом других процессов, приводящих к изменению стехиометрического состава приповерхностного слоя мишени.

Одним из перспективных направлений развития ионно-кластерных пучков является понижение среднего размера кластерных ионов. Это приводит к уменьшению локальности воздействия при элементарных ударах кластеров по поверхности мишени и таким образом дальнейшему понижению вносимых повреждений. В частности, показано, что понижение среднего размера кластеров до $N = 500$ существенно улучшает пространственное разрешение при профилировании по глубине наноструктурированных неорганических материалов [11]. Однако, обработка материалов требует сохранения высокой интенсивности пучка. Известен подход,

основанный на фрагментации ускоренных кластерных ионов на молекулах фонового газа (Accelerated Neutral Atom Beam, ANAB) [12]. Однако, такая фрагментация неизбежно вызывает уширение исходного пучка, что приводит к значительному падению плотности потока вещества на мишени. Для практических приложений это не всегда приемлемо и требует поиска новых решений.

Известным способом повышение эффективности воздействия является использование смешанных кластеров, в которых наряду с инертными атомами благородных газов присутствуют химически активные молекулы [13]. Обычно смешанные кластеры формируют путем истечения через сопло заранее приготовленной газовой смеси. Другим возможным подходом формирования смешанных кластеров, до сих пор не использованным для формирования кластерных ионов, является их допирование путем захвата примесных молекул (pickup process) [14]. Такой подход очевидно позволяет более широко варьировать составом смешанных кластеров.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РНФ № 23–79–10061.

- [1] I. Yamada, Materials Processing by Cluster Ion Beams: History, Technology and Applications, London: CRC Press, 2016.
- [2] А.Е. Иешкин, А.Б. Толстогузов, Н.Г. Коробейщиков, В.О. Пеленович, В.С. Черныш, УФН, 192, № 7 (2022) 722.
- [3] H. Pauly. Atom, Molecule, and Cluster Beams, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, 2000.
- [4] N.G. Korobeishchikov, V.V. Kalyada, P.A. Skovorodko, et al. Vacuum. 119 (2015) 256.
- [5] D.R. Swenson, Nucl. Instr. and Meth. Phys. Res. B 241 (2005) 599.
- [6] M.P. Seah, J. Phys. Chem. C, 117 (2013) 12622.
- [7] V. Pareek, H. Tian, N. Winograd, S.J. Benkovic, Science 368 (2020) 283.
- [8] N.P. Lockyer, S. Aoyagi, J.S. Fletcher, et al. Nat. Rev. Methods Primers 4 (2024) 32.
- [9] M. Lagator, B. Patel, S. Sheraz, N. Lockyer, Anal Chem. 96 (2024) 15185.
- [10] R.J. Paruch, Z. Postawa, B.J. Garrison, J. Vac. Sci. Tech. B, 34 (2016) 03H105.
- [11] H.-Y. Chang, W.-C. Lin, P.-C. Chu, et al, ACS Appl. Nano Mater. 5 (2022) 4260.
- [12] A. Kirkpatrick, S. Kirkpatrick, M. Walsh, et al, Nucl. Instr. and Meth. Phys. Res. B 3071 (2013) 281.
- [13] A. Ogawa, N. Toyoda, I. Yamada, Surf. Coat. Technol., 306 (2016) 187.
- [14] A. Lindblad, H. Bergersen, T. Rander, Phys. Chem. Chem. Phys., 8 (2006) 1899

**УСКОРЕННЫЕ ИСПЫТАНИЯ РАДИАЦИОННОЙ СТОЙКОСТИ
КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ПУЧКАХ ИОНОВ
EXPRESS ANALYSIS OF RADIATION RESISTANCE OF STRUCTURAL
MATERIALS ON ION BEAMS**

С.В. Рогожкин^{1,2}, Т.В. Кулевой^{1,2}, А.А. Никитин^{1,2}, А.А. Богачев^{1,2}, А.А. Хомич^{1,2},
А.В. Клауз^{1,2}, Н.А. Искандаров^{1,2}, А.А. Лукьянчук^{1,2}, О.А. Разницын^{1,2}, П.А. Федин^{1,2}
S.V. Rogozhkin^{1,2}, T.V. Kulevoy^{1,2}, A.A. Nikitin^{1,2}, A.A. Bogachev^{1,2}, A.A. Khomich^{1,2},
A.V. Klauz^{1,2}, N.A. Iskandarov^{1,2}, A.A. Lukyanchuk^{1,2}, O.A. Raznitsyn^{1,2}, P. A. Fedin^{1,2}

¹*Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва, 123182
Россия, Sergey.Rogozhkin@itep.ru*

²*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, 115409
Россия, SVRogozhkin@mephi.ru*

This report is devoted to the methodology of express testing of radiation resistance of structural materials for nuclear power plants using heavy ion irradiation and subsequent analysis by ultramicroscopy (transmission electron microscopy and atom probe tomography) and nanoindentation methods. Approaches to assessing radiation hardening based on data on microscopic changes are considered, as well as the capabilities of the nanoindentation method for directly measuring the hardening of the ion-irradiated sample layer.

Для создания перспективных ядерных энергетических установок (ЯЭУ) требуются материалы, выдерживающие дозы до 200 смещений на атом (сна) и выше, причем в широком интервале температур не менее 350-700 °С. Сдерживающим фактором разработки новых радиационно-стойких материалов является необходимость проведения длительных сеансов облучения для достижения предельных нагрузок. В результате аттестация новых материалов занимает сейчас не менее 10 лет и разработка качественно новых решений трудно реализуема. В то же время предлагается ряд новых конструкционных материалов для активных зон перспективных ЯЭУ и предварительный анализ радиационной стойкости разрабатываемых материалов достаточно сложно реализовать в рамках традиционного подхода. Реальным выходом из этой ситуации является проведение облучения при повышенных скоростях набора дозы радиационных повреждений и коррекция полученных результатов с учетом этого

ускорения (эффекта флакса) для оценки радиационной стойкости в условиях эксплуатации.

Для проведения предварительного анализа радиационной стойкости новых материалов возможно использование пучков ионов, которые могут генерировать радиационные повреждения на 2-3 порядка быстрее, чем реакторное облучение [1, 2]. При облучении материалов ионами образование радиационных дефектов происходит неоднородно вдоль направления пробега ионов, поэтому в имитационных экспериментах на пучках ионов микроскопическими методами анализируется область радиационного повреждения. Основным направлением в таких экспериментах являлось облучение образцов в виде тонких пластин (толщиной $\sim 0.2-0.3$ мм) и последующее исследование микроструктуры поврежденных приповерхностных слоев материала методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) [3]. Такой подход нашел широкое применение для анализа радиационного распухания реакторных материалов. Так же в свое время получил развитие метод исследования радиационных эффектов в утоненных ПЭМ образцах, в том числе в *in situ* экспериментах, где образцы облучались непосредственно в колонне ПЭМ [4]. Развитие метода атомно-зондовой томографии (АЗТ) и обнаруженные эффекты образования радиационно-индуцированных кластеров, предвыделений фаз и др. способствовали разработке методики облучения образцов-игл и их последующего исследования методами АЗТ [5-6]. Хотя облучение ПЭМ и АЗТ образцов для микроскопических исследований позволило выявить ряд радиационно-индуцированных эффектов, оно не нашло дальнейшего применения в экспериментах по ускоренному анализу радиационной стойкости реакторных материалов в силу того, что поверхностные эффекты в таких экспериментах оказывали сильное воздействие и не позволяли контролируемо воспроизводить процессы в объемных материалах.

В связи с развитием методов прецизионной пробоподготовки с использованием фокусированных ионных пучков (ФИП) для исследований методами ПЭМ и АЗТ из облученных ионами образцов, а также необходимостью минимизации влияния поверхности при высокодозном облучении при высоких температурах, дальнейшее развитие получило облучение ионами образцов-дисков, либо пластин, и последующего вырезания проб как для ПЭМ, так и для АЗТ анализа.

В настоящее время наиболее приемлемым в имитационных экспериментах считается использование тяжелых ионов с энергией несколько МэВ. При облучении сталей общепринятыми считаются ионы Fe с энергией ~ 5 МэВ [7]. Эти энергии обеспечивают в широком диапазоне доз радиационных повреждений наличие

интервала глубин облученной области материала, где можно пренебречь влиянием поверхности и напряжениями, возникающими в области внедрения ионов [8]. В случае облучения образцов при повышенных температурах, и тем более при высоких дозах, важным является облучение собственными ионами для исключения дополнительного легирования материала и его влияния на результаты имитационных экспериментов.

Для исследований изменения механических свойств облученных ионами образцов также стали применять методы наноиндентирования для анализа влияния радиационных повреждений на упрочнение материала [9]. Несомненным удобством является то, что наноиндентирование может быть выполнено на тех же образцах, из которых вырезались с помощью ФИП пробы для ТЕМ и АЗТ. Таким образом, один облученный ионами образец позволяет получить как различные микроскопические данные, так и исследовать механические свойства материала под облучением.

Учитывая высокую востребованность ускоренных испытаний реакторных материалов и интенсивное развитие технических возможностей в исследовании облученных ионами образцов, в рамках координационных проектов МАГАТЭ «Accelerator simulation and theoretical modelling of radiation effects in structural materials-SMORE» был проведен анализ текущей ситуации (SMORE-I, 2008-2011) и выработаны рекомендации к проведению ускоренных испытаний на пучках ионов (SMORE-II, 2016-2019). Тонкости при переносе имитационных экспериментов на реакторное облучение потребовали проведение калибровочных экспериментов по сопоставлению реакторных и имитационных воздействий. Так, в США в 2017 г. стартовала программа «High Fidelity Ion Beam Simulation of High Dose Neutron Irradiation» таких исследований с сопоставлением с результатами исследований образцов, облученных в реакторе BOR-60 [10]. В России такие исследования по ускоренным испытаниям также проводились [11] и получили развитие в рамках работ ГК Росатом, начиная с 2019 г.

В настоящей работе представлено описание комплекса имитационных экспериментов на пучках тяжелых ионов, реализованного в НИЦ «Курчатовский институт». Для экспериментов по облучению используется пучок линейного ускорителя ТИПр, который позволяет ускорять тяжелые ионы с отношением массы к заряду более 60 до энергий 101 кэВ/нуклон [12]. Для облучения обычно используют ионы химических элементов, являющихся основными в облучаемом материале. Возможно использование ионов других металлов: Fe, V, Ni, Cr, Co, Mo, Ta, Al, Cu и др. Образцы сталей, обычно облучаются пучком ионов железа Fe^{2+} с энергией 5.6 МэВ [13, 14]. Облучение образцов на ускорителе ТИПр может проводиться в диапазоне

температур от комнатной до 700 °С, контроль температуры осуществляется с помощью термопар, расположенных в непосредственной близости от образцов, а также on-line диагностика тока пучка и его профиля. Для проведения расчетов профилей повреждений и количества внедренных ионов используется программа SRIM с выбором соответствующих параметров [15].

Основными используемыми методами анализа микроскопических изменений структурно-фазового состояния облученных образцов являются ПЭМ и АЗТ. Исследования микроструктуры облученных ионами образцов обычно проводятся методами ПЭМ, в ряде случаев методами ПЭМ высокого разрешения или просвечивающей растровой электронной микроскопии. В качестве примера можно привести применение микроскопа Titan 80-300 TEM/STEM (Thermo Fisher Scientific) с ускоряющим напряжением 300 кВ для анализа образцов в имитационных экспериментах [16, 17]. Регистрация изображений в просвечивающем растровом режиме проводится с помощью высокоуглового кольцевого темнопольного детектора HAADF (Fischione). Качественный и количественный химический анализ образцов проводится методами рентгеновской энергодисперсионной спектроскопии с помощью Si(Li) детектора с разрешением по энергии 123 эВ и диаметром окна 30 мм² (EDAX).

Тонкие образцы поперечных сечений для ПЭМ исследований из облученных ионами образцов изготавливаются методом фокусированного ионного пучка (ФИП) ионов Ga⁺ в растровом электронно-ионном микроскопе (например, HELIOS NanoLab 600, FEI) [18, 19]. Вырезанные ламели анализируются с точки зрения радиационных изменений структурно-фазового состояния облученной области материала на различных глубинах.

При анализе эффектов радиационного набухания ПЭМ исследование позволяет идентифицировать радиационно-индуцированные поры [1, 2]. Базовым также является анализ зерно-границного состояния материала, в основном, его стабильности. Для количественного анализа кластеров структурных дефектов, таких как дислокационные петли, используются изображения, полученные в светлопольном режиме с зерен, ориентированных по выбранному направлению [20]). Дополнительно снимаются темнопольные изображения с использованием метода слабых пучков при различных условиях дифракции.

Для исследования локальных перестроек химического состава облученных материалов используется метод АЗТ. В НИЦ «Курчатовский институт» в настоящее время используются атомно-зондовые томографы с лазерным испарением (ПАЗЛ-3D)

[21] и АТЛАЗ [22]. Эти установки используют пикосекундное лазерное испарение атомов с длинами волн 532 и 355 нм, а также детектор на линиях задержки, обеспечивающий высокую скорость сбора данных.

При исследовании облученных ионами образцов, АЗТ образцы-игля изготавливаются из облученных образцов методом ФИП [23, 24], для чего исследуемый объем материала извлекается с необходимых глубин от облученной поверхности. В имитационных экспериментах АЗТ позволяет анализировать перераспределение химических элементов в облученном материале, выявлять образование наноразмерных скоплений химических элементов, декорирование дефектов структуры (например, дислокаций), обогащение, либо обеднение межфазных границ, границ зерен.

Полученные данные микроскопического анализа радиационных изменений структурно-фазового состояния облученного материала позволяют провести оценку радиационного упрочнения. Основной моделью для оценки изменения предела текучести является модель дисперсионных упрочняющих барьеров (Dispersed barrier hardening model, DBH модель) [25, 26].

Имитационные эксперименты также позволяют анализировать изменения некоторых механических свойств. В имитационных экспериментах, проводимых в НИЦ «Курчатовский институт», отработаны методики наноиндентирования при комнатной температуре образцов материалов в исходном состоянии и после ионного облучения с использованием нанотвердомера НаноСкан-4D (ТИСНУМ) [11, 27, 28]. Методом вдавливания алмазной пирамиды-индентора (трёхгранная пирамида типа Берковича) проводится регистрация диаграммы вдавливания и последующий расчет твердости и модуля упругости.

Применение представленного в настоящей работе тяжелоионного облучения апробировалось при анализе радиационной стойкости ряда материалов, таких как Eurofer 97 [29-31], ЭК-181 [28, 32, 33] и ЧС-139 [33, 34], титановых сплавов [16, 35], сплавов вольфрама [36, 37]. Обширные исследования проведены по анализу радиационной стойкости дисперсно-упрочненных оксидами сталей дисперсно-упрочненных оксидами сталей [29, 38-43].

[1] В.Н. Воеводин, И.М. Неклюдов, Эволюция структурно-фазового состояния и радиационная стойкость конструкционных материалов, Киев: Наукова думка, 2006.

[2] G.S. Was Fundamentals of Radiation Materials Science, Berlin: Springer-Verlag, 2007.

[3] R.S. Nelson, D.J. Mazey, J.A. Hudson, J. Nucl. Mater. 37 (1970) 1.

[4] R.C. Birtcher, M.A. Kirk, K. Furuya et al., Journal of Materials Research 20 (2005) 1654.

- [5] P. Pareige, B. Radiguet, A. Barbu, J. Nucl. Mater. 352 (2006) 75.
- [6] S.V. Rogozhkin, A.A. Aleev, A.G. Zaluzhnyi et al., Phys. Met. Metallogr. 113 (2012) 200.
- [7] G.S. Was, Z. Jiao, E. Getto et al., Scr. Mater. 88 (2014) 33.
- [8] S.J. Zinkle, L.L. Snead, Scr. Mater. 143 (2018) 154.
- [9] A.C. Fischer-Cripps. Nanoindentation, New York: Springer, 2011.
- [10] Z. Jiao, S. Taller, K. Field, G. Yeli, M.P. Moody, G.S. Was, J. Nucl. Mater. 504 (2018) 122.
- [11] С.В. Рогожкин, А.А. Никитин, А.А. Хомич и др., Ядерная физика и инжиниринг 9 (2018) 245.
- [12] T. Kulevoy, R. Kuibeda, G. Kropachev et al., Rev. Sci. Instrum. 81 (2010) 02B906.
- [13] Р.П. Куйбида, Т.В. Кулевой и др., ВАХТ, сер. Ядерно-физические исследования №4(80) (2012) 68.
- [14] Г.Н. Кропачев, А.И. Семенников и др., Ядерная физика и инжиниринг 3 (2012) 246.
- [15] R.E. Stoller, M.B. Toloczko, G.S. Was et al., Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B 310 (2013) 75.
- [16] S.V. Rogozhkin, A.A. Nikitin, N.N. Orlov et al., Inorg. Mater. Appl. Res. 8 (2017) 279.
- [17] S.V. Rogozhkin, N.A. Iskandarov, A.A. Lukyanchuk et al, Inorg. Mater. Appl. Res. 9 (2018) 231.
- [18] R.M. Langford, C.Clinton, Micron. 35 (2004) 607.
- [19] M. Schaffer, B. Schaffer, Q. Ramasse, Ultramicroscopy 114 (2012) 62.
- [20] B. Yao, D.J. Edwards, R.J. Kurtz, J. Nucl. Mater. 434 (2013) 402.
- [21] S.V. Rogozhkin, A.A. Aleev, A.A. Lukyanchuk et al., Instrum. Exp. Tech. 60 (2017) 428.
- [22] A.A. Lukyanchuk, O.A. Raznitsyn, A.S. Shutov et al., Physics of Atomic Nuclei 84 (2021) 2004.
- [23] M.K. Miller, K.F. Russell, Ultramicroscopy 107 (2007) 761.
- [24] V.V. Khoroshilov et. al. // J. Surf. Invest.: X-Ray, Synchrotron Neutron Tech. 12 (2018) 87.
- [25] G.E. Lucas // J. Nucl. Mater. 206 (1993) 287.
- [26] E. Orowan, Symposium on Internal Stresses in Metals and Alloys. London: Inst. of Metals. 1948.
- [27] E.V. Gladikh, K.S. Kravchuk et al., IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 443 (2018) 012007.
- [28] E.V.Gladikh, K.S. Kravchuk et. al. J. Surf. Invest.: X-Ray, Synchrotron Neutron Tech. 13 (2019) 48.
- [29] S. Rogozhkin, A. Bogachev, O. Korchuganova et. al., Nucl. Mater. Energy 9 (2016) 66.
- [30] S. Rogozhkin, A. Nikitin, N. Orlov et. al., MRS Adv. 2 (2017) 1143.
- [31] S.V. Rogozhkin, A.A. Nikitin et. al., Inorg. Mater. Appl. Res. 10 (2019) 333.
- [32] S.V. Rogozhkin, N.A. Iskandarov et. al., Inorg. Mater. Appl. Res. 4 (2013) 426
- [33] S.V. Rogozhkin, N.A. Iskandarov et. al., Inorg. Mater. Appl. Res. 11 (2020) 359.
- [34] S.V. Rogozhkin, N.A. Iskandarov, A.A. Lukyanchuk et. al., Inorg. Mater. Appl. Res. 9 (2018) 231.
- [35] S.V. Rogozhkin, I.A. Schastlivaya, V.P. Leonov et. al., Inorg. Mater. Appl. Res. 8 (2017) 848.
- [36] A.A. Nikitin, S.V. Rogozhkin, O.V. Ogorodnikova, et. al., Physics of Atomic Nuclei 86 (2023) 2618.
- [37] O.V. Ogorodnikova, A.A. Nikitin, S.V. Rogozkin et. al., J. Nucl. Mater. 595 (2024) 155070
- [38] N.N. Orlov, S.V. Rogozhkin, A.A. Bogachev et al., Russ. Metall. 9 (2017) 741.
- [39] S.V. Rogozhkin, A.A. Bogachev, N.N. Orlov et al., Russ. Metall. 7 (2017) 554.
- [40] S.V. Rogozhkin, A.A. Khomich, A.A. Bogachev et. al., Physics of Atomic Nuclei 83 (2020) 1519.
- [41] S.V. Rogozhkin, A.V. Klauz, A.A. Bogachev et. al., Physics of Atomic Nuclei 86 (2023) 1975.
- [42] S.V. Rogozhkin, A.A. Khomich, A.A. Nikitin et. al., Physics of Atomic Nuclei 87 (2024) 1257.
- [43] С.В. Рогожкин, А.А. Хомич, А.А. Никитин и др., Перспективные материалы 11 (2024) 5.

RADIATION RESISTANCE OF MULTICOMPONENT ALLOYS REINFORCED WITH OXIDE NANOPARTICLES UNDER HIGH-ENERGY HEAVY ION IRRADIATION

E.A. Korneeva¹, Van Tiep Nguyen^{1,2}, Dinh Phuong Doan³, Bao Trung Tran³,
Van Toan Nguyen³, Chi Linh Dinh³, A.S. Sohatsky¹, T.N. Vershinina⁴, V.A. Skuratov¹

¹*FLNR, Joint Institute for Nuclear Research, Joliot-Curie, 6, Russia, ekorneeva@jinr.ru*

²*Institute of Physics, Vietnam Academy of Science and Technology, Hanoi, Vietnam*

³*Institute of Materials Science, Vietnam Academy of Science and Technology, Hanoi, Vietnam*

⁴*FLNP, Joint Institute for Nuclear Research, Joliot-Curie, 6, Russia*

Conventional structural alloys, such as ferritic steels, cannot meet the requirements for Gen IV reactor components regarding high operational performance at elevated temperatures and radiation doses [1]. Nowadays multicomponent alloys, specifically medium- and high-entropy alloys, are of interest in radiation materials science due to their unique properties, particularly radiation stability, high strength, and corrosion resistance [2, 3]. It is believed that the high level of radiation resistance in multicomponent alloys is achieved due to the high energy barriers for the migration of radiation-induced point defects, resulting from the strong lattice distortions inherent to these alloys. Another area of research is the study of oxide dispersion strengthened (ODS) multicomponent alloys, as this strengthening can significantly enhance mechanical properties [4]. Radiation stability in ODS alloys is improved through the suppression of dislocation motion due to barrier strengthening and better annihilation of point defects at the matrix-oxide particle interfaces. Since dispersed particles determine the high strength characteristics of ODS alloys, the stability of their structure under irradiation is a key issue when considering these alloys as potential reactor materials. One important concern in this regard is the structural stability of dielectric inclusions under exposure to fission fragments. Fuel cladding materials are exposed to fission fragment irradiation, and high ionization energy losses during this process can significantly alter the structure of dielectric materials. Currently, there are no systematic data on the effects of fission fragment irradiation on the structure and properties of multicomponent alloys.

In the present study, the multicomponent ODS alloy CoCrFeNi was irradiated with Xe and Bi ions at energies > 1 MeV/nucleon to induce amorphous oxide particles in the structure. The evolution of the microstructure of the irradiated material, depending on the level of electronic energy loss, was investigated using transmission electron microscopy throughout the entire depth of the damaged layer, employing a specialized layer-by-layer electropolishing

technique. The level of radiation hardening in the damaged layer regions, with varying contributions of radiation defects produced via dense ionization and elastic collisions, was determined.

CoCrFeNi alloys were synthesized using the spark plasma sintering (SPS) method at 980°C at the Institute of Materials Science, Vietnam Academy of Science and Technology. During the synthesis, nanosized yttria oxide particles were added to some of the alloys. The alloys were irradiated at room temperature with 150 and 475 MeV Xe ions and 670 MeV Bi ions to fluences up to 10^{13} cm^{-2} using the U400 and IC-100 cyclotrons at FLNR JINR. Foils from different regions of the damaged layer for TEM analysis were prepared using an experimental setup with one-sided electropolishing, which allowed for the removal of the specified thickness of the damaged region from the sample. Thus, foils were prepared from those regions of the irradiated layer where either ionization effects or elastic collisions dominated.

Damage profiles and electronic energy loss for Xe and Bi ions in CoCrFeNi and the regions from which TEM foils were prepared are in fig. 1.

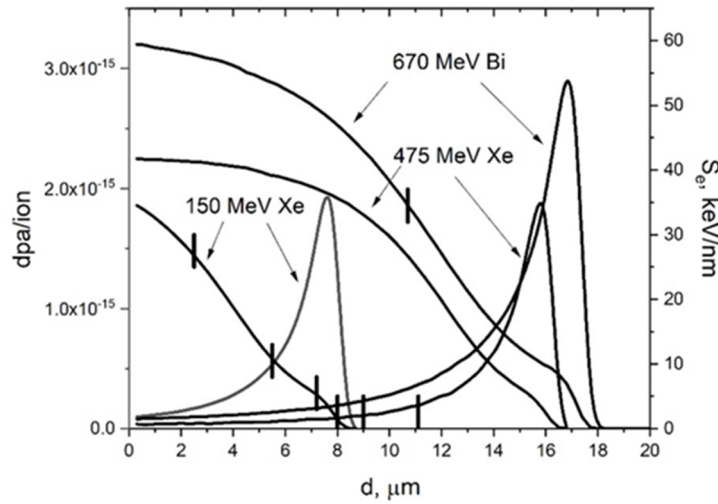


Fig.1. Damage profiles and electronic energy loss for 150 MeV Xe, 475 MeV Xe, and 670 MeV Bi in FCC CoCrFeNi, calculated using SRIM-2013 software. The vertical lines indicate the regions from which TEM foils were prepared

Structural investigations were carried out using Talos™ F200i S/TEM transmission electron microscope with accelerating voltage of 200 kV. The XRD structural analysis was performed at room temperature using an EMPYREAN (PANalytical) powder diffractometer with Cu-K α radiation. Nanoindentation measurements were conducted using a NanoScan-4D scanning nano-hardness tester (FSBI TISNCM, Russia) with controlled indentation depth.

Typical radiation-induced defects in irradiated materials include dislocation loops, voids, radiation-induced segregation (RIS), and, for FCC materials, stacking fault defects, particularly stacking fault tetrahedra (SFTs), in the presence of an excess vacancy concentration. Previous

studies have shown that in FCC alloys irradiated with neutrons and low-energy ions, the size of stacking fault tetrahedra does not exceed a critical size of a few nanometers [5, 6], with irradiation temperature being the key parameter influencing their formation.

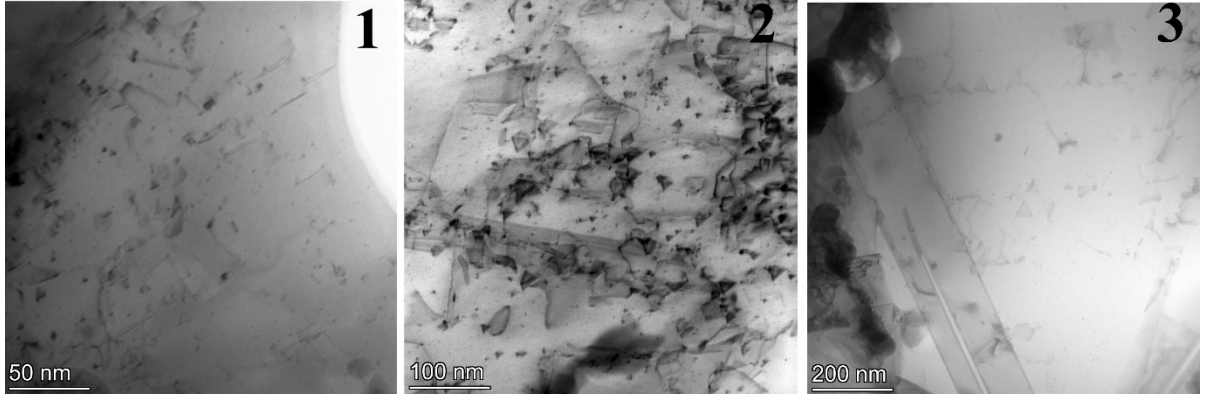


Fig. 2. Microstructure of the metallic matrix of FCC CoCrFeNi at the surface (1) and at depths of 2.5 μm (2) and 5.5 μm (4) after irradiation with 150 MeV Xe ions at a fluence of 10^{13} cm^{-2}

In the present study, the primary radiation-induced defects in CoCrFeNi alloys after irradiation with high-energy heavy ions were identified as stacking fault tetrahedra (SFTs). Fig. 2 shows the microstructure of the metallic matrix of FCC CoCrFeNi at the surface (1) and at depths of 2.5 μm (2) and 5.5 μm (3) after irradiation with 150 MeV Xe ions to a fluence of 10^{13} cm^{-2} . It can be seen that stacking fault tetrahedra (SFTs) with sizes reaching several tens of nanometers dominate in defect structure. A rough estimate suggests that their average size correlates with electronic stopping power as their sizes decreases with depth. It is likely that, under high-energy heavy ion irradiation, SF formation are formed due to local thermal heating during ion-target interactions in the presence of an excess vacancy concentration. When an ion impacts oxide particles, this localized heating leads to the formation of latent tracks. Fig. 3 presents TEM images of oxide particle. Latent tracks, with sizes below 10 nm, can be observed within the particle structure.

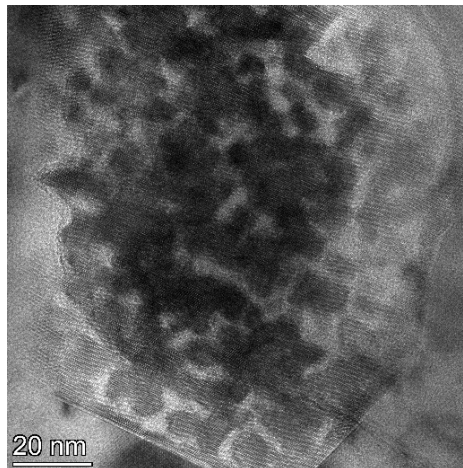


Fig. 3. Oxide particle after irradiation with Xe ions at a fluence of 10^{13} cm^{-2}

Radiation-induced defects are the primary cause of radiation hardening and embrittlement of materials. For unirradiated materials, the addition of yttria oxide particles during synthesis increases the alloy's strength by 8 %. Both alloys exhibit radiation hardening, with ODS CoCrFeNi showing greater hardening compared to the alloy without oxide particles. Radiation hardening increases with fluence for both alloys, reaching 16 % for ODS CoCrFeNi, corresponding to a hardness of 5.78 ± 0.23 GPa. Measurements of mechanical properties using nanoindentation were also conducted at various depths from the irradiated surface.

In conclusion, we studied the effects of swift heavy ions on the structure and properties of oxide-strengthened multicomponent CoCrFeNi alloys. It was shown that irradiation leads to the formation of stacking fault tetrahedra, with a correlation observed between defect parameters and the electronic stopping power. Irradiation also results in the formation of tracks in oxide particles and their complete amorphization in the subsurface layer at a fluence of 10^{13} cm^{-2} . Radiation hardening after irradiation reaches up to 16 %.

- [1] S.J. Zinkle, G.S. Was, Materials challenges in nuclear energy, *Acta Mater.* 61 (2013) 735-758.
- [2] N.A.P.K. Kumar, C. Li, K.J. Leonard, H. Bei, S.J. Zinkle, Microstructural stability and mechanical behavior of FeNiMnCr high entropy alloy under ion irradiation, *Acta Mater.* 113 (2016) 230-244.
- [3] E.J. Pickering, A.W. Carruthers, P.J. Barron, S.C. Middleburgh, D.E.J. Armstrong, A.S. Gandy, High-entropy alloys for advanced nuclear applications, *Entropy*. 23 (2021) 1-28.
- [4] H. Hadraba, Z. Chlup, A. Dlouhy, F. Dobes, P. Roupčová, M. Vilemova, J. Matejíček, Oxide dispersion strengthened CoCrFeNiMn high-entropy alloy, *Mater. Sci. Eng. A*. 689 (2017) 252-256.
- [5] R. Schibli, R. Schaublin, On the formation of stacking fault tetrahedra in irradiated austenitic stainless steels - A literature review, *J. Nucl. Mater.* 442 (2013).
- [6] B.N. Singh, S.I. Golubov, H. Trinkaus, D.J. Edwards, M. Eldrup, Review: Evolution of stacking fault tetrahedra and its role in defect accumulation under cascade damage conditions, *J. Nucl. Mater.* 328 (2004) 77-87.

**ВЛИЯНИЕ БОМБАРДИРОВКИ КЛАСТЕРНЫМИ ИОНАМИ АРГОНА
НА ПОВЕРХНОСТЬ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО GaN
INFLUENCE OF ARGON CLUSTER ION BOMBARDMENT ON THE SURFACE
OF GaN SINGLE CRYSTAL**

И.В. Николаев¹, Н.Г. Коробейщиков¹

I.V. Nikolaev¹, N.G. Korobeishchikov¹

¹*Отдел прикладной физики, Новосибирский государственный университет,
630090, ул. Пирогова, 2, г. Новосибирск, Россия, e-mail: i.nikolaev@nsu.ru*

Surface treatment of monocrystalline gallium nitride by argon cluster ions is produced. The influence of different cluster energies on the formation of nanostructures on the target surface has been established. The parameters of nanostructures and surface roughness of gallium nitride is obtained by atomic force microscopy.

Нитрид галлия обладает большой шириной прямой запрещенной зоны (3,4 эВ) в сочетании с превосходной механической, химической и термической стабильностью, благодаря чему нашел множество применений в светодиодных устройствах, оптических устройствах с короткой длиной волны, солнечных элементах, транзисторах [1-3]. Пленки GaN традиционно выращиваются с помощью ряда методов: импульсное лазерное осаждение (ИЛО, PLD), химическое осаждение из паровой фазы (CVD), молекулярно-лучевая эпитаксия (МЛЭ, MBE), ВЧ-распыление [4-7].

На протяжении последних нескольких десятилетий тема формирования упорядоченных наноструктур на поверхности различных материалов привлекает всё больший интерес. Наиболее распространёнными методами наноструктурирования стали химическое осаждение из паровой фазы (CVD), нанопечатная литография (НИЛ) и бомбардировка пучками ионов под наклонными углами падения, которые позволяют получать наноструктуры различной формы (нановолны, наностолбики и др.) [8-10].

Благодаря высокой локальной плотности энерговыделения, латеральному распылению и малоинвазивному воздействию ионно-кластерные пучки также нашли активное применение для модификации поверхности различных материалов [11-13]. Было показано, что бомбардировка поверхности различных материалов кластерными ионами при наклонном падении может эффективно применяться для наноструктурирования [14-16].

Ранее нами впервые было проведено наноструктурирование поверхности германия ионно-кластерным пучком аргона [17]. Данные наноструктуры представляют собой упорядоченные нановолны (ripples) и ранее не создавались на поверхности Ge путем распыления обычным пучком ионов аргона. В зависимости от дозы облучения амплитуда наноструктур достигала значений до нескольких десятков нанометров, а период наноструктур варьировался от 180 нм до 400 нм. По сравнению с нановолнами, индуцированными мономерными ионами, наноструктуры, образованные кластерными ионами, демонстрируют значительные соотношения сторон.

В данной работе, для бомбардировки поверхности монокристаллического нитрида галлия, использовался несепарированный по размерам ионно-кластерный пучок аргона, падающий под углом 60° к поверхности мишени. Краткое описание экспериментального стенда КЛИУС с принципиальной схемой представлено в работе [18]. Несмотря на близкую молярную массу и соответственно плотность GaN ($\rho = 6,15 \text{ г/см}^3$) и Ge ($\rho = 5,32 \text{ г/см}^3$) при коллективном взаимодействии кластерных ионов аргона с атомами мишенями надо учитывать атомарную плотность. Атомарная плотность GaN в 2 раза больше, чем у Ge и составляет $8,84 \times 10^{22} \text{ атом/см}^3$. В тоже время энергия когезии E_{coh} (энергия связывания, приходящаяся на один атом) нитрида галлия составляет -8,5 эВ [19], а энергия когезии E_{coh} германия -3.85 эВ [20]. Опираясь на наши предыдущие результаты, для бомбардировки монокристаллического GaN было выбрано два режима бомбардировки: 1) кластерными ионами с энергией $\approx 10 \text{ эВ/атом}$ как наиболее эффективный режим формирования наноструктур на поверхности монокристаллов KTiOPO_4 (КТР) и Ge [17, 21]; 2) кластерными ионами с энергией $\approx 22 \text{ эВ/атом}$, т.к. GaN является более плотным, упругим и с большей энергией связи (когезии) атомов по сравнению с Ge. Плотность тока ионно-кластерного пучка аргона составляла 0,22 и 0,32 мкА/см² для режимов бомбардировки № 1 и № 2, соответственно.

Параметры шероховатости поверхности GaN определялись с помощью атомно-силового микроскопа NTEGRA Prima HD на области сканирования размером 10×10 и $2 \times 2 \text{ мкм}^2$ с разрешением 1024×1024 пикселей. После обработки кластерными ионами с энергией $\approx 22 \text{ эВ/атом}$ формируются наноструктуры с большим периодом (порядка 250 - 300 нм) и большей шероховатостью поверхности мишени. В данном режиме максимальный перепад высот R_z на поверхности нитрида галлия возрастает примерно на 10 % по сравнению со значением R_z при обработке менее энергетическим режимом. На основе полученных результатов можно предположить, что более энергетические

кластерные ионы (≈ 22 эВ/атом) наиболее эффективно перемещают и переосаждают атомы мишени латерально по сравнению с кластерными ионами с энергией ≈ 10 эВ/атом. Уточним, что в ранее проведенных нами экспериментах для монокристалла КТР, было получено, что кластерные ионы аргона с энергией ≈ 10 эВ/атом более эффективно формируют наноструктуры на поверхности монокристалла КТР, чем кластерные ионы с энергией $\approx 25-30$ эВ/атом. Как упоминалось ранее, нитрид галлия более плотный и упругий по сравнению с германием и, в том числе, с монокристаллом КТР. Это и может приводить к тому, что для более эффективного наноструктурирования нитрида галлия требуется кластерные ионы с большей удельной энергией.

Работа выполнена при финансовой поддержке РНФ (грант № 23-79-10061) в части обработки образцов кластерными ионами и Минобрнауки РФ (грант FSUS-2024-0020) в части подготовки и анализа образцов. Авторы благодарят ЦКП «Прикладная физика» НГУ и ЦКП «ВТАН» НГУ за предоставление ресурсов измерительного оборудования.

- [1] S. Nakamura, M. Senoh, Nagahama S, N. Iwasa, T. Yamada, T. Matsushita, H. Kiyoku, Y. Sugimoto, Appl. Phys. Lett. 68 (1996) 2105.
- [2] I. Akasaki, S. Sota, H. Sakai, T. Tanaka, M. Koike, H. Amano, Electron.Lett. 32 (1996) 1105.
- [3] S. Bolat, C. Ozgit-Akgun, B. Tekcan, N. Biyikli, A.K. Okyay. Appl. Phys. Lett. 104 (2014) 243505.
- [4] M.A. Fakhri, H.D. Jabbar, M.J.I AbdulRazzaq, E. T. Salim, A.S. Azzahrani, R.Kh. Ibrahim, R.A. Ismail, Sci. Rep. 13 (2023) 21007.
- [5] K. Chung, S.I. Park, H. Baek, J.-S. Chung, G.-Ch. Yi, NPG Asia Mater. 4 (2012) e24.
- [6] T. Miyazaki, T. Fujimaki, S. Adachi, K. Ohtsuka, J. Appl. Phys. 89 (2001) 8316.
- [7] A. Mantarçı, M. Kundakçı, AIP Conf. Proc. 1833 (2017) 020119.
- [8] L.S. Wang, S. J. Chua, S. Tripathy, K.Y. Zang, B.Z. Wang, J.H. Teng, Proc. of SPIE 6894 (2008) 68940A.
- [9] M. Mrad, K. Baril, M. Charles, J.Z. Perez, S. Labau, M. Panabiere, C. Petit-Etienne, B. Alloing, G. Lefevre, L. Dupre, G. Feuillet, C. Gourgon, MNE 14 (2022) 100110.
- [10] R. Cuerno, J.-S. Kim, J. Appl. Phys. 128 (2020) 180902.
- [11] I.Yamada, Materials Processing by Cluster Ion Beams: History, Technology and Applications, London: CRC Press, 2016.
- [12] I. Yamada, J. Matsuo, N. Toyoda, A. Kirkpatrick, Mat. Sci. Eng. R, 36 (2001), 231.
- [13] А.Е. Иешкин, А.Б. Толстогузов, Н.Г. Коробейщиков, В.О. Пеленович, В.С. Черныш, УФН 192 (2022) 722.
- [14] N. Toyoda, B. Tilakaratne, I. Saleem, W.-K. Chu, Appl. Phys. Rev. 6 (2019) 020901.
- [15] A. Ieshkin, D. Kireev, K. Ozerova, B. Senatulin, Mater. Letters 272 (2020) 127829.
- [16] V. Pelenovich, X. Zeng, R. Rakhimov, et al., Mater. Letters 264 (2020) 127356.
- [17] N.G. Korobeishchikov, I.V. Nikolaev, A.V. Lapega, Mater. Letters 368 (2024) 136710.
- [18] N.G. Korobeishchikov, I.V. Nikolaev, M.A. Roenko, Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B, 438 (2019) 1.
- [19] R. González, W. López, J.A. Rodríguez, Solid State Commun. 144 (2007) 109.
- [20] J. Tersoff, Phys. Rev. B 39 (1989) 556.
- [21] I.V. Nikolaev, N.G. Korobeishchikov, Appl. Nano 2 (2021) 25.

STRUCTURAL CHANGES AND DEUTERIUM RETENTION IN EUROFER DAMAGED BY HEAVY IONS

O.V. Ogorodnikova^{1,2}, A. Nikitin^{1,2}, S. Rogozkin^{1,2}, N. Sergeev¹, V. Efimov¹

¹*National Research Nuclear University 'MEPhI', Kashirskoe sh. 31, 115409 Moscow, Russia*

²*National Research Center «Kurchatov Institute», pl. Kurchatova 1, 123098 Moscow, Russia*

The energy crisis and the huge potential of thermonuclear energy encourage us to make great efforts to develop nuclear fusion. The final application of thermonuclear energy mainly depends on the development of key materials in a thermonuclear reactor. On the other side, the development of materials for advanced fission and hybrid fission-fusion reactors is also in progress. Low activation ferritic-martensitic, RAFM, steels such as Eurofer and oxide dispersion strengthening (ODS) steels by the addition of Y_2O_3 particles are promising structural materials for fusion reactors [1], as fuel cell shells in fast neutron reactors [2] and for a number of designs in other reactors of the Generation IV [3, 4]. But the investigation of the stability of properties of RAFM steels under both neutron and deuterium irradiations is missing. The material properties stability under neutron irradiation and hydrogen embrittlement in a fusion, advanced fission and fission-fusion reactors are important issues that determine the applicability of the material and can cause a reduction in the lifetime of reactor components. Moreover, due to safety, cost and recycling reasons, total tritium retention in fusion materials should not exceed the permissible level. Thus, it is necessary to be able to predict the amount of radioactive tritium retained in the materials and develop procedures for its removal. In this work, a formation of radiation defects in promised Eurofer steel as a function of irradiation dose and temperature and deuterium (D) retention in radiation-induced damage is investigated.

To simulate neutron-induced defects, materials have been irradiated with Fe ions with an energy of 5.6 MeV at a temperature range of 250-500 C and dose range of 3-50 dpa (displacement per atom). The radiation defects have been investigated by transmission electron microscopy (TEM), energy-dispersive X-ray spectrometry (EDXS), and atom probe tomography (APT). For mechanical characterization, nanoindentation was used. To decorate radiation-induced defects, D was implanted in damaged materials with an energy of 670 eV to a fluence of 10^{22} D/m². The D retention was studied by in-situ thermal desorption spectroscopy (TDS).

The accumulation of deuterium at radiation defects in Eurofer steels is an one order of magnitude higher than in undamaged steels, even at high temperatures of 400-450 C under Fe ion irradiation, when partial annealing of radiation defects such as dislocation loops and vacancies occurs. The accumulation of deuterium in steels damaged by low doses of Fe ion irradiation increases strongly, and then gradually increases slowly, since radiation defects become saturated with an increase in the radiation dose (fig. 1). Deuterium is trapped by radiation-induced Cr-Mn clusters measured by APT, dislocation loops measured by both TEM and APT, and vacancy clusters measured by positron annihilation life-time spectroscopy.

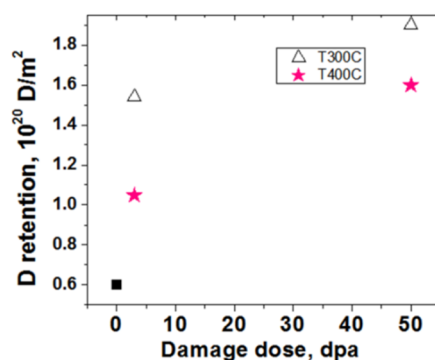


Fig. 1. D retention in Eurofer irradiated with 5.6 MeV Fe ions at 300 and 400 C as a function of damage dose

Hardening of Eurofer after irradiation at low dose has a maximum at about 300 C as shown in fig. 2. Hardening at the temperature range below 400 C is determined by dislocation loops, while the Cr-Mn cluster formation measured by APT at 400 C leads to a decrease of the density of loops (although their size is increased) and reduction in hardening.

Hardening of Eurofer after irradiation at high dose is shown in fig. 3. It defines mainly by contribution of dislocation loops but has a maximum at 450 K due to impact of the formation of Cr-Mn clusters.

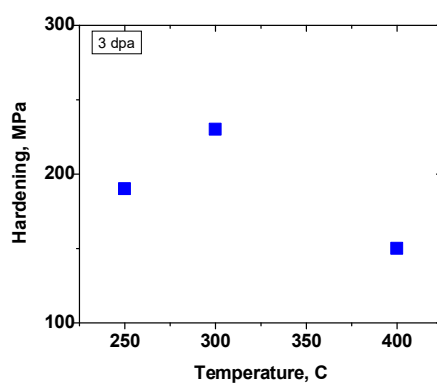


Fig. 2. Hardening of Eurofer as a function of temperature under irradiation at 3 dpa

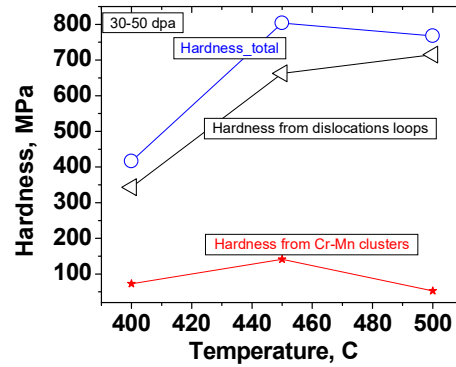


Fig. 3. Hardening of Eurofer as a function of temperature under irradiation at 30-50 dpa

The D retention correlates with changes in hardening, meaning that D is trapped by dislocation loops and clusters formed under irradiation (Fig. 4). D retention has a maximum at 300 and 450 C for 3-5 and 30-50 dpa, respectively. The mechanism of D retention in each type of defects is discussed.

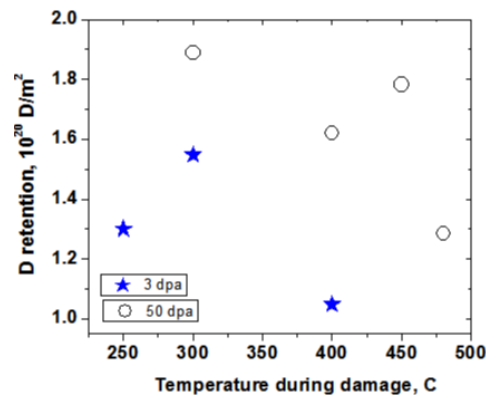


Fig. 4. D retention in Eurofer as a function of temperature under 5.6 MeV Fe ion irradiation at 3 and 50 dpa

- [1] R. Lindau, A. Möslang, M. Rieth, et al.. Present development status of EUROFER and ODS-EUROFER for application in blanket concepts. Fusion Engineering and Design, 2005, vols. 75-79, p. 989.
- [2] J. S. Cheon, C. B. Lee, B. O. Lee, J.P. Raison, T. Mizuno, F. Delage, J. Carmack. J. Nucl. Mater., 2009, vol. 392, p. 324
- [3] S. Ukai, S. Ohtsuka, T. Kaito, Y. de Carlan, J. Ribis, J. Malaplate, Oxide dispersion-strengthened/ferrite-martensite steels as core materials for Generation IV nuclear reactors // Structural Materials for Generation IV Nuclear Reactors. Elsevier, 2017. pp. 357-414
- [4] F. Balbaud, C. Cabet, S. Cornet, et al. A NEA review on innovative structural materials solutions, including advanced manufacturing processes for nuclear applications based on technology readiness assessment. Nuclear Materials and Energy, 2021, vol. 27, no. 101006.

**ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ АТОМАРНОЙ СТРУКТУРЫ АМОРФИЗОВАННОГО
ИОНАМИ КСЕНОНА КРЕМНИЯ МЕТОДАМИ МОЛЕКУЛЯРНОЙ
ДИНАМИКИ И ВЫСОКОРАЗРЕШАЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ
CHARACTERIZATION OF ATOMIC STRUCTURE OF SILICON AMORPHIZED
BY XENON IONS USING MOLECULAR DYNAMICS SIMULATION AND HIGH-
RESOLUTION ELECTRON MICROSCOPY**

А.В. Румянцев¹, О.В. Подорожний¹, Г.С. Киреев¹, А.С. Приходько¹, А.Е. Иешкин²,
Д.К. Миннебаев², Н.И. Боргардт¹

A.V. Rumyantsev¹, O.V. Podorozhnyi¹, G.S. Kireev¹, A.S. Prikhodko¹, A.E. Ieshkin²,
D.K. Minnebaev², N.I. Borgardt¹

¹*Национальный исследовательский университет «МИЭТ», площадь Шокина, дом 1,
124498, г. Москва, г. Зеленоград, Россия, e-mail: lemi@miee.ru*

²*Московский государственный университет им. М. В. Ломоносова, Ленинские горы,
дом 1, 119991 г. Москва, Россия*

Experimental studies and molecular dynamics simulations of silicon irradiation with xenon ions were performed. A correlation analysis of experimental and simulated high-resolution transmission electron microscopy images was carried out. The amorphized layers thicknesses and the widths of the transition region between amorphous and crystalline silicon were evaluated. The obtained values were compared, and satisfactory agreement was found.

Пучки ускоренных ионов широко применяются в современных технологиях для прецизионного формирования микро- и нанообъектов, при модификации структуры поверхности. Для решения подобных задач часто предпочтительными являются пучки ионов инертных газов. В частности, ионы ксенона используются при очистке и полировке поверхностей [1] и в методе фокусированного ионного пучка [2]. Оптимизация процессов ионной обработки требует описания состояния облучённого материала, например, профиля имплантированных ионов пучка, толщины аморфизованного ионным облучением слоя, а также ширины переходной области между аморфным и кристаллическим материалом, что особенно важно при формировании оптических устройств. Для изучения структуры переходной области требуется развитие методов исследования и описания, основанных как на экспериментальных подходах, так и на атомистическом моделировании. Наиболее

информативными для таких исследований являются высокоразрешающая электронная микроскопия (ВРЭМ) и моделирование методом молекулярной динамики.

В данной работе проводилось исследование тонкого аморфизованного слоя и переходной области между аморфным и кристаллическим материалом после облучения монокристаллического кремния пучком ионов ксенона методом ВРЭМ. Экспериментальные ВРЭМ-микрофотографии сравнивались с расчётными изображениями, которые были получены на основе атомарных позиций, найденных при моделировании методом молекулярной динамики. Толщина аморфизованного слоя кремния и ширина переходной области определялись с помощью корреляционной функции интенсивности полученных изображений, а также с применением двух локальных параметров порядка атомов.

Образец монокристаллического кремния Si(001) для экспериментального исследования подвергался бомбардировке ионами ксенона с энергией 8 кэВ и дозой около 10^{16} см⁻³ перпендикулярно поверхности в условиях сверхвысокого вакуума. Для достижения большей однородности облучения пучок сканировался вдоль поверхности образца. Из облучённой области методом *in situ* lift-out в электронно-ионном микроскопе Helios Nanolab 650 был приготовлен образец поперечного сечения параллельно плоскости (110) для исследования в просвечивающем электронном микроскопе Titan Themis 200 с корректором сферической аберрации при ускоряющем напряжении 200 кВ методом ВРЭМ.

На рис. 1 а приведено экспериментальное ВРЭМ-изображение облучённой приповерхностной области образца. На изображении отчётливо видны области кристаллического *c*-Si и аморфизованного *a*-Si кремния. На поверхности образца находится слой платины и аморфного углерода, нанесённый для её защиты при изготовлении. Для определения толщины аморфизованного слоя и ширины переходной области между *c*-Si и *a*-Si применялся подход, подробно описанный в [2] и основанный на построении и анализе корреляционной функции распределений интенсивности изображения ρ_{corr} . Для этого изображение разбивалось на полосы равной толщины 5,43 Å, параллельные поверхности образца, после чего интенсивность $I_k(x,y)$ в каждой точке k -й полосы с центром в точке x_k сравнивалась с интенсивностью $I_0(x,y)$ полосы, принятой за эталонную и расположенной вдали от границы в области *c*-Si, с помощью функции

$$\rho_{corr}(I_0, I_k) = \frac{\sum_i \sum_j [I_0(x_i, y_j) - \bar{I}_0][I_k(x_i, y_j) - \bar{I}_k]}{\sqrt{\left\{ \sum_i \sum_j [I_0(x_i, y_j) - \bar{I}_0]^2 \right\} \left\{ \sum_i \sum_j [I_k(x_i, y_j) - \bar{I}_k]^2 \right\}}}, \quad (1)$$

где $\bar{I}_0$, $\bar{I}_k$ – средняя интенсивность эталонной и k -й полосы соответственно.

Для удобства вместо выражения (1) использовалась корреляционная функция r_{exp} , график которой показан на рис. 1а, и имеющая значения 0 для c -Si и 1 для a -Si:

$$r_{exp}(x_k) = 1 - \rho_{corr}(I_0, I_k). \quad (2)$$

Для определения толщины аморфизованного слоя и ширины переходной области между c -Si и a -Si полученная корреляционная функция аппроксимировалась с помощью функции ошибок. Положение границы между c -Si и a -Si определялось, как координата $\bar{x}_{im}$ середины области перепада аппроксимирующей функции, положение границ переходной области – как точки, в которых эта функция становится равной 10 % и 90 % от максимального значения. Положению поверхности образца соответствовала координата x_b . Полученные значения толщины аморфизованного слоя $h_{im}^{(exp)}$ и ширины переходной области $w_{im}^{(exp)}$ составили $h_{im}^{(exp)} = 20,0 \pm 0,3$ нм и $w_{im}^{(exp)} = 1,6 \pm 0,4$ нм.

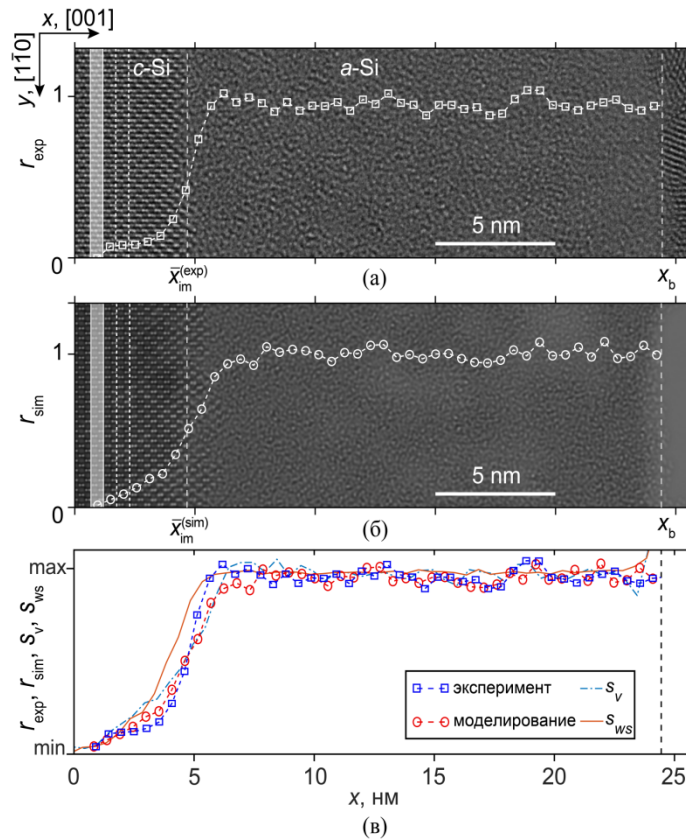


Рис. 1. Экспериментальное (а) и расчётное (б) ВРЭМ-изображения облучённой приповерхностной области образца с наложенными профилями r_{exp} и r_{sim} ; профили r_{exp} и r_{sim} вместе с графиками функций локальных параметров порядка S_V и S_{WS} (в)

Компьютерное моделирование методом молекулярной динамики проводилось в программном пакете LAMMPS. Расчётная ячейка размером $21,72 \times 21,72 \times 29,9$ нм

имела структуру, аналогичную приведённой в [2]. Энергия и доза ионов задавались равными экспериментальным. При моделировании использовался потенциал межатомного взаимодействия Tersoff-ZBL с параметрами, приведёнными в [3].

Найденные в результате моделирования атомные позиции использовались для расчёта ВРЭМ-изображения, приведённого на рис. 1 б. Визуальное сравнение рис. 1 а и б показывает, что полученное изображение схоже с экспериментальным. Тем не менее, отметим, что на расчётном изображении наблюдается большее число повреждений в конце длины пробега ионов на границе аморфной и кристаллической областей. Методом, аналогичным описанному выше, была получена корреляционная функция r_{sim} . Значения толщины аморфизованного слоя и ширины переходной области были рассчитаны на основе аппроксимации r_{sim} функцией ошибок и составили $h_{im}^{(sim)} = 19,7 \pm 0,3$ нм и $w_{im}^{(sim)} = 3,4 \pm 0,5$ нм соответственно. Величина $w_{im}^{(sim)}$ заметно превышает значение $w_{im}^{(exp)}$, что может быть объяснено влиянием процессов релаксации и рекристаллизации, для учета которых требуются дальнейшие исследования.

Структура переходной области характеризовалась также непосредственно на основе полученных атомных позиций с применением тетраэдрического параметра порядка s_v [4] и параметра s_{ws} [2], описывающего смещение атомов из идеального положения. Графики данных функций представлены на рис. 1 в вместе с кривыми r_{exp} и r_{sim} . Видно, что они в целом повторяют форму графиков корреляционных функций. Для определения толщины аморфизованного слоя и ширины переходной области, аналогично обработке ВРЭМ-изображений, полученные профили аппроксимировались функцией ошибок. Полученные величины составили $h_v = 20,0 \pm 0,3$ нм, $w_v = 4,3 \pm 0,5$ нм и $h_{ws} = 20,6 \pm 0,3$ нм, $w_{ws} = 3,2 \pm 0,5$ нм. Видно, что при использовании параметра s_{ws} ширина переходной области ближе к значению $w_{im}^{(sim)}$ по сравнению со случаем s_v .

В работе выполнено описание атомарной структуры кремния после его облучения ускоренными ионами ксенона на основе анализа экспериментальных ВРЭМ-изображений и моделирования методом молекулярной динамики. Получены значения толщины аморфизованного слоя и переходной области между кристаллическим и аморфизованным кремнием. Сравнение экспериментальных данных с результатами моделирования показывает, что метод молекулярной динамики позволяет достаточно точно описывать процесс облучения кремния пучком ионов ксенона.

- [1] N. I. Chkhalo, S. A. Churin, A. E. Pestov, N.N. Salashchenko, Yu. A. Vainer, M. V. Zorina, Opt. Express, 22 (2014) 20094-20106.
- [2] N. S. Smith, J. A. Notte, A. V. Steele, MRS Bull. 39 (2014) 329–335
- [3] A. V. Rumyantsev, N. I. Borgardt, A.S. Prikhodko, Y. A. Chaplygin, Appl. Surf. Sci. 540 (2021) 148278.
- [4] P. Süle, K.-H. Heinig, J. Chem. Phys. 131 (2009) 204704.
- [5] N. Bernstein, M.J. Aziz, E. Kaxiras, Phys. Rev. B. 58 (1998) 4579.

**ИОННО-СИНТЕЗИРОВАННЫЕ НАНОКРИСТАЛЛЫ ОКСИДА ГАЛЛИЯ:
СОСТАВ, СТРУКТУРА И СВЕТОИЗЛУЧАЮЩИЕ СВОЙСТВА
ION-SYNTHESIZED GALLIUM OXIDE NANOCRYSTALS: COMPOSITION,
STRUCTURE AND LIGHT-EMITTING PROPERTIES**

Д.С. Королев

D.S. Korolev

ННГУ им. Н.И. Лобачевского, пр. Гагарина 23/3, Нижний Новгород, Россия,

dmkorolev@phys.unn.ru

A promising variant for creating new materials based on gallium oxide is ion synthesis of Ga_2O_3 nano-inclusions in solid-state dielectric matrices. A review of the original results on the formation of Ga_2O_3 nanocrystals and the study of the composition, structure and photoluminescent properties of the synthesized structures is given and the explanation of the obtained regularities is presented.

Исследование материалов на основе оксида галлия является одной из передовых задач современной полупроводниковой науки и на данном этапе такие материалы рассматриваются в качестве базовых для применения в электронных устройствах нового поколения. Одним из важнейших преимуществ оксида галлия является большая ширина запрещенной зоны ($\sim 4,5\text{--}5,2$ эВ), которая определяет основные области его применения, среди которых – элементы силовой электроники, газовые сенсоры и «солнечно-слепые» фотодетекторы. Другой особенностью Ga_2O_3 является существование нескольких полиморфных модификаций с существенно различающимися свойствами. Наиболее стабильной из них является β -фаза, для которой существуют технологии роста монокристаллических подложек. В то же время, сложность процесса роста, и, следовательно, низкая распространенность технологии, приводят к дороговизне подложек и их ограниченному коммерческому применению. Технологии создания тонкопленочных (в том числе эпитаксиальных) структур также имеют множество нерешенных проблем. Наряду с технологическими, большие трудности вызывают и фундаментальные ограничения оксида галлия, связанные, в первую очередь, с особенностями энергетической структуры данного материала, обуславливающими сложность получения Ga_2O_3 с дырочной проводимостью. Все вышеперечисленные ограничения приводят к необходимости использования новых подходов для создания материалов на основе оксида галлия. В качестве одного из таких

подходов можно выделить метод наноструктурирования, исследования которого применительно к оксиду галлия начались несколько лет назад [1]. Формирование наноразмерных включений Ga_2O_3 существенно расширяет возможности практического применения данного материала. Например, можно отметить успехи при создании структур для катализа [2], солнечных элементов [3] и фотонных устройств [4]. Однако, наиболее активно исследовались люминесцентные свойства нанокристаллов Ga_2O_3 , полученные методами химического синтеза [5]. Несмотря на имеющиеся преимущества химической технологии, ее применение для создания электронных устройств невозможно по причине полной несовместимости с современными технологическими процессами микроэлектроники.

Возможным способом решения данной проблемы может быть применение технологии ионного синтеза – методики, хорошо зарекомендовавшей себя, но ранее не применяемой для оксида галлия. Этот метод полностью совместим с традиционной кремниевой технологией и позволяет изменять параметры синтезируемых структур путем вариации условий ионного облучения и последующей термообработки. В данной работе приведены результаты исследований закономерностей ионно-лучевого синтеза нанокристаллов Ga_2O_3 в матрице SiO_2/Si .

Первым этапом реализации процедуры ионного синтеза является имплантация ионов фазообразующих элементов. В случае оксида галлия требуется имплантация галлия и кислорода, причем такая имплантация может проводиться в различном порядке. В случае использования кислородсодержащей матрицы возможно внедрение только ионов галлия, а необходимый для формирования частиц оксида галлия кислород может быть замещен из окружающей матрицы. Второй стадией ионного синтеза является высокотемпературный отжиг, при котором происходит процесс формирования нановключений. Подбор режимов ионного облучения основывается на совпадении рассчитанных с помощью программы SRIM величин среднего проецированного пробега ионов галлия и кислорода, а также совпадения концентрации имплантированных атомов. Для сравнения также использовался случай имплантации с концентрациями, соответствующими стехиометрическим для Ga_2O_3 . Термообработка облученных образцов проводилась в трубчатой печи при температурах 300-1100 °C в атмосферах азота и кислорода.

Для образования нанокристаллов Ga_2O_3 в первую очередь необходимо образование химических связей Ga-O. Изучение химического состава образцов проводилось с использованием метода рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии

с профилированием по глубине путем травления ионным пучком. Преимущество данного метода заключается в том, что наряду с информацией об элементном составе возможно получение информации о химическом состоянии атома, что позволяет делать вывод о распределении химических связей по глубине. Было выяснено, что образование химических связей галлия и кислорода происходит сразу после имплантации в отсутствие отжига, причем неожиданным является тот факт, что образование химических связей происходит даже в образце без дополнительного облучения ионами кислорода. Последующий отжиг в атмосфере азота приводит к существенному росту концентрации окисленного галлия, причем его степень окисления существенно зависит от порядка облучения ионами. Однако, доля атомов галлия, находящихся в состоянии стехиометрического оксида, остается достаточно низкой. Эффективным путем решения этой проблемы оказалось использование отжига при схожих условиях, но в атмосфере кислорода вместо атмосферы осушенного азота. При данных условиях доля галлия, находящегося в состоянии стехиометрического оксида, превышает 90 %.

Структура облученных образцов изучалась с применением метода просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения (ПЭМ). На изображении поперечного среза исследуемого образца (рис. 1) наблюдаются сферические области с периодической структурой.

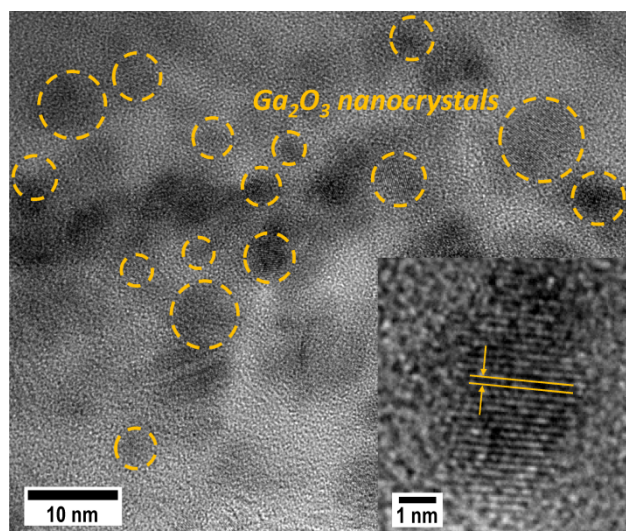


Рис. 1. Изображение поперечного среза структуры SiO_2/Si , облученной ионами Ga^+ и O^+ , подвергнутой отжигу при температуре 900°C

Анализ изображений показывает, что наблюдаемые области представляют собой кристаллические включения с межплоскостными расстояниями, характерными для оксида

галлия. При этом, формируемый массив нанокристаллов Ga_2O_3 характеризуется большим разбросом по размерам частиц (от 2 до 10 нм) со средним размером частиц ~ 3 нм.

Одним из основных возможных применений наноструктурированного оксида галлия является его использование в качестве материала, обладающего возможностью конвертации УФ-излучения в видимое благодаря люминесценции в области 400-550 нм. Изучение спектров фотолюминесценции (ФЛ) при возбуждении на длине волны 245 нм выявило наличие излучения в указанной области для синтезированных образцов с нановключениями Ga_2O_3 . Так, уже при отжиге при температуре 500 °С появляется слабая ФЛ с максимумами при ~ 400 нм и при ~ 500 нм, связываемая с люминесценцией дефектных центров в оксиде галлия, интенсивность и спектральное распределение которой существенно зависит от порядка облучения ионами. Увеличение температуры отжига до 700 и 900 °С (рис. 2) приводит к росту интенсивности ФЛ, но при этом ее спектральный состав немного изменяется – наблюдается частичное ослабление первого максимума и усиление длинноволнового максимума с его одновременным «синим» сдвигом. Изменение интенсивности длинноволнового максимума ФЛ можно связать с увеличением количества нановключений, а коротковолновый сдвиг его положения – с возможным «квантово-размерным» эффектом, вызванным изменением размеров нановключений. Этот факт также согласуется с данными ПЭМ, которые показывают существенный разброс формируемых нановключений по размерам.

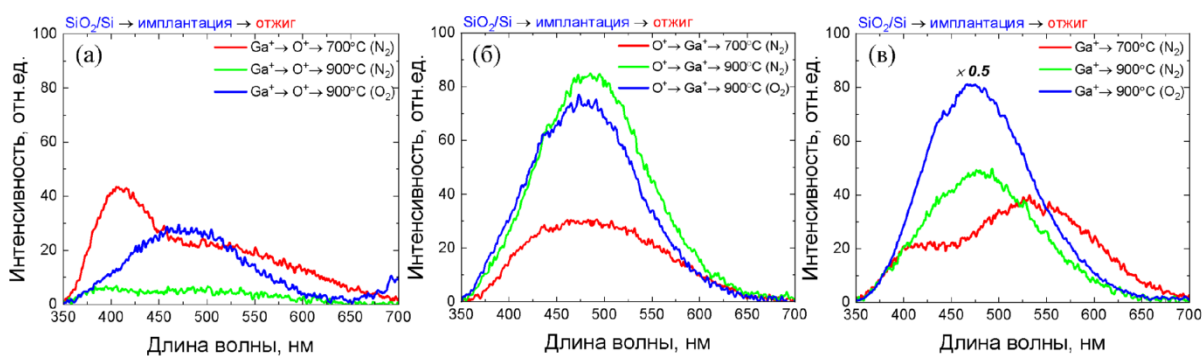


Рис. 2. Спектры ФЛ образцов SiO_2/Si , облученных ионами Ga^+ и O^+ , подвергнутых однократному отжигу при температурах 700 и 900 °С в различных атмосферах: образцы, облученные в порядке $\text{Ga}^+ \rightarrow \text{O}^+$ (а); образцы, облученные в порядке $\text{O}^+ \rightarrow \text{Ga}^+$ (б); образцы, облученные только ионами Ga^+ (в)

Существенное отличие проявляется в спектрах ФЛ в зависимости от порядка облучения ионами. Наиболее интересные результаты получены для образца, имплантированного только ионами галлия без дополнительного облучения ионами кислорода. В данном случае происходит участие кислорода из оксидной матрицы в

образовании связей Ga-O, служащих основой для образования нановключений Ga₂O₃, что было продемонстрировано методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии. Однако, при отжиге в атмосфере кислорода интенсивность люминесценции резко возрастает и становится более чем вдвое выше, чем для всех прочих использованных вариантов отжига. Данный факт свидетельствует о том, что кислород играет определяющую роль в формировании светоизлучающих нановключений Ga₂O₃, но, образующиеся при имплантации ионов O⁺ радиационные дефекты, по-видимому, отжигаются не полностью, что не позволяет обеспечивать высокую интенсивность ФЛ.

При изучении закономерностей ионного синтеза нанокристаллов оксида галлия в матрице SiO₂/Si было установлено, что химический состав и фотолюминесцентные свойства определяются условиями синтеза – порядком облучения ионами, а также температурой и атмосферой постимплантационного отжига.

На основе полученных экспериментальных данных предложен механизм образования нанокристаллов оксида галлия в процессе ионного синтеза, включающий в себя стадии образования связей Ga-O, их агломерации, формирования дефектных включений и, наконец, нанокристаллов Ga₂O₃, переход между которыми происходит с ростом температуры отжига.

Таким образом, проведенные эксперименты демонстрируют перспективность методики ионного синтеза для получения светоизлучающих наноструктур на основе оксида галлия, а полученные результаты могут быть использованы для разработки оптических устройств, функционирующих в УФ- и видимой области спектра.

Исследование выполнено при поддержке Программы стратегического академического лидерства «Приоритет 2030» Министерства науки и высшего образования РФ.

- [1] A. Sharma, M. Varshney, H. Saraswat, S. Chaudhary, J. Parkash, H.-J. Shin, K.-H. Chae, S.-O. Won, Int. Nano Lett. 10 (2020) 71.
- [2] C.A. Deshmane, J.B. Jasinski, M.A. Carreon, Eur. J. Inorg. Chem. 22 (2009) 3275.
- [3] T. Minami, Y. Nishi, T. Miyata, Appl. Phys. Express 6 (2013) 044101.
- [4] F. Alema, B. Hertog, O. Ledyayev, D. Volovik, G. Thoma, R. Miller, A. Osinsky, P. Mukhopadhyay, S. Bakhshi, H. Ali, Phys. Status Solidi Appl. Mater. Sci., 214 (2017) 1770127.
- [5] T. Wang, S.S. Farvid, M. Abulikemu, P.V. Radovanovic, J. Am. Chem. Soc. 132 (2010) 9250.

ULTRA-WIDE BANDGAP GALLIUM OXIDE FOR NEXT GENERATION POWER ELECTRONICS: GROWTH, DOPING AND RADIATION STABILITY

Daniela Gogova

Central Laboratory of Solar Energy and New Energy Sources at the Bulgarian Academy of Sciences, 72 Tsarigradsko shosse Blvd., 1784 Sofia, Bulgaria, email: dgogova@abv.bg

The limited availability of fossil fuels and their huge carbon fingerprint on the environment is inevitably leading to the development of clean and renewable energy resources. Meanwhile, efficiency in production, distribution and consumption of electricity is a key factor towards a sustainable energy future. Equally important to renewable electricity production via photovoltaics seems to be the efficient electricity distribution. Thus, power electronics is the enabling technology for efficient use, distribution, and conversion of electrical energy. Silicon, which is the base material in electronics nowadays, cannot provide a variety of functions needed in the future electronic devices. The transition from Si to wide band gap semiconductors (WBGs) will save tremendous amounts of electricity otherwise lost in operation. The larger breakdown voltage inherent in WBGs leads directly to reduced dimensions and hence to reduced resistive losses. Recently, the ultra-wide bandgap gallium oxide (β -Ga₂O₃) has emerged as a novel material with tremendous potential, exhibiting a figure of merits overperformed only by diamond. β -Ga₂O₃ (see fig. 1) [1] is the thermodynamically stable form among the various polymorphs of gallium oxide and has impressive properties, e.g., a bandgap of ~ 4.85 eV, a breakdown field of 8 MV/cm [2] and a rather good radiation stability in comparison to the well-developed WBGs GaN and SiC [2-4].

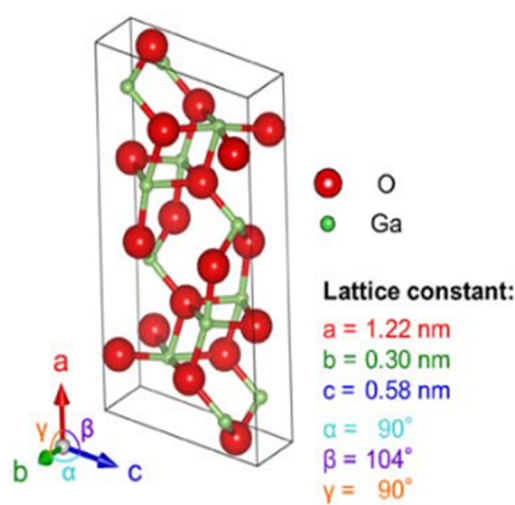


Fig.1. Monoclinic structure of the β -Ga₂O₃ [1]

The overall measure of such parameters is conventionally made in terms of the so-called «Baliga figure of merit», which is basically measuring the applicability of different materials for power devices as normalized to that of silicon, accepted to be «1». As numbers tell for themselves, the Baliga figure of merit of $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ (3444) is an order of magnitude higher than that of SiC and approximately 4 times larger than the corresponding value of GaN.

The unique properties of this material, combined with the availability of simple and low-cost, in comparison to GaN substrates [5-7], melt growth methods for mass production of bulk single crystals (see fig. 2): Czochralski, float zone, and edge-defined film-fed growth (EFG) [8] have made $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ a strong candidate for next generation high-power devices.

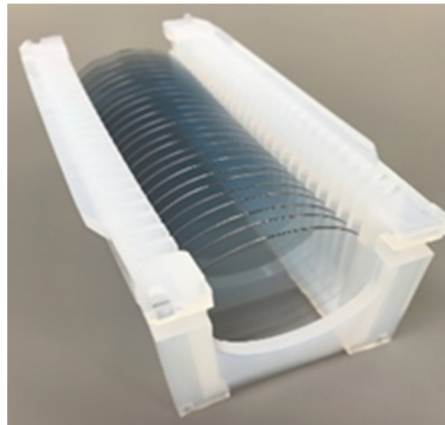


Fig. 2. EFG high-quality and relatively cheap substrates

Epitaxial synthesis of the different gallium oxide polytypes and their properties will be reviewed with a special focus on their thermal and radiation stability [4, 9].

Potential applications in future high-power electronic devices related to electric vehicles, electric trains, distribution systems, as well as high and low voltage switching networks (see Fig. 3) will be discussed.



Fig. 3. Potential applications of $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$

[1] J. Åhman et al. Acta Cryst. C52 (1996) 1336.

[2] S.J. Pearton, J. Yang, P.H. Cary, F. Ren, J. Kim, M.J. Tadjer, and M.A. Mastro. Appl. Phys. Rev. 5 (2018) 011301.

- [3] A.I. Titov, K.V. Karabeshkin, A.I. Struchkov, V.I. Nikolaev, A. Azarov, D.S. Gogova, P.A. Karaseov. *Vacuum* 200 (2022) 111005.
- [4] D. Tetelbaum, A. Nikolskaya, D. Korolev, T. Mullagaliev, A. Belov, V. Trushin, Y. Dudin, A. Nezhdanov, A. Mashin, A. Mikhaylov, A. Pechnikov, M. Scheglov, V. Nikolaev, D. Gogova. *Mater. Lett.* 302 (2021) 130346.
- [5] D. Gogova, P.P. Petrov, M. Buegler, M.R. Wagner, C. Nenstiel, G. Callsen, M. Schmidbauer, R. Kucharski, M. Zajac, R. Dwilinski, M.R. Phillips, A. Hoffmann, R. Fornari. *J. Appl. Phys.* 113 (2013) 203513.
- [6] D. Gogova, H. Larsson, R. Yakimova, Z. Zolnai, I. Ivanov, and B. Monemar. *Phys. Status Solidi (a)* 200 (1) (2003) 13-17.
- [7] D. Gogova, A. Kasic, H. Larsson, B. Pécz, R. Yakimova, B. Magnusson, B. Monemar, F. Tuomisto, K. Saarinen, C. Miskys, M. Stutzmann, C. Bundesmann, and M. Schubert. *Jpn. J. Appl. Phys.* 43 (4A) (2004) 1264-1268.
- [8] H.F. Mohamed, C. Xia, Q. Sai, H. Cui, Mingyan Pan, and Hongji Qi. *J. Semicond.* 40 (2019) 011801.
- [9] Anton Klevtsov, Platon Karaseov, Alexander Azarov, Konstantin Karabeshkin, Elizaveta Fedorenko, Andrei Titov, and Andrej Kuznetsov. *APL Mater.* 12 (2024) 111121.

ION IMPLANTATION IN GAN AND GAN MICROWIRES FOR RADIATION SENSING

K. Lorenz

Instituto Superior Técnico (IST), University of Lisbon, Lisbon, Portugal;

e-mail: lorenz@ctn.tecnico.ulisboa.pt;

INESC-MN, Lisbon, Portugal

IPFN, IST, Lisbon, Portugal

Wide bandgap semiconductors (WBS) facilitate the operation of electronic devices under high-power, high-frequency, and high-temperature conditions. Owing to their material properties, many WBS exhibit superior radiation tolerance compared to conventional semiconductors, rendering them particularly suitable for deployment in extreme radiation environments, such as outer space. The interaction of ionizing radiation with WBS is inherently complex, primarily due to their diverse crystallographic structures, which often comprise non-equivalent lattice sites, mixed ionic-covalent bonding configurations, and multiple polymorphic phases. Moreover, elevated point defect mobility in these materials can enhance the nucleation and evolution of extended defect structures.

This presentation focuses on the application of *in situ* characterisation methodologies during ion irradiation to probe radiation-induced phenomena in gallium nitride. In GaN, damage accumulation has been systematically examined via ion implantation, employing techniques such as Rutherford backscattering spectrometry in channeling mode (RBS/C) and defect-induced stress monitoring through crystal curvature measurements. Exploiting GaN's intrinsic radiation hardness, radiation sensors have been engineered using individual GaN microwires. Their response to ionizing radiation, as well as functional degradation under high-fluence irradiation, has been quantitatively analysed through *in situ* electrical measurements performed during exposure.

Introduction

Gallium nitride (GaN) and related III-nitride semiconductors, widely established in optoelectronic applications such as light-emitting diodes and laser diodes, have also emerged as leading candidates for high-power, high-frequency, and high-temperature electronic devices. Their exceptional chemical and thermal stability, combined with pronounced resistance to ionizing radiation, positions them as robust alternatives to conventional silicon-based technologies for use in extreme environments, including space. Recent experimental studies have confirmed the remarkable radiation tolerance of GaN across a broad spectrum of

irradiation conditions. In particular, exposure to medium-energy ions-relevant to ion implantation processes – and to ultra-high energy swift heavy ions has further substantiated the material's intrinsic radiation hardness [1-3]. Capitalizing on this resilience under particle irradiation, ongoing efforts have been directed toward the development of GaN-based radiation sensors, with recent advancements demonstrating significant potential for detection applications in harsh radiation environments [4-6].

Implantation Damage Formation in GaN

GaN epitaxial films grown on sapphire substrates by Metal Organic Vapour Phase Epitaxy (MOVPE) were implanted with 300 keV Ar⁺ ions. *In situ* Rutherford Backscattering Spectrometry in channeling mode (RBS/C) was performed using 1.4 MeV He⁺ ions at a cryogenic temperature of 15 K [Ошибка! Закладка не определена., 7]. Representative RBS/C spectra are presented in Fig. 1a. The as-grown GaN exhibits a low minimum backscattering yield of approximately 2 % near the surface, indicating excellent crystalline quality. With increasing ion fluence, the backscattering yield rises, reflecting the progressive displacement of Ga atoms from substitutional lattice sites. Elevated dechannelling yields beyond the projected ion range (corresponding to channel numbers below ~250 in Fig. 1a) suggest the formation of extended defect structures. Transmission Electron Microscopy (TEM) images (Fig. 1b) confirm the presence of a high density of stacking faults.

After correcting for dechannelling effects, the fraction of displaced atoms was extracted as a function of depth. An example of such defect profile is superimposed to the TEM image in Fig. 1b, showing a good agreement of the damaged layer thickness from both techniques. The peak relative defect concentration is plotted as a function of ion fluence in Fig. 1c. The non-linear damage accumulation behaviour indicates pronounced dynamic annealing during implantation. Defect evolution proceeds through several distinct regimes (labelled in Fig. 1c).

The experimental data are well described by the defect accumulation and amorphisation model proposed by Hecking [8]. In regime I, damage increases linearly with fluence due to isolated defect formation in spatially separated collision cascades. In regime II, overlapping cascades enhance recombination of vacancies and interstitials, leading to a plateau in defect density. Regime III is characterised by the nucleation and growth of extended defects and clusters, resulting in a rapid increase in damage. Saturation of the defect level occurs in regime IV. At fluences exceeding 1×10^{16} at/cm² (regime V), complete amorphisation is observed, indicating a loss of long-range crystalline order.

The different defect types formed during implantation will introduce stress and strain into the lattice. The different regimes of defect accumulation discussed above will be

correlated with *in situ* bending and *ex situ* X-ray diffraction measurements in order to get further insights into the damage dynamics of GaN upon ion implantation.

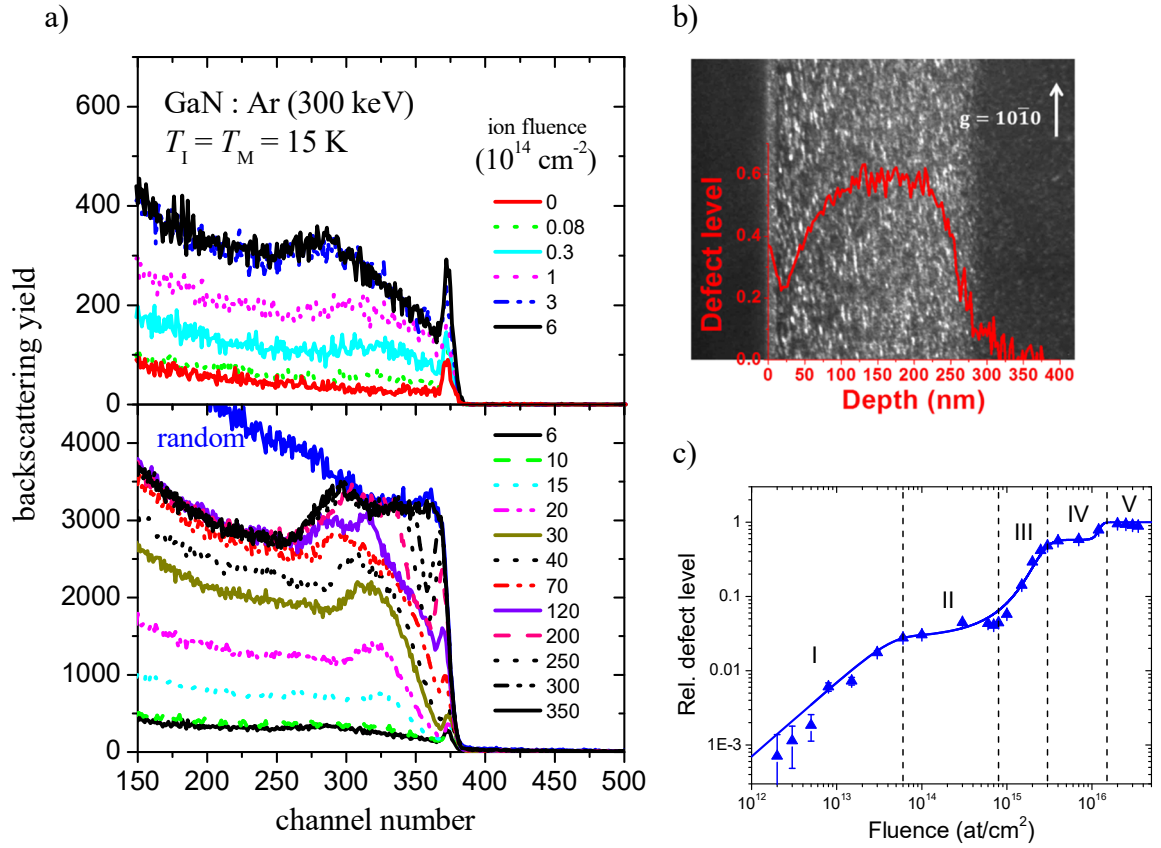


Fig. 1: (a) RBS/C aligned spectra for GaN samples implanted to different fluences of 300 keV Ar at 15 K. The random spectrum for the sample implanted to the highest fluence is also shown. (b) TEM image and RBS/C defect profile for a sample implanted to a fluence of 8×10^{15} at/cm². (c) Relative defect level as a function of the implantation fluence. The solid line is a fit using the Hecking model [1]

GaN Radiation Sensors

Leveraging the exceptional radiation hardness of GaN, as demonstrated above through high amorphisation thresholds, radiation sensors have been fabricated using individual GaN microwires. The potential of these structures for ionising radiation detection, along with their performance degradation under high-fluence ion irradiation, has been studied in detail [4-6]. Figure 1 presents a Scanning Electron Microscopy (SEM) image of a microwire-based device featuring a p-n core-shell architecture. The figure also illustrates how these devices are integrated on a chip carrier allowing *in situ* testing of the devices during proton irradiation. Notably, these devices demonstrate the capability for self-powered operation, functioning without the need for an externally applied bias.

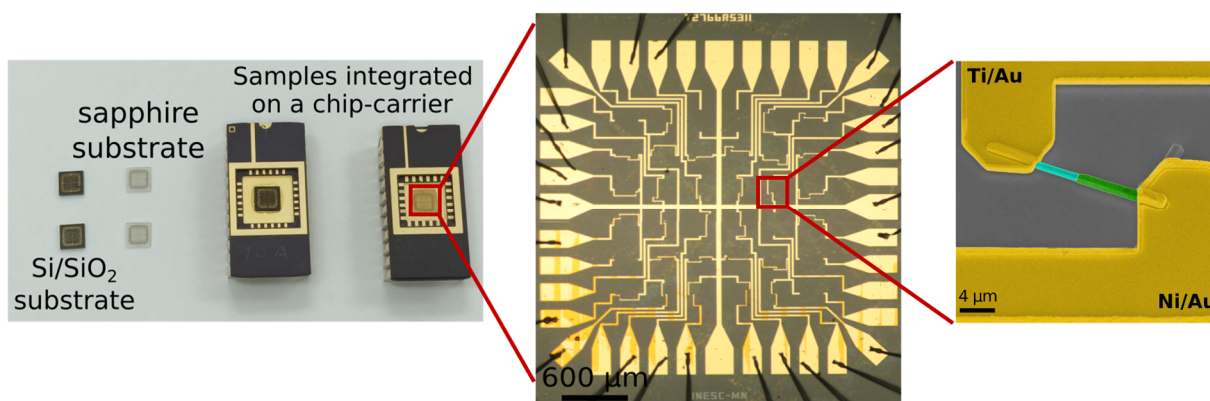


Fig. 2: Left: Photo of different samples integrated on a chip carrier. Middle: Optical microscopy image of gold vias connecting several sensors on the die. Right: SEM image of a single p-n-junction microwire radiation sensor

Acknowledgements

The above described research would not have been possible without the collaboration with E. Wendler (U. Jena); M.-P. Chauvat, P. Ruterana (CIMAP, Caen); C. Durand, J. Eymery (CEA Grenoble); M. Vićentijević, M. Jakšić (RBI Zagreb); A. Caçador, D. Verheij, M. Peres, S. Magalhães, L. C. Alves, D. Nd. Faye, P. Jóźwik, E. Alves, S. Cardoso (IST), and many more colleagues at our home laboratories. We acknowledge funding by FCT Portugal.

- [1] K. Lorenz, E. Wendler, A. Redondo-Cubero, N. Catarino, M.-P. Chauvat, S. Schwaiger, F. Scholz, E. Alves, P. Ruterana, “Implantation damage formation in a-, c- and m-plane GaN”, *Acta Materialia* 123 (2017) 177.
- [2] M. C. Sequeira, H. Vazquez, F. Djurabekova, K. Nordlund, J.G. Mattei, I. Monnet, C. Grygiel, S. Zhang, P. Mota-Santiago, P. Kluth, E. Alves, K. Lorenz, “Unraveling the secrets of the resistance of GaN to strongly ionizing radiation”, *Communications Physics* 4 (2021) 51.
- [3] M. C. Sequeira, F. Djurabekova, K. Nordlund, J-G Mattei, I. Monnet, C. Grygiel, E. Alves, K. Lorenz, “Examining different regimes of ionization-induced damage in GaN through atomistic simulations”, *Small* 18 (2022) 2102235.
- [4] D. Verheij, M. Peres, S. Cardoso, L. C. Alves, E. Alves, C. Durand, J. Eymery, J. Fernandes, K. Lorenz, “Self-powered proton detectors based on GaN core-shell p-n microwires”, *Appl. Phys. Lett.* 118 (2021) 193501.
- [5] D. Verheij, M. Vićentijević, M. Jakšić, M. Peres, L. C. Alves, S. Cardoso, E. Alves, C. Durand, J. Eymery, W. Möller, K. Lorenz, "Charge collection efficiency of single GaN core-shell wires assessed by high-precision ion-beam-induced charge measurements", *ACS Appl. Electron. Mater.* 6 (3) (2024) 1682.
- [6] D. Verheij, M. Peres, L. C. Alves, S. Cardoso, E. Alves, C. Durand, J. Eymery, K. Lorenz, “Impact of radiation damage on the photoconductor and photodiode properties of GaN core-shell p-n junction microwires”, *Radiation Physics and Chemistry*, 224 (2024) 111945.
- [7] E. Wendler, A. Kamarou, E. Alves, K. Gärtner, W. Wesch, Three-step amorphization process in ion implanted GaN at 15 K, *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B*, 206 (2003) 1028-1032.
- [8] N. Hecking, K. F. Heidemann, E. Te Kaat, “Model of temperature dependence defect interaction and amorphization in crystalline silicon during ion irradiation”, *Nucl. Instrum. Methods B* 15 (1986) 760-764.

**ОСОБЕННОСТИ РАДИАЦИОННО СТИМУЛИРОВАННЫХ ПРОЦЕССОВ
ПРИ ИОННОМ ОБЛУЧЕНИИ АЛЬФА ОКСИДА ГАЛЛИЯ
PECULIARITIES OF IRRADIATION-INDUCED PROCESSES IN α -Ga₂O₃ UNDER
ION BOMBARDMENT**

А.И.Титов¹, А.И. Клевцов¹, Е.Д. Федоренко¹, В.Д. Андреева¹, А.Л. Шахмин¹,
И.Н. Скрипов¹, А.И. Печников², В.И. Николаев², П.А. Карасев¹
A.I. Titov¹, A.I. Klevtsov¹, E.D.Fedorenko¹, V.D. Andreeva¹, A.L.Shakhmin¹, I.N.Skripov¹,
A.I. Pechnikov², V.I. Nikolaev², P.A. Karasev¹

¹*Peter the Great St.-Petersburg Polytechnic University, St.-Petersburg, Russia*

²*Ioffe Institute, St Petersburg 194064, Russian Federation*

e-mail: andrei.titov@rphf.spbstu.ru

Оксид галлия (Ga₂O₃) - широкозонный полупроводник, который последнее время привлекает к себе внимание поскольку по своим свойствам потенциально пригоден для изготовления приборов силовой электроники нового поколения и УФ оптоэлектроники. Метастабильный α -Ga₂O₃ имеет из всех политипов наиболее широкую запрещенную зону (5,3 эВ), и переходит в стабильную β -фазу при температурах свыше 450°C, что позволяет надеяться на успешное создание устройств на его основе [1].

Ионная имплантация в настоящее время является стандартным методом модификации приповерхностных слоев материалов и одним из необходимых технологических этапов создания электронных устройств. В то же время ионное облучение всегда сопровождается образованием нарушений структуры, которые кардинально влияют на свойства облученного слоя, поэтому понимание физических механизмов образования и накопления радиационных дефектов представляет фундаментальный интерес и необходимо для разработки технологий производства электронных устройств.

Накопление и эволюция структурных нарушений при имплантации ускоренных ионов в α -Ga₂O₃ ранее исследовались для различных случаев облучения. Было установлено, что радиационная стойкость α -Ga₂O₃ приблизительно на порядок выше по сравнению с β -фазой, что указывает на определённые различия механизмов образования радиационных повреждений в этих двух полиморфах [2, 3].

Цель данного сообщения - сравнить накопление повреждений в α -Ga₂O₃ при ионном облучении ионами разных типов и энергий, а также показать роль каскадов

столкновений в образовании нарушений кристаллической структуры.

Эпитаксиальные слои α -Ga₂O₃ были выращены на сапфировой подложке методом хлорид-гидридной эпитаксии [4]. Образцы облучались с помощью 500 кВ имплантера NVEE атомарными F, P, Ta, Xe и молекулярными PF₄ ионами в широком диапазоне доз и плотностей ионного тока. Все имплантации проводились при комнатной температуре под углом 7° от направления каналирования. Для сравнения эффектов облучения различными ионами дозы ионов нормировались на среднее число смещений на атом (DPA), потоки ионов нормировались в единицах DPA/s. Значения DPA рассчитывались с помощью кода TRIM [5] (версия SRIM 2013) с эффективными пороговыми энергиями атомных смещений 25 эВ для подрешеток Ga и O. Помимо облучений ионами одной энергии были выполнены последовательные имплантации с разными энергиями ионов.

Кристаллическая структура исследовалась методом рентгеновской дифракции и резерфордовского обратного рассеяния в режиме каналирования (RBS/C) с использованием ионов $^4\text{He}^{2+}$ с энергией 0.7 МэВ. Эффективное число рассеивающих центров вычислялось из спектров RBS/C с помощью одного из обычных алгоритмов [6]. Топография поверхности исходных и облученных образцов изучалась методом атомно-силовой микроскопии. Состав приповерхностных слоев изучался при помощи рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии.

Эксперименты показали, что распределение стабильных нарушений, создаваемых ускоренными ионами в α -Ga₂O₃, имеют бимодальный характер и состоят из приповерхностного (ПМД) и объемного максимума (ОМД) дефектов. С ростом дозы облучения уровень разупорядочения растет и достигает до полной аморфизации мишени. С дальнейшим увеличением дозы ОМД и ПМД сливаются и формируется сплошной аморфный слой. Полученные методом атомно-силовой микроскопии изображения поверхности показывают, что даже при чрезвычайно высокодозном облучении (45 dpa) шероховатость поверхности мала и практически не изменяется независимо от типа ионов. Также при высокодозном облучении обнаружена декомпозиция состава приповерхностного аморфного слоя, формируемого ионами, с потерей части кислорода и восстановление ионов галлия до состояний Ga⁺ и Ga⁰.

Отметим, что скорость роста общего количества дефектов в ПМД значительно выше в случае облучения более тяжелыми и молекулярными ионами. Этот результат может быть объяснен с учетом объемной плотности каскадов столкновений, которая является одним из важных параметров, влияющих на радиационно-индуцированные

эффекты [7]. Большее повреждение вблизи поверхности, производимое ионами Р по сравнению с ионами F можно объяснить двумя основными причинами: (i) ионы Р тяжелее и производят более плотные каскады по сравнению с более легкими ионами F; (ii) меньшая доля легких ионов F производит атомные смещения. В случае облучения молекулярными ионами каскады столкновений, создаваемые отдельными атомами, входящими в кластер, перекрываются друг с другом, что приводит к повышению плотности каскадов в приповерхностной области, где и наблюдается усиленное накопление повреждений. Плотность каскадов столкновений в объеме для молекулярных ионов, содержащих легкие атомы ниже, чем для атомарных, поэтому ОМД растет медленнее.

Также было обнаружено, что в промежутке между поверхностным и объемными пиками дефектов в $\alpha - \text{Ga}_2\text{O}_3$ возникает дополнительный пик структурных нарушений, который не принадлежит ни к ПМД, ни к ОМД. Этот пик на профиле устойчивых нарушений наблюдался в случае, когда в альфа – оксид галлия внедряются ионы с относительно малой массой (F и Р) и с энергией $\sim$ несколько десятков кэВ, и при относительно низких дозах и плотностях ионного тока. Формирование подобного промежуточного пика (ПрМД) ранее было обнаружено для ионного облучения ZnO, однако при принципиально отличных условиях: бомбардирующие ионы должны в этом случае иметь большую массу и, соответственно, большую плотность каскадов. Таким образом, механизмы возникновения ПрМД в этих двух случаях должны быть совершенно различны. Действительно, увеличение плотности индивидуальных каскадов смещений при переходе от бомбардировки альфа оксида фтором к его облучению более тяжелыми ионами при прочих равных условиях приводит к исчезновению подобного промежуточного пика. Также роль играет плотность ионного тока.

Кроме того были исследованы особенности образования устойчивых радиационных дефектов при последовательной со-имплантации ионов нескольких энергий в оксид галлия. Обнаружено, что при такой имплантации результирующая величина радиационных повреждений существенно зависит от порядка внедрения ионов. Пример наблюдаемых распределений показан на рис. 1. Из него видно, что облучение ионами фтора в последовательности «малая энергия- большая энергия» дает ощутимо большее количество дефектов, чем облучение в обратном порядке энергий.

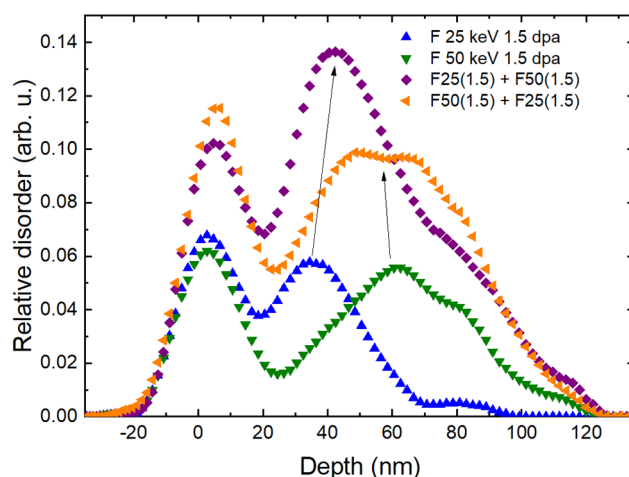


Fig. 1. Relative disorder vs. depth in α -Ga₂O₃ after irradiation with 25 and 50 keV F ions (up and down triangles) and after second irradiation with F ion (left triangle and diamond) as indicated

Мы предполагаем, что основной причиной этой некоммутативности является нелинейность дозовых зависимостей повреждения оксида галлия лёгкими ионами.

Таким образом, было исследовано образование радиационных повреждений в α -Ga₂O₃ при облучении одноатомными и молекулярными ионами. Профили разупорядочения бимодальны, с отчетливыми пиками в объеме и на поверхности. При определенных условиях формируется промежуточный пик дефектов. Молекулярные и тяжелые атомарные ионы генерируют больше первичных смещений в поверхностном слое, что приводит к увеличению скорости роста ПМД. Это подтверждает существенную роль плотности каскада столкновений в эффективности накопления радиационных повреждений в α -Ga₂O₃.

- [1] S.I. Stepanov, V.I. Nikolaev, V.E. Bougrov, A.E. Romanov. Rev. Adv. Mater. Sci., 44, 63 (2016).
- [2] A.I. Titov, K.V. Karabeshkin, A.I. Struchkov, V.I. Nikolaev, A. Azarov, D.S. Gogova, P.A. Karaseov. Vacuum, 200, 111005 (2022).
- [3] A. Klevtsov, P. Karaseov, A. Azarov, K. Karabeshkin, E. Fedorenko, A Titov, A Kuznetsov, APL Materials, 12, 111121 (2024).
- [4] A.I. Pechnikov, S.I. Stepanov, A.V. Chikiryaka, M.P. Scheglov, M.A. Odnobludov, and V.I. Nikolaev, Semiconductors 53, 780 (2019).
- [5] SRIM-2013 software package, <http://www.srim.org>.
- [6] K. Schmid, Radiat. Eff. 17, 201 (1973).
- [7] S.O. Kucheyev, A.Y. Azarov, A.I. Titov, P.A. Karaseov, T.M. Kuchumova. J. Phys. D: Appl. Phys. 42, 085309 (2009)

**МОДИФИКАЦИЯ СВОЙСТВ β -Ga₂O₃ ПРИ ИОННОЙ
ИМПЛАНТАЦИИ B⁺, Si⁺ И S⁺
MODIFICATION OF β -Ga₂O₃ PROPERTIES BY ION IMPLANTATION
WITH B⁺, Si⁺ AND S⁺**

Д.И. Тетельбаум¹, А.А. Никольская¹, Д.С. Королев¹, П.А. Юнин^{1,2}, М.Н. Дроздов²,
Д.А. Татарский^{1,2}, А.В. Кудрин¹, А.А. Ревин¹, А.А. Конаков¹
D.I. Tetelbaum¹, A.A. Nikolskaya¹, D.S. Korolev¹, P.A. Yunin^{1,2}, M.N. Drozdov²,
D.A. Tatarsky^{1,2}, A.V. Kudrin, A.A. Revin¹, A.A. Konakov¹

¹ННГУ им. Н.И. Лобачевского, пр. Гагарина – 23/3, Нижний Новгород, Россия,
e-mail: tetelbaum@phys.unn.ru;

²Институт физики микроструктур РАН, ГСП-105, Нижний Новгород, 603087, Россия

A brief review of the most interesting results obtained during implantation of β -Ga₂O₃:Fe single crystals with the (-201) surface orientation with boron, silicon and sulfur ions is presented. It is shown, in particular, that some of the observed effects differ from those observed during ion irradiation of epitaxial films, as well as during implantation of other ions.

Бурное развитие электронной техники в последние годы вызвало потребность в материалах, которые ранее не находили широкого применения. К числу таких материалов относится оксид галлия (Ga₂O₃) – сверхширокозонный полупроводник ($E_g \approx 5$ эВ), обладающий рядом уникальных свойств, таких как высокое значение пробивного напряжения, химическая, термическая и радиационная стойкость, способность регистрировать интенсивность УФ излучения при солнечном свете и др. Большим преимуществом Ga₂O₃ является также возможность выращивать пластины большого диаметра, необходимые для создания интегральных схем.

Стандартным технологическим методом современной микро- и нанoeлектроники является ионная имплантация с её хорошо известными возможностями, реализация которых требует знания физико-химических основ модификации свойств материала. Что касается Ga₂O₃, интенсивное изучение этих основ началось лишь в самые последние годы и пока находится на начальной стадии.

Большинство работ, посвященных изучению свойств ионно-облученного оксида галлия, выполнялись для тонких пленок β -Ga₂O₃, полученных путем эпитаксии. Нами выполнен цикл исследований по модификации свойств слоев, полученных путем

внедрения ионов различных примесей непосредственно в пластины полупроводникового β -Ga₂O₃, легированного железом (Tamura *cor.*).

В настоящем сообщении приведены некоторые результаты исследований, касающихся имплантации ионов бора, кремния и серы.

Каждая из указанных примесей представляет отдельный интерес. Бор изовалентен галлию и является элементом с наименьшим атомным номером и наименьшим ионным радиусом из используемых для легирования Ga₂O₃. Однако легированию бором оксида галлия посвящены лишь единичные работы, а свойства облученных ионами бора слоев Ga₂O₃ до наших работ [1, 2] вообще не исследовались. Легирование кремнием, в отличие от бора применяется в технологии Ga₂O₃ наиболее часто. В литературе достаточно широко представлены работы, посвященные легированию оксида галлия кремнием [см., например, 3 и ссылки там]. Однако, в случае ионной имплантации почти все работы касаются эпитаксиальных пленок. Но, как показано нами, свойства ионно-легированных слоев массивного оксида галлия обладают несколько иными свойствами, чем в случае облучения ионами Si⁺ эпитаксиальных пленок. Легирование Ga₂O₃ серой, согласно теоретическим расчетам [4], перспективно для поиска путей решения важной, но трудно разрешимой задачи создания низкоомных слоев Ga₂O₃ *p*-типа.

А. Имплантация бора.

Имплантация ионов В⁺ проводилась с энергией 40 кэВ. Наиболее интересным результатом является то, что при достаточно больших дозах в отожженных при 950 °С (30 мин) образцах наблюдается раздвоение профиля концентрации бора (рис. 1). Такое раздвоение отсутствует при уменьшении дозы. Различие в поведении профилей обусловлено разницей в степени структурных нарушений при облучении, установленной методом рентгеновской дифракции. В первом случае структура до отжига сильно разупорядочена (близка к аморфной), а во втором случае разупорядочение структуры значительно слабее, и оксид галлия сохраняет монокристаллическую структуру. При этом облученные с малыми дозами В⁺ слои до отжига содержат включения гамма-фазы.

Исходя из этого, отличие профилей бора для случая малых и больших доз можно объяснить тем, что при отжиге в процессе движения фронта рекристаллизации происходит (энергетически выгодное) миграция той части атомов бора, которые оказались внутри разупорядоченного слоя, в сторону поверхности.

Другим интересным результатом является отсутствие гамма-фазы в образце, облученном при большой дозе, в отличие от образцов, облученных при меньших дозах,

тогда как в предыдущих работах (см., например, [5]) установлено, что в случае облучения $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ более тяжелыми ионами (Ni^+ , Au^+) возникшая гамма-фаза сохраняется вплоть до очень больших доз.

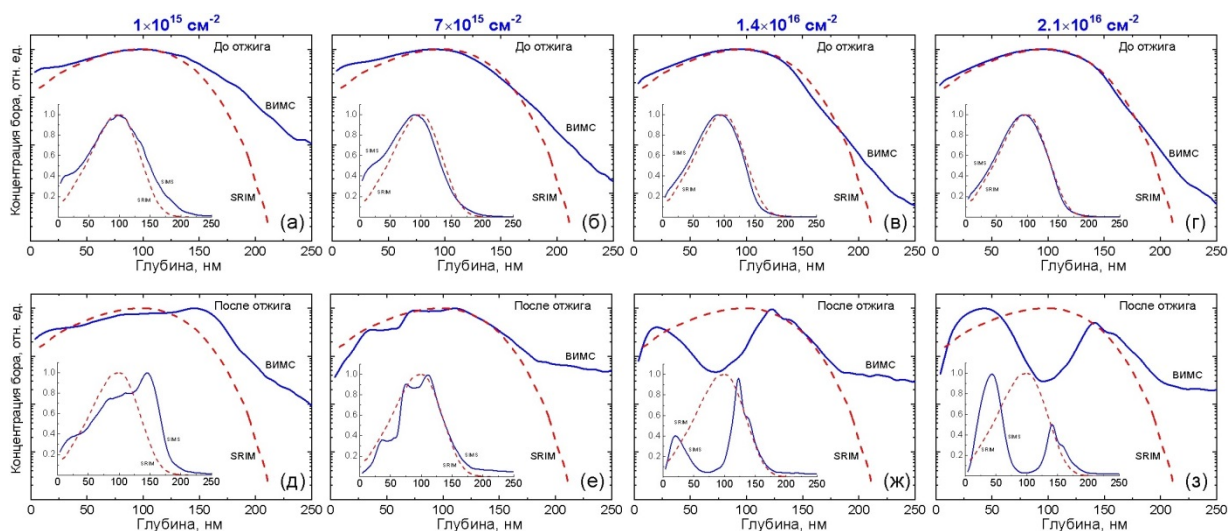


Рис. 1. Профили распределения бора в имплантированных образцах при разных дозах: штриховыми линиями показаны профили, рассчитанные в программе SRIM. (а-г) – до отжига; (д-з) - после отжига при 950 °С. Вставки: соответствующие распределения в линейном масштабе

Б. Имплантация кремния.

Неожиданным результатом в случае имплантации Si^+ явилось достижение при определенных условиях значений эффективности легирования η (отношения слоевой концентрации свободных электронов к дозе ионов в %), существенно превышающих единицу (табл. 1). Отсюда следует, что мелкие энергетические уровни при ионном легировании кремнием $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3\text{:Fe}$ могут создаваться не только самими атомами кремния, но и дефектами. Для теоретической интерпретации этого эффекта сделано допущение о том, что имплантация Si^+ приводит к генерации глубоких уровней – акцепторных пар.

Табл. 1. Электрические свойства образцов, измеренные методом эффекта Холла, для образцов, имплантированных ионами Si^+ (100 кэВ, $4 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$) с последующим отжигом при разных температурах.

$T_{\text{отж}}, ^\circ\text{C}$	$\mu, \text{см}^2/\text{В} \cdot \text{с}$	$n_s, \text{см}^{-2}$	$\eta = n_s/\text{доза}, \%$
700	4.5	$7.7 \cdot 10^{12}$	2
750	9.1	$6.6 \cdot 10^{13}$	17
800	25.7	$9.5 \cdot 10^{13}$	24
850	21.1	$5.1 \cdot 10^{14}$	129
900	44.9	$7.2 \cdot 10^{14}$	180
950	5.6	$9.1 \cdot 10^{14}$	228

В. Имплантация серы.

Если в случае имплантации V^+ сильное отличие концентрационного профиля имеет место лишь в отожженных образцах, то при имплантации ионов S^+ это наблюдается уже до отжига. При этом глубина расположения максимума концентрации совпадает с расчетной глубиной (по SRIM) максимума генерируемых радиационных дефектов.

Обсуждаются возможные механизмы данного эффекта, связанные с тем, что с ростом массы иона возрастает роль таких факторов, способствующих радиационно-ускоренным процессам, как плотность дефектов в каскадах смещения, локальное повышение температуры в каскадах, фазовых превращений.

Заключение.

Полученные результаты показывают, что при использовании ионной имплантации для модификации свойств Ga_2O_3 наряду с известными преимуществами данного метода следует учитывать специфические эффекты, которые могут играть как положительную, так и отрицательную роль. Но независимо от прикладных аспектов исследование таких эффектов представляет несомненный фундаментальный интерес, в частности, в связи с тем, что оксид галлия по ширине запрещенной зоны по существу занимает промежуточное место между типичными полупроводниками и типичными диэлектриками, обладает ярко выраженным полиморфизмом и демонстрирует ряд неожиданных эффектов, требующих более углубленного изучения.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 23-79-00052, <https://rscf.ru/project/23-79-00052/>.

- [1] A.A. Nikolskaya, D.S. Korolev, V.N. Trushin et al., Vacuum. 235 (2025) 114129.
- [2] A. Nikolskaya, D. Korolev, P. Yunin et al., Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. with Mater. Atoms. 537 (2023) 65–70.
- [3] K.R.Gann, N. Pieczulewski, C.A. Gorsak et al., J. Appl. Phys. 135 (2024) 015302.
- [4] M. Jaquez, P. Specht, K. M. Yu et al., J. Appl. Phys. 126 (2019) 105708.
- [5] A. Azarov, J.G. Fernández, J. Zhao et al., Nat. Commun. 14 (2023) 4855.

**ОБ ИССЛЕДОВАНИИ ИНДУЦИРОВАННОГО ИМПЛАНТАЦИЕЙ БОРА
ПЕРЕХОДА ИЗ β -Ga₂O₃ В γ -Ga₂O₃: ВРРД, ПЭМ
И КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ
ON THE INVESTIGATION OF BORON-IMPLANTATION-INDUCED TRANSITION
FROM β -Ga₂O₃ TO γ -Ga₂O₃: HRXRD, TEM AND CRYSTALLOGRAPHIC ANALYSIS**

П.А. Юнин¹, Д.А. Татарский^{1,2}, А.А. Никольская², Д.С. Королев², А.А. Конаков²,
А.А. Назаров¹, К.С. Матюнина², Д.И. Тетельбаум²

P.A. Yunin¹, D.A. Tatarskiy^{1,2}, A.A. Nikolskaya², D.S. Korolev², A.A. Konakov²,
A.A. Nazarov¹, K.S. Matyunina², D.I. Tetelbaum²

¹*Институт физики микроструктур РАН, ГСП-105, Нижний Новгород, 603950,
Россия, yunin@ipmras.ru*

²*ННГУ им. Н.И. Лобачевского, г. Нижний Новгород, пр. Гагарина, д. 23, 603022, Россия*

The study of $\beta \rightarrow \gamma$ phase transition in boron-implanted β -Ga₂O₃ single crystal by high-resolution x-ray diffractometry and transmission electron microscopy is provided. Some methodological details of HRXRD and TEM experiments are considered. A mechanism of phase transition based on the principles of the closest packing and statistical redistribution of Ga cations in the voids of the anion sublattice of the disordered γ -phase is proposed.

В последнее время большой интерес для исследований представляет новый ультраширокозонный оксидный полупроводник – оксид галлия. Этот материал проявляет богатый полиморфизм кристаллических фаз, однако все полиморфы обладают широкой запрещенной зоной ($E_g \sim 4,5$ - $5,5$ эВ) и высокими полями пробоя (~ 8 МВ/см) [1]. Одной из ключевых современных технологий в создании полупроводниковых приборов является ионная имплантация, особенности которой в случае работы с оксидом галлия пока остаются относительно слабо изученными [2]. Так, в одной из наших последних работ, посвященных исследованию имплантации бора в монокристаллы β -Ga₂O₃, было обнаружено ионно-индуцированное фазовое превращение β -фазы оксида галлия в γ -фазу, а также его частичная аморфизация при росте дозы бора [3]. В данной работе приведены результаты подробных структурных исследований индуцированного имплантацией ионов бора фазового перехода в монокристаллическом β -Ga₂O₃ с помощью методов высокоразрешающей рентгеновской дифрактометрии и просвечивающей электронной микроскопии поперечного среза.

Полуизолирующая легированная Fe пластина $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ с ориентацией (-201), изготовленная в Tamura согр. использовалась в качестве исходного образца. Имплантация ионов B^+ проводилась при нормальном падении ионного пучка при комнатной температуре на имплантере ИЛУ-200. Энергия ионов составляла 40 кэВ, доза – $7 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$. Структурные свойства имплантированного образца исследовались методом высокоразрешающей рентгеновской дифрактометрии на дифрактометре D8 Discover ($\text{CuK}\alpha_1$ излучение). Также проводились исследования методом просвечивающей электронной микроскопии на микроскопе LIBRA 200 MC, работающем при ускоряющем напряжении 200 кВ, оснащённого аналитическим держателем образцов с наклоном вокруг двух осей. Поперечный срез облучённого образца подготавливался с помощью классической методики со склеиванием пакета пластин, последующего механического утонения и ионной полировки с помощью Fischione TEM Preparation Kit и Fischione TEM Ion Mill 1051.

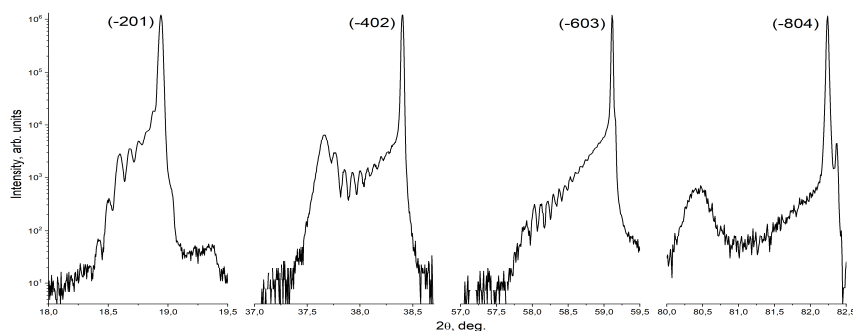


Рис. 1. Кривые рентгеновской дифракции для рефлексов (-201), (-402), (-603) и (-802) имплантированного бором монокристалла $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$

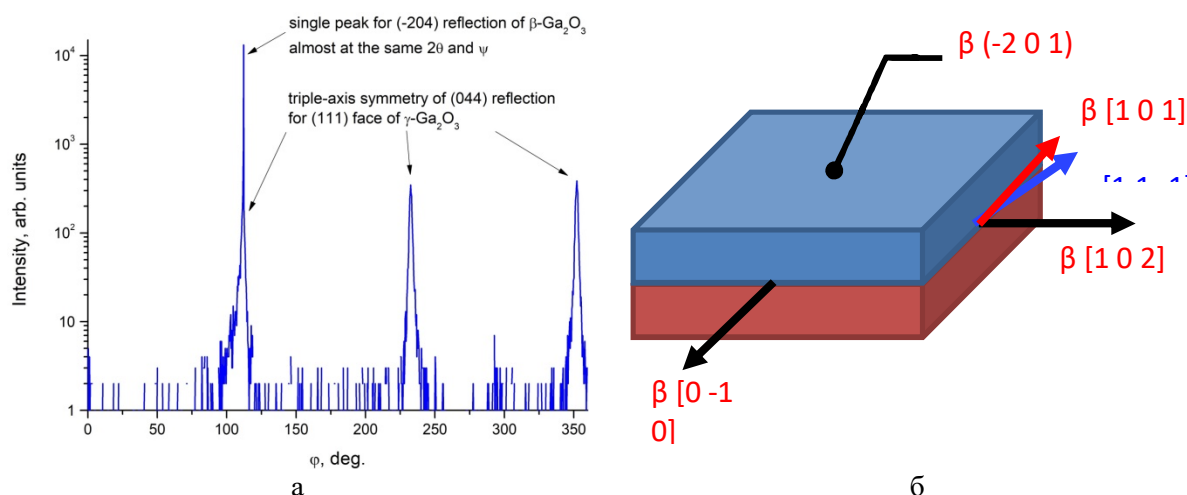


Рис. 2. *a* – ϕ -скан отражений (044) $\gamma\text{-Ga}_2\text{O}_3$ и (-204) $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$; *б* – иллюстрация ориентационных соотношений между $\gamma\text{-Ga}_2\text{O}_3$ и $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$

На рис. 1 приведены рентгеновские дифрактограммы различных порядков симметричных отражений семейства $\{-2\ 0\ 1\}$ имплантированного образца. Слева от

пика подложки наблюдается вытянутое плечо, модулированное осцилляциями толщинного контраста, период которых соответствует слою толщиной ~ 120 нм. Для отражений (-402) и (-804) на краю плеча явно наблюдается отдельный выраженный пик от слоя. Положение пика описывается одним значением межплоскостного расстояния ($\sim 2,38$ Å), что соответствует расстоянию d_{111} для фазы $\gamma\text{-Ga}_2\text{O}_3$. Ранее переход из β - в γ - фазу под воздействием ионного облучения уже наблюдался при облучении другими ионами (Si, Ni, Ga, Ne, Au и O) [4]. В литературе также есть сведения о том, что гамма-фаза ориентируется относительно плоскости (-201) бета-фазы именно плоскостью (111) [5]. Для установления ориентационных соотношений в плоскости был снят ϕ -скан (вращение в плоскости образца) для отражения (044) гамма фазы (рис. 2 а). Три пика с меньшей интенсивностью соответствуют симметрично-эквивалентным отражениям (044) фазы $\gamma\text{-Ga}_2\text{O}_3$, которые повторяются через 120° по углу ϕ при вращении вокруг направления $[111]$. Интенсивный пик – это отражение (-204) фазы $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$, которое имеет близкие углы дифракции и наклона относительно плоскости (-201) кристалла $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$. Результат эксперимента показывает, что в облученном бором образце реализуются следующие ориентационные соотношения между $\gamma\text{-Ga}_2\text{O}_3$ и $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$: $\gamma\text{-Ga}_2\text{O}_3 (111) \parallel (-201) \beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ & $\gamma\text{-Ga}_2\text{O}_3 [11-2] \parallel [102] \beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ (см. рис. 2 б).

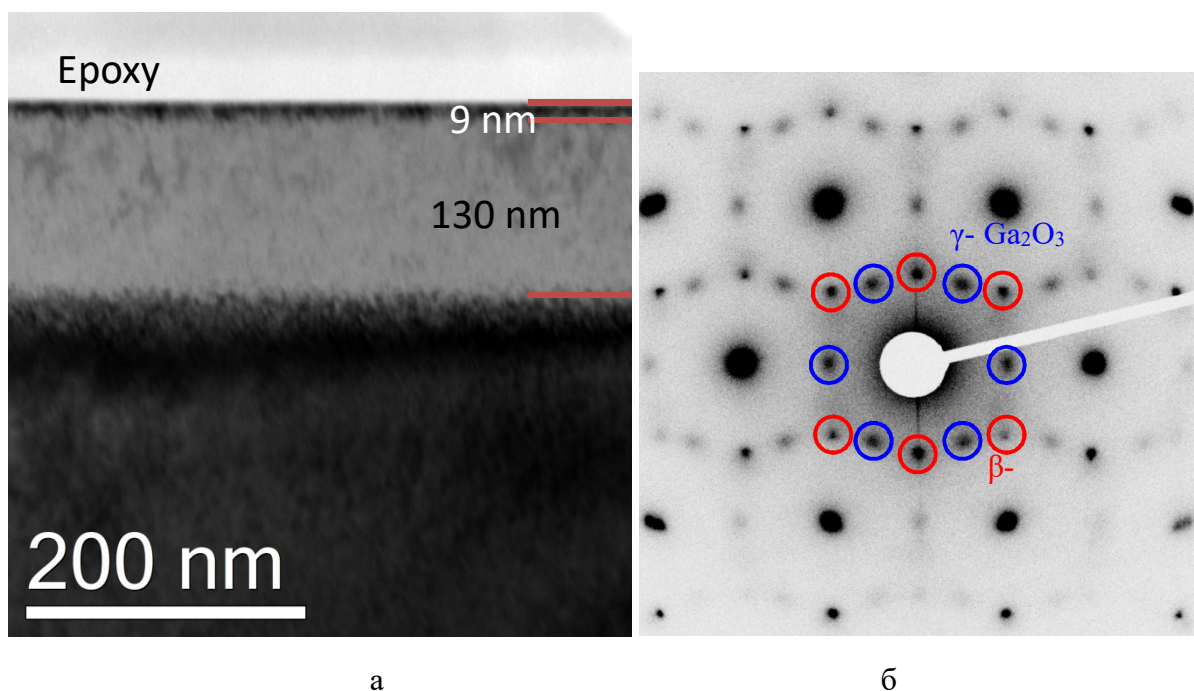


Рис. 3. а – светлопольная ПЭМ микрофотография поперечного среза приповерхностного слоя имплантированного бором монокристалла $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$; б – электронная дифракция для приповерхностной области образца, ось зоны выбрана вдоль $[11-1]$ $\gamma\text{-Ga}_2\text{O}_3$

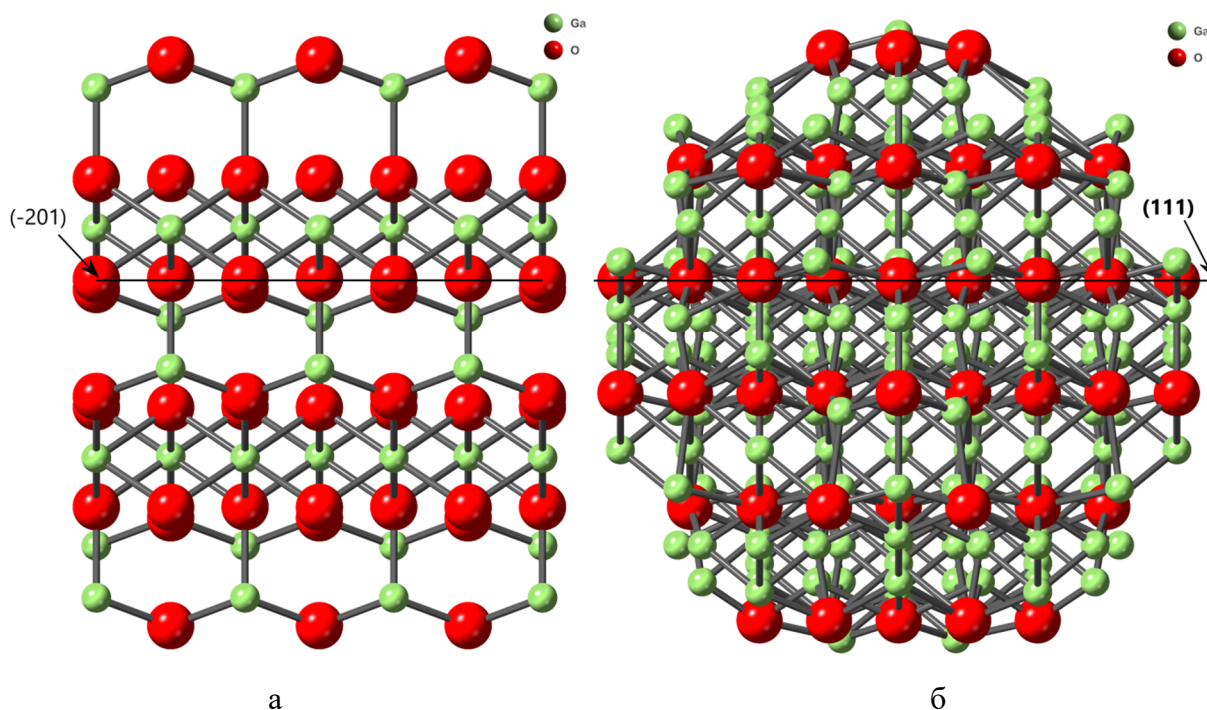


Рис. 4. Вид атомной структуры β -Ga₂O₃ (а) и γ -Ga₂O₃ (б) вдоль направлений [102] β -Ga₂O₃ и [11-2] γ -Ga₂O₃ соответственно. Плотнупакованные анионные плоскости (-201) и (111) горизонтальны и помечены на рисунке. В γ -фазе показаны все возможные места расположения катионов, однако вероятности их заполнения меньше 1.

Как видно из рис. 3 а, на светлопольной ПЭМ микрофотографии, в образце присутствует два приповерхностных слоя, толщиной порядка 9 нм и 130 нм, что хорошо согласуется с данными рентгеновской дифрактометрии и рефлектометрии. Отметим, что наблюдаемый контраст имеет дифракционную природу, т.е. связан с тем, что фазы ориентированы различно по отношению к оптической оси микроскопа. Так, светлопольный дифракционный контраст инвертируется при изменении ориентации образца от оси зоны γ -Ga₂O₃ [11-2] $\parallel$ [102] β -Ga₂O₃, к γ -Ga₂O₃ [11-1] $\parallel$ [101] β -Ga₂O₃ (см. рис. 2 б). Последняя ориентация оказывается оптимальной для разделения β и γ фаз, так как электронограмма имеет две серии соответствующих рефлексов (рис. 3 б). Дальнейшие измерения методом тёмного поля показали, что приповерхностный тонкий слой содержит смесь обеих фаз, тогда как более толстый слой преимущественно состоит из γ -фазы, что также состоит в согласии с рентгенодифракционными экспериментами.

Такие ориентационные соотношения между β - и γ -фазами можно объяснить в терминах плотнейшей упаковки анионной подрешетки атомов кислорода и расположением катионов галлия в её пустотах. В β -фазе плотноупакованные плоскости кислорода это (-201), в γ -фазе – (111) (см. рис. 4). Можно предложить простой механизм образования разупорядоченной гамма-фазы, объясняющий её высокую

радиационной стойкость, альтернативный описанному в [6] и других работах этой группы авторов. Атомы галлия β -фазы статистически выбиваются имплантируемыми ионами в другие пустоты анионной подрешетки. Начиная с некоторой дозы, количество выбитых катионов с различными, но меньшими единицы вероятностями нахождения в новых позициях в среднем стабилизируется в новой конфигурации. Дополнительное облучение приводит лишь к перераспределению катионов между позициями. Отсутствие идеальной трансляционной симметрии разупорядоченной гамма фазы допускает такое перераспределение катионов между пустотами без принципиального нарушения дальнего порядка, что и обеспечивает её высокую радиационную стойкость к большим дозам ионного облучения. Отметим, что в случае с большими дозами имплантации бором, как было показано нами в [3], этот механизм, по-видимому, нарушается, предположительно, вследствие особенностей химического взаимодействия бора либо из-за малости его атомного радиуса. Выяснение этого вопроса является целью дальнейших исследований.

- [1] S. Sun, C. Wang, S. Alghamdi, H. Zhou, Y. Hao, J. Zhang, Recent Advanced Ultra-Wide Bandgap β -Ga₂O₃ Material and Device Technologies, *Advanced Electronic Materials*, 11 (2024) 2300844
- [2] A. Nikolskaya, E. Okulich, D. Korolev, A. Stepanov, D. Nikolichev, A. Mikhaylov, D. Tetelbaum, A. Almaev, C.A. Bolzan, A. Buaczik, R. Giulian, P.L. Grande, A. Kumar, M. Kumar, D. Gogova, Ion implantation in β -Ga₂O₃: Physics and technology, *J. Vac. Sci. Technol. A*, 39 (2021) 030802.
- [3] A. Nikolskaya, D. Korolev, P. Yunin, D. Tatarskiy, V. Trushin, K. Matyunina, M. Savushkina, A. Mikhaylov, M. Drozdov, A. Nazarov, A. Kudrin, A. Revin, A. Konakov, A. Stepanov, D. Tetelbaum, Structure and properties of boron-implanted β -Ga₂O₃ monocrystals, *Vacuum*, 235 (2025) 114129.
- [4] J. García-Fernández, S.B. Kjeldby, P.D. Nguyen, O.B. Karlsen, L. Vines, Ø. Prytz, Formation of γ -Ga₂O₃ by ion implantation: Polymorphic phase transformation of β -Ga₂O₃, *Appl. Phys. Lett.*, 121 (2022).
- [5] C. Wouters, M. Nofal, P. Mazzolini, J. Zhang, T. Remmele, A. Kwasniewski, O. Bierwagen, M. Albrecht, Unraveling the atomic mechanism of the disorder–order phase transition from γ -Ga₂O₃ to β -Ga₂O₃, *APL Materials*, 12 (2024).
- [6] A. Azarov, J.G. Fernández, J. Zhao, F. Djurabekova, H. He, R. He, Ø. Prytz, L. Vines, U. Bektas, P. Chekhonin, N. Klingner, G. Hlawacek, A. Kuznetsov, Universal radiation tolerant semiconductor, *Nat Commun*, 14 (2023).

**МЕССБАУЭРОВСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ РАДИАЦИОННЫХ ПОВРЕЖДЕНИЙ
В ГЕМАТИТЕ И МАГНЕТИТЕ ПРИ ИМПЛАНТАЦИИ ИОНОВ Fe
MÖSSBAUER STUDIES OF RADIATION DAMAGE IN HEMATITE AND
MAGNETITE BY Fe ION IMPLANTION**

В.А. Андрианов¹, Е.А. Воробьева¹, А.П. Евсеев¹, А.Л. Ерзинкян¹, А.А. Буш²,
П.В. Лямкин³, П.А. Федин³, К.Е. Прянишников³, Т.В. Кулевой³
V.A. Andrianov¹, E.A. Vorobyova¹, A.P. Evseev¹, A.L. Erzinkyan¹, A.A. Bush²,
P.V. Lyamkin³, P.A. Fedin³, K.E. Pryanishnikov³, T.V. Kulevoy³

¹НИИЯФ МГУ им. М.В. Ломоносова, 119991 Москва, Россия. andrva22@mail.ru

²Технологический Университет «МИРЭА», 119454 Москва, Россия

³НИЦ «Курчатовский институт», 123182 Москва, Россия

Changes in the Mössbauer spectra of hematite and magnetite were studied upon implantation of iron ions with $E = 5.6$ MeV and a fluence of up to 10^{15} cm⁻².

На ядерных установках и космических аппаратах облучению подвергаются как металлические конструкции, так и узлы и покрытия, выполненные из изоляторов и полупроводников. Механизм образования радиационных повреждений в изоляторах существенно отличается от металлических систем. При облучении заряженными частицами с энергиями свыше ≈ 10 МэВ основным процессом является разогрев материала и образование треков. При энергиях ионов менее 1 МэВ основным каналом поглощения энергии становятся упругие ядерные столкновения, ведущие к образованию первичных радиационных дефектов, атомных вакансий и атомов внедрения. Уже в процессе облучения происходит как рекомбинация точечных дефектов, так и их сегрегация. При больших дозах облучения типичными становятся аморфизация материала и фазообразование.

В настоящей работе исследовано образование радиационных дефектов в окислах железа, гематите Fe₂O₃, и магнетите Fe₃O₄, при имплантации ионов Fe с энергией 5.6 МэВ. Основным методом исследования являлась Мессбауэровская спектроскопия на ядрах ⁵⁷Fe. Поверхность образцов контролировалась рамановской спектроскопией и оптической и электронной микроскопией.

Гематит Fe₂O₃, трехвалентный оксид железа, имеет структуру корунда с параметром элементарной ячейки $a = 5.038$ Å и $c = 13.772$ Å. Атомы Fe имеют

валентность 3+. Гематит является антиферромагнетиком с температурой Нееля $T_N = 950$ К.

Магнетит Fe_3O_4 представляет собой смешанный оксид железа (Fe^{2+} и Fe^{3+}) и имеет структуру обращенной шпинели AB_2O_4 с параметром элементарной ячейки $a = 8.396$ Å. В позиции А атомы железа находятся в тетраэдрическом окружении кислорода и имеют валентность Fe^{3+} . В октаэдрических узлах В атомы железа находятся в валентных состояниях Fe^{3+} и Fe^{2+} . При температуре выше температуры Вервея ($T_V \approx 120$ К) в В-подрешетке происходит быстрый электронный обмен ($\text{Fe}^{2+} \leftrightarrow \text{Fe}^{3+}$). В результате оба иона имеют промежуточную валентность 2.5+, и валентная формула приобретает вид $\text{Fe}^{3+}(\text{Fe}^{2.5+})_2\text{O}_4$. Магнетит имеет ферримагнитную магнитную структуру с моментом 3.47 μB на формульную единицу и температурой магнитного упорядочения ≈ 850 К.

При радиационном облучении следует ожидать появления дефектных позиций Fe с отличными значениями мессбауэровских параметров: сверхтонкого магнитного поля H_i , квадрупольного расщепления QS и изомерного сдвига IS.

Эксперимент

Экспериментальные образцы представляли собой таблетки диаметром 10 мм и толщиной около 1.5 - 2 мм. Облучаемая сторона была зеркально отполирована. Образцы гематита Fe_2O_3 были вырезаны из натурального минерала и имели поликристаллическую структуру. Образцы магнетита Fe_3O_4 были вырезаны из монокристалла, выращенного методом безтигельной зонной плавки в МИРЭА.

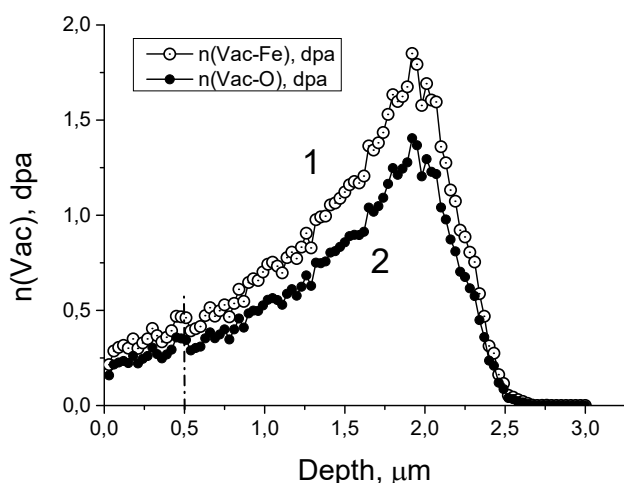


Рис. 1. Концентрация первичных дефектов

Плотность ионного тока равнялась 25 мкА/см^2 , длительность импульса – 475 μs , период повторения импульсов – 1 с, заряд ионов 2+. Флюенс облучения равнялся 10^{15} ионов/ см^2 .

Радиационные дефекты создавались в образцах посредством имплантации ионов ^{56}Fe с энергией 5.6 МэВ на импульсном ускорителе ТИПр, входящем в центр коллективного пользования «КАМИКС» в НИЦ «Курчатовский институт». Плотность ионного тока равнялась 25 мкА/см^2 , длительность импульса – 475 μs , период повторения импульсов – 1 с, заряд ионов 2+. Флюенс облучения равнялся 10^{15} ионов/ см^2 .

Плотность имплантированных ионов Fe ($n(\text{Fe-input})$) и концентрации первичных дефектов $n(\text{Vac})$ в зависимости от глубины были рассчитаны по программе SRIM-2013. Данные расчетов для Fe_2O_3 и Fe_3O_4 близки. Расчеты показали, что имплантированные ионы локализованы на глубинах 1500 – 2500 нм и имеют малую концентрацию не более 0.02 ат. % к общему числу атомов. Концентрация первичных радиационных дефектов существенно больше, чем концентрация имплантированных ионов Fe (рис. 1). На поверхности концентрация дефектов составляет ≈ 0.2 дпа для подрешетки кислорода и ≈ 0.3 дпа для подрешетки Fe. В области максимума на глубине 2 мкм концентрация вакансий равняется ≈ 1.50 дпа. Столь высокие значения не реализуются на практике, вследствие рекомбинации дефектов.

В настоящей работе были использованы методы мессбауэровской спектроскопии, способные получать данные о поверхностных слоях материалов: метод конверсионной мессбауэровской спектроскопии (КЭМС) – данные с глубины до 0.5 $\mu\text{м}$; и метод рентгеновской мессбауэровской спектроскопии (Х-МС) – данные с глубины до 35 $\mu\text{м}$. В методе КЭМС концентрация дефектов в слое 0.5 $\mu\text{м}$ при флюенсе 10^{15} см^{-2} составляла около 34 % по подрешетке Fe, (см. рис. 1). В методе (Х-МС) вклад радиационно-поврежденной зоны в спектр Х-МС мал, и составляет около 7 %.

Мессбауэровские спектры

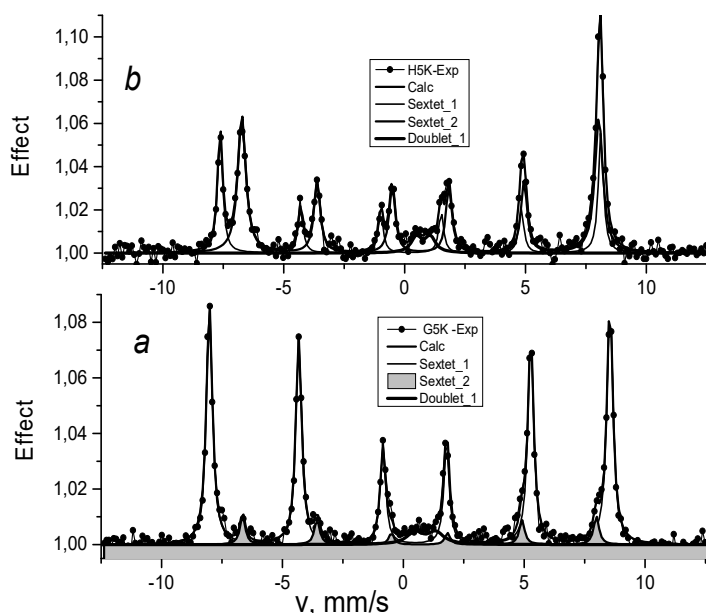


Рис. 2. Мессбауэровские спектры: *a* - Fe_2O_3 и *b* - Fe_3O_4

Конверсионные мессбауэровские спектры гематита и магнетита после облучения с флюенсом 10^{15} см^{-2} приведены на рис. 2. Основные компоненты спектров – это магнитные секстеты, параметры которых близки к данным для необлученных образцов. Параметры спектров приведены в табл. 1. В таблице также приведены данные для

образцов, облученных флюенсом 10^{14} см^{-2} , а также данные для образцов с флюенсом 10^{15} см^{-2} , у которых был удален поверхностный слой толщиной $\approx 1 \mu\text{м}$, и средняя

концентрация дефектов в слое КЭМС увеличилась до 0.84 дпа (рис.1). Мы используем следующие обозначения образцов: гематит: H1K, H5K, H5sK и магнетит: M1K, M5K, M5sK, где цифра 1 соответствует флюенсу $F = 10^{14} \text{ см}^{-2}$, а цифра 5 – флюенсу $F = 10^{15} \text{ см}^{-2}$. Буква s соответствует образцам с удаленным слоем толщиной 1 μm , буква K – метод КЭМС.

Табл. 1. Параметры мессбауэровских спектров: F – флюенс, $n(\text{Fe})$ – средняя концентрация дефектов в слое КЭМС ($d = 0.5 \mu\text{m}$), H_i – сверхтонкое магнитное поле, IS_i – изомерный сдвиг i-секстета, Q_i – квадрупольное расщепление секстета, G_1 – ширина 1-ой линии секстета, P_2/P_1 – отношение интенсивностей секстетов, IS_D – изомерный сдвиг дублета, P_D – интенсивность дублета. Обработка спектров по программе UnivemMS

Параметр	H1K	H5K	H5sK	M1K	M5K	M5sK
$F, \text{см}^{-2}$	10^{14}	10^{15}	10^{15}	10^{14}	10^{15}	10^{15}
$n(\text{Fe}), \text{дпа}$	0.03	0.34	0.84	0.03	0.34	0.84
H_1, kOe	516(1)	514(1)	516(1)	490(1)	489(1)	490(1)
$\text{IS}_1, \text{mm/s}$	0.37(1)	0.36(1)	0.37(1)	0.26(1)	0.25(1)	0.26(1)
$Q_1, \text{mm/s}$	-0.21(1)	-0.21(1)	-0.18(1)	0.05(2)	-0.02(1)	-0.03(1)
$G_1, \text{mm/s}$	0.30(1)	0.30(1)	0.28(1)	0.26(F)	0.25(2)	0.25(2)
H_2, kOe	-	454(1)	492(1)	461(1)	459(1)	459.5(10)
$\text{IS}_2, \text{mm/s}$	-	0.67(1)	0.34(1)	0.66(1)	0.65(1)	0.64(1)
$Q_2, \text{mm/s}$	-	0	0	-0.04(2)	-0.01(1)	-0.07(1)
$G_2, \text{mm/s}$	-	0.26(1)	0.30(F)	0.47(3)	0.40(2)	0.51(2)
P_2/P_1	-	0.11	0.11	1.76	1.9	2.2
$\text{IS}_D, \text{mm/s}$	-	0.91(10)	-	0.66(5)	0.77(8)	-
$P_D, \%$	-	5	-	10	5	-
χ^2	1.33	1.95	1.88	1.17	1.2	1.77

Спектры, полученные при флюенсе $F = 10^{14} \text{ см}^{-2}$, практически совпадают со спектрами необлученных образцов. Единственное отличие, это формирование слабого дублета в центральной части спектра магнетита, отвечающего двухвалентному Fe. Аналогичные дублеты наблюдались в гематите и магнетите при флюенсе $F = 10^{15} \text{ см}^{-2}$, но отсутствовали в образцах, у которых был удален поверхностный слой. Гематит и магнетит по-разному реагируют на облучение в 10^{15} см^{-2} : в гематите образуется дополнительный секстет с $H_2 = 454 \text{ kOe}$ или 494 kOe , а в магнетите наблюдается уширение В-секстета ($H_2 = 260 \text{ kOe}$), в то время как А-секстет практически не уширен. Полученные данные рассматриваются на основе модели теплового пика.

Работа выполнена по программе исследований НИИЯФ МГУ.

**ФОРМИРОВАНИЕ РАДИАЦИОННЫХ ДЕФЕКТОВ В СТРУКТУРАХ
GaAs/AlGaAs В РЕЗУЛЬТАТЕ ВОЗДЕЙСТВИЯ ПРЯМОЙ ИОННО-ЛУЧЕВОЙ
ЛИТОГРАФИИ СФОКУСИРОВАННЫМ ПУЧКОМ
FORMATION OF RADIATION-INDUCED DEFECTS IN GaAs/AlGaAs
STRUCTURES RESULTING FROM DIRECT FOCUSED ION-BEAM
LITHOGRAPHY**

Г.В. Вознюк¹, М.И. Митрофанов¹, И.Н. Григоренко¹, Д.Н. Николаев¹, А.Н. Смирнов¹,
В.П. Евтихийев¹

G.V. Voznyuk¹, M.I. Mitrofanov¹, I.N. Grigorenko¹, D.N. Nikolaev¹, A.N. Smirnov¹,
V.P. Evtikhiev¹

¹ФТИ им. А.Ф. Иоффе, Политехническая ул., 26, Санкт-Петербург,
Россия, glebufa0@gmail.com

A study was conducted to investigate lithographic patterns created by a focused Ga⁺ ion beam in a GaAs/AlGaAs heterostructure. The findings revealed that radiation-induced defects accumulate during the etching process, with their concentration depending on the ion energy and dose. It was demonstrated that optimizing the etching and annealing parameters enables the restoration of the heterostructure's crystalline integrity.

В последние годы технологии нанолитографии и локальной обработки полупроводниковых материалов становятся ключевыми при создании прототипов и устройств в области нанофотоники и микроэлектроники [1, 2]. Одним из перспективных методов является использование сфокусированного ионного пучка (СИП) Ga⁺, позволяющего формировать литографические рисунки с нанометровой точностью. Однако при таком травлении неизбежно происходит образование радиационных дефектов, которые негативно сказываются на кристаллическом качестве материала и его спектральных характеристиках [3].

В нашей работе в качестве объектов для исследования были выбраны гетероструктуры на основе полупроводниковых соединений GaAs/AlGaAs. Структуры выращивались методом осаждения металлорганических соединений из газовой фазы. В структурах формировались литографические рисунки в виде квадратных отверстий (рис. 1 а) методом прямой ионно-лучевой литографии СИП (рис. 1 б). Ионно-лучевая литография проводилась на сверхвысоковакуумной установке FIB-SEM, оснащенной

ионной (COBRA) и электронной (e-CLIPSE Plus) колоннами производства компании Orsay Physics. В качестве источника ионов использовался жидкометаллический источник ионов Ga⁺. Энергия ионов изменялась в диапазоне энергий 15-30 кэВ с шагом 5 кэВ. Ga⁺ в диапазоне энергий 12-30 кэВ. Увеличение глубины отверстий происходило за счет увеличения ионной дозы путем многократного экспонирования.

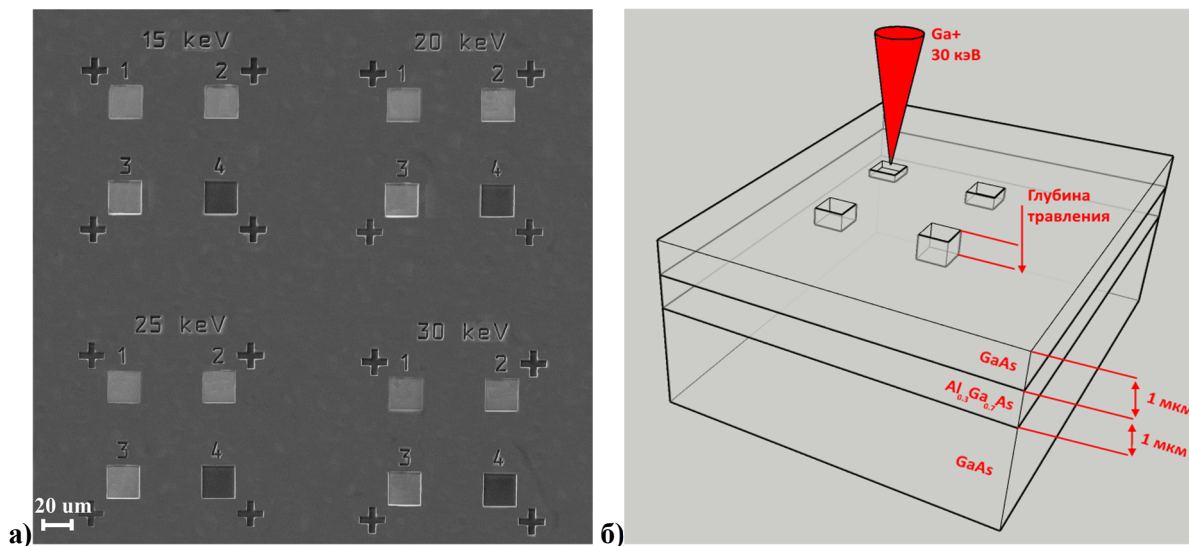


Рис. 1. (а) СЭМ изображение литографического рисунка, сформированного методом СИП на поверхности гетероструктуры. (б) Схематическое изображение процесса формирования отверстий в полупроводниковой гетероструктуре GaAs/Al_{0.3}Ga_{0.82}As методом прямой ионно-лучевой литографии СИП

Нарушение кристаллического совершенства структуры после травления СИП изучалось методом спектроскопии комбинационного рассеяния (КР) света. Для возбуждения КР спектров использовалась линия $\lambda = 532 \text{ nm}$ (2.33 eV) Nd:YAG-лазера. Исследование структуры методом спектроскопии КР, показало, что концентрация и преобладающий тип индуцируемых СИП радиационных дефектов зависит от энергии ионов и ионной дозы. При малых энергиях ионов (15 keV) и малых ионных дозах ($6.25 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$) преобладают моновакансии Ga и As, которые отжигаются при температуре 300 °C. Увеличение ионной дозы приводит к накоплению точечных дефектов и их кластеризации. При большой энергии (30 keV) и ионной дозе ($4.69 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-2}$) преобладают кластеры радиационных дефектов и для восстановления кристаллического совершенства структуры требуются более высокие температуры отжига. Увеличение энергии ионного пучка Ga⁺ с 15 до 30 keV практически не изменяет скорость травления материала, в то время как дополнительная энергия ионов расходуется на дополнительное дефектообразование.

Проведены исследования квантового выхода фотолюминесценции (ФЛ) структур после травления СИП. Фотолюминесценция возбуждалась полупроводниковым

лазером с длиной волны излучения 808 нм с диаметром пятна 80 мкм непосредственно в активном GaAs-слое двойной $\text{Al}_{0.18}\text{Ga}_{0.82}\text{As}/\text{GaAs}/\text{Al}_{0.18}\text{Ga}_{0.82}\text{As}$ гетероструктуры. Результаты ФЛ спектроскопии показали, что при использовании энергии 15 кэВ интенсивность люминесценции практически не отличается от значений нетравленных участков, что указывает на незначительное образование центров безызлучательной рекомбинации. В то же время увеличение энергии до 30 кэВ приводит к снижению интенсивности сигнала почти в три раза, что обусловлено ростом концентрации дефектных центров, подавляющих излучение в активном GaAs-слое гетероструктуры. После травления образцы отжигались в течение 20 мин при температуре 300° С. Такой режим отжига позволяет удалять аморфизированный поверхностный слой без восстановления радиационных дефектов. Интенсивность люминесценции оценивалась по площади спектра. На рис. 2 приведена зависимость интенсивности фотолюминесценции от энергии ионов, нормированная на интенсивность фотолюминесценции нетравленной части образца. Интенсивность люминесценции из отверстий, вытравленных СИП с энергией ионов 15 кэВ, практически не отличается от интенсивности люминесценции нетравленного образца. Увеличение энергии ионов СИП до 30 кэВ приводит к почти трехкратному уменьшению интенсивности люминесценции. При подбарьерном прямом фотовозбуждении люминесценции в слое GaAs наблюдаемое снижение интенсивности люминесценции GaAs активной области $\text{Al}_{0.18}\text{Ga}_{0.82}\text{As}/\text{GaAs}/\text{Al}_{0.18}\text{Ga}_{0.82}\text{As}$ -гетероструктуры возможно только при появлении центров безызлучательной рекомбинации в GaAs-слое.

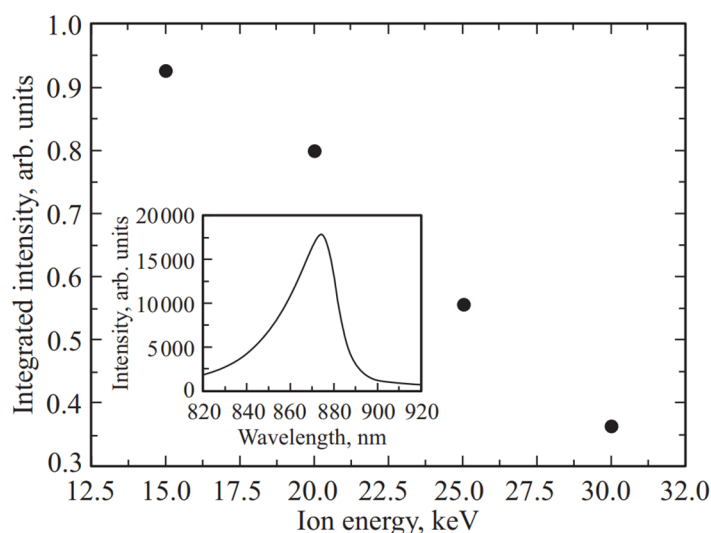


Рис. 2. Относительная интегральная интенсивность фотолюминесценции в зависимости от величины энергии ионов. На вставке приведен спектр фотолюминесценции $\text{Al}_{0.18}\text{Ga}_{0.82}\text{As}/\text{GaAs}/\text{Al}_{0.18}\text{Ga}_{0.82}\text{As}$ -гетероструктуры из области, вытравленной ионами с энергией 30 кэВ

Таким образом в процессе травления наблюдается переход от формирования отдельных точечных дефектов к образованию кластеров, что оказывает существенное влияние на рекомбинационные процессы и снижает эффективность излучательной рекомбинации. Сравнение экспериментальных данных с результатами моделирования выявило, что реальные глубины дефектной области могут значительно превосходить расчетные значения. Это указывает на необходимость дополнительного изучения влияния локальных термических процессов и динамики дефектов при травлении СИП.

Проведённое исследование показало, что оптимизация параметров травления СИП является ключевой при создании высококачественных светоизлучающих устройств, фотонных кристаллов и других элементов нанопотоники. Снижение концентрации радиационных дефектов напрямую влияет на повышение эффективности и долговечности таких устройств. Полученные результаты позволяют рекомендовать использование энергий ионного пучка ниже 15 кэВ при обработке светоизлучающих структур, поскольку при этом минимизируется образование как точечных, так и кластеров дефектов, а последующий низкотемпературный отжиг при 300°C оказывается достаточным для восстановления кристаллической структуры.

- [1] Li, P., Chen, S., Dai, H., Yang, Z., Chen, Z., Wang, Y., Chen, Y., Peng, W., Shan, W., & Duan, H., *Nanoscale* 13(3) (2021) 1529–1565.
- [2] Manoccio, M., Esposito, M., Passaseo, A., Cuscunà, M., & Tasco, V., *Micromachines*. 12(1) (2020) 6.
- [3] Voznyuk, G. V., Levitskii, I. V., Mitrofanov, M. I., Mizerov, M. N., Nikolaev, D. N., Evtikhiev, V. P., *IOP Conference Series* 1124 (2018) 051016.

**ФОРМИРОВАНИЕ СЛОЕВ GaAs СО СВЕРХВЫСОКИМИ
КОНЦЕНТРАЦИЯМИ НОСИТЕЛЕЙ ПРИ ИСПОЛЬЗОВАНИИ
НЕРАВНОВЕСНЫХ МЕТОДОВ ЛЕГИРОВАНИЯ
FORMATION OF GaAs LAYERS WITH ULTRAHIGH CARRIER
CONCENTRATIONS USING NONEQUILIBRIUM DOPING METHODS**

Ю.А. Данилов¹, В.П. Лесников¹, А.Е. Парафин², Ю.А. Дудин¹, Д.А. Здоровейщев¹,
А.В. Здоровейщев¹

Yu.A. Danilov¹, V.P. Lesnikov¹, A.E. Parafin², Yu.A. Dudin¹, D.A. Zdoroveyshchev¹,
A.V. Zdoroveyshchev¹

¹*Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, Нижний
Новгород, 603022 Россия. Danilov.Yu46@yandex.ru*

²*Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, 603950 Россия*

The work shows that the combination of nonequilibrium doping methods (ion implantation followed by pulsed laser annealing) makes it possible to overcome the limit of solubility of impurities in GaAs. Thus, upon doping with Mg, a volume concentration of holes of the order of $8 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ was achieved.

В технологии изготовления арсенид-галлиевых приборов для легирования используется, как правило, ионная имплантация [1]. При этом в создании слоев n-типа для каналов полевых GaAs транзисторов наибольшее применение получила имплантация ионов кремния, поскольку в отличие от других доноров его масса значительно ниже массы донорных атомов VI группы Периодической системы Те и Се, а значит и количество образующихся радиационных дефектов гораздо меньше, что выгоднее с точки зрения отжига нарушений. Еще один донор (сера) проявляет радиационно-ускоренную диффузию после имплантации [2], что затрудняет контроль профиля легирования. Среди акцепторов в GaAs для ионно-имплантационного легирования наиболее подходящим, с нашей точки зрения, представляется магний. В отличие от Zn и Cd его атомы обладают гораздо меньшей массой, а еще один акцептор Be труден в использовании, поскольку является чрезвычайно токсичным.

Для ряда применений в оптоэлектронике и плазмонике требуются полупроводники с легированными слоями, имеющими концентрацию свободных носителей выше 10^{20} cm^{-3} [3]. Эта величина значительно превышает пределы равновесной растворимости ($\leq 10^{19} \text{ cm}^{-3}$) обычных примесей (в том числе, Si, Mg) в

GaAs. В связи с этим в настоящей работе рассматривается возможность сверхвысокого легирования GaAs указанными примесями. Для преодоления предела равновесной растворимости используются неравновесные методы введения доноров и акцепторов, а именно: ионная имплантация (ИИ) в сочетании с импульсным лазерным отжигом (ИЛО).

Исходным материалом служили пластины *epi-ready* i-GaAs(100), а далее использовался двухэтапный процесс легирования: сначала вводилась примесь методом ионной имплантации (Mg, Si) непосредственно в GaAs. Второй этап состоял в отжиге образцов с примесью импульсом эксимерного (KrF) лазера (длительность импульса 30 нс, длина волны 248 нм, плотность энергии $P = 200\text{--}400$ мДж/см²). Энергия имплантации ионов SiH⁺ составляла 15 кэВ, ионов Mg⁺ - 45 кэВ, а облучение производилось при комнатной температуре. Расчетные (использована программа SRIM-2012) распределения имплантированных атомов Si и Mg показаны на рис.1.

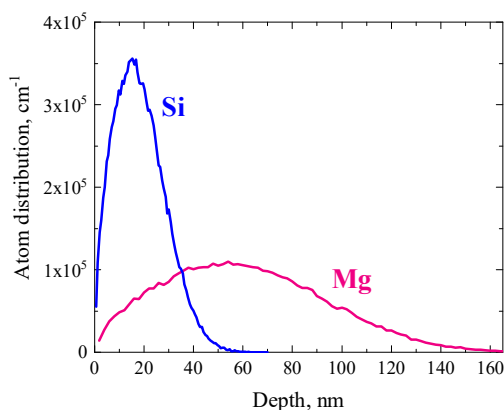


Рис.1. Расчетные распределения атомов Si и Mg, имплантированных в GaAs с энергиями 15 и 45 кэВ, соответственно

Величина, отложенная на вертикальной оси, будучи умноженной на дозу ионов, покажет расчетное распределение объемной концентрации атомов. В эксперименте доза имплантации ионов кремния составляла $D = 3 \times 10^{14}$ и 10^{15} см⁻², а для внедрения Mg доза варьировалась от 10^{14} до 10^{16} см⁻². Контроль процесса ионной имплантации проводился путем проведения быстрого (15 с) термического отжига (БТО) образцов в

установке JetFirst-100 в потоке высокочистого аргона при температурах от 700 до 800°C.

Структура образцов исследована с помощью электронографии на отражение. Электрические свойства полученных легированных слоев изучены методом измерения эффекта Холла (установка Nanometrics HL5500), а оптические свойства – с помощью спектров отражения и комбинационного рассеяния света.

В табл. 1 приведены эффективные холловские параметры (слоевое сопротивление RS, эффективная подвижность μ_{eff} и слоевая концентрация свободных носителей n_s или p_s) слоев, сформированных имплантацией ионов SiH⁺ и подвергнутых БТО. Для обеих типичных температур отжига (700 и 800°C) слои имеют n-тип проводимости, что

обычно и наблюдается в результате БТО арсенида галлия, облученного ионами кремния [4]. Наблюдаемые нами значения подвижности электронов (порядка $1000 \text{ см}^2/\text{В}\cdot\text{с}$) ниже, чем в [4] ($\sim 3500 \text{ см}^2/\text{В}\cdot\text{с}$), что связано с использованными нами большими дозами имплантации (в [4] до $5 \times 10^{12} \text{ см}^{-2}$).

Табл. 1. Электрические параметры слоев GaAs после имплантации ионов SiH^+ с энергией 15 кэВ и отжига в различных условиях

Отжиг	Доза, см^{-2}	Электрические параметры слоев			
		R_s , Ом/□	Тип проводимости	μ_{eff} , $\text{см}^2/\text{В}\cdot\text{с}$	$n_s(p_s)$, см^{-2}
БТО, 700°C	3×10^{14}	1130	n	1110	5×10^{12}
	10^{15}	1600	n	1220	3.2×10^{12}
БТО, 800°C	3×10^{14}	320	n	1020	1.9×10^{13}
	10^{15}	320	n	900	2.2×10^{13}
ИЛО, 250 мДж/см ²	3×10^{14}	2.8×10^6	p	0.1	4.9×10^{13}
	10^{15}	1.8×10^5	n	2.3	1.5×10^{13}
ИЛО, 300 мДж/см ²	3×10^{14}	8.8×10^6	n	0.4	1.8×10^{12}
ИЛО, 350 мДж/см ²	10^{15}	5230	n	26	4.6×10^{13}

Максимальное значение концентрации электронов, достигнутое при использовании БТО, составило $2.2 \times 10^{13} \text{ см}^{-2}$, что может соответствовать средней объемной концентрации $6 \times 10^{18} \text{ см}^{-3}$, если принять толщину легированного слоя равной $\sim 35 \text{ нм}$ (см. рис. 1).

Показано, что импульсный лазерный отжиг (ИЛО) уже при плотности энергии импульса 200 мДж/см^2 восстанавливает кристаллическую структуру слоев после ионной имплантации. Однако, поведение электрических параметров слоев, облученных ионами SiH^+ и подвергнутых ИЛО, явно необычное (см. табл. 1). Наблюдалось, как правило, высокое сопротивление слоев и низкие значения подвижности, а при дозе $3 \times 10^{14} \text{ см}^{-2}$ и $P = 250 \text{ мДж/см}^2$ и дырочный тип проводимости. Максимальное значение объемной концентрации электронов ($D = 10^{15} \text{ см}^{-2}$, $P = 350 \text{ мДж/см}^2$) оценивается величиной лишь $1.3 \times 10^{19} \text{ см}^{-3}$. Вероятнее всего, необходимо увеличивать дозу имплантации. Во всяком случае, дополнительный эксперимент с ИЛО образцов, полученных импульсным лазерным нанесением GaAs, легированного кремнием до $\sim 5 \text{ ат.}\%$, привел к формированию слоев с концентрацией электронов около $7 \times 10^{19} \text{ см}^{-3}$.

Ионно-имплантированный в GaAs магний показывает классическое поведение акцептора при БТО. После отжига при 750°C все образцы, облученные ионами Mg^+ с дозой от 10^{14} до 10^{16} см^{-2} , имеют p-тип проводимости, а концентрация акцепторов монотонно увеличивается с ростом D (рис. 2). Подвижность дырок в слоях находится в диапазоне $55\text{--}75 \text{ см}^2/\text{В}\cdot\text{с}$. Максимальная средняя объемная концентрация дырок

составляет даже при максимальной дозе имплантации 10^{16} см^{-2} лишь $\sim 2.5 \times 10^{19} \text{ см}^{-3}$ (в предположении, что расчетная толщина легированного слоя равна $\sim 120 \text{ нм}$ – см. рис.1).

Необычным образом ведут себя свойства имплантированных ионами Mg^+ слоев GaAs после ИЛО. При дозах ионов менее 10^{15} см^{-2} ИЛО для всех использованных значений плотности энергии $P = 200\text{--}400 \text{ мДж/см}^2$ приводил к формированию высокоомных слоев n-типа. Акцепторная природа атомов магния проявлялась только при дозах 10^{15} и 10^{16} см^{-2} (рис. 2, кривая PLA). При дозе 10^{16} см^{-2} ИЛО приводит к активации 87 % атомов Mg для $P = 200 \text{ мДж/см}^2$ и к практически

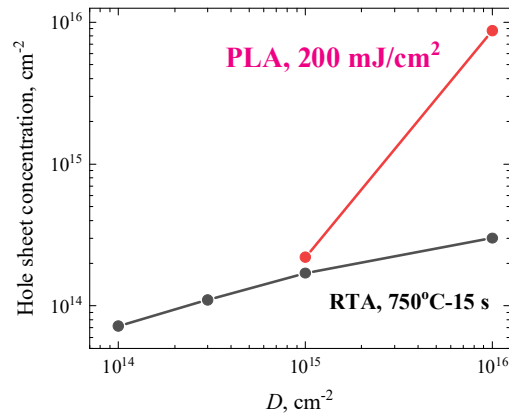


Рис.2. Дозовые зависимости слоевой концентрации дырок для имплантации ионов Mg^+ с энергией 45 кэВ в GaAs при двух типах отжига: быстром термическом (RTA) и импульсном лазерном (PLA)

100 %-й активации при $P = 300$ и 400 мДж/см^2 . Оценка объемной концентрации дырок в этих условиях имплантации и отжига дает величину $\sim 8 \times 10^{20} \text{ см}^{-3}$. Подвижность дырок в таких слоях имеет вполне разумные [5] для высокой концентрации акцепторов значения $\sim 13 \text{ см}^2/\text{В} \cdot \text{с}$. Выполнение на образцах, легированных Mg по схеме ИИ+БТО, последующего ИЛО позволило установить, что необычные результаты могут быть объяснены тем, что при воздействии импульса эксимерного лазера на GaAs в нем образуются дефекты донорного типа (в частности, при $P = 300 \text{ мДж/см}^2$ со слоевой концентрацией до $6 \times 10^{13} \text{ см}^{-2}$), природа которых пока не ясна.

Таким образом, применение неравновесных методов легирования, а именно: сочетания ионной имплантации и импульсного лазерного отжига, позволяет формировать арсенид-галлиевые слои со сверхвысокой концентрацией носителей (до $8 \times 10^{20} \text{ см}^{-2}$ при легировании магнием), что может быть использовано при создании структур плазмоники.

- [1] А.В. Черняев. Метод ионной имплантации в технологии приборов и интегральных схем на арсениде галлия, М.: Радио и связь, 1990.
- [2] Е.И. Зорин, П.В. Павлов, Д.И. Тетельбаум. Ионное легирование полупроводников, М.: Энергия, 1975.
- [3] J. Dual et al., J. Appl. Phys. 134 (2023) 095102.
- [4] S.W. Choi, J.W. Yang, B.H. Koak, K.I. Cho, H.M. Park, MRS Res. Soc. Symp. Proc, 300 (1993) 575.
- [5] J.S. Blakemore, J. Appl. Phys. 53 (1982) R123.

**МАГНИТОУПРАВЛЯЕМЫЙ СПИНОВЫЙ СВЕТОДИОД
С ЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ ИЗОЛЯЦИЕЙ, ВЫПОЛНЕННОЙ МЕТОДОМ ИОННОЙ
ИМПЛАНТАЦИИ**
**MAGNETICALLY CONTROLLED SPIN LED WITH ELECTRICAL ISOLATION
BY ION IMPLANTATION**

А.В. Здоровейщев¹, М.В. Ведь¹, Ю.А. Данилов¹, П.Б. Демина¹, М.В. Дорохин¹,
Ю.А. Дудин¹, Д.А. Здоровейщев¹, И.Л. Калентьева, А.В. Кудрин¹, Ю.М. Кузнецов¹
A.V. Zdoroveyshchev¹, M.V. Ved¹, Yu.A. Danilov¹, P.B. Demina¹, M.V. Dorokhin¹,
Yu.A. Dudin¹, D.A. Zdoroveyshchev¹, I.L. Kalentyeva, A.V. Kudrin¹, Yu.M. Kuznetsov¹

¹*ННГУ им. Н.И. Лобачевского, Проспект Гагарина 23, корп.3, Нижний Новгород,
Россия, zdorovei@nifti.unn.ru*

A device consisting of a series-connected magnetoresistive element and a spin light-emitting diode has been formed and investigated. It is shown that a magnetic field which directed in the plane of the layers changes the state of the magnetoresistive element (high or low resistance) and it allows us to control the intensity of electroluminescence. The magnetic field directed perpendicular to the plane of the layers provides magnetization of the magnetic contact of the light-emitting diode and spin injection, accompanied by the emission of circularly polarized light.

Структуры полупроводниковой и металлической спинтроники рассматриваются как один из вариантов развития современной микро- и оптоэлектроники. Такие структуры используют новые принципы передачи, хранения и обработки информации как инструмент для преодоления фундаментальных квантовых ограничений на количество элементов в интегральной схеме [1]. Хотя многие технические решения спинтроники подвергаются критике [2], нет никаких сомнений, что комплекс спин-зависимых явлений представляет фундаментальный научный интерес и может быть использован для конструирования вспомогательных элементов микро- и оптоэлектроники [3].

В настоящей работе сообщается о технической реализации двух базовых элементов спинтроники, а именно – спинового светоизлучающего диода (элемента, в котором реализован принцип электрической инжекции спин-поляризованных носителей в полупроводник из намагниченного ферромагнитного электрода) и

магниторезистивного элемента (элемента, в котором реализован принцип спин-зависимого электронного транспорта), и об их функциональном объединении в плёночной интегральной схеме (магниторезистивный спиновый светоизлучающий диод).

Формирование светодиода выполнено в несколько технологических этапов. На первом этапе методом газофазной эпитаксии выращивалась полупроводниковая часть прибора, которая представляла собой светоизлучающую гетероструктуру с квантовой ямой InGaAs/GaAs. На втором этапе в другой ростовой камере на полупроводниковую гетероструктуру последовательно наносились слои инжектора спин-поляризованных носителей заряда Al_2O_3 (1 нм), CoPd (8 нм) и Au (20 нм) методом электронно-лучевого испарения в вакууме. Ферромагнитный контактный слой, обеспечивающий спиновую инжекцию, представлял собой многослойную структуру из 10 бислоёв Co/Pd и обладал перпендикулярной анизотропией намагниченности [4]. Слои Al_2O_3 и Au были вспомогательными, необходимыми для обеспечения функционирования прибора. На третьем этапе с помощью фотолитографии и химического травления формировались меза-структуры, представляющие собой металлические контакты круглой формы, окружённые периферийным слоем полупроводникового электрического изолятора. Периферийный слой изолятора формировался путём облучения ионами He^{++} (ускоряющее напряжение $U = 40$ кВ, флюенс $D \sim 10^{14} \text{ см}^{-2}$) областей GaAs-полупроводника, не покрытых Au контактом, существенно повышающего его удельное сопротивление [5, 6]. Облучение проводилось с использованием ускорителя ИЛУ-3, согласно моделированию воздействию подвергался приповерхностный слой толщиной ≈ 0.5 мкм. На четвёртом этапе методом электронно-лучевого испарения в вакууме на поверхности сформированных диодных меза-структур выращивался магниторезистивный элемент, состоящий из следующих слоёв: буферный слой Cr (4 нм), нижний ферромагнитный слой $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$ (1.5 нм), немагнитный слой Cu (3.7 нм), верхний ферромагнитный слой $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$ (3 нм). В результате была сформирована и исследована интегральная структура, в которой реализован магниторезистивный спиновый светоизлучающий диод, представляющий собой последовательно соединённые магниторезистивный элемент и спиновый светоизлучающий диод на основе системы металл/туннельно-тонкий диэлектрик/полупроводник в микромасштабном интегральном исполнении.

Показано, что внешнее магнитное поле, направленное в плоскости слоёв, позволяет модулировать сопротивление магниторезистивного элемента (высокое или

низкое сопротивление) и тем самым управлять интенсивностью электролюминесценции диода. Магнитное поле, направленное перпендикулярно плоскости слоёв, обеспечивает намагничивание магнитного контакта спинового

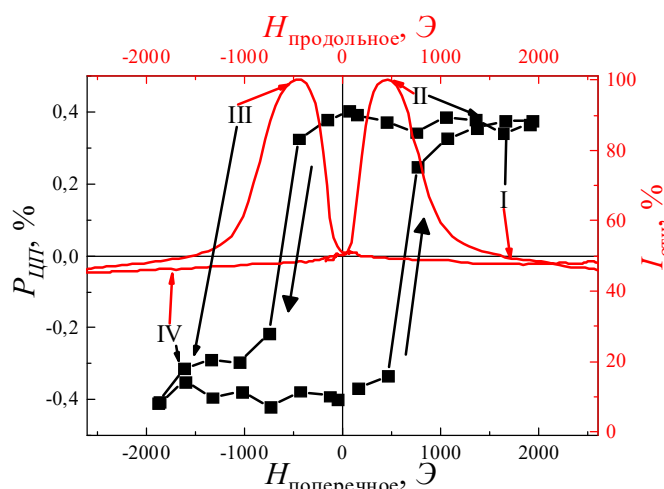


Рис. 1. Зависимости степени циркулярной поляризации ЭЛ от поперечного магнитного поля (слева) и интенсивности ЭЛ от продольного магнитного поля (справа). Температура измерения 10 К. Ток через образец – 38 мА

светоизлучающего диода и спиновую инжекцию, сопровождающуюся испусканием циркулярно-поляризованного света. Прибор может находиться в четырёх устойчивых магнитных состояниях (высокая-низкая интенсивность, «положительная»-«отрицательная» циркулярная поляризация), что представляется перспективным для схмотехники цифровой оптоэлектроники. Рис. 1 иллюстрирует сводный результат

исследований магниторезистивного спинового светоизлучающего диода. На рисунке приведено наложение зависимостей интенсивности электролюминесценции (ЭЛ) от продольного магнитного поля и степени циркулярной поляризации от поперечного магнитного поля. Римскими цифрами обозначены возможные состояния устройства: I – правая циркулярная поляризация с низкой интенсивностью излучения, II – правая циркулярная поляризация с высокой интенсивностью излучения, III – левая циркулярная поляризация с высокой интенсивностью излучения, и IV – левая циркулярная поляризация с низкой интенсивностью излучения.

Работа выполнена при поддержке фонда РФФ (проект № 25-29-00368).

- [1] I. Žutić, J. Fabian, S. Das Sarma, Rev. Mod. Phys. 76 323 (2004).
- [2] M.I. Dyakonov, arXiv:cond-mat/0401369. URL: <https://arxiv.org/pdf/cond-mat/0401369>
- [3] M.K. Yadav, et al., Mater. Sci. Eng.: B. 303 117293 (2024).
- [4] M.V. Dorokhin, et.al. Annalen Der Physik. 536 7 2300480 (2024).
- [5] J. De Souza, I. Danilov, H. Boudinov, Appl. Phys. Lett. 68 4 535 (1996).
- [6] M.V. Ved, Y.A. Danilov, P.B. Demina, M.V. Dorokhin, Y.A. Dudin, V.E. Kotomina, A.V. Kudrin, Y.M. Kuznetsov, A.V. Zdroveyshev, D.A. Zdroveyshev, Appl. Phys. Lett. 118 9 092402 (2021).

СИНТЕЗ И СВОЙСТВА СЛОЕВ GaAs, ИОННО-ЛЕГИРОВАННЫХ АЗОТОМ И ВИСМУТОМ

OBTAINING AND FEATURES OF GaAs ION-DOPED WITH NITROGEN AND BISMUTH IONS

Д.А. Здорovejshchev^{1,*}, О.В. Вихрова¹, Ю.А. Данилов¹, Ю.А. Дудин¹, А.В. Здорovejshchev¹,
А.Е. Парафин², Р.И. Баталов³, В.Ф. Валеев³, В.И. Нуждин³, М.В. Ведь¹
D.A. Zdoroveyshchev^{1,*}, O.V. Vikhrova¹, Yu.A. Danilov¹, Yu.A. Dudin¹,
A.V. Zdoroveyshchev¹, A.E. Parafin², R.I. Batalov³, V.F. Valeev³, V.I. Nuzhdin³, M.V. Ved¹

¹ Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, Нижний Новгород, 603022 Россия

² Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород, 603950 Россия

³ Казанский физико-технический институт им. Е.К. Завойского ФИЦ «Казанский научный центр РАН», Казань, 420029 Россия

*danielzdoroveishev@yandex.ru.com

The paper shows the possibility of doping GaAs and diluted magnetic semiconductor GaMnAs with nitrogen and bismuth during ion implantation. The optical and galvanomagnetic properties of such structures are studied, as well as the effect of pulsed laser annealing and rapid thermal annealing on them.

В качестве одного из способов модификации полупроводников группы A^3B^5 может выступать легирование изовалентными для элементов V группы примесями. Особый интерес представляет легирование GaAs атомами Bi и N, которые изовалентны мышьяку. Вводимые атомы отличаются по атомному весу и электронной конфигурации от атомов матрицы, что приводит к существенному изменению свойств материала. Так, в ряде работ было показано, что введение висмута или азота приводит к существенному уменьшению ширины запрещенной зоны при введении их небольших концентраций в арсенид галлия [1,2]. Кроме того, особый интерес представляет легирование азотом и висмутом разбавленных магнитных полупроводников GaMnAs, в которых данные примеси будут влиять на магнитные характеристики данных слоев. Так, в ряде работ отмечается изменение магнитной анизотропии и величины магнетосопротивления в слоях GaMnBiAs [3]. Легирование же азотом, согласно расчетам [4], должно приводить к повышению температуры Кюри в слоях GaAs, легированных марганцем, так как внедрение азота стимулирует встраивание марганца в качестве акцептора. В настоящее

время подобные структуры получают методами молекулярно-лучевой, газофазной, жидкофазной эпитаксии. В качестве альтернативы эпитаксиальным методам в настоящей работе предложено легирование азотом и висмутом GaAs и слоев GaMnAs методом ионного внедрения.

В данной работе формировались два вида структур: GaMnAs:N и GaAs:Bi. Образцы GaMnAs:N были получены комбинированным методом, сочетающим импульсное лазерное нанесение (ИЛН) в вакууме для получения слоя GaMnAs и ионную имплантацию азота на ускорителе ИЛУ-3 с энергией ионов в 10 кэВ и варьируемой дозой облучения. Полученные структуры для устранения радиационных дефектов и электрической активации марганца подвергались лазерному отжигу импульсом эксимерного KrF лазера с длительностью импульса 30 нс и плотностью энергии в импульсе 400 мДж/см². Образцы GaAs:Bi были получены внедрением ионов Bi⁺⁺ в мишени из n-GaAs и p-GaAs с ускоряющим напряжением 18 кВ, что соответствует энергии ионов висмута в 36 кэВ. Доза облучения составила 10¹⁵ и 10¹⁶ см⁻². Данные структуры после облучения были подвергнуты процедуре быстрого

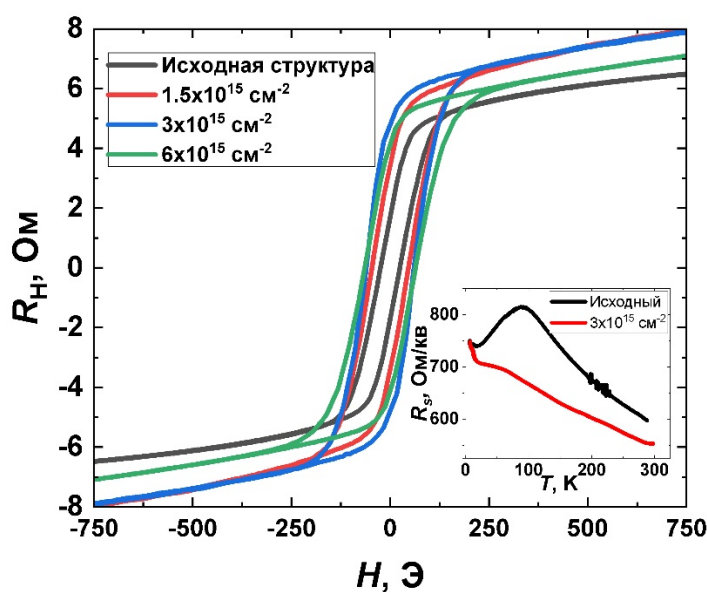


Рисунок 1. Эффект Холла при 77 К для образцов GaMnAs с разной дозой облучения азотом, подвергнутых ИЛО с 400 мДж/см².

полученных структур. На структурах GaAs:Bi исследовались оптические свойства спектроскопией коэффициентов отражения, комбинационного рассеяния света и фотолюминесценции.

Магнитополевые зависимости сопротивления Холла при 77 К для образцов GaMnAs с разными дозами азота приведены на рисунке 1. Из зависимостей видно, что

термического отжига (БТО) в среде аргона в течение 15 с и разными значениями температуры в 750, 800 и 850°C для устранения радиационных дефектов. На структурах GaMnAs:N измерялись магнитополевые зависимости сопротивления Холла и магнетосопротивления в диапазоне температур 7–300 К для исследования влияния азота на магнитные свойства

при увеличении концентрации азота в слое наблюдается уменьшение коэрцитивного поля, а также происходит увеличение коэффициента наклона линейных участков, что свидетельствует об уменьшении концентрации дырок в образцах. На вставке рисунка 1 приведены температурные зависимости слоевого сопротивления исходной пленки GaMnAs и пленки GaMnAs:Nc дозой азота $3 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$. Обе зависимости имеют характерные максимумы, которые обычно связаны с точкой Кюри для данных ферромагнитных слоев. Таким образом, для GaMnAs T_c составляет около 100K, когда для GaMnAs:N она уменьшается до 80K. Таким образом, можно сделать вывод, что при введении ионов азота с выбранными дозами наблюдается ухудшение магнитных свойств слоев GaMnAs.

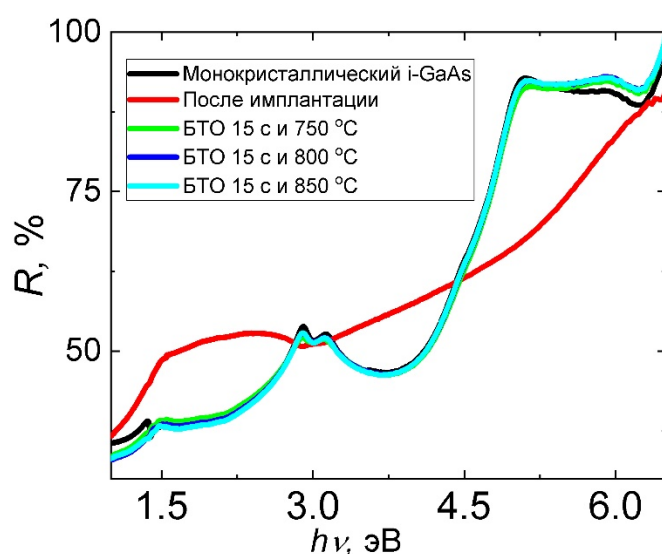


Рисунок 2 Спектры отражения образцов GaAs:Bi (энергия имплантации 36 кэВ, доза 10^{15} см^{-2}), в сравнении с монокристаллической подложкой i-GaAs

На рисунке 2 показаны спектры отражения образцов GaAs:Bi, прошедших БТО. На данных спектрах можно увидеть, что для образца, не прошедшего процедуру отжига, не проявляются особенности спектра, характерного для монокристаллического арсенида галлия. При этом после всех отжигов наблюдаются данные особенности в виде дуплета на энергии около 3 эВ и максимума на энергии около 5.1 эВ, что говорит о восстановлении кристаллической структуры данных образцов после процедуры отжига.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФ № 24-72-00047.

- [1] A.R. Mohmadet al. // Phys. Stat. Solidi B, 251(2014) 1276.
- [2] L. Bellaiche et al. // Appl. Phys. Lett. – 1997. – V.70,n.26. – P.3558.
- [3] T. Andrearczyk et al. // Materials. – 2020. - V.13, n.23. – N.5507.
- [4] T. Manago, H. Akinaga // Jap. J. of Appl. Phys. – 2008. – V.47, n.8. – P. 6297.

**МОДИФИКАЦИЯ СТАЛИ 12X18H10T ВЫСОКОИНТЕНСИВНОЙ
ИМПЛАНТАЦИЕЙ ИОНОВ АЗОТА С ОДНОВРЕМЕННЫМ
ЭНЕРГЕТИЧЕСКИМ ВОЗДЕЙСТВИЕМ**
**MODIFICATION OF 12X18N10T STEEL BY HIGH-INTENSITY NITROGEN ION
IMPLANTATION WITH SIMULTANEOUS ENERGY IMPACT**

А.И. Иванова¹, О.С. Корнева¹, С.В. Дектярев¹, А.В. Гурулев¹

A.I. Ivanova¹, O.S. Korneva¹, S.V. Dektyarev¹, A.V. Gurulev¹

¹*ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический
университет», 634050, проспект Ленина, дом 30, г. Томск, Российская Федерация,
bai@tpu.ru*

The paper presents the results of studies on forming ion-doped layers of 12X18N10T steel using the synergy method of high-intensity nitrogen ion implantation and simultaneous energy impact of the beam on the surface. The sample depth distribution of a dopant, microhardness and wear resistance are studied.

Стали аустенитного класса обладают рядом уникальных свойств, таких как высокая коррозионная стойкость, пластичность, ударная вязкость. Однако невысокая твердость этих материалов ограничивает их использование для изготовления деталей, работающих при повышенных нагрузках. Ресурс деталей из аустенитной стали может быть увеличен за счет упрочнения рабочих поверхностей. На протяжении многих лет разрабатывались различные методы упрочняющей обработки стали 12X18H10T, так, например, ультразвуковая обработка [1], упрочнение напылением покрытий [2], азотирование [3] и другие [4-6]. В работе [7] впервые был предложен метод высокоинтенсивной ионной имплантации с одновременным энергетическим воздействием импульсного периодического пучка высокой плотности мощности.

Данная работа посвящена исследованию физико-механических свойств, таких как твердость и износостойкость, образцов из стали 12X18H10T, упрочненных высокоинтенсивной имплантацией ионами азота с одновременным энергетическим воздействием.

Для исследований были подготовлены образцы из стали 12X18H10T размерами 20x20x3 мм³. Пробоподготовка заключалась в шлифовке и полировке поверхностей образцов до шероховатости $R_z = 0,201$ мкм, $R_a = 0,026$ мкм с помощью шлифовально-

полировального станка Saphir 320. Модификация образцов проводилась методом, основанным на синергии высокоинтенсивной имплантации с одновременным энергетическим воздействием пучком субмиллисекундной длительности.

Высокоинтенсивная имплантация ионов азота с одновременным энергетическим воздействием была проведена на комплексной установке, оснащенной генератором газовой плазмы с накаливаемым катодом ПИНК [8]. Ток разряда варьировался в диапазоне от 20 до 35 А. Генератор импульсного напряжения обеспечивал формирование пучка с длительностью импульсов 450 мкс и амплитудой потенциала смещения до 32 кВ. Формирование легированных слоев при импульсно-периодической имплантации нержавеющей стали пучками ионов азота высокой плотности мощности проводилось при частоте импульсов от 24 до 36 имп/с и времени облучения 60 мин при различных температурах образцов 400, 500, 650 и 750 °С. Температура на поверхности образцов контролировалась высокоскоростным инфракрасным пирометром KLEIBER KGA 740-LO. Значения температур варьировались за счет изменения частоты импульсного пучка, ускоряющего напряжения и тока разряда. Флюенс при этом составлял от $1,9 \cdot 10^{19}$ до $4,6 \cdot 10^{19}$ ион/см².

Элементный состав и распределение примеси по глубине исследовались с помощью сканирующего электронного микроскопа Hitachi S-3400N. Исследование твердости проводилось по поверхности образцов с помощью нанотвердомера CSM Instruments NHT2 с нагрузкой 50 мН. Трибологические исследования были проведены на трибометре PC-Operated High Temperature Tribometer THT-S-AX0000 в режиме сухого трения по методике «шарик-индентор – вращающийся диск». Испытание на износ проводилось при фиксированной скорости вращения образца 1,5 см/с с нагрузкой на индентор 2 Н. В качестве индентора был использован шарик Al₂O₃ диаметром 6 мм. Сканирование треков износа проводили с помощью трехмерного бесконтактного профилометра (Micro Measure 3D Station).

Результаты исследования показали, что синергия высокоинтенсивной имплантации ионов азота с одновременным энергетическим воздействием на поверхность нержавеющей стали 12X18H10T приводит к изменению ее морфологии. Наблюдался рост шероховатости поверхности модифицированных образцов R_a при увеличении температурного режима облучения. Так при температуре 400 °С шероховатость R_a составляла 0,08 мкм, при 500 °С, 650 °С, 750 °С – 0,11 мкм, 0,14 мкм, 0,16 мкм, соответственно. Рост шероховатости R_z от 0,6 мкм до 1,3 мкм наблюдался на образцах, модифицированных при температурах 400 °С, 500 °С, 650 °С. Режим

облучения образца при 750 °С привел к незначительному снижению шероховатости по сравнению с обработкой при 650 °С до 1,2 мкм.

Исследование распределения элементов по глубине проводилось по поперечному сечению шлифа модифицированных образцов. Результаты исследования распределения концентрации имплантированного азота по глубине нержавеющей стали показали, что наибольшее содержание азота 40 ат. % наблюдается при температуре модификации образца 400 °С. Профиль концентрации азота в виде спадающей кривой достигает около 6 мкм. Дальнейшее повышение температуры модификации до 750 °С приводит к формированию более широких ионно-легированных слоев с достаточно равномерным распределением концентрации азота на уровне 15 ат.%. Глубина залегания имплантированной примеси возрастает по мере увеличения температуры. Температурный режим облучения 500 °С способствует увеличению толщины модифицированного слоя примерно в 2 раза. В режимах обработки 650 °С и 750 °С толщина ионного-легированного слоя достигает 25 мкм.

Среднее значение коэффициента трения исходного образца и контр-тела составляет 0,84. Высокоинтенсивная имплантация ионами азота с одновременным энергетическим воздействием при температуре обработки 400 °С снизила значение коэффициента трения до 0,6 (на 30 %). В начале пути до ~ 40 метров характер поведения кривых коэффициента трения для модифицированных образцов аналогичен. Дальнейшие изменения коэффициента трения возможно связаны с формированием различных структур и фазового состава ионно-модифицированных слоев образцов с повышением температуры облучения.

Для расчета параметра износа были построены профили сечения треков для исходного образца и модифицированных при температурах 500 °С и 750 °С. Показано, что глубина трека износа для исходного образца составила 40 мкм, для модифицированных образцов при температурах 500 °С и 750 °С – 0,3 и 1,7 мкм, соответственно. Глубина трека износа при других режимах облучения находилась на уровне шероховатости.

Параметр износа для исходного образца составил $1,37 \cdot 10^{-3} \text{ мм}^3/\text{Н} \cdot \text{м}$. При максимальной температуре обработки 750 °С параметр износа достиг $1,26 \cdot 10^{-5} \text{ мм}^3/\text{Н} \cdot \text{м}$.

Максимальное увеличение износостойкости в 1600 раз было достигнуто в режиме модификации образца 500 °С, параметр износа которого составил $8,46 \cdot 10^{-7} \text{ мм}^3/\text{Н} \cdot \text{м}$. Исследования микротвердости показали ее улучшение в 4,5-5 раз для образцов,

модифицированных при температурах облучения 400, 650, 750 °С. Максимальная микротвердость увеличилась в 6 раз при температуре 500 °С и составила 14.4 ГПа.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации, грант № FSWW-2023-0011

- [1] А.А. Федоров, Д.А. Полонянкин, А.И. Блесман, Д.В. Постников. Динамика систем, механизмов и машин, 5 (2017) 108-112.
- [2] С.А. Иващенко. Машиностроение: республиканский межведомственный сборник научных трудов, 17 (2001) 310-314.
- [3] Е.В. Берлин, Н.Н. Коваль, Л.А. Сейдман. Плазменная химико-термическая обработка поверхности стальных деталей, Москва: Техносфера, 2022.
- [4] Р.С. Есипов, Р.А. Абдуллин, Ю.Г. Хусаинов, А.А. Николаев. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 10 (2021) 102-107.
- [5] Т.Л. Тепла, З.А. Дурягина, В.В. Кулык, И.А. Лемишка. Порошковая металлургия: инженерия поверхности, новые порошковые композиционные материалы. Сварка. 2 (2019) 183-189.
- [6] А.В. Белый, В.А. Кукареко, И.И. Таран, А.Н. Карпович. 53 Международная научная конференция «Актуальные проблемы прочности» : материалы конференции, Витебск, 2-5 октября 2012 г. : в 2 ч. 1 (2012) 6-9.
- [7] A.I. Ryabchikov. IEEE Transactions on Plasma Science, 49 (2021) 2529-2534.
- [8] A.I. Ryabchikov, D.O. Vakhrushev, S.V. Dektyarev, Nuclear Inst. and Methods in Physics Research, A, 1057 (2023) 168711.

**ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУР СО СЛОЕМ GaMnAs МЕТОДОМ ИОННОЙ
ИМПЛАНТАЦИИ С ПОСЛЕДУЮЩИМ КОМБИНИРОВАННЫМ ОТЖИГОМ
FORMATION OF STRUCTURES WITH A GaMnAs LAYER BY ION
IMPLANTATION WITH THE NEXT COMBINED ANNEALING**

И.Л. Калентьева¹, О.В. Вихрова¹, Ю.А. Данилов¹, А.В. Здравейцев¹, Ю.А. Дудин¹,
М.В. Ведь¹, А.Е. Парафин², М.К. Таперо³
*I.L. Kalentyeva¹, O.V. Vikhrova², Yu.A. Danilov¹, A.V. Zdoroveyshchev¹, Yu.A. Dudin¹,
M.V. Ved¹, A.E. Parafin², M.K. Tapero³*

¹*НИФТИ ННГУ им. Н.И. Лобачевского, пр. Гагарина, 23/3, Нижний Новгород, Россия,
istery@rambler.ru;*

²*Институт физики микроструктур РАН, д. Афонинo, Кстовский район, Россия;*

³*Университет науки и технологий МИСИС, Москва, Россия*

The formation of the ferromagnetic semiconductor GaMnAs by ion implantation and three types of annealing (fast thermal annealing, pulsed laser annealing and their combination) is considered. Thermal annealing contributed to the improvement of crystal quality and the formation of inclusions, and laser radiation led to their modification. Using of fast thermal annealing allows the production of magnetoresistive *p*-GaMnAs/*n*⁺-GaAs diodes with low reverse currents $\sim 10^{-9}$ A.

Метод имплантации ионов Mn в GaAs предоставляет значительную свободу в выборе концентрации легирующих атомов путем варьирования флюенса облучения. Однако при этом возникает необходимость отжига образующихся в процессе имплантации радиационных дефектов и активации примеси.

В данной работе исследовались образцы слоев GaMnAs, которые представляли собой часть монокристаллической пластины *i* (*n*⁺)-GaAs (001) толщиной 350-400 мкм. В рабочую сторону пластины на ускорителе «Радуга-3М» была проведена мультиэнергетическая имплантация ионов Mn (ускоряющее напряжение 30 кВ, флюенс ионов $3 \cdot 10^{16}$ см⁻²). При таких условиях формировался слой GaMnAs толщиной ~ 50 нм с концентрацией примеси в максимуме ~ 11 -12 ат. %. Полученные структуры подвергались трем различным типам отжига: быстрый термический отжиг (БТО), импульсный лазерный отжиг (ИЛО) или комбинированный отжиг (последовательное выполнение БТО и ИЛО). БТО производился на установке JetFirst-100 в потоке высокочистого аргона при температуре 750°C в течение 15 с. Отжики одиночным

импульсом эксимерного KrF лазера LPX-200 (длительность импульса 30 нс, длина волны излучения лазера 248 нм) были выполнены с плотностью энергии 400 мДж/см².

Для изготовления диодных структур поверх слоя GaMnAs методом электронно-лучевого испарения в вакууме наносился золотой контакт, затем изготавливались мезоструктуры диаметром ~500 мкм. Проводились измерения вольтамперных характеристик (ВАХ) диодов. Гальваномагнитные свойства исследовались с помощью гелиевого криостата замкнутого цикла в диапазоне магнитных полей ± 3600 Э при температурах от 10 до 300 К. Микроструктура отожженных различными способами образцов изучалась с помощью метода просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) на микроскопе JEM-2100.

Температурная зависимость слоевого сопротивления (R_s) структуры GaMnAs/i-GaAs после БТО+ИЛО имеет два пика, что соответствует наличию двух ферромагнитных фаз с температурами Кюри (T_C) ~ 30 -40 и 120 К (рис. 1 а). В указанном диапазоне температур наблюдаются нелинейные с петлей гистерезиса зависимости холловского сопротивления от магнитного поля и отрицательное магнетосопротивление, связанное с уменьшением рассеяния носителей заряда вследствие ферромагнитного упорядочения в слое GaMnAs (рис. 2 б) [1, 2].

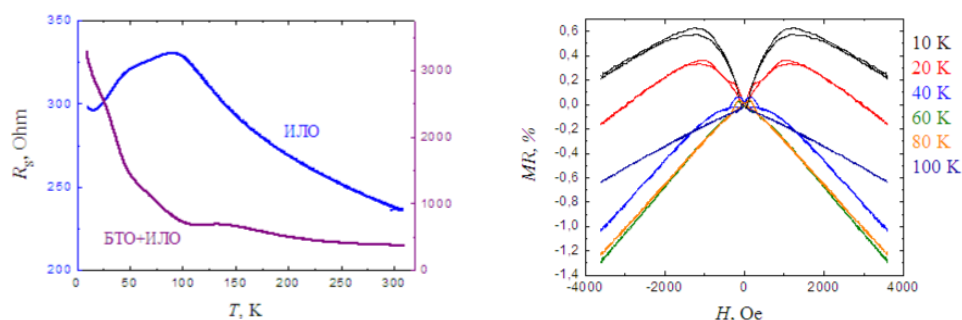


Рис. 1. а) Температурные зависимости слоевого сопротивления образцов GaMnAs, изготовленных имплантацией ионов Mn с различными типами отжига. б) Магнитопольевые зависимости магнетосопротивления слоя GaMnAs после ИЛО

Исследования воздействия различных типов отжига на образцы (рис.2) позволяют сделать следующие выводы:

БТО: способствует восстановлению кристалличности и легированию до значений концентраций ионов Mn не выше равновесного предела растворимости (менее 1 ат. %). Образуются включения двух видов: кластеры MnAs и «захороненные» на расстоянии 100-150 нм от поверхности когерентные к основной кристаллической решетке включения с контрастом типа «кофейное зерно».

ИЛО: приводит к восстановлению кристаллической структуры, сопровождающемуся образованием двойников, сильному легированию Mn (от 16 ат. %

вблизи поверхности и до 1 ат. % на глубине 50-60 нм). Образуется однофазный ферромагнитный полупроводник GaMnAs с температурой Кюри (T_C) ~ 105 К.

БТО+ИЛО: способствует дальнейшему улучшению кристаллического качества (исчезают тетраэдрические дефекты упаковки), а также частичному или полному растворению включений второй фазы. Образуется слой GaMnAs с двумя ферромагнитными фазами, отличающимися составом и T_C .

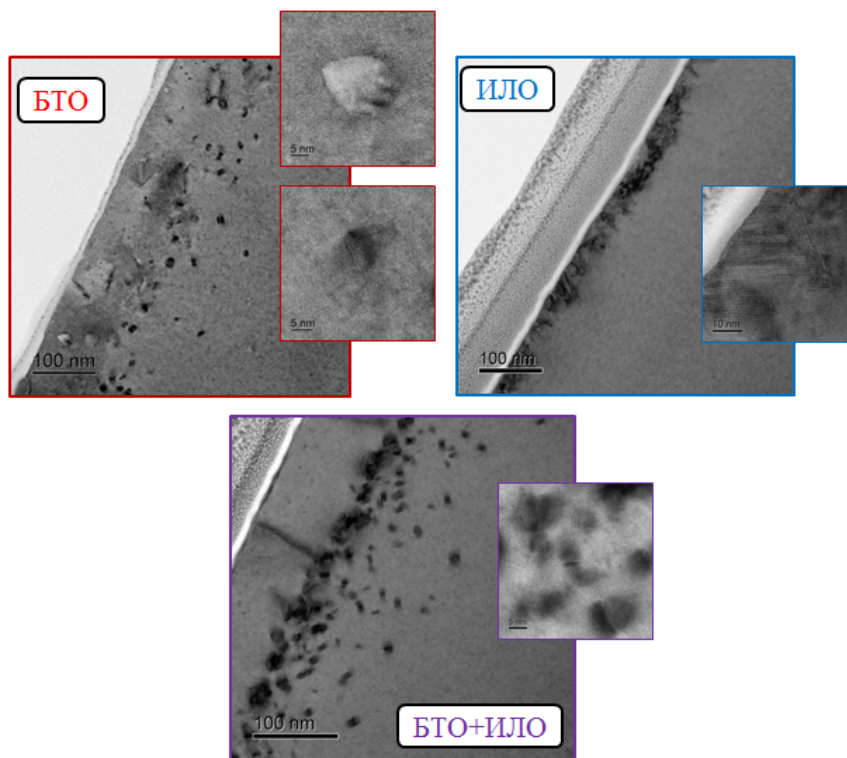


Рис. 2. ПЭМ-изображение поперечного среза слоя GaMnAs, полученного имплантацией ионов Mn после различных видов отжига

Обнаружено, что диодные структуры p -GaMnAs/ n^+ -GaAs, изготовленные с использованием БТО или комбинации БТО+ИЛО (с плотностью энергии 400 мДж/см²) демонстрируют низкие (вплоть до величины 10^{-9} А при напряжении смещения -2 В) темновые обратные токи в диапазоне температур измерений от 10 до 300 К. Для сравнения, в случае магниторезистивных диодов, изготовленных с применением только ИЛО, значения обратных токов, измеренных в аналогичных условиях, составляют не менее $\sim 10^{-6}$ А.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФ № 24-72-00047.

[1] О.В. Вихрова, Ю.А. Данилов, Ю.А. Дудин и др. ФТТ. 66 (2024) 1686.

[2] Ю.А. Данилов, В.А. Быков, О.В. Вихрова, Д.А. Здоровейщев, И.Л. Калентьева, Р.Н. Крюков, А.Е. Парафин, Ю.А. Агафонов, В.И. Зиненко, Р.И. Баталов, В.Ф. Валеев, В.И. Нуждин. ФТТ. 66, (2024) 871.

**ВЛИЯНИЕ КОРОТКО-ИМПУЛЬСНОГО ИОННОГО ОБЛУЧЕНИЯ
НА КРИТЕРИИ ПРАВИЛА УРБАХА В ТОНКИХ ПЛЕНКАХ ОКСИДА ГАЛЛИЯ
INFLUENCE OF SHORT-PULSED ION IRRADIATION ON THE URBACH RULE
CRITERIA IN GALLIUM OXIDE THIN FILMS**

С.К. Павлов², Ж.К. Койшыбаева¹, Ф.В.Конусов², Д.В. Сиделёв², В.А. Тарбоков²,
И.А. Иванов¹

S.K. Pavlov², Z.K. Koishybayeva¹, F.V. Konusov², D.V. Sidelev², V.A. Tarbokov²,
I.A. Ivanov¹

¹*Евразийский национальный университет им. Л.Н. Гумилева, ул. Сатпаева, 2,
г. Астана, Казахстан,*

²*Национальный исследовательский Томский политехнический университет, пр. Ленина,
30, г. Томск, Россия. zhanymgul.k@gmail.com*

In this work, gallium oxide thin films were deposited by reactive RF-magnetron sputtering method onto sapphire substrates. We have researched two types of films with different microstructures - amorphous (as-deposited) and crystalline (after annealing in air). Irradiation with short-pulsed ions and high-energy krypton ions was carried out in the TEMP-4M (Tomsk, Russia) and DC-60 (Astana, Kazakhstan) accelerators, respectively. The report will present the results of irradiation effects on the Urbach rule criteria in Ga₂O₃ thin films.

Оксид галлия моноклинной модификации β -Ga₂O₃ с шириной запрещенной зоны 4.8-4.9 эВ является перспективным материалом для различных электронных и оптоэлектронных устройств, включая полевые транзисторы, элементы солнечных батарей, солнечные слепые УФ-фотоприемники, сцинтилляторы и дозиметрические материалы [1, 2]. Однако большое значение имеет стойкость и стабильность свойств оксида галлия при воздействии потоков ионизирующего излучения. Установлено, что оксид галлия имеет высокую радиационную стойкость [1]. При определенных режимах облучения, например при короткоимпульсном высокоинтенсивном воздействии, возможно даже улучшение фотоэлектрических свойств оксид галлия [3, 4]. Изучение электронной структуры данного материала, обладающего сильной электрон-фононной связью, с помощью оптической спектроскопии требует учитывать вклады динамического беспорядка, связанного с фононами, и статического беспорядка, обусловленного структурными дефектами [5]. Статический беспорядок связан с

неравномерной деформацией, неперIODичностью в кристалле, точечными и протяженными структурными дефектами и с аморфной структурой. Природа дефектов, их концентрация и взаимодействие определяют энергетическую ширину хвостов Урбаха [5].

В докладе рассматривается влияние на критерии обобщенного правила Урбаха ростовых дефектов в аморфных и поликристаллических пленках оксида галлия, осаждённых методом магнетронного распыления, и радиационных дефектов, наведенных коротко-импульсным (90 нс) пучком 200 кэВ C^+/H^+ ионов и высокоэнергетических 100 МэВ ионов криптона.

Методика осаждения пленок оксида галлия с помощью высокочастотного магнетронного распыления на подложку из сапфира и термического отжига, необходимого для получения пленок в моноклинной модификации $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$, подробно описана в [3, 4]. Пленки облучались ионным пучком с использованием ускорителя ТЕМП-4М в режиме коротко импульсного ионного облучения. Состав пучка – ионы углерода (80-85 %) и протоны (15-20 %), ускоряющее напряжение 200 кВ, плотность ионного тока на мишени $j = 8\text{-}15 \text{ А/см}^2$, длительность импульса 90 нс, поток ионов Φ около $5 \times 10^{12} \text{ см}^{-2}$ за импульс. Количество импульсов 3, 30 и 150, что соответствует флюенсам $\Phi = 1.5 \times 10^{13} \text{ см}^{-2}$, $1.5 \times 10^{14} \text{ см}^{-2}$ и $7.5 \times 10^{14} \text{ см}^{-2}$. Для сравнения проводилось облучение пленок высокоэнергетическими ионами криптона Kr^+ при энергии $E_i = 100 \text{ МэВ}$ и дозе $D = 2.5 \times 10^{11} \text{ см}^{-2}$ на циклотроне DC-60. Спектры оптической плотности были измерены с помощью спектрометра Avantes Avaspec 2048 при комнатной температуре. Спектральные зависимости коэффициента поглощения аппроксимировались правилом Урбаха общего вида:

$$\alpha(h\nu, T, \Theta) = \alpha_{00} \times \exp[(h\nu - h\nu_0)/E_U(T, \Theta)]$$

где E_U – энергия Урбаха, зависящая от суммарного динамического и статического беспорядка системы, Θ – параметр статического беспорядка, пропорциональный концентрации исходных и радиационных дефектов. В кристаллических и некристаллических материалах край собственного поглощения подчиняется обобщенному правилу Урбаха [5-7]. Его параметры зависят от концентрации дефектов и примесных атомов, от стехиометрического состава соединений, от доли аморфной и кристаллической составляющей структуры, от фазового и композиционного состава материалов, а в поликристаллах – от размера кристаллитов. Введенная в [6] кристаллическая и стеклообразная интерпретация правила Урбаха являются предельными случаями общей экспоненциальной зависимости коэффициента

поглощения от энергии фотонов [5]. Вследствие равноправности статического и динамического разупорядочения кристаллической решетки спектры поглощения проявляют веерообразное поведение при изменении температуры или параметра статического беспорядка, обусловленного дефектами и структурно-фазовыми неоднородностями [5-7]. Правило Урбаха позволяет исследовать проявление в материалах электрон-фононного взаимодействия при изменении температуры, уровня легирования и концентрации дефектов [5, 7], при структурных изменениях и фазовых переходах [6], установить влияние на электронное строение и свойства степени разупорядочения его структуры дефектами в связи с изменением ширины ЗЗ и характера распределения в ней локализованных состояний дефектов [7].

Ионному облучению диэлектрических материалов свойственен сложный спектр неоднородностей, включая радиационные дефекты, имплантированные атомы, комплексы на их основе, структурно-фазовые изменения [7]. В случае облучения ионами невысоких энергий ($E_i \leq 500$ кэВ) влияние высокой концентрации радиационных дефектов усиливается из-за пространственной локализации их в тонком приповерхностном слое диэлектрика (до 500 нм). Коротко импульсное ионное облучение пленок оксида галлия, как и других диэлектриков не создает очень высокой концентрации радиационных дефектов вследствие ограничивающего влияния радиационно-термического отжига на скорость введения радиационных дефектов [3].

В докладе показано, что критерии обобщенного правила Урбаха выполняются вблизи края поглощения 4.5-5.1 эВ аморфных и кристаллических пленок оксида галлия до и после коротко-импульсного облучения ионами C^+/H^+ 200 кэВ. Веероподобное поведение спектров $\alpha(h\nu, \Phi)$ является следствием индуцированного ростовыми и радиационными дефектами разупорядочения материала. Для исходных и облученных пленок зафиксирована общая фокальная точка 5.35 эВ, характерная для оксида галлия. Ее образование вызвано различной эффективностью влияния радиационно-термического отжига и накопления радиационных дефектов на спектры поглощения. Выполнение правила Урбаха подтверждается зависимостями предэкспоненциального множителя и изоабсорбционной щели от энергии Урбаха, полученными из спектров и рассчитанными с использованием параметров фокуса. Между изоабсорбционной оптической щелью и шириной запрещенной зоны для прямых разрешенных переходов также существует корреляция. Все вышеперечисленные критерии частично нарушаются для спектров пленок, облученных высокоэнергетическими ионами криптона. Это подтверждено анализом спектров поглощения в рамках

полуклассической межзонной модели, применимой для описания спектров аморфных и сильно дефектных материалов. Уширение края поглощения сопровождается ростом коэффициента фоточувствительности пленок в УФ области спектра.

- [1] S.J. Pearton, J. Yang, P.H. Cary, F. Ren, J. Kim, , M.J. Tadjer, M.A. Mastro, Appl. Phys. Rev. 5 (2018) 011301.
- [2] D. Kaur, M. Kumar, Adv. Opt. Mater. 9 (2021) 2002160.
- [3] Z. Koishybayeva, F. Konusov, S. Pavlov, D. Sidelev, A. Nassyrbayev, D. Cheshev, R. Gadyrov, V. Tarbokov, A. Akilbekov. Opt. Mater.: X 25 (2025) 100394.
- [4] Z. Koishybayeva, F. Konusov, S. Pavlov, D. Sidelev, A. Nassyrbayev, R. Gadyrov, V. Tarbokov, E. Polisadova, A. Akilbekov, Opt. Mater.: X 25 (2025) 100399.
- [5] A. Islam, N.D. Rock, M.A. Scarpulla, J. Appl. Phys. 136 (2024) 035701.
- [6] I.A. Weinstein, A.F. Zatsepin, Phys. Status Solidi C 11 (2004) 2916.
- [7] A.V. Kabyshev, F.V. Konusov, J. Surf. Invest.: X-Ray, Synchrotron Neutron Tech. 3 (2009) 304.

**ВЛИЯНИЕ ДЛИТЕЛЬНОСТИ ИМПУЛЬСА НА СВОЙСТВА ПОКРЫТИЙ
НА ОСНОВЕ ТИТАНА И БОРА
THE EFFECT OF PULSE DURATION ON THE PROPERTIES OF TITANIUM
AND BORON BASED COATINGS**

Е.О. Крайнова¹, А.С. Гренадёр¹, К.В. Оскомов¹, Н.Е. Маджара¹, А.Н. Захаров¹,
А.А. Соловьёв¹

E.O. Kraynova¹, A.S. Grenadyorov¹, K.V. Oskomov¹, N.E. Madzhara¹, A.N. Zakharov¹,
A.A. Solovyev¹

¹*Институт сильноточной электроники СО РАН, проспект Академический 2/3, Томск,
Россия, e-mail: e.kraynova@mail.ru.*

This study investigates the surface modification of AISI 316L stainless steel through the deposition of hard and wear-resistant TiB_x coatings. The primary objective is to comparatively analyze the properties of coatings produced under varying pulse durations (7 and 100 µs) during the deposition process. It is also expected that a relationship between the deposition mode and the resulting film structure and characteristics will be identified in this study.

Диборид титана (TiB₂) является керамическим материалом с гексагональной структурой и отличается высокой твёрдостью (обычно порядка 30 ГПа) и модулем упругости (до 460 ГПа), низким удельным сопротивлением [1], а также высокой химической и термической стойкостью [2]. Благодаря таким свойствам, покрытия TiB₂ могут использоваться в ядерной, аэрокосмической, химической, каталитической, электронной и энергетической отраслях [3]. Наиболее широкое применение диборид титана получил в качестве защитных покрытий для пар трения [4], пресс-форм [5] и режущих инструментов [6-7].

В качестве методов получения покрытий TiB₂ используются магнетронное распыление на постоянном токе (DCMS) [8], катодно-дуговое испарение (CAD) [9] и сильноточное магнетронное распыление (HiPIMS) [10]. До сих пор ведутся работы по получению высококачественных покрытий на основе TiB₂, которые были бы пригодны для промышленного использования. В работах [11-13] изучают проблему контроля стехиометрии покрытий, полученных с помощью метода DCMS. При распылении мишени TiB₂ в покрытия наблюдается увеличение концентрации бора (соотношение В/Тi в диапазоне от 2,4 до 3,5) [11]. В работе [12] этот эффект объясняется различными

углами вылета распыленных атомов: для бора преимущественно характерно направление по нормали от мишени, для титана угол вылета составляет около 60° . Изменение соотношения элементов влияет на механические свойства: для $B/Ti = 2,6$ твёрдость составляет ~ 20 ГПа, а для $B/Ti = 2,23$ увеличивается до 50 ГПа [13].

Возможность нанесения сверхтвёрдых (порядка 60 ГПа) покрытий на основе титана и бора с соотношением $B/Ti = 2,4$ продемонстрирована в работе [14]. Осаждение производилось с помощью магнетронной распылительной системы с несбалансированным магнитным полем. Было показано, что структура полученных покрытий представляла собой твёрдые (25 ГПа) кристаллы TiB_2 , окружённые тонкой матрицей TiB_{2+x} с увеличенной концентрацией бора. Подобная структура предотвращает скольжение дислокаций как внутри кристаллов, так и по границам зёрен, обеспечивая высокую твёрдость покрытий. Сообщается, что подобная структура остается стабильной вплоть до $700^\circ C$.

Метод HiPIMS может быть использован для контроля соотношения бора и титана в покрытиях TiB_x . Сильноточные импульсные магнетронные системы отличаются от DCMS тем, что генерируют плазму с высокой импульсной мощностью. Вследствие этого возрастает степень ионизации потока распыляемого материала [15], поэтому возможно регулировать состав покрытия при изменении энергетических параметров процесса. В работе [16] исследуется зависимость элементного состава от длительности импульса (в диапазоне от 30 до 100 мкс). Показано, что концентрация титана в покрытии увеличилась при уменьшении длительности импульса (соотношение $B/Ti = 2,08$ при 100 мкс уменьшилось до $B/Ti = 1,83$ при 30 мкс). Это объясняется более низким потенциалом ионизации титана (6,8 эВ) по сравнению с бором (8,3 эВ). Так, при уменьшении длительности импульса ионизуется больше атомов титана, чем бора, которые затем притягиваются электрическим полем при приложении отрицательного потенциала на подложку.

Структура плёнок на основе титана и бора может являться более важным фактором, чем соотношение элементов в ней. Так, в работах [10,13] покрытия TiB_x , преимущественно характеризующиеся структурой TiB_2 с ориентацией (001), обладают более высокой твёрдостью. Увеличение подвижности адатомов, стимулированное ионной бомбардировкой [17] или увеличением температуры осаждения [13], приводит к формированию более плотных и твёрдых покрытий.

Настоящая работа будет направлена на исследование свойств покрытий TiB_x , полученных с помощью дуального магнетронного распыления в режиме HiPIMS при

различной длительности импульса (от 7 до 100 мкс). Нанесение покрытий будет производиться на подложки из нержавеющей стали AISI 316L. Будут установлены взаимосвязи между технологическими режимами осаждения и, соответственно, уровнем энергетического воздействия, и структурой/свойствами формируемых покрытий.

Морфология покрытий будет исследоваться на электронном микроскопе Quanta 200 3D (FEI, США). Элементный состав покрытий будет определяться с помощью метода РФЭС с использованием спектрометра XPS NEXSA (Thermo Fisher Scientific Inc., США). Фазовый состав покрытий будет изучаться методом рентгеновской дифракции на дифрактометре Shimadzu XRD-6000. Исследование микроструктуры поперечного шлифа планируется проводить методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) на приборе JEM-2100F (Jeol, Япония).

- [1] R.A. Andrievski, G.V. Kalinnikov, Surf. Coat. Technol. 142-144 (2001) 573-578.
- [2] M. Mikula, B. Grančič, T. Roch, T. Plecenik, I. Vávra, E. Dobročka, A. Šatka, V. Buršíková, M. Držík, M. Zahoran, A. Plecenik, P. Kúš, Vacuum. 85 (2011) 866-870.
- [3] R.A. Andrievski, Russ. Chem. Rev. 84(5) (2015) 540-554.
- [4] M. Berger, M. Larsson, S. Hogmark, Surf. Coat. Technol. 124 (2000) 253-261.
- [5] M. Ma, Proceedings, Annual Technical Conference – Society of Vacuum Coaters. 535-540 (2003).
- [6] Y. Mu, K. Chen, W. J. Meng, F. Mei, Microsyst. Technol. 18 (2012) 667-677.
- [7] M. Berger, S. Hogmark, Surf. Coat. Technol. 149 (2002) 14-20.
- [8] N. Nedfors, D. Primetzhofer, I. Zhirkov, J. Palisaitis, Per O.Å. Persson, J. E. Greene, I. Petrov, J. Rosen, Vacuum. 177 (2020) 109355.
- [9] I. Zhirkov, A. Petruhins, Lars-Ake Naslund, S. Kolozsvari, P. Polcik, J. Rosen, Appl. Phys. Lett. 107 (2015) 184103.
- [10] N. Nedfors, A. Mockute, J. Palisaitis, P.O.Å. Persson, L.-Å. Näslund, J. Rosen, Surf. Coat. Technol. 304 (2016) 203-210.
- [11] I. Petrov, A. Hall, A. B. Mei, N. Nedfors, I. Zhirkov, J. Rosen, A. Reed, B. Howe, G. Greczynski, J. Birch, L. Hultman, J. E. Greene, J. Vac. Sci. Technol. A 35(5) (2017) 050601.
- [12] J. Neidhardt, S. Mráz, J. M. Schneider, E. Strub, W. Böhne, B. Liedke, W. Möller, C. Mitterer, J. Appl. Phys. 104 (2008) 063304.
- [13] T. F. Zhang, B. Gan, S. M. Park, Q. M. Wang, K. H. Kim, Surf. Coat. Technol. 253 (2014) 115-122.
- [14] P. H. Mayrhofer, C. Mitterer, J. G. Wen, J. E. Greene, I. Petrov, Appl. Phys. Lett. 86 (2005) 131909.
- [15] Liu L., Zhou L., Tang W., Ruan Q., Li X., Wu Z., Qasim A.M., Cui S., Li T., Tian X., Fu R.K.Y., Wu Z., Chu P.K., Surf. Coat. Technol. 402, (2020) 126315.
- [16] B. Bakhita, I. Petrov, J. E. Greene, L. Hultman, J. Rosen, G. Greczynski, J. Vac. Sci. Technol. A. 36(3) (2018) 030604.
- [17] M.N. Polyakov, M. Morstein, X. Maeder, T. Nelis, D. Lundin, J. Wehrs, J.P. Best, T.E.J. Edwards, M. Döbeli, J. Michler, Surf. Coat. Technol. 368 (2019) 88-96.

**ВЛИЯНИЕ ОБЛУЧЕНИЯ МОЩНЫМ ИОННЫМ ПУЧКОМ НА СТРУКТУРУ
И СВОЙСТВА ВЫСОКОЭНТРОПИЙНЫХ СПЛАВОВ**
**INFLUENCE OF IRRADIATION BY HIGH-INTENSE PULSED ION BEAM
ON STRUCTURE AND PROPERTIES OF HIGH-ENTROPY ALLOYS**

Ц. Хуан, Ю. Лю, В.А. Тарбоков, К.Д. Камелина, С.К. Павлов, Г.Е. Ремнёв
J. Huang, Y. Liu, V.A. Tarbokov, K.D. Kamelina, S.K. Pavlov, G.E. Remnev

*Научно-производственная лаборатория импульсно-пучковых, электроразрядных и
плазменных технологий, Национальный исследовательский Томский политехнический
университет, пр. Ленина, 30, г. Томск, Российская Федерация, lab.sergey@gmail.com*

High-intense pulsed ion beam irradiation, as an advanced surface modification technique, has attracted much attention for its remarkable potential to improve properties of different materials. The report aims on research of potential of this technique for modification of mechanical properties of one of high-entropy alloy – AlCoCrFeNi.

Мощные ионные пучки (МИП) с импульсной мощностью до 10^8 Вт/см² и длительностью импульса < 1 мкс используются для модификации широкого класса материалов, в т. ч. различных сплавов [1]. Одним из ключевых механизмов модификации является высокоскоростной нагрев (10^8 - 10^{11} К/с) с последующим высокоскоростным охлаждением (10^8 - 10^9 К/с) поверхностного слоя обрабатываемого материала. В зависимости от параметров облучения – энергии ионов, плотности энергии за импульс, длительности импульса – в поверхностном слое облучаемого материала происходит сверхскоростная закалка, переплавка или абляция материала, приводящая к формированию волны сжатия в обрабатываемом изделии за счёт импульса отдачи аблируемого материала. Обработка МИП зарекомендовала себя как инструмент модификации различных материалов и сплавов, в т. ч. жаропрочных сплавов на основе титана и твердых сплавов на основе карбида вольфрама [2]. В данной работе рассматривается применения МИП обработки для модификации механических свойств относительно нового класса материалов – высокоэнтروпийных сплавов. Данные сплавы зачастую характеризуется высоким уровнем прочностных характеристик, а также высокой термо- и радиационной стабильностью.

Для проведения исследований был использован один из наиболее исследуемых высокоэнтропийных сплавов - эквимоллярный сплав AlCoCrFeNi, имеющий потенциал применения в качестве высокотемпературного конструкционного материала.

Порошки Al, Co, Cr, Fe и Ni с чистотой 99,5 %, были смешены в эквимоллярной пропорции, измельчены с использованием планетарной шаровой мельницы и многократно переплавлены для получения гомогенного сплава.

Полученные материалы были облучены МИП на установке ТЕМП-4М при параметрах: длительность импульса – 70 нс (FWHM), ускоряющее напряжение – 160 кВ, состав пучка – ионы углерода и протоны. Были использованы два режима облучения с плотностью энергии на мишени за импульс 0.7 Дж/см² и 1.5 Дж/см².

Шероховатость поверхности образцов до и после облучения была измерена атомно-силовой микроскопией (АСМ). Химический состав и состояние поверхности были исследованы методом электронной микроскопии с применением энерго-дисперсионного анализа. Фазовый состав был проанализирован методом рентгено-дифракционного анализа. Микровердость образцов до и после облучения была измерена методом Викерса.

В докладе также будут представлены результаты измерения износостойкости трибометрическим методом «шар на диске», а также коррозионных испытаний.

На рис. 1 представлены изображения поверхности образцов до и после воздействия МИП. После облучения МИП на поверхности не появилось никаких явных трещин. Отсутствие трещин в AlCoCrFeNi после облучения подтверждает, что данный материал обладает высокой упругой деформацией, высокой термической стабильностью и стойкостью к тепловым ударам.

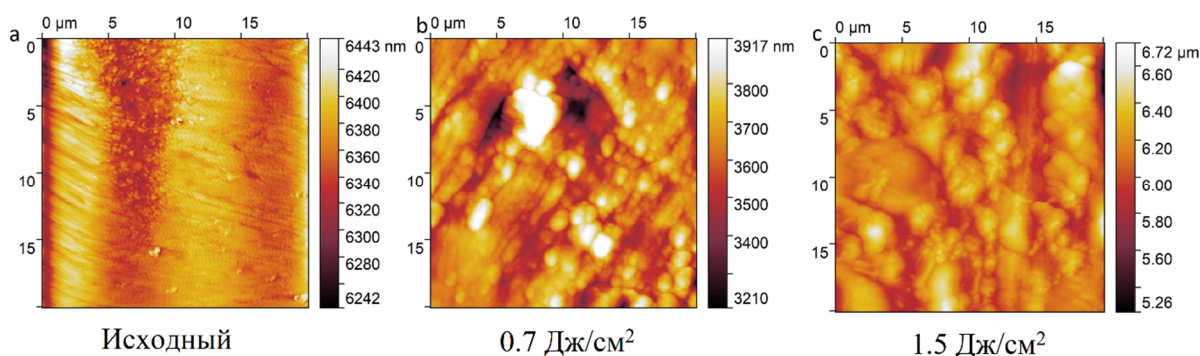


Рис. 1. АСМ изображения поверхности образцов

Результаты рентгеноструктурного анализа (рис. 2) свидетельствуют о формировании в поверхностном слое после облучения МИП остаточных сжимающих напряжений. Кроме того, МИП обработка привела к гомогенизации материала и

формировании однофазного сплава, о чём свидетельствует отсутствие пика ГЦК фазы в образцах после обработки МИП. Выделений других фаз, в т. ч. интерметаллических, после обработки МИП не установлено.

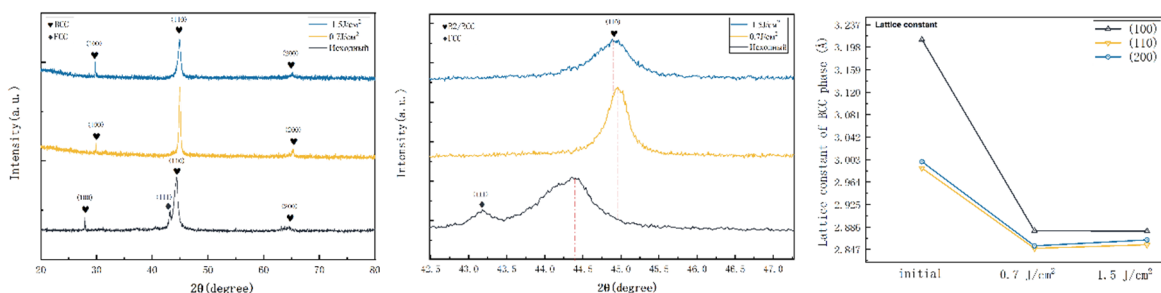


Рис. 2. Рентгеновские дифрактограммы образцов до и после облучения

Результаты измерения микротвердости представлены на рис. 3. Установлено, что обработка МИП с плотностью энергии $0,7 \text{ Дж/см}^2$ приводит к увеличению микротвердости образцов на 20 %. Также уменьшается разброс в твердости материала по поверхности. Дальнейшее увеличение плотности энергии ухудшает упрочняющее действие МИП, что согласуется с имеющимися данными по модификации других металлических сплавов.

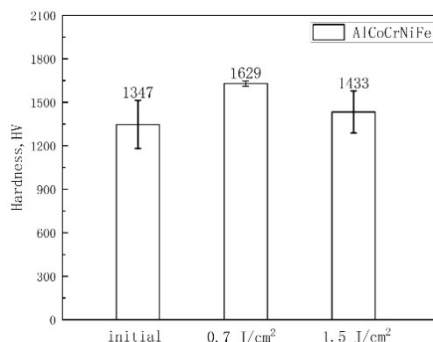


Рис. 3. Твердость образцов по Викерсу до и после облучения

Таким образом установлено, что МИП обработка оказывает модифицирующее действие на AlCoCrFeNi высокоэнтропийный сплав, что выражается в увеличении микротвердости и гомогенизации материала. Кроме того, в докладе будут представлены результаты исследования влияния МИП обработки на износостойкость и коррозионную стойкость AlCoCrFeNi.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 25-49-00169.

- [1] Г.Е. Ремнев, В.А. Тарбоков, С.К. Павлов, Физика и химия обработки материалов 2 (2021) 5.
- [2] G.E. Remnev, I.F. Isakov, M.S. Opekounov, G.I. Kotlyarevsky, V.L. Kutuzov, V.S. Lopatin, V.M. Matvienko, M.Y. Ovsyannikov, A.V. Potyomkin, V.A. Tarbokov, Surf. Coat. Techn. 96 (1997)103.

**ВЛИЯНИЕ КОРОТКОИМПУЛЬСНОГО ИОННОГО ОБЛУЧЕНИЯ
НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА ТОНКОПЛЁНОЧНЫХ
ШИРОКОЗОННЫХ МАТЕРИАЛОВ**
**INFLUENCE OF SHORT-PULSE ION IRRADIATION ON STRUCTURE
AND PROPERTIES OF THIN-FILM WIDE-GAP MATERIALS**

С.К. Павлов, Ф.В. Конусов, В.А. Тарбоков, Г.Е. Ремнёв

S.K. Pavlov, F.V. Konusov V.A. Tarbokov, G.E. Remnev

*Научно-производственная лаборатория импульсно-пучковых, электроразрядных и
плазменных технологий, Национальный исследовательский Томский политехнический
университет, пр. Ленина, 30, г. Томск, Российская Федерация, lab.sergey@gmail.com*

High-intense pulsed ion beam irradiation, as an advanced surface modification technique, has attracted much attention for its remarkable potential to improve properties of different materials. The report aims on research of results of using of this technique for modification of optical and electrical properties of thin-film wide-gap materials.

Мощные ионные пучки (МИП) с импульсной мощностью до 10^8 Вт/см² и длительностью импульса < 1 мкс используются для модификации широкого класса материалов, в т.ч. тонких диэлектрических и полупроводниковых плёнок [1]. Радиационно-термическое воздействие МИП на материалы проявляется в генерации радиационных дефектов и одновременном отжиге ростовых и/или нестабильных радиационных дефектов, а также образовании комплексов дефектов вследствие высокоскоростного нагрева и последующего охлаждения. МИП, используемые в целях импульсного радиационно-термического отжига тонких плёнок, характеризуются относительно небольшой плотностью энергии (до 1 Дж/см²), выделяемой в тонком приповерхностном слое толщиной $\sim 0,3-1,0$ мкм, что обеспечивает проведение модификации свойств покрытий без объёмного нагрева изделия.

В докладе представлен обзор результатов по модификации свойств тонких плёнок Al-Si-N, TiN и Ga₂O₃ посредством МИП.

Осаждение тонких плёнок осуществлялось методом реактивного магнетронного распыления. Облучение плёнок осуществлялось на ускорителе ТЕМП-4М с использованием взрыво-эмиссионного диода с магнитной самоизоляцией [2]. Данный

ускоритель обеспечивал генерацию углерод-протонного пучка с энергией ионов до 250 кэВ и длительностью импульса ускоряющего напряжения ~ 100 нс.

Тонкие плёнки Al-Si-N обладают высокой твердостью, стойкостью к химическому воздействию и высокотемпературному окислению, пластичностью, а также высокой радиационной стойкостью, что, в сочетании с их высокой прозрачностью в видимом диапазоне, обеспечивает перспективы их применения в качестве защитных покрытий [3]. Однако реактивное магнетронное распыление, используемое для нанесения данных покрытий Al-Si-N, не обеспечивает отсутствие в покрытиях таких дефектов роста, как кластеры междоузельных атомов Al_i-Al_i , примесные и комплексные дефекты $V_{Al}-O_N$, Al_i-O_N и др. Являясь центрами поглощения, эти дефекты снижают оптическую прозрачность покрытий. Проведенные эксперименты показали, что радиационно-термический отжиг с использованием МИП может быть использован в качестве альтернативы термическому отжигу и эффективно повышает оптическую прозрачность этих покрытий в видимом диапазоне света с 75-83 % до 84-93 % [4]. Кроме того, в докладе рассматриваются особенности изменения оптических характеристик тонких плёнок Al-Si-N с различной микроструктурой (столбчатой, нанокомпозитной, многослойной) в широком диапазоне поглощенных доз при короткоимпульсном воздействии МИП и непрерывном воздействии высокоэнергетическими ионами. Показана высокая радиационная стойкость данного материала к высокоинтенсивному импульсному ионному воздействию.

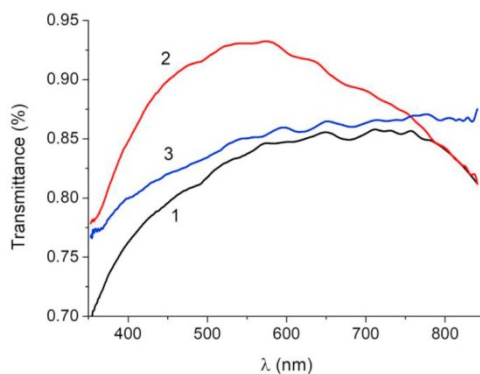


Рис. 1. Спектры пропускания наноккомпозитных Al-Si-N плёнок после осаждения (кривая 1) и после облучения МИП 1 импульсом (кривая 2) и десятью импульсами (кривая 3) [4]

Тонкие плёнки TiN широко используются в качестве защитных и декоративных покрытий. В докладе рассматривается модифицирующее действие МИП на покрытия TiN. Установлены режимы воздействия, повышающие твердость плёнок. Кроме того, показано влияние радиационного воздействия на оптические свойства, проведена оценка радиационной стойкости плёнок. Показано стабилизирующее действие облучения МИП на электрические свойства TiN [5].

Оксид галлия является перспективным оптоэлектронным материалом, одним из направлений использования которого являются солнечно-слепые детекторы УФ излучения. В работе рассматривается возможность использования облучения МИП для модификации фотоэлектрических свойств тонких плёнок оксида галлия, полученных методом магнетронного распыления. Приводятся сравнения стойкости к высокоинтенсивному импульсному ионному облучению аморфных и кристаллических плёнок β -Ga₂O₃. Облучение МИП повышает fotocувствительность аморфных плёнок и снижает их чувствительность к излучению видимого диапазона (рис. 2). Облучение МИП приводит к стабилизации фототока относительно полевого и теплового воздействия. Облучение значительно меняет коэффициент fotocувствительности и скорость фотоотклика. Установлены особенности изменения оптических характеристик от величины поглощенной дозы [6].

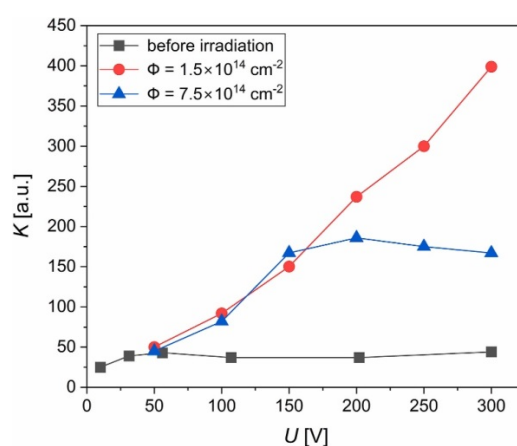


Рис. 2. Влияние короткоимпульсного ионного воздействия на коэффициент fotocувствительности K аморфных плёнок оксида галлия [6]

Таким образом, в докладе демонстрируется потенциал применения облучения МИП для модификации функциональных свойств тонкоплёночных материалов.

- [1] Г.Е. Ремнев, В.А. Тарбоков, С.К. Павлов, Физика и химия обработки материалов 2 (2021) 5.
- [2] G.E. Remnev, I.F. Isakov, M.S. Opekounov, G.I. Kotlyarevsky, V.L. Kutuzov, V.S. Lopatin, V.M. Matvienko, M.Y. Ovsyannikov, A.V. Potyomkin, V.A. Tarbokov, Surf. Coat. Techn. 96 (1997)103.
- [3] V. Sergeev, S. Psakhie, P. Chubik, A. Cherniavsky, V. Soloviev, V. Solntsev, Y. Khristenko, Vacuum 143 (2017) 454.
- [4] G. Remnev, V. Tarbokov, S. Pavlov, F. Konusov, S. Zenkin, J. Musil, Vacuum 158 (2018) 65.
- [5] F. Konusov, S. Pavlov, A. Lauk, A. Kabyshev, V. Novikov, R. Gadirov, V. Tarbokov, G. Remnev, Nucl. Instr. and Meth. 526 (2022) 51.
- [6] Z. Koishybayeva, F. Konusov, S. Pavlov, D. Sidelev, A. Nassyrbayev, D. Cheshev, R. Gadyrov, V. Tarbokov, A. Akilbekov. Opt. Mater.: X 25 (2025) 100394.

КРАЕВЫЕ СПЕКТРЫ ФОТОЛЮМИНЕСЦЕНЦИИ ИОННО-ОБЛУЧЁННОГО GaAs

BAND-EDGE PHOTOLUMINESCENCE SPECTRA OF ION-IRRADIATED GaAs

Д.А. Новиков, Е.А. Маркова, Е.А. Гребенщикова, К.В. Карабешкин, В.М. Микושкин
D.A. Novikov, E.A. Markova, E.A. Grebenschikova, K.V. Karabeshkin, V.M. Mikoushkin

*ФТИ им. А.Ф. Иоффе, Политехническая 26, Санкт-Петербург, Россия,
dima_slav_67@mail.ru*

The room-temperature band-edge photoluminescence spectra of GaAs irradiated with N^+ ions with energies 30-250 keV and fluence $\sim 2 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ and annealed at a temperature of 700°C were measured before and after the removal of the surface layer $\sim 100 \text{ nm}$ thick. This approach revealed the density of defects in the surface layer, exceeding that in the bulk of the irradiated layer, and gave the positions of the lines associated with defects: 1.36, 1.40, 1.44, 1.48 and 1.53 eV in addition to the line 1.42 eV in crystal. These energies can be used in diagnostics of ion-induced defects.

Имплантация ионов средних энергий (десятки-сотни кэВ) является одной из основных технологий легирования полупроводников в электронике и оптоэлектронике [1]. Интенсивное дефектообразование и неполное устранение дефектов отжигом ограничивают применение этой технологии. Поэтому развитие описания процесса дефектообразования, распределения плотности дефектов, их природы и эволюции при отжиге остаются актуальными задачами. В настоящее время распределение плотности дефектов по глубине имплантированного материала (профиль плотности) удовлетворительно описывают с помощью широко распространённой программы TRIM [2]. TRIM профили плотности дефектов во всех материалах характеризуются одним широким пиком вблизи пика плотности имплантированных ионов на проекционной глубине (R_p). Однако экспериментальные исследования профилей плотности дефектов, генерируемых имплантируемыми ионами в кремнии, обнаружили дополнительный пик вблизи поверхности, который не описывают TRIM расчёты [3-5]. Пик был объяснён диффузией дефектов к поверхности. Аналогичная высокодефектная область была найдена и в GaAs, облучённом ионами N^+ с энергией 250 кэВ ($R_p = 470 \text{ nm}$) [6]. Методом обратного резерфордского рассеяния ионов (RBS) было установлено, что плотность точечных дефектов в приповерхностном слое GaAs,

превышает объёмную [6, 7]. Появление дополнительной дефектной области должно приводить к дополнительному гашению люминесценции. Но степень влияния поверхностных дефектов на люминесцентные свойства и их устойчивость к отжигу были неизвестны. В настоящей работе спектры краевой фотолюминесценции (ФЛ) были измерены до и после удаления поверхностного слоя. Это позволило выделить спектр приповерхностной области и установить его особенности, связанные с ионно-индуцированными дефектами.

В работе были использованы образцы, аналогичные исследованным в работе [7], в которой были экспериментально определены RBS-профили дефектов. Для того, чтобы получить кристаллическую структуру с низкой плотностью протяжённых дефектов, на пластине *n*-GaAs (100) ($n \sim 10^{18} \text{ см}^{-3}$) методом хлор-гидридной эпитаксии (Cl-VPE) был выращен слой *n*-GaAs толщиной $\sim 40 \text{ }\mu\text{m}$. На ускорителе High Voltage Engineering Europe пластину имплантировали ионами азота N^+ с такими энергиями ($E_i = 30\text{-}250 \text{ кэВ}$) и флюэнсами ($Q \sim 1.3 \times 10^{15} - 1 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$), чтобы получить плоский профиль имплантированных ионов и близкий к плоскому профиль точечных дефектов. Концентрация имплантированного азота при этом не превысила 0,8 ат %. Поэтому имплантация практически не изменила химический состав имплантированного слоя, но сделала огромной плотность точечных дефектов, что радикально ухудшило люминесцентные свойства слоя. Для восстановления этих свойств образцы (части пластины) были отожжены в потоке аргона при температуре $T = 700 \pm 10 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 1, 3 и 5 минут, что позволило установить необходимую длительность отжига.

Спектры краевой фотолюминесценции измеряли при комнатной температуре с разрешением $\sim 3 \text{ нм}$ с помощью монохроматора МДП-23, оснащённого фотодиодом InGaAs. Полупроводниковый лазер с длиной волны фотонов $\lambda = 671 \text{ нм}$ был установлен под углом к образцу $\alpha = 45^\circ$ и работал при мощности $P = 100 \text{ мВт}$. Прибор калибровали по спектру лампы AvaLight-HAL-CAL-Mini. Глубина проникновения фотонов ($l_{\text{ph}} \sim 300 \text{ нм}$) была значительно меньше толщины имплантированного слоя ($\sim 600 \text{ нм}$ [7]), что практически исключало вклад в спектры неповреждённого объёмного слоя.

Спектры отожженных образцов измеряли до и после удаления поверхностного слоя толщиной $h = 100 \pm 50 \text{ нм}$. Процедура удаления включала анодное оксидирование поверхности образца в ортофосфорной кислоте ($\text{pH} = 2$), травление оксида в водном растворе $\text{HCl}:\text{H}_2\text{O}$ (1:1) и промывку образца в деионизированной воде с последующей сушкой. Скорость травления определяли в специальном эксперименте путем травления слоя толщиной $\sim 200 \text{ нм}$, достаточной для измерения глубины мезы с помощью

микроскопа Альтами 6С и профилометра Dektak 3030. Данные о толщине, определенные разными приборами, оказались близкими.

Известно, что травление в растворе HCl пассивирует поверхность и усиливает фотолюминесценцию. Для устранения эффекта пассивации травленную поверхность облучали лазером ($\lambda = 730$ нм) для стимуляции повторного окисления пассивированной поверхности до исходного состояния [8]. Время полного фото-стимулированного окисления, оценённое на контрольном образце, не превышало одного часа. Представленные ниже спектры ФЛ с травленной поверхностью были записаны после стабилизации интенсивности краевой ФЛ на минимальном уровне.

На рис. 1 приведены исходные спектры ФЛ образцов, измеренные после отжига в течение 1, 3 и 5 минут и последующего удаления поверхностного слоя. Видно, что 1-минутный спектр демонстрирует полное отсутствие краевой линии. Это указывает не только на недостаточность 1-минутного отжига для восстановления ФЛ имплантированного слоя, но и на отсутствие вклада в спектр неимплантированных глубоких слоев. Более длительный отжиг уменьшает плотность дефектов и приводит к частичному восстановлению ФЛ имплантированного слоя. Временная зависимость интенсивностей ФЛ свидетельствует о достижении некоторого насыщения. Сравнение пиков ФЛ до и после удаления поверхностного слоя показало увеличение интенсивности ФЛ после его удаления, что свидетельствует о повышенной дефектности поверхностного слоя [9].

Положение основной линии соответствует ширине запрещенной зоны ($E_g = 1,42$ эВ) при комнатной температуре и характерно для спектров ФЛ кристаллического GaAs с относительно низкой степенью легирования ($<1 \times 10^{18}$ см⁻³, n или p) [10,11]. Помимо основной линии в спектрах видны сателлиты, связанные с дефектами. Однако их интенсивность столь мала, что можно говорить о высокой степени восстановления кристаллической структуры объёмной части имплантированного слоя.

Более значительные вклады линий дефектов видны в спектре поверхностного слоя. На рис. 2. приведены спектры поверхностного (surface) и объёмного (bulk) слоёв равной толщины (~100 нм) после вычитания фона. Спектр поверхностного слоя был получен как разность спектров до и после травления. Он содержит значительные вклады в окрестности основной линии 1.42 эВ, которые связаны с уровнями радиационных дефектов вблизи краёв зон GaAs: 1.36, 1.40, 1.44, 1.48 и 1.53 эВ.

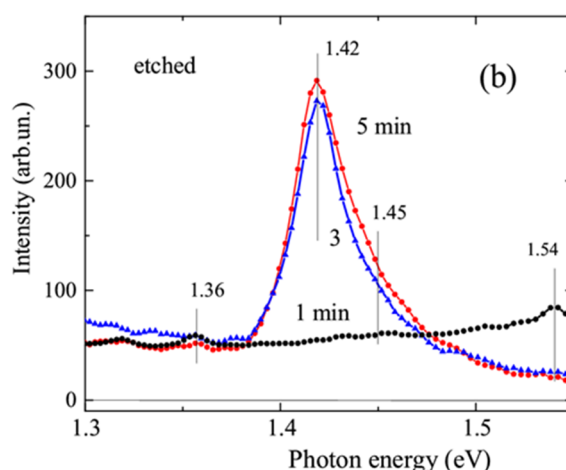


Рис. 1. Исходные спектры ФЛ имплантированного образца после удаления поверхностного слоя толщиной ~ 100 нм. Образцы отожжены при температуре $T = 700^\circ\text{C}$ в течение 1, 3 и 5 минут

Эти линии входят в широкую краевую линию ФЛ аморфного GaAs с максимумом при 1.36 эВ [12]. Интенсивность линий дефектов уменьшается после 5-минутного отжига в несколько раз по сравнению с 3-минутным отжигом, но не исчезает полностью, оставаясь более высокой, чем в объёме имплантированного слоя. Высокая плотность неустраняемых дефектов поверхностного слоя может быть связана с кластеризацией точечных дефектов из-за их высокой концентрации или с заколачиванием атомов кислорода оксидного слоя.

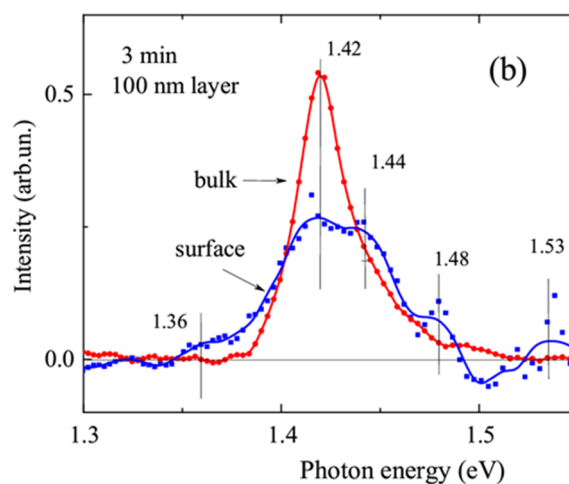


Рис. 2. Спектры ФЛ поверхностного и объемного слоев равной толщины (~ 100 нм) имплантированного образца после вычитания фона. Образец отожжён при температуре $T = 700^\circ\text{C}$ в течение 3 минут

Таким образом, можно сделать вывод о том, что обнаруженные спутные линии краевой ФЛ характерны для дефектов в GaAs, образованных под действием

ионной бомбардировки, и что эти линии могут быть использованы в диагностике радиационных дефектов.

- [1] J.S. William, I.M. Poate, Eds., Ion Implantation and Beam Processing, Academic Press, 1984.
- [2] J.F. Ziegler, J.P. Biersack, U. Littmark, The Stopping and Range of Ions in Solids, Pergamon, 1985.
- [3] A.I. Gerasimov, E. I. Zorin, P.V. Pavlov, D.I. Tetelbaum, *phys. stat. sol. (a)* 12 (1972) 679.
- [4] T. Lohner, E. Kotai, N.Q. Khanh, Z. Toth, M. Fried, K. Vedam, N.V. Nguyen, L. J. Hanekamp, A. van Silfgout, *Nucl. Inst. Meth., Phys. Res. B* 85 (1994) 335.
- [5] A.I. Titov, G. Carter, *Nucl. Inst. Meth. Phys. Res. B* 119 (1996) 491.
- [6] N.A. Sobolev, B.Ya. Ber, D.Yu. Kazantsev, A.E. Kalyadin, K.V. Karabeshkin, V.M. Mikoushkin, V.I. Sakharov, I.T. Serenkov, E.I. Shek, E.V. Sherstnev, N.M. Shmidt, *Tech. Phys. Lett.* 44 (2018) 574.
- [7] N.A. Sobolev, V.I. Sakharov, I.T. Serenkov, A.D. Bondarev, K.V. Karabeshkin, E.V. Fomin, A.E. Kalyadin, V.M. Mikoushkin, E.I. Shek, E.V. Sherstnev, *Semiconductors* 53 (2019) 415.
- [8] V.N. Bessolov, M.V. Lebedev, *Semiconductors* 32 (1998) 1141.
- [9] D.A. Novikov, A.E. Kalyadin, N.A. Sobolev, K.V. Karabeshkin, V. S. Kalinovskii, E.A. Grebenshchikova, V.M. Mikoushkin, XXVI Int. Conf. ISI -2023. Yaroslavl, 21-25 August, v. 1, 302-305. ISSN 2308-6289.
- [10] C. Lee, N.Y. Lee, K.J. Lee, J.E. Kim, H.Y. Park, H. Lim, D.H. Kwak, H.C. Lee, *Appl. Phys.* 77 (1995) 6727.
- [11] Y. Fu, M. Willander, G.B. Chen, Y.L. Ji, W. Lu, *Appl. Phys. A* 79 (2004) 619.
- [12] B. Ullrich, G.J. Brown, *Materials Letters* 63 (2009) 2489.

**ФОРМИРОВАНИЕ «ПЛОСКОГО» ПРОФИЛЯ ТОЧЕЧНЫХ ДЕФЕКТОВ
ПРИ ИМПЛАНТАЦИИ И ОТЖИГЕ ПОЛУПРОВОДНИКОВ
FORMING A «FLAT» PROFILE OF POINT DEFECTS DURING IMPLANTATION
AND ANNEALING OF SEMICONDUCTORS**

В.М. Микушкин, Д.А. Новиков, Е.А. Маркова

V.M. Mikoushkin, D.A. Novikov, E.A. Markova

ФТИ им. А.Ф. Иоффе, Политехническая 26, Санкт-Петербург, Россия,

dima_slav_67@mail.ru

Previously published Rutherford backscattering spectroscopy data on the density of point defects generated in implantation of GaAs with mid-energy N^+ ions and partially removed by annealing were used to illustrate the process of forming the depth distribution of defect concentration. It was shown that the distribution transforms from the peak-shaped to flat in the depth range below the projected range at sufficiently high doses of implanted ions. The distribution straightening occurs due to an increase in the recombination rate of interstitials and vacancies in crossed cascades with increasing dose.

Имплантация ионов средних энергий (десятки-сотни кэВ) является одной из основных технологий легирования полупроводников в электронике и оптоэлектронике [1]. Однако даже в случае лёгких ионов, являющихся основными легирующими примесями, имплантационный процесс характеризуется эффективным образованием точечных дефектов. Являясь центрами рекомбинации электронно-дырочных пар, дефекты радикально ухудшают некоторые электрофизические и, особенно, люминесцентные свойства полупроводников. Поэтому информация о плотности дефектов и их распределении (профиле) по глубине является важной в технологиях формирования полупроводниковых приборов. В настоящее время профили распределения плотности дефектов, как правило, хорошо описываются для многих полупроводников программой TRIM [2] и аналогичными кодами Монте-Карло. Профиль плотности дефектов характеризуется одним максимумом, центрированным на средней глубине образования точечных дефектов (R_{PD}), которая близка к проекционной глубине (R_P), характеризующей максимум плотности имплантированных ионов и обычно составляющей для ионов средней энергий десятки и сотни нанометров от поверхности. Такое распределение имплантированных ионов и дефектов делает

неоднородными свойствами имплантированного слоя. Поэтому для выравнивания профилей ионов и дефектов используют имплантацию ионов разных энергий, для которых расчётные профили в сумме дают однородное распределение. Очевидно, что такой подход весьма затратен. В настоящей работе показано, что при достаточно больших дозах профиль дефектов становится плоским из-за увеличения скорости рекомбинации междоузельных атомов и вакансий пересекающихся каскадов в области их высокой плотности.

Для выявления процесса рекомбинации точечных дефектов и трансформации профиля были использованы данные о среднем абсолютном значении плотности дефектов имплантированного GaAs, полученные в работе [3] методом резерфордовского обратного рассеяния (POP/RBS) протонов с энергией 227 кэВ. Для получения кристаллической структуры с низкой плотностью протяженных дефектов на пластине n-GaAs(100) ($n \sim 10^{18} \text{ см}^{-3}$) методом хлоридной газовой эпитаксии (Cl-VPE) был выращен эпитаксиальный слой n-GaAs толщиной $\sim 40 \text{ мкм}$. Выращенный слой имплантировали ионами азота N^+ при комнатной температуре и плотности тока $0,25 \text{ мкА/см}^2$ на ускорителе High Voltage Engineering Europe. Для получения слоя с постоянной концентрацией имплантированного азота (плоский профиль концентрации) использовались четыре энергии ионов азота ($E_i = 250, 140, 70 \text{ и } 30 \text{ кэВ}$) при флюенсах пучка, рассчитанных с помощью программы TRIM ($Q \sim 1 \times 10^{16}, 4.5 \times 10^{15}, 3.3 \times 10^{15} \text{ и } 1.3 \times 10^{15} \text{ см}^{-2}$).

На рис. 1 показаны TRIM профили концентрации азота, имплантированного с различными энергиями и флюенсами (пунктирные кривые), и результирующий профиль (сплошная кривая). Видно, что профили ионов одной энергии представляют собой пики с максимумами на проекционной глубине R_p , а результирующий профиль близок к плоскому в широком диапазоне глубин. Концентрация имплантированного азота при этом не превышает 0.8 ат % ($3.3 \times 10^{20} \text{ см}^{-3}$), что практически не изменяет химический состав имплантированного слоя. Но расчетная плотность точечных дефектов (пар Френкеля), генерируемых имплантирующими ионами, оказывается настолько большой, что имплантированный слой теряет люминесцентные свойства и частично их восстанавливает только после отжига.

На рис. 2 показаны составляющие (пунктирные кривые 1-4) и результирующие (сплошная кривая) TRIM профили концентрации точечных дефектов. Видно, что для ионов одной энергии программа TRIM даёт распределение дефектов с менее ярко выраженным максимумом в области $\text{RPD} \sim \text{RP}$. Но результирующий профиль

концентрации дефектов близок к плоскому. Однако расчетная концентрация оказывается на порядок выше атомной плотности $n_a = 4.42 \times 10^{22} \text{ см}^{-3}$ (штриховая линия), что невозможно в реальном процессе. Согласно данным RBS [3], плотность межузельных атомов в объеме варьируется менее чем на треть и в среднем не превышает величины $N_{\text{max}} \sim 1 \times 10^{22} \text{ см}^{-3}$. Этот уровень, обозначенный на рис. 1 толстой пунктирной линией, примерно в 40 раз ниже расчётного. Очевидными причинами ограничения плотности дефектов являются процессы рекомбинации междоузельных атомов и вакансий из разных ионных каскадов, которые, очевидно, не учитываются в использованной версии программы TRIM. Профиль дефектов становится плоским из-за увеличения скорости рекомбинации дефектов в области их высокой плотности. В то же время плотность дефектов в хвосте расчетного профиля мала. Поэтому хвост расчетного профиля не меняется. Объединенный полуконтрольный профиль точечных дефектов показан на рис. 2 (толстая пунктирная линия).

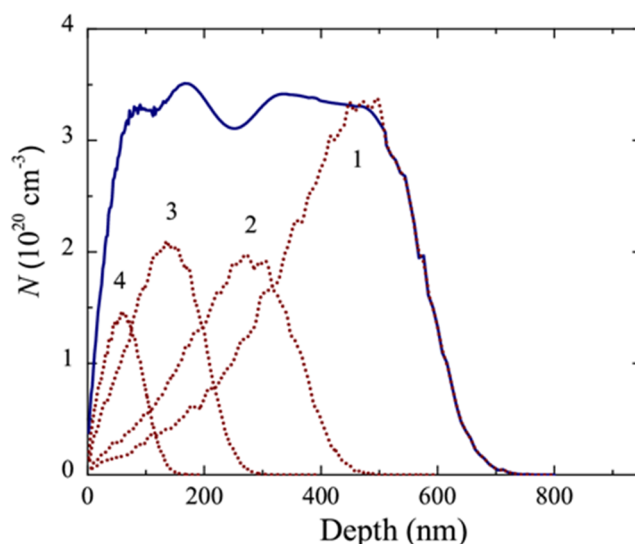


Рис. 1. TRIM профили концентрации азота, имплантированного с различными энергиями и флюенсами (пунктирные кривые): 1 – 250 кэВ $\times 1 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$, 2 – 140 кэВ $\times 4.5 \times 10^{15} \text{ см}^{-2}$, 3 – 70 кэВ $\times 3.3 \times 10^{15} \text{ см}^{-2}$, 4 – 30 кэВ $\times 1.3 \times 10^{15} \text{ см}^{-2}$, и результирующий плоский профиль (сплошная кривая)

Следует заметить, что помимо рекомбинации дефектов в области высокой плотности возможна их кластеризация, которая наблюдалась в [4]. Рассмотренный пример позволяет оценить порог дозы облучения полупроводника лёгкими ионами средних энергий, начиная с которого профиль плотности дефектов будет выпрямляться: $Q_i \sim 0.5\text{--}1 \times 10^{15} \text{ см}^{-2}$.

Кристаллическую структуру и люминесцентные свойства имплантированного слоя восстанавливают отжигом.

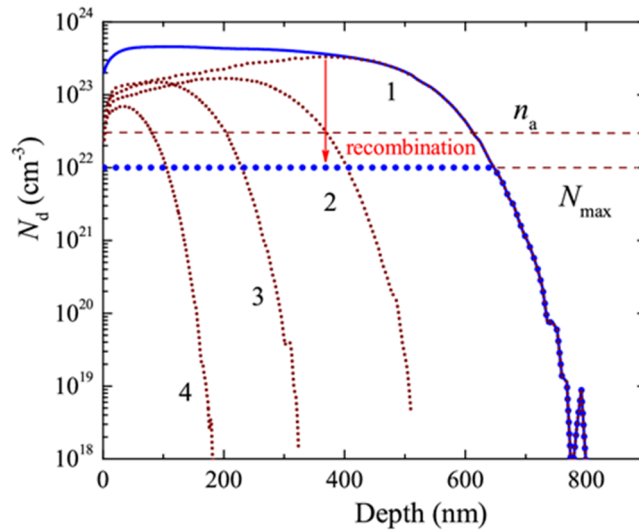


Рис. 2. Составляющие (пунктирные кривые 1-4) и суммарный (сплошная кривая) TRIM профили концентрации точечных дефектов (пары Френкеля). Штриховая линия соответствует атомной плотности GaAs ($n_a = 4.42 \times 10^{22} \text{ cm}^{-3}$). Толстая пунктирная линия соответствует экспериментальной средней концентрации (N_{max}), измеренной с помощью RBS [3]

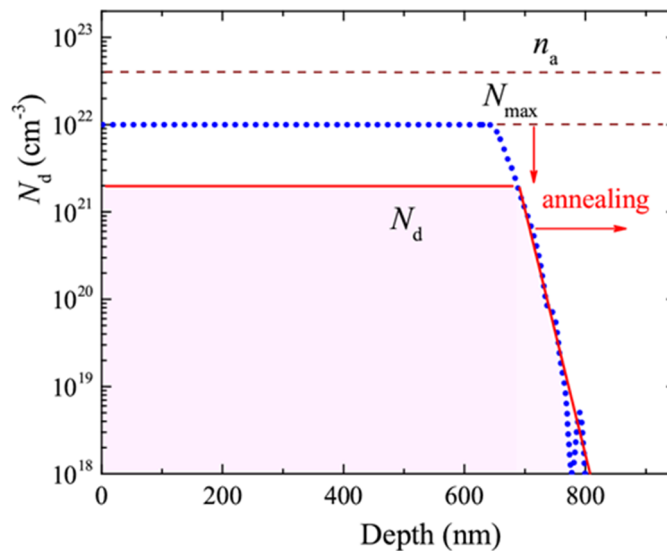


Рис. 3. Ожидаемые профили концентрации точечных дефектов в имплантированном слое до (пунктирная кривая) и после (сплошная кривая) отжига по RBS данным [3]

В работе [3] образцы отжигали в атмосфере аргона при температуре 700 °C в течение нескольких минут. В результате стимулированной отжигом рекомбинации дефектов их плотность была уменьшена в 3-5 раз до среднего уровня $N_d = 2 \times 10^{21} \text{ cm}^{-3}$ в основной части профиля. На рис. 3 на это уменьшение указывает стрелка (annealing). Поведение «хвоста» экспериментального профиля RBS [3] неясно из-за недостаточной чувствительности использованного метода. Однако очевидно, что стимулированная отжигом диффузия дефектов приведёт к распространению «хвоста» распределения вглубь материала.

Таким образом, на примере имплантации GaAs показано, что при достаточно больших дозах имплантированных ионов распределение плотности точечных дефектов по глубине полупроводника трансформируется из пикообразного или любого иного в плоское в области глубин, меньших проекционной. Выпрямление распределения происходит за счет увеличения скорости рекомбинации междоузельных атомов и вакансий пересекающихся каскадов в области высокой плотности дефектов при увеличении дозы имплантируемых ионов. Для лёгких ионов средних энергий эффект выпрямления профиля можно ожидать при дозах, превышающих $Q_i \sim 0.5-1 \times 10^{15} \text{ см}^{-2}$. Поэтому для получения плоского профиля дефектов представляется достаточным провести имплантацию ионов одной энергии с дозой, превышающей указанную. Последующий отжиг кратно уменьшает плотность дефектов, принципиально не изменяя форму профиля в основной части.

- [1] J.S. William, I.M. Poate, Eds., Ion Implantation and Beam Processing, Academic Press, 1984.
- [2] J.F. Ziegler, J.P. Biersack, U. Littmark, The Stopping and Range of Ions in Solids, Pergamon, 1985.
- [3] N.A. Sobolev, V.I. Sakharov, I.T. Serenkov, A.D. Bondarev, K.V. Karabeshkin, E.V. Fomin, A.E. Kalyadin, V.M. Mikoushkin, E.I. Shek, E.V. Sherstnev, Semiconductors 53 (2019) 415.
- [4] A. Sobolev, A.E. Kalyadin, K.V. Karabeshkin, R.N. Kyutt, V.M. Mikushkin, E.I. Shek, E.V. Sherstnev, V.I. Vdovin, Defect Structure of GaAs Layers Implanted with Nitrogen Ions, Tech. Phys. Lett. 44 (2018) 817.

**ИССЛЕДОВАНИЕ ПЛЕНОК НИТРИДА КРЕМНИЯ, ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНО
ИМПЛАНТИРОВАННЫХ ЦИНКОМ И КИСЛОРОДОМ
STUDY OF SILICON OXIDE FILMS SEQUENTALLY IMPLANTED BY ZINC
AND OXYGEN**

В.В. Привезенцев^{1,*}, А.А. Фирсов¹, В.С. Куликаускас², М.В. Поляков³, Л.С. Волкова³,
А.Н. Терещенко⁴
V.V. Privezentsev^{1,*}, A.A. Firsov¹, V.S. Kulikauskas², M.V. Polyakov³, L.S. Volkova³,
A.N. Tereshchenko⁴

¹НИЦ «Курчатовский институт» - НИИСИ, Москва, Россия,

*e-mail: v.privezentsev@mail.ru

²НИИЯФ, МГУ им. Ломоносова, Москва, Россия

³ИНМЭ РАН, Москва, Россия

⁴ИФТТ РАН, Черноголовка, Московская обл., Россия

In paper there are investigated the 200 nm thick Si₃N₄ film obtained by PECVD method. This film was implanted by Zn with dose of $5 \times 10^{16}/\text{cm}^2$ and energy of 60 keV, and then by O with dose of $7 \times 10^{16}/\text{cm}^2$ and energy of 20 keV. These structures were processed in an argon environment at elevated temperatures from 400 up to 800°C with a step of 100°C in 1 h. After annealing at temperatures of 700°C the Zn phase transformed to the ZnO one.

ВВЕДЕНИЕ

Нанокластеры (НК), внедренные в прозрачную диэлектрическую среду и обладающие интересными оптическими свойствами, могут рассматриваться как перспективные материалы для оптоэлектроники. В частности, НК оксида цинка ZnO смогут найти применение в этой области, поскольку оксид цинка является прямозонным материалом с шириной запрещенной зоны 3,37эВ и имеет большую энергию связи электрона и дырки в экситоне 60мэВ. Поэтому матрицы с НК из ZnO смогут найти применение в таких устройствах микроэлектроники, как УФ-лазеры, светодиоды, электролюминесцентные дисплеи. Такие материалы будут полезны в микроэлектронике: в устройствах памяти нового поколения (мемристорах), в медицине, биологии и др. Следовательно, исследование технологии создания НК из ZnO в пленке Si₃N₄ является важным моментом.

Ионная имплантация - универсальный и полезный метод формирования НК. Этот метод позволяет получать предельно большие концентрации примесей в подложке гораздо выше их предельной равновесной растворимости. Формирование НК металлического цинка в аморфных пленках нитрида кремния можно осуществить с помощью легирования их ионами Zn. Поскольку проникновение кислорода в нитрид кремния затруднено, то для получения фазы оксида цинка, надо применять последовательное легирование цинком и кислородом. Для стимулирования реакции образования фазы ZnO после имплантации можно применить отжиг в инертной атмосфере при повышенных температурах.

В настоящей работе приведены результаты исследования структуры, состава и свойств пленки нитрида кремния, последовательно легированной цинком и кислородом.

ОБРАЗЦЫ И МЕТОДИКИ ЭКСПЕРИМЕНТА

Тестовая структура состояла из пленки нитрида кремния толщиной 200 нм, созданной плазменно-химическим осаждением из газовой фазы (PECVD), на кремниевой подложке. В эту пленку имплантировали ионы $^{64}\text{Zn}^+$ с энергией 60 кэВ при дозе $5 \times 10^{16}/\text{см}^2$, а затем ионы $^{16}\text{O}^+$ с энергией 20 кэВ при дозе $7 \times 10^{16}/\text{см}^2$. Ток при имплантации не превышал $0.5 \mu\text{A}/\text{см}^2$ во избежание чрезмерного нагрева образцов. Затем их отжигали в потоке Ar в диапазоне температур 400-800°C с шагом 100°C в течение 1 ч на каждом шаге.

Визуализация структуры пленки нитрида кремния и ее состава, была проведена методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) с использованием микроскопа JEM 2100 (JEOL) при ускоряющем напряжении 200 кВ в режимах ПЭМ (BF/DF) в совокупности с энерго-дисперсионной спектроскопией (ЭДС). Для идентификации получаемых фаз цинка в процессе отжига использовалась фотолюминесценция (ФЛ) при 6К в диапазоне длин волн 350-800 нм с накачкой He-Cd лазером с длиной волны 325 нм.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Исследование на ПЭМ приборе

На рис. 1 а представлено панорамное ПЭМ изображение пленки Si_3N_4 после Zn/O имплантации. Из него следует, что сверху на пленке нитрида кремния находится слой Pt, который используется при получении ламели. Далее следуют слой загрязнений из углеводородов, который получается при длительном ионном легировании. Глубже расположен легированный слой пленки Si_3N_4 , в котором хорошо различимы НК.

Максимум области легирования находится на глубине 60 нм от поверхности. Образование НК из металлического цинка в пленке Si_3N_4 вызвано тем, что концентрация последнего вблизи максимума его распределения в нашем случае составляет около 20 ат %, что на несколько порядков выше предельного равновесного значения. Поэтому цинк выпадает в преципитаты в виде НК.

На рис. 1 б представлено в высоком разрешении ПЭМ изображение пленки нитрида кремния после имплантации в максимуме концентрации имплантов. На рис. 1 б вверху слева представлен Фурье-образ для НК в квадрате. По данным электронографии установлено, что выделенный в квадрате НК состоит из металлического цинка Zn.

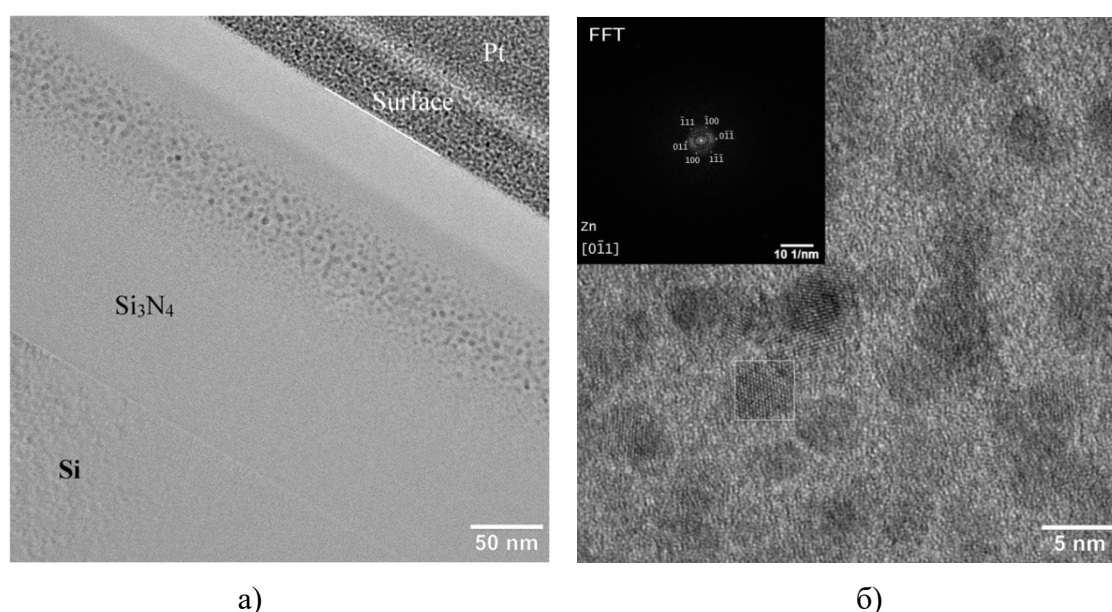


Рис.1. Светлопольные ПЭМ изображения после имплантации: (а) – обзорное, (б) – в высоком разрешении

Получен ЭДС-спектр для образца после имплантации. На нем были выявлены линии C, O, N, Si и Zn, по которым определены концентрации в пределах слоя легирования (см. табл. 1). На рис. 2 а представлены профили распределения концентраций элементов матрицы Si_3N_4 и имплантированных цинка и кислорода, а также углерода (загрязнения). Из этого рисунка следует, что после имплантации при выбранном соотношении энергий внедрения проектный пробег R_p обоих ионов в пленке нитрида кремния был одинаков, а имплантированные примеси – цинк и кислород имеют уширенные концентрационные максимумы.

Табл. 1

Элемент	Si Ka	N Ka	Zn Ka	O Ka	C Ka
Энергия, кэВ	1,739	0,392	8,630	0,525	0,277
Концентрации, ат. %	36,23	23,57	7,35	9,42	21,40

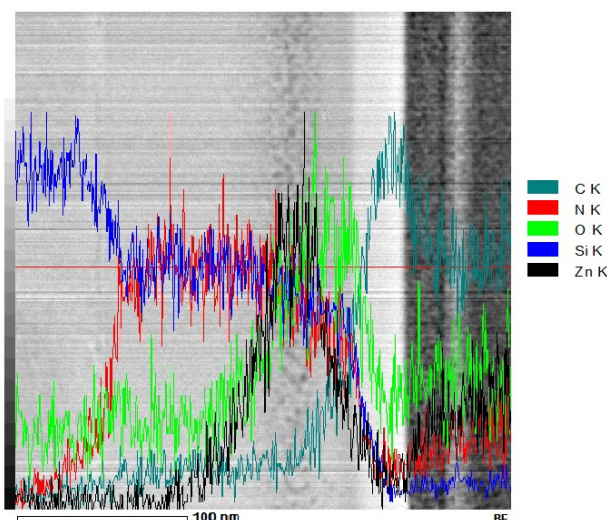


Рис.2. ЭДС профили после имплантации

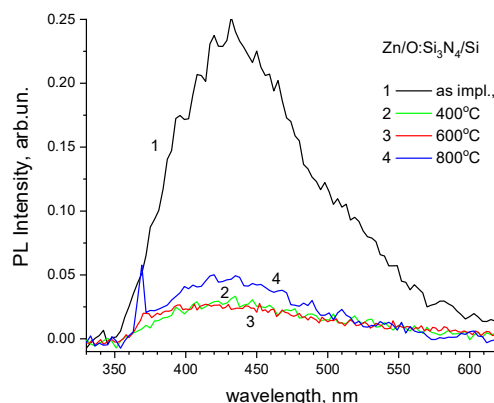


Рис.3. Спектры люминесценции

Исследование методом фотолюминесценции

На рис. 2 б представлены спектры люминесценции. Видно, что после спектр ФЛ после имплантации (1) имеет большой уширенный максимум, расположенный на длине волны 430 нм, который обусловлен радиационными дефектами [1, 2]. Спектры ФЛ после отжига при 400 и 600°C резко уменьшились по интенсивности, что обусловлено отжигом радиационных дефектов. На спектре после отжига при 800 °C обнаруженный ранее уширенный максимум ФЛ несколько возрос и на нем обнаружен пик на длине волны 370 нм, обусловленный экситонной люминесценцией в НК оксида цинка.

ВЫВОДЫ

Установлено, что после Zn/O имплантации в пленке нитрида кремния образовались НК с размером 10 нм и менее из металлического цинка Zn. После отжига при 700 °C в пленке нитрида кремния зафиксированы фазы цинка и его оксида и их комбинации.

Работа выполнена в рамках государственного задания НИЦ «Курчатовский институт» - НИИСИ по теме № FNEF-2024-0001.

- [1] E. Feldbach, L. Museur, V. Krasnenko, A. Zerr, M. Kitaura, A. Kanaev, J. Luminescence 237 (2021) 118132.
- [2] M. Blasco, S. Dacunha, C. Dominguez, J. Faneca, Appl. Phys. Lett. 124 (2024) 221104.

**ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДОМ КОМБИНАЦИОННОГО РАССЕЯНИЯ
ПОВЕРХНОСТИ ПЛАСТИН CZ-SI ОБРАБОТАННЫХ
В DC ПЛАЗМЕ ВОДОРОДА
RAMAN STUDY OF THE SURFACE OF CZ-SI WAFERS PROCESSED
IN HYDROGEN DC PLASMA**

А.В. Францкевич^{1*}, В.А. Мартинович, Н.В. Францкевич
A.V. Frantskevich^{1*}, V.A. Martinovich², N.V. Frantskevich²

¹ОНИЛ ПуЛТ БНТУ, 220013, г. Минск, пр. Независимости 65, Минск,
Республика Беларусь, * a.frantskevich@ramber.ru

Wafers of single-crystal p-type 10 10 $\Omega\cdot\text{cm}$ Cz-Si were treatment in DC hydrogen plasma at potential differences of 1, 2.5 and 5 keV. The temperature during processing was 250 and 400 °C. The duration of processing was 60 and 120 minutes. As a result of the processing, a defective layer is formed in the near-surface silicon layer, which experiences compressive stresses. Depending on the plasma processing conditions, molecular hydrogen may accumulate in this layer.

Введение

Гидрогенизация или обработка в плазме водорода разного типа, широко используется в технологии производства солнечных элементов, светодиодов, элементов памяти и других микроэлектронных структур на основе кремния. Основная цель данных обработок - улучшение качества конечных изделий. Однако хорошо известно, что присутствие водорода в количестве 5-7 атомных процентов в объеме технологических материалов приводит к образованию протяженных дефектов [1]. На базе этого явления реализована технология по формированию структур кремний на изоляторе [2] (Smart-Cut). В отличие от исследований, направленных на изучение пассивацией водородом дефектов, главная тема проводимых исследований - управляемое формирование дефектов в объеме и на поверхности пластин кремния обусловленное локальным присутствием водорода. Необходимая концентрация водорода в локальном месте достигается ионной имплантацией. Конечная цель формирования дефектов – синтез на их месте структур состава Si_xO_y или Si_xN_y , в результате геттерирования на дефектах кислорода или азота, вводимых в кремний из плазмы [3-5].

В кремниевой технологии существует ряд техпроцессов, когда структурированные диэлектрические слои необходимо получить не в объеме, а на поверхности или приповерхностной области кремниевой пластины. В этом случае, необходимую локальную концентрацию водорода (и соответственно дефектов), в принципе, возможно получить обрабатывая пластины кремния в плазме водорода. Цель проведенных исследований - изучить модификацию поверхности и возможность накопления водорода в приповерхностном слое пластин кремния, после воздействия DC плазмы водорода с разной энергией и при разных температурах.

Эксперимент

В стандартные пластины p-типа $10\ \Omega\cdot\text{cm}$ Cz-Si водород вводился из DC плазмы при $250\ ^\circ\text{C}$ и $400\ ^\circ\text{C}$. Энергия ионов в процессе плазменной обработки составляла 5 (образец 1), 2.5 (образец 2) или 1 kV (образец 3). Длительность обработки составляла 60 и 120 минут при плотности тока $60\ \mu\text{A}/\text{cm}^2$. Расстояние между анодом и катодом регулировалось в зависимости от энергии ионов и составляла 60-120 мм.

Спектры комбинационного рассеяния (КР) снимались при комнатной температуре с использованием газового Ar^+ лазера с длиной волны 488 nm и выходной мощностью 20 mW. Лазерный пучок фокусировался на исследуемых образцах с помощью микроскопа с увеличением X100. Регистрация сигнала производилась с использованием дифракционной решетки 1800 линий/мм и охлаждаемой CCD матрицы.

Результат

Спектры КР в спектральном диапазоне $450\text{-}550\ \text{cm}^{-1}$, для образцов Cz-Si обработанных при $250\ ^\circ\text{C}$ в DC плазме водорода представлены на рис.1

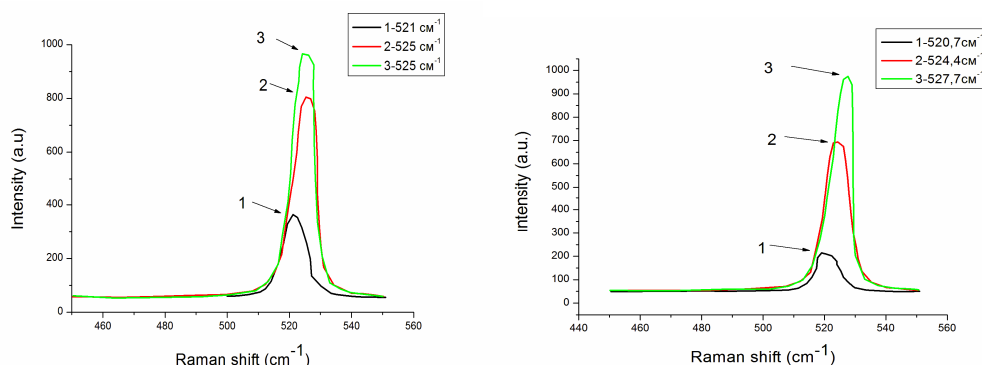


Рис. 1 (а, б). Спектры КР от пластин Cz Si p-типа в спектральном диапазоне $450\text{-}600\ \text{cm}^{-1}$. Пластины обрабатывались DC плазме водорода при $250\ ^\circ\text{C}$ в течение 60 (а) и 120 (б) мин. Разность потенциалов и плотность тока составляла: $U = 5\text{ kV}$ (1, черная линия), $U = 2.5\ \text{kV}$ (2, красная линия), $U = 1\text{ kV}$ (3, зеленая линия). $j = 60\ \mu\text{A}/\text{cm}^2$

Спектры комбинационного рассеяния в спектральном диапазоне 4050-4250 cm^{-1} , для образцов Cz-Si обработанных при 250 °C в DC плазме водорода представлены на рис. 2.

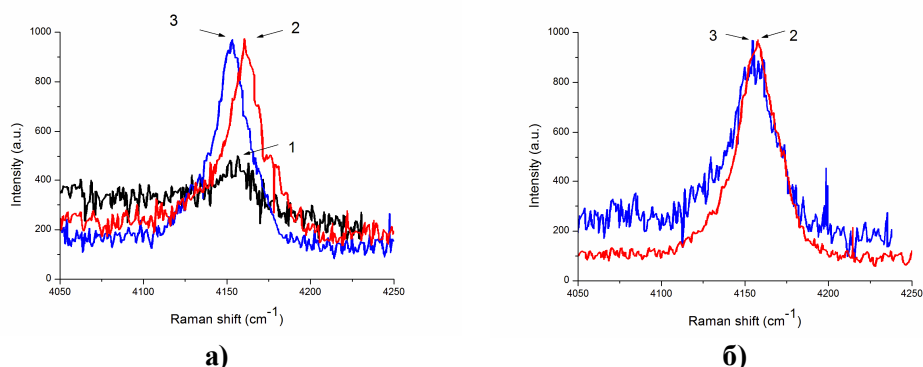


Рис. 2 (а, б). Спектры КР от пластин Cz Si р-типа в спектральном диапазоне 4050-4250 cm^{-1} . Пластины обрабатывались DC плазме водорода при 250 °C в течение 60 (а) и 120 (б) мин. Разность потенциалов и плотность тока составляла: $U = 5\text{kV}$ (1, черная линия), $U = 2.5\text{kV}$ (2, красная линия), $U = 1\text{kV}$ (3, синяя линия). $j = 60 \mu\text{A}/\text{cm}^2$

Как видно из представленных на рис.1 и 2 данных, в результатах КР наблюдается зависимость от времени обработки и энергии ионов при плазменной обработке. Спектры КР в спектральном диапазоне 450-550 cm^{-1} , для образцов Cz-Si обработанных при 400 °C в DC плазме водорода представлены на рис. 3.

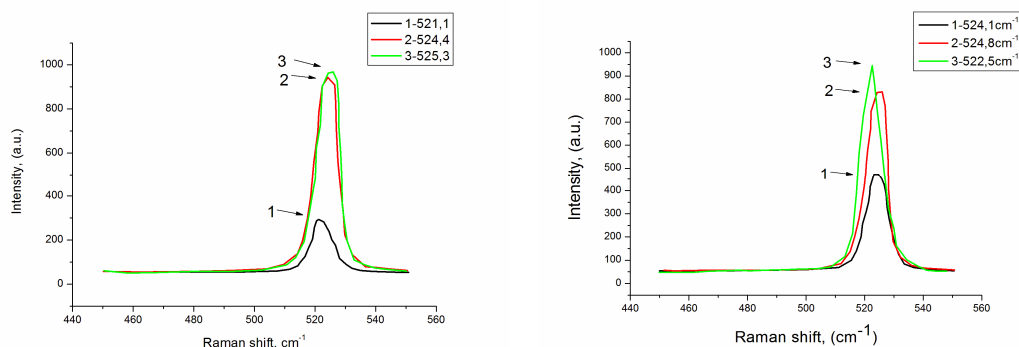


Рис. 3 (а, б). Спектры комбинационного рассеяния от пластин Cz Si р-типа в спектральном диапазоне 450-550 cm^{-1} . Пластины обрабатывались DC плазме водорода при 400 °C в течение 60 (а) и 120 (б) мин. Разность потенциалов и плотность тока составляла: $U = 5\text{kV}$ (1, черная линия), $U = 2.5\text{kV}$ (2, красная линия), $U = 1\text{kV}$ (3, синяя линия). $j = 60 \mu\text{A}/\text{cm}^2$

- [1] Terreault B. Physica status solidi (a) 204, (2007), p.2129
- [2] Bruel M. Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. B 108, (1996), 313
- [3] А. В. Францкевич*, Э. И. Рау, Р. А. Сеннов, А. К. Федотов, А. В. Мазаник, Н. В. Францкевич, Е. В. Журавкевич. Поверхность. Рентгеновские, синхр. и нейтр. исследования, 2004, №3, С, 52-56
- [4] A.V.Frantskevich*, A.M. Saad, N.V. Frantskevich, A.K. Fedotov, A.V. Mazanik, M.I. Tarasik, A.M. Yanchenko, P. Wegierek // Vacuum. – 2009. – Vol.83 N1. – P.103-106.
- [5] N.V. Frantskevicha , A.K. Fedotov , A.V. Frantskevicha*, and A.V. Mazanik ACTA PHYSICA POLONICA A, vol. 125 (2014), p. 1332-1334

ELECTROCHEMICAL DEPOSITION OF ARRAYS OF COPPER (II) OXIDE NANOCRYSTALS INTO SiO₂_{porous}/Si TRACK TEMPLATES

A.D. Akylbekova¹, L.A. Vlasukova², A.Q. Azikhan¹, G.G. Sarsekhan¹

A.D. Akylbekova¹, L.A. Vlasukova², A.Q. Azikhan¹, G.G. Sarsekhan¹

¹*Institute of Physical and Technical Sciences, L.N. Gumilyov Eurasian National University,
Satbaev Str., Astana 010008, Kazakhstan; aiman88_88@mail.ru (A.A.)*

²*Faculty of Radiophysics and Computer Technologies, Belarusian State University,
Kurchatov Street 5, 220045 Minsk, Belarus; vlasukova@mail.ru*

Copper oxide (CuO) is a semiconductor material with a narrow bandgap (1.5 eV- 2 eV). This material is attracting the attention of researchers due to its wide range of possible applications. CuO is used in heterogeneous catalysts, gas sensors, optical switches, magnetic storage media, high temperature superconductors, field emission devices and solar cells [1-7]. In recent years, various strategies have been developed for the synthesis of CuO nanostructures with controlled morphology [8-12]. However, there are relatively few publications dealing with the synthesis of CuO nanostructures via a deposition into porous templates.

In this work, we report the results of CuO nanocrystals synthesis in a SiO₂_{porous}/Si template via electrochemical deposition method (ECD). The electrochemical deposition is quite simple and economical, does not involve the use of expensive equipment, high-temperature annealing and lithography operations. In addition, this method is environmentally friendly and is characterized with high selectivity, which allows deposition on electrodes of complex shape.

The a-SiO₂/Si-n structure was formed by thermal oxidation of the silicon substrate in a wet oxygen atmosphere at 900 °C. The thickness of the obtained SiO₂ layer was 700 nm. After that SiO₂/Si samples were irradiated at the accelerator DC-60 (Astana, Kazakhstan) by xenon ions with energy 200 MeV up to a fluence of 10⁸ ions/cm² in order to create «latent tracks» in SiO₂ film. These tracks can be etched in the dilute solution of hydrofluoric acid with the formation of ordered arrays of nano- or microchannels oriented normally to the film surface.

Electrochemical deposition (ECD) of CuO into SiO₂_{porous}/Si track template was carried out in potentiostatic mode at a voltage of 2.5 V at pH = 10. The electrolyte composition was

$\text{CuSO}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$ - 5 g/L, $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \times 4\text{H}_2\text{O}$ - 18 g/L, NaOH - 7 g/L. The deposition time was 30 min at room temperature (18 °C).

Scanning electron microscopy (SEM) analysis of the $\text{CuO}/\text{SiO}_2/\text{Si}$ surface showed that that ECD results in a fulfilment of etched pores in silica layer ((fig. 1). However, there are some not filled pores (the pores with diameters of ~ 340 - ~ 380 nm). One can see that the diameter of the filled pores is much larger (~ 1.3 μm). This is due to the «protrusion» of the deposited material onto the surface of SiO_2 with the formation of «caps».

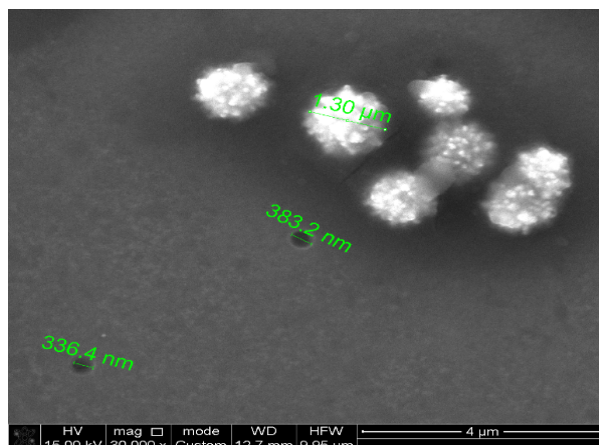


Fig. 1. SEM image of $\text{CuO}/\text{SiO}_2/\text{Si}$ sample surface after ECD for 30 min at 2.5 V voltage

The phase composition and lattice parameters of the synthesized samples were studied by X-ray diffractometry (XRD). The diffractograms show peaks corresponding to the monoclinic CuO phase (C2/c (15)). Crystallographic parameters and X-ray diffraction patterns of CuO nanocrystals in SiO_2/Si track templates calculated from the XRD data are presented in fig. 2 and tabl. 1.

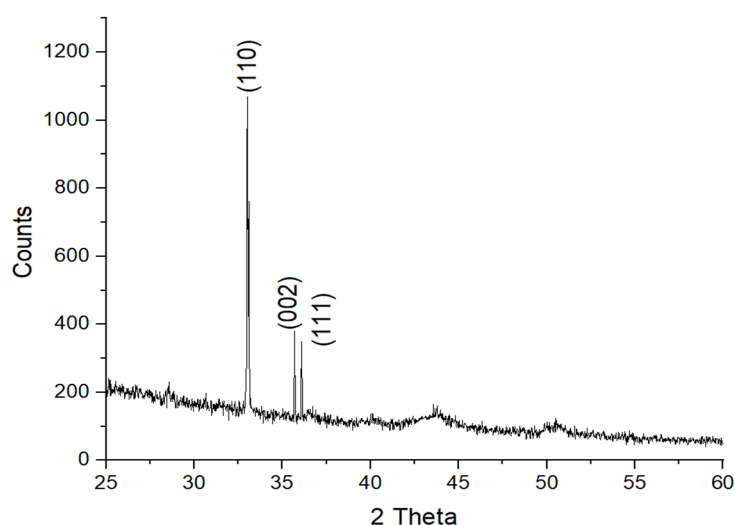


Fig. 2. X-ray diffractogram of CuO samples obtained by ECD for 30 minutes, at a voltage of 2.5 V

Tabl. 1. Crystallographic parameters of CuO nanocrystals

Phase	Space group	2 θ	d , Å	hkl	Cell parameter, Å
CuO	Monoclinic C2/c(15)	33	2.720	(110)	A = 4.7162
		35.70	2.513	(02)	B = 3.3582
		35.79 1	2.507	(111)	C = 5.1126

The photoluminescence (PL) spectra of CuO nanocrystals recorded at an excitation wavelength of 250 nm are shown in fig. 3.

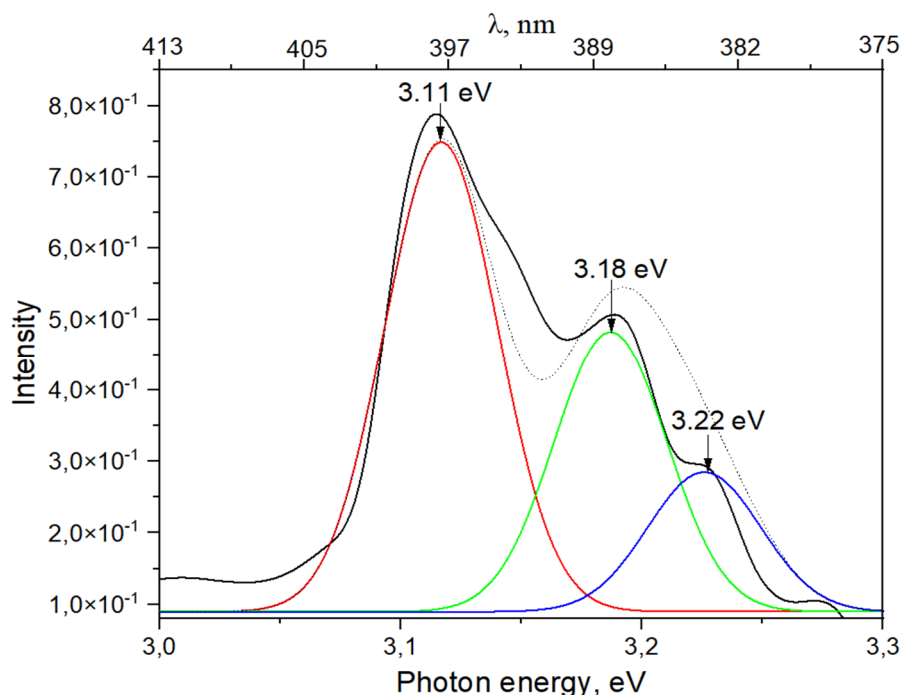


Fig. 3. Differential PL spectra of CuO/SiO_{2porous}/Si after ECD for 30 minutes deconvoluted by Gaussian curves

Three characteristic peaks at 3.11 eV, 3.18 eV and 3.22 eV corresponding to the violet emission region are observed in the emission spectra of CuO NCs sample. These emission bands are due to various electronic transitions in copper oxide (CuO), including recombination processes of charge carriers through localised defect states. The main peak at ~3.11 eV can be attributed to interzone recombination associated with direct forbidden transitions in the material [13-15]. The bands at 3.18 eV and 3.22 eV are probably due to recombination of electrons in the conduction band with holes in the valence band, which is consistent with previously published data [16].

In conclusion, the process of electrochemical deposition of CuO nanocrystals into SiO_{2porous}/Si track matrix is investigated. The ECD synthesis was carried out in the electrolyte (CuSO₄×5H₂O - 5 g/L, KNaC₄H₄O₆×4H₂O - 18 g/L, NaOH - 7 g/L) at pH = 10 for 30 min, at voltage of 2.5 V.

SEM images revealed that there are some not filled pores with diameters of ~340 - ~380 nm in SiO₂ porous matrix. The filled pores are characterized with much larger diameter (~1.3 μ m). This is due to the “protrusion” of the deposited material onto the surface of SiO₂ with the formation of “caps”.

X-ray diffraction data confirmed that the deposited CuO nanocrystals are characterized with a monoclinic crystal structure (C2/c (15) space group).

The photoluminescence study revealed three characteristic emission peaks at 3.11 eV, 3.18 eV and 3.22 eV corresponding to the violet emission region. These peaks are due to various electronic transitions, including interzone recombination and recombination through localized defect states.

- [1] Z.J. Zhuang, X.D. Su, H.Y. Yuan, Q. Sun, D. Xiao, M.M.F. Choi. *Analyst* 133 (2008) 126.
- [2] P. Gao, Y.J. Chen, H.J. Lv, X.F. Li, Y. Wang, Q. Zhang. *Int. J. Hydrogen Energ.* 34 (2009) 3065.
- [3] X.J. Zhang, G.F. Wang, X.W. Liu, J.J. Wu, M. Li, J. Gu, H. Liu, B. Fang. *J. Phys. Chem. C* 112 (2008) 16845.
- [4] G.F. Zou, H. Li, D.W. Zhang, K. Xiong, C. Dong, Y.T. Qian. *J. Phys. Chem. B* 110 (2006) 1632.
- [5] Y. Li, P.Y. Kuai, P.P. Huo, C.J. Liu. *Mater. Lett.* 63 (2009) 188.
- [6] H.L. Xu, W.Z. Wang, W. Zhu. *J. Phys. Chem. B* 110 (2006) 13829.
- [7] A.D. Tang, Y. Xiao, J. Ouyangb, S. Nie. *J. Alloy. Compd.* 457 (2008) 447
- [8] C. Lu, L. Qi, J. Yang, D. Zhang, N. Wu, J. Ma. *J. Phys. Chem. B* 108 (2004) 17825.
- [9] W. Zhang, X. Wen, S. Yang. *Inorg. Chem.* 42 (2003) 5005.
- [10] L. Huang, S. Yang, T. Li, B. Gu, Y. Du, Y. Lu, S. Shi. *J. Cryst. Growth* 260 (2004) 475.
- [11] W. Wang, Y. Zhan, X. Wang, Y. Liu, C. Zheng, G. Wang. *Mater. Res. Bull.* 37 (2002) 1093.
- [12] R. Zhu, C. Chen, L. Hao, Y. Hu, Z. Chen. *Solid State Commun.* 130 (2004) 681.
- [13] R. S. Ningthoujam, N. S. Gajbhiye, A. Ahmed, S. S. Umre and S. J. Sharma. *J. Nanosci. Nanotech.* 8, (2008) 3059.
- [14] L. R. Singh, R. S. Ningthoujam, V. Sudarsan, S. D. Singh and S. K. Kulshreshtha. *J. Lumin.* 128, (2008) 1544
- [15] R. S. Ningthoujam, V. Sudarsan and S. K. Kulshreshtha. *J. Lumin.* 127, (2007) 747
- [16] Hu JQ, Bando Y. Growth and optical properties of single-crystal tubular ZnO whiskers. *Applied Physics Letters.* 82, (2003) 1401-3.

**ВЛИЯНИЕ ПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛЕНКИ Pd-Ba НА ПРОФИЛЬ
РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ИМПЛАНТИРОВАННЫХ АТОМОВ ПО ГЛУБИНЕ Pd
EFFECT OF Pd-Ba SURFACE FILM ON THE DEPTH DISTRIBUTION PROFILE
OF IMPLANTED ATOMS IN Pd**

Б.Е. Умирзаков., Д.А. Ташмухамедова, М.Б. Юсупжанова, А.У. Хужаниязова.,

Х.Э. Абдиев, Ш.А. Толипова

B.E. Umirzakov, D.A. Tashmukhamedova, M.B. Yusupjanova, A.U. Xujaniyazova,

X.E. Abdiev, Sh.A. Tolipova

Ташкентский государственный технический университет им. Ислама Каримова,

100095 Ташкент, Узбекистан

In this work, the influence of the presence of Ba atoms in the near-surface region of Pd-Ba on the distribution profiles of Na^+ over the depth of the samples was experimentally studied and modeling of these processes was carried out.

Эмиссионные свойства сплавов Pd-Ba и Pt-Ba обусловлен накоплением на их поверхности одного слоя Ba при прогреве. В [1] методом рентгеноструктурного анализа высокого разрешения определены размеры и кристаллографическая ориентация нанокристаллических фаз Pd и Pd_5Ba в палладий-бариевом катоде. Результаты исследований позволили сформулировать “кристаллитную” модель работы Pd-Ba-катодов, СВЧ приборов, которая принципиально отличается от известной «пленочной» модели работы таких катодов [1].

Для увеличения эмиссионной эффективности Pd-Ba используются ряд методов: активация в среде различных газов (N_2 , H_2 , NeH_2) [2], легирование материалов ионами активных металлов [3], а также активация лазерным облучением [4]. В последние годы особый интерес представляют сплавные катоды с наноразмерными слоями, и поэтому существенно увеличились требования к размерам, однородности состава и срока службы этих катодов [5, 6]. В этом отношении метод низкоэнергетической ионной имплантации имеет большой интерес. Такие исследования уже использованы для сплавов Pd-Ba, однако, влияние имплантации ионов щелочных и щелочноземельных металлов в случае Pt-Ba практически не проводились. Как в случае Pd-Ba, так и в случае Pt-Ba, не имеются достоверных сведений о профиле распределения атомов Ba по глубине сплава до и после активировки, а также влияния примеси бария на профиль распределения атомов легирующих элементов.

Данная работа посвящена экспериментальному изучению влияния наличия атомов Ва в приповерхностной области Pd-Ba на профили распределения Na^+ по глубине и компьютерное моделирование этих процессов.

Объектами исследования являлись монокристаллические образцы Pd и сплава Pd-Ba (Pd – 96 %, Ва – 4 %). Основные эксперименты проводились в сверхвысоковакуумной установке типа УСУ-2. Конструкция прибора позволяла в условиях высокого вакуума ($P = 5 \cdot 10^{-7}$ Па) исследовать состояние и свойства приповерхностных слоев твердых тел методами ФЭС и ВЭС в сочетании с различными способами обработки (ионная и электронная бомбардировка, прогрев, лазерный отжиг). Изучаемые образцы представляли собой поликристаллы с размерами $10 \times 8 \times 0,2$ мм³. Профили распределения внедренных ионов получены с помощью метода ОЭС в сочетании с ионным травлением. Травление осуществлялось пучком ионов Ar^+ с энергией 3 кэВ, направленных под углом 15° к поверхности. Скорость травления была 4 Å/мин. Легирование ионами и измерения выполнены при комнатной температуре образца. Использована ионная пушка, работающая на принципе поверхностной ионизации атомов активных металлов. Источником ионов служили хлорида Na, K, Rb и Ва. Пушка давала сфокусированный ионный пучок (диаметр пучка ~ 2 мм) с плотностью тока $j = 0,5 - 2$ мкА·см⁻².

Перед ионной имплантацией Pd хорошо очищался прогревом до $T = 1300$ К, а сплав Pd-Ba – активировался прогревом при $T = 1050$ К. При этом на поверхности Pd-Ba образовывалась пленка Ва толщиной $\theta = 1$ монослой (МС). На рис. 1 приведены профили распределения атомов Na по глубине Pd и сплава Pd-Ba имплантированного ионами Na^+ с $E_0 = 1$ и 5 кэВ при дозе насыщения $D = D_n = 8 \cdot 10^{16}$ см⁻². Видно, что максимум распределения и максимальная глубина проникновения Na в случае Pd-Ba заметно больше, чем в случае Pd. Такая закономерность наблюдается и в случае имплантации ионов K^+ , Rb^+ и Ba^+ в Pd и Pd-Ba.

Нами были рассчитаны распределения внедренных ионов Ba^+ , K^+ и Na^+ в чистый Pd и Pd с примесью Ва (4 %). При этом считалось, что плотность атомов в Pd-Ba может быть рассчитана по закону Веггерда. Поскольку объем, приходящийся на атом Ва в чистом Ва $\sim$ в 4 раза больше, чем объем Pd, примесь Ва «разрыхляет» и средняя атомная плотность становится меньше.

Это приводит к тому, что проникновение ионов в Pd-Ba оказывается несколько большим, чем в решетку Pd, хотя при $p_{\text{Ba}} = 4\%$ разница незначительна.

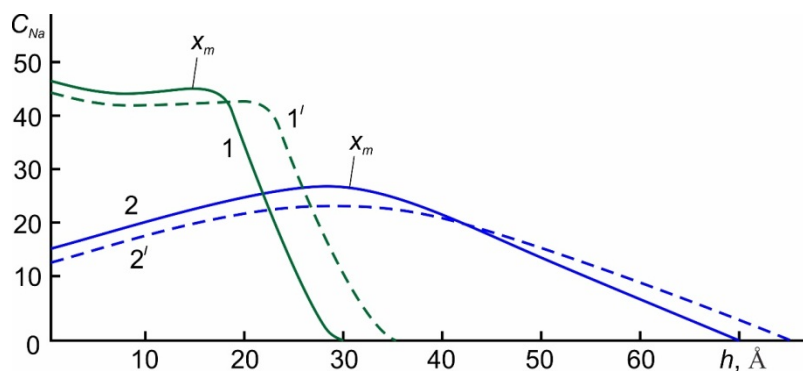


Рис. 1. Профили распределения атомов Na по глубине Pd (1, 2) и Pd-Ba (1', 2') имплантированного ионам Na^+ с $E_0 = 1$ кэВ (1, 1') и 5 кэВ (2, 2') при $D = 8 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$

Установлено, что различия для мишеней из Pd и Pd-Ba (Ba-4 %) заметны и доходят до 15 %. Проникновение Na в Pd-Ba несколько больше, чем в чистый Pd. Это связано с большим различием масс K и особенно Na по сравнению с массой Ba в результате, чего при соударении, например, атомов Na с Ba теряется значительно меньшая энергия, чем при столкновении бария с барием. Толщина ионно-внедренного слоя (X_{max}) оказывается почти в 3 раза больше средней глубины проникновения, а средняя толщина дефектной зоны (средний продольный размер каскада столкновений L_k) в 1.5-2 раза больше $\bar{X}$. Заметим, что при взаимодействии ионов с Pd-Ba из-за более эффективного распыления палладия происходит обогащение барием поверхностного слоя.

Результаты экспериментальных исследований показали, что максимумы распределения и глубина проникновения ионов Na в случае сплава Pd-Ba (Ba – 4 ат. %) заметно больше, чем в случае чистого Pd.

- [1] В.И. Капустин, И.П. Ли, А.В. Шуманов, С.О. Москаленко, А.А. Буш, Ю.Ю. Лебединский, Журнал технической физики, 2019, том 89, вып. 5, с. 771-780.
- [2] Б.Ч. Дюбуа, А.Я. Сытник, Электронная техника. Сер.1. Электроника СВЧ. 1976, Вып.6, с.68.
- [3] Б.Е. Умирзаков, С.Б. Донаев, Электронная техника. Сер. 1. СВЧ-техника. 2014. Вып. 2 (521). С.65–72.
- [4] С.Б. Донаев, Б.Е. Умирзаков, Н.М. Мустафаева, Журнал технической физики, 2019, Том 89, Вып. 10, с. 1626-1629.
- [5] И.П. Ли, Н.Е. Леденцова, В.С. Поляков, А.Д. Силаев и др., Наукоемкие технологии, 2014, № 11, Том 15, с. 32-38.
- [6] Б.Ч. Дюбуа, О.К. Култашев, О.В. Поливникова, Электронная техника, Сер.1. СВЧ-Техника, Вып. 4 (497), 2008, с. 3-21.

**ПОЛУЧЕНИЕ СКРЫТЫХ НАНОРАЗМЕРНЫХ ФАЗ И СЛОЕВ BaSi₂
В ПРИПОВЕРХНОСТНОЙ ОБЛАСТИ Si
OBTAINING HIDDEN NANO-SIZED PHASES AND LAYERS OF BaSi₂ IN
THE SURFACE REGION OF Si**

С.Н. Эшбобоев, А.К. Ташатов, Н.М. Мустафоева, С.Ш. Кучаров,
Ш.Х. Норкулова
S.N. Eshboboev, A.K. Tashatov, N.M. Mustafоеva, S.Sh. Kucharov,
Sh.H. Norkulova

*Каршинский государственный университет, 180003, Карши ул. Кучабег 17,
Узбекистан, sardoreshboboyev919602944@gmail.com*

Одним из перспективных методов создания наноразмерных структур на поверхности и в приповерхностной области полупроводниковых и диэлектрических пленок является метод ионной имплантации [1, 2]. В частности, в получен и изучен состав, структура и E_g нанofазы и нанослои CoSi₂, сформированные в приповерхностном слое Si на глубине 15 ÷ 30 нм [2]. Ионная имплантация позволяет не только внедрять примеси на необходимые глубины в необходимом количестве, но и проводить распыление чужеродных примесей (кислорода, углерода и др.) с поверхностной области подложки [3-5].

В данной работе впервые попытались получить наноразмерные фазы BaSi₂ на различных глубинах Si и создать наноразмерные гетеросистемы типа Si/BaSi₂/Si. Имплантация ионов Ba⁺, прогрев образцов, исследование их состава и параметров энергетических зон с использованием методов ЭОС и измерением интенсивности проходящего через образец света, проводились в одном и том же приборе в условиях сверхвысокого вакуума (10⁻⁷ Па). Морфология поверхности изучалась методом растровой электронной микроскопии РЭМ (*Jeol*). Наноразмерные фазы и слои BaSi₂ на различных глубинах приповерхностного слоя Si получены имплантацией ионов Ba⁺ с вариацией энергии E_0 в пределах 20 ÷ 40 кэВ и дозы 10¹⁴ ÷ 10¹⁷ см⁻², при вакууме не хуже 10⁻⁷ Па.

На рис. 1. приведены концентрационные профили распределения Ba по глубине h для Si (111), имплантированного ионами Ba⁺ с 20 кэВ при дозе насыщения $D \approx 10^{17}$ см⁻² до и после прогрева при 950 К в течение 40 мин. Анализ оже-спектров показал, что кривые проходят через максимум на глубине 16 ÷ 18 нм. На зависимости $C_{Ba}(h)$,

измеренного до прогрева, наблюдается широкий максимум с концентрацией ~ 20 ат. %. После прогрева происходит увеличение концентрации атомов в области максимума до $30 \div 35$ ат. % и существенное уменьшение полуширины кривой распределения $C_{Ba}(h)$. При этом положение оже пика кремния $L_{2,3}VV$ (92 эВ) смещается до энергии ~ 96 эВ, что характерно для $BaSi_2$. Из кривой 2 видно, что ширина слоя $BaSi_2$ составляет $\sim 10 \div 12$ нм. На границах $Si/BaSi_2/Si$ формируется переходными слой с толщиной $\sim 6 \div 8$ нм, что значительно больше, чем в случае $CoSi_2 / Si / CoSi_2$ [2].

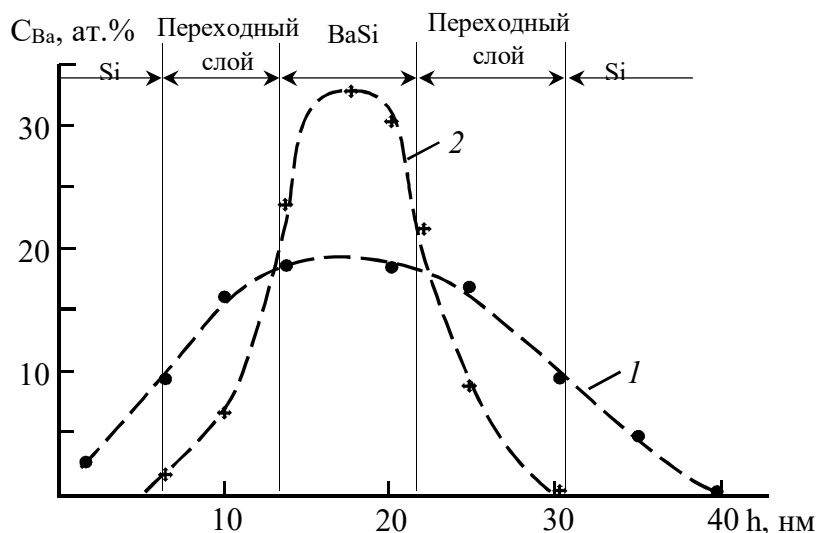


Рис. 1. Профили распределения атомов Ba по глубине h Si, имплантированного ионами Ba^+ с энергией $E_0 = 20$ кэВ при $D \approx 10^{17}$ см $^{-2}$: 1 – до прогрева; 2 – после прогрева при $T = 900$ К

В таблице приведены оптимальные режимы ионной имплантации и отжига для получения НК $BaSi_2$ в двух разных глубинах монокристалла Si (111). После каждого цикла имплантации ионов образец прогревался при соответствующей температуре в течение 30 мин.

Табл. Оптимальные режимы ионной имплантации и отжига для получения нанокристаллов (НК) $BaSi_2$ на различных глубинах Si (111)

Объект исследования	$E_0 = 20$ кэВ				$E_0 = 30$ кэВ			
	D , см $^{-2}$	T , К	d , нм	h , нм	D , см $^{-2}$	T , К	d , нм	h' , нм
$Ba^+ \rightarrow Si(111)$	5×10^{14}	950	$6 \div 8$	16-18	5×10^{14}	950	$6 \div 8$	25÷30
	10^{15}	950	$8 \div 10$		10^{15}	1000	$8 \div 10$	
	5×10^{15}	1100	$10 \div 12$		5×10^{15}	1100	$10 \div 12$	

Из таблицы видно, что после прогрева Si, имплантированного ионами Ba^+ с $E_0 = 30$ кэВ нанокристаллические фазы в виде сфер формировались на глубине $25 \div 30$ нм. В обоих случаях до $D \approx 10^{15}$ см $^{-2}$ эти фазы имеют форму близкую к сферической. С дальнейшим ростом D границы соседних фаз перекрывают друг друга,

начинают образовываться слои BaSi_2 . Однако, однородный по толщине слой BaSi_2 формируется при $D \approx 10^{17} \text{ см}^{-2}$.

На рисунка 3 приведены зависимость $\frac{I_{\text{BaSi}_2}}{I_{\text{Si}}}$ от $h\nu$ для Si с скрытыми нанофазами BaSi_2 , полученными имплантацией ионов Ba^+ с 20 кэВ при 10^{15} см^{-2} . Усредненные значения расстояний между фазами, которые оценивались по растровому электронному микроскопу (РЭМ – изображение), составляли $\sim 45 \div 50 \text{ нм}$. Видно, что зависимость имеет ступенчатый характер и среднее значение E_g для нанокристаллов BaSi_2 составляет $0.8 \div 0.85 \text{ эВ}$, а относительная площадь НК BaSi_2 в этих слоях Si $\sim 0.25 \div 0.3$. Т. е. варьируя дозу ионов в интервале $\sim 5 \cdot 10^{14} \div 5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ можно контролируемо изменять объемы нанокристаллических фаз в пределах от $\sim 10^{-19}$ до 10^{-18} см^3 . При этом ширина запрещенной зоны монотонно уменьшается от ~ 1 до $\sim 0.67 \text{ эВ}$.

При $D \leq 10^{14} \text{ см}^{-2}$ нами не обнаружено образование нанокристаллических фаз BaSi_2 с хорошей стехиометрией. Кроме того, из-за малой концентрации атомов Ba, на зависимости $I(h\nu)$ не наблюдается заметного уменьшения интенсивности проходящего света вплоть до значений $h\nu \sim 1 \text{ эВ}$. При $D > 5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ наблюдается перекрывания границ отдельных кластерных фаз.

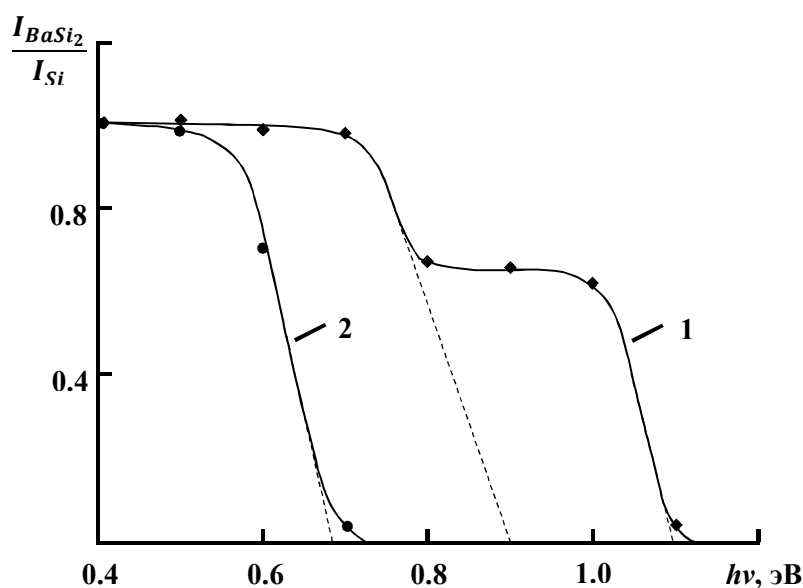


Рис.3. Зависимость интенсивности проходящего света от энергии фотонов для Si с нанофазами BaSi_2 (кривая 1) и нанослоем BaSi_2 (кривая 2)

Определены оптимальные режимы ионной имплантации и отжига для получения скрытых наноразмерных фаз и слоев BaSi_2 в приповерхностной области Si. С использованием метода спектроскопии поглощения света оценены ширина запрещенных зон и степень покрытия слоя нанофазами BaSi_2 . Показано, что при дозе

$D \leq 5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ формируется наноразмерная фаза BaSi2 и в них проявляются квантово-размерные эффекты. При больших дозах $D = D_n = 10^{17} \text{ см}^{-2}$ формируется нанослой BaSi2 толщиной $\sim 10 \div 12 \text{ нм}$.

- [1] Ионная имплантация в полупроводники и другие материалы (сборник статей под ред. В.С.Вавилова) //Новости физики твердого тела. 1980. 10 С.
- [2] М.И. Гусева // Поверхность 1982. №4 С.27-50
- [3] М.Т. Нормурадов, Б.Е. Умирзаков // Энергетические спектры поверхности твердых тел, имплантированных ионами низких энергий. Тошкент, Фан. 1989, 158 с.
- [4] A.K. Tashatov, N.M. Mustafоеva // Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques, 2020, Vol.14, No 1, pp. 81-84.
- [5] Ф. Бехштедт, Р. Эндерлайн // Поверхности и границы раздела полупроводников. Пер. с англ.-М.: Мир, 1996, 486 с.

**ВЛИЯНИЕ ИМПЛАНТАЦИИ ИОНОВ АКТИВНЫХ МЕТАЛЛОВ
НА СОСТАВ ПЛЕНОК MgO/Mg
EFFECT OF IMPLANTATION OF ACTIVE METAL IONS
ON THE COMPOSITION OF MgO/Mg FILMS**

М.Б. Юсупжанова, Д.А. Ташмухамедова, С.Т. Абраева, А.Н. Ураков, С.С. Пак,
И.Ф. Худойбердиев
Yusupjanova M.B., Tashmukhamedova D.A., Abraeva S.T., Urakov A.N., Pak S.S.,
Xudoyberdiev I.F.

*Ташкентский государственный технический университет им. Ислама Каримова,
100095 Ташкент, Узбекистан*

In the case of implantation of Ba^{+} ions, post-implantation annealing at $T = 900$ K leads to the formation of a homogeneous $Mg_{0.4}Ba_{0.6}O$ film with a thickness of 30-35 Å.

Уникальные физические свойства высококачественных пленок оксида магния позволяют использовать их в качестве буферных слоев и подложек для сверхпроводящих покрытий, для структур на основе широкозонных полупроводников, в устройствах спинтроники, защитного слоя плазменных панелей отображения, одного из материалов для пирохимической технологии переработки отработавшего ядерного топлива, в качестве покрытий космических аппаратов [1-3]. В работе [4], в сочетании рентгеноструктурного анализа с послойным плазменным травлением определены пространственное распределение структурных особенностей пленки MgO на сапфире и выявить наличие тонкого переходного слоя с признаками ромбоэдрической деформации. Авторами [5] были обнаружены высокие прозрачные и антиотражающие свойства тонкой пленки MgO со средним значением пропускания около 91,48 % в видимом диапазоне, а также они имеют высокое значение отражательной способности в ИК-диапазоне. Эти результаты могут использоваться в качестве оптического окна или буферного слоя, а также хорошо отражающая поверхность будет предотвращать повышение температуры поверхности под воздействием солнечного излучения, что может использоваться в приложениях солнечных элементов.

Однако до сих пор не проводились исследования по получению на поверхности пленок MgO наноразмерных фаз и пленок с использованием метода ионной имплантации. Практически не были изучены состав, кристаллическая и электронная

структура, эмиссионные и оптические свойства тонких пленок оксидов Mg с наноразмерными структурами.

В данной работе приводятся результаты экспериментальных исследований по влиянию низкоэнергетической ($E_0 = 0,5-5$ кэВ) имплантации ионов Ba^+ на состав пленок MgO/Mg.

Все технологические воздействия (окисление Mg, температурная обработка, ионная имплантация) и исследования состава, электронной структуры и физических свойств проводились в одном и том же сверхвысоковакуумном приборе. Пленки MgO получены методом термического окисления Mg. В основном использован MgO с толщиной $\theta = 800$ Å. Перед окислением Mg обезгаживался при $T = 1\ 200$ К при вакууме 10^{-7} Па в течении 5-6 часов. Затем в прибор напускались молекулы O_2 до давления $5 \cdot 10^{-3}$ Па, которые попадали на нагретую при $T = 1\ 000$ К поверхность Mg. Ионы активных металлов Ba^+ создавались методом поверхностной ионизации.

Перед исследованиями система MgO/Mg обезгаживалась при $T = 800$ К в течении 2-3 часов. Имплантация ионов Ba^+ проводилась с энергией $E_0 = 1$ кэВ при дозе насыщения $D = 6 \cdot 10^{16}$ см $^{-2}$ в вакууме $5 \cdot 10^{-7}$ Па при комнатной температуре. Состав, структура и физические свойства ионно-имплантированного образца начиная с $D = 6 \cdot 10^{16}$ см $^{-2}$ существенно не меняется [6, 7], т.е. эта доза является дозой насыщения D_n .

Для получения однородной с хорошей стехиометрией трехкомпонентной пленки проводился постимплантационный отжиг при различных температурах. Температура 900 К была оптимальной для получения поликристаллической пленки $Mg + Ba + O$.

На рис. 1 приведена начальная часть оже-спектров чистого Mg, пленки MgO/Mg, пленки MgO, бомбардированного ионами Ba^+ с $E_0 = 1$ кэВ при $D = D_n$ и прогретого при $T = 900$ К в течении 40 мин, а также для сравнения приведен оже-спектр толстой пленки BaO. Видно, что при образовании пленки MgO пик $L_{23}VV$ (47 эВ) Mg резко смещается в сторону меньших энергий и появляются другие пики, характерные для MgO. Анализ полного спектра MgO показал, что при этом исчезают все пики характерные для Mg.

После бомбардировки ионами Ba^+ и последующего отжига основной пик MgO, наблюдаемый при $E = 34$ эВ смещается в сторону меньших энергий на 2 эВ. Появляются также новые пики при энергиях 23, 46 и 55 эВ. Положения и форма этих пиков отличается от таковых для толстой пленки BaO. Можно полагать, что при этом образуются соединения типа $Mg + Ba + O$. Для оценки концентрации атомов мы

использовали высокоэнергетические оже-пики Mg (1189 эВ), Ba (584 эВ), O (503 эВ) и по формуле $C_x = \frac{I_x/S_x}{\sum I_i/S_i}$ определили концентрации этих элементов.

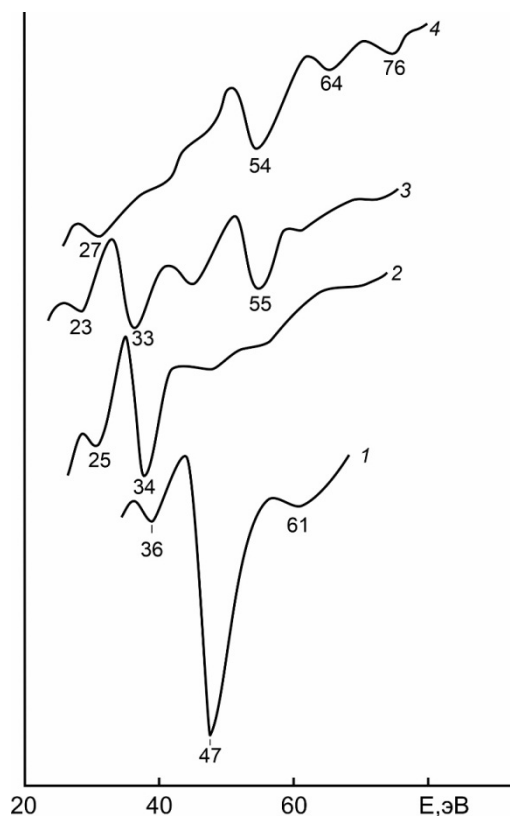


Рис. 1. Оже-спектры: 1 – чистого Mg, 2 – Mg с пленкой MgO, 3 – MgO, имплантированного ионами Ba^+ с $E_0 = 1$ кэВ и прогретого при $T = 900$ К в течении 40 мин, 4 – толстая пленка BaO/Mg

Таким образом, впервые методом имплантации ионов Ba^+ в MgO с последующим отжигом получены и определены оптимальные условия (энергия и доза ионов, температура постимплантационного отжига) синтеза пленок типа $Mg_{0,4}Ba_{0,6}O$.

- [1] O.A. Golosov, S.S. Khvostov, N.V. Glushkova, M.V. Evseev, S.V. Staritsy, Yu.P. Zaikov, V.A. Kovrov, E.V. Nikitina, A.S. Kholkina, N.A. Kazakovtseva, E.A. Karfidov, R.P. Karagergy, *Ceramics International*. V. 47, Iss. 3, 2021, P. 3306-3311.
- [2] Zh. Xu, U. Eduok, J. Szpunar, *Surf. Coating. Technol.*, 357 (2019), P. 691-697.
- [3] М.М. Михайлов, В.А. Горончко, *Космические аппараты и технологии*. 2022. Т. 6. № 2. С. 102-108.
- [4] B.Ç. Toprak, H.İ. Efker, S.Ş. Aydın, et al., *J Mater Sci: Mater Electron* 35, 1389 (2024).
- [5] O.V. Diachenko, A.S. Opanasuyk, D.I. Kurbatov, N.M. Opanasuyk, O.K. Kononov, D. Nam, H. Cheong, *ACTA PHYSICA POLONICA A*. 2016. V. 130. No. 3. P. 805 – 810.
- [6] D.A. Tashmukhamedova, M.B. Yusupjanova, *Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*, 15 (5), 1054 (2021).
- [7] M.B. Yusupjanova, D.A. Tashmukhamedova, B.E. Umirzakov, *Tech. Phys.* 61, 628 (2016).

**ФОРМИРОВАНИЕ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ УГЛЕРОДНЫХ ПЛЕНОК
ПРИ ОБЛУЧЕНИИ ТИ МИШЕНИ ИОНАМИ C₆₀
FORMATION OF FUNCTIONAL CARBON FILM ON Ti SUBSTRATE BY C₆₀ ION
IRRADIATION**

В.Е. Пуха^{1,2}, Е.Н.Кабачков¹, А.А.Бельмесов¹, К.П.Карасев³, Д.А.Стрижкин³,
П.А.Карасев³
V.E. Pukha^{1,2}, E.N.Kabachkov¹, A.A.Belmesov¹, K.P.Karasev³, D.A.Strizhkin³,
P.A.Karaseov³

¹*ФИЦ проблем химической физики и медицинской химии РАН, Черноголовка,
Россия, e-mail: pve@icp.ac.ru*

²*ООО «Центр Водородной Энергетики» (ПАО АФК «Система»),
Черноголовка, Россия*

³*С-Петербургский Политехнический университет Петра Великого, С-Петербург,*

In the present contribution, properties of carbon-based coatings grown on Ti surface by fullerene C₆₀ ion bombardment are studied. It is shown that hardness, coefficient of friction, conductivity and other macroscopic properties could be tailored by proper choosing substrate temperature and ion energy. Moreover, irradiation with a beam consisting of ions having several energies widens the tailoring window.

Титан и его сплавы в настоящее время являются основными материалами для медицинских имплантатов в ортопедии, травматологии и стоматологии [1], поскольку титан обладает уникальным сочетанием свойств, необходимых для биоматериалов, а именно: биоинертностью, гипоаллергенностью, отсутствием токсичности и др. Недостатком титана являются плохие трибологические свойства (высокий коэффициент трения и износа) [2], что делает практически невозможным его использование в трущихся парах. Кроме того, оксид титана неустойчив в коррозионной среде организма, что затрудняет его использование в качестве электрода биосистем. На сегодняшний день предложены различные технологии модификации поверхности титановых сплавов, направленные как на решение проблем с износостойкостью, так и на улучшение электрических свойств поверхности. Одним из кандидатов на упрочнение поверхности титана и его сплавов являются покрытия на основе углерода, в том числе алмазоподобные углеродные пленки [3-4]. Сверхтвердые покрытия на основе

углерода, в том числе гидрогенизированные, принято называть алмазоподобным углеродом (DLC). DLC - это некристаллический углерод с высокой долей алмазоподобных (sp^3) связей. Сочетание низкого коэффициента трения (COF) и высокой износостойкости позволяет значительно увеличить долговечность пар трения.

Недавно мы продемонстрировали покрытия из чистого углеродного нанокompозита (УНК), синтезированные с помощью ускоренного ионного осаждения C_{60} [5, 6]. УНК формируются ионами с энергией в несколько кэВ при относительно высокой температуре подложки (300-400 С) и состоят из нанокристаллов графита размером 1-2 нм, заключенных в аморфную алмазоподобную матрицу [6]. В отличие от DLC-покрытий, УНК имеют высокое отношение твердости к модулю Юнга (0,13-0,14) и высокую твердость ($H \sim 40-60$ ГПа), что снижает вероятность хрупкого разрушения покрытия под нагрузкой.

В докладе представлены результаты экспериментов по облучению Ti мишени (BT1-0) ионами C_{60} в диапазоне энергий от 7 до 20 кэВ при различных температурах. Особое внимание уделяется выявлению связи между структурой и свойствами покрытий и условиями осаждения. Экспериментальные исследования производились в сверхвысоковакуумной установке с гетероионной откачкой, подробнее описана, например, в [7]. Для генерации ионов использовался ионный источник с седловидным электрическим полем. На анод ионного источника подавался потенциал от 5 до 10 кВ. Источник дает пучок, состоящий из одно (C_{60}^+), двух (C_{60}^{2+}) и трехзарядных ионов (C_{60}^{3+}). Разделение ионов фуллерена позволяет расширить диапазон исследований вплоть до энергий 20 кэВ. Покрытия наносились как с использованием моноэнергетических пучков, так и без сепарации. В последнем случае на поверхность одновременно попадали ионы нескольких энергий. Распыление мишени ионами фуллерена оказывает существенное влияние на формирование покрытий. Рядом с подложкой, на которую осаждались углеродные покрытия, располагались мишени для улавливания распыленного вещества. Состав и химические связи пленок и распыленных осадков в зависимости от энергии ионов исследовались методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии. Изменение рельефа поверхности мишени и скорость ионного травления определялись атомно-силовой микроскопией. Также были выполнены исследования механических (твердость, коэффициент трения, износостойкость), электрических и электрохимических свойств полученных нанокompозитов.

Кинетика роста покрытий из ускоренных ионов C_{60} на титане зависит как от энергии ионов, так и от температуры подложки. Рост углеродных пленок на поверхности Ti мишеней наблюдался при энергии ионов C_{60} ниже 8 кэВ. При энергии ионов 5 кэВ и диапазоне T_s от 100 до 400°C растёт углеродное покрытие. При энергии 8 кэВ углеродная пленка на поверхности подложки при малых температурах не растёт и появляется при температуре $T_s = 300$ °C и выше. Отсутствие сплошного покрытия при более низких температурах подтверждено методом RBS и обзорными XPS-спектрами. На границе раздела подложка-покрытие во всех случаях образуется переходный слой карбида титана, что приводит к высокой адгезии покрытия. Исследование методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) показало, что на картинах микродифракции при $T_s > 300$ °C наблюдаются отражения от нанокристаллов графита в виде размытых колец, соответствующих межплоскостным расстояниям графита. Повышение энергии ионов приводит к небольшому сдвигу области существования нанокompозитных структур к более низким температурам. Это позволило предположить, что присутствие в пучке, состоящем из ионов C_{60} нескольких энергий, приведет также к понижению температуры начала формирования нанокompозитные покрытия по сравнению с моноэнергетическим.

Изучение свойств покрытий, полученных из несепарированных пучков показало, что наличие ионов разных энергий действительно существенно сказывается на структуре и свойствах. Граница образования нанокompозита снижается по T_s вниз также как для моноэнергетичных пучков с повышением энергии. В покрытиях выращенных при ускоряющей разности потенциалов 5 кВ (энергии ионов в пучке 5, 10 и 15 кэВ) и $T_s = 300$ °C, формируется структура, в которой помимо аморфной составляющей уже присутствуют нанокристаллы графита. На картине микродифракции хорошо различается отражение в виде кольца соответствующее межплоскостным расстояниям 0,33 нм, которые близки к межплоскостному расстоянию (002) графита (0,338 нм). С повышением T_s это отражение становится уже и интенсивнее, интенсивность же гало от аморфного углерода (максимумы интенсивности в области 4,8 нм⁻¹ и 8,9 нм⁻¹) уменьшается и на их фоне лучше проявляется отражение (004) графита. Таким образом, с повышением температуры осаждения T_s , совершенство и размер нанокристаллов графита возрастает, хотя гало от аморфного углерода по-прежнему присутствует на картине микродифракции.

Трибологические испытания показали, что покрытия, полученные из ионных пучков C_{60} , существенно уменьшают коэффициент трения и степень износа

поверхности по сравнению с чистым титаном. COF в паре нержавеющая сталь – титан уменьшился почти на порядок, а степень износа в 360 раз. Используя комбинационное рассеяние, удалось показать ключевую роль переносной углеродной пленки, возникающей на поверхности контртела. Структура этого перенесенного слоя близка к нанокристаллическому графиту, что приводит к изменению трения на углерод-углерод вместо пары сталь-титан.

По результатам измерений антикоррозионных свойств покрытий видно, что углеродное покрытие хорошо защищает титан так как наблюдается значительное смещение коррозионного потенциала и уменьшение коррозионного тока. Также по отсутствию дополнительных пиков на поляризационной кривой образца защищенного углеродной пленкой можно судить о сплошности углеродного покрытия. Таким образом, полученные покрытия можно использовать для биомедицинских и других, требовательных к коррозионной стойкости, целей.

Также измерялись значения контактного сопротивления образцов с покрытием. имеет контактное сопротивление. Покрытие поверхности углеродным наноккомпозитом снижает контактное сопротивление с $35 \text{ мОм} \cdot \text{см}^2$ (для чистого титана) до $9.8 \text{ мОм} \cdot \text{см}^2$ и $4.3 \text{ мОм} \cdot \text{см}^2$ (при $T_s = 300^\circ\text{C}$ и 400°C и ускоряющем напряжении 5 кВ соответственно) и даже до $5.0 \text{ мОм} \cdot \text{см}^2$ и $2.6 \text{ мОм} \cdot \text{см}^2$ (при ех же температурах и ускоряющем напряжении 7 кВ). Измеренные значения ICR близки к контактному сопротивлению графита и удовлетворяют и значительно превышают уровень, установленный Министерством энергетики США для контактного сопротивления биполярных пластин водородных топливных элементов, что весьма перспективно для будущих применений CNC в качестве защитных покрытий в водородной энергетике. Интересно, что образец, полученный при низкой температуре, демонстрирует относительно высокое значение сопротивления.

Также исследование явлений, возникающих при облучении поверхности ускоренными ионами C_{60} , проводили методом молекулярно-динамического моделирования с использованием пакета Lammmps [8]. В ходе моделирования обнаружена нелинейность коэффициента распыления в зависимости от угла падения ионного пучка. При малых углах падения $\sim 8^\circ$ коэффициент распыления близок к нулю. Подобная зависимость обнаружена для Ar кластеров с энергией $14,4 \text{ кэВ}$ и состоящих из 500 атомов и важна для формирования рельефа поверхности под действием кластерного облучения. Исследованы энергетическая и угловая зависимость

распыления поверхности мишеней. Показана нелинейная угловая зависимость коэффициента распыления от угла падения ионов.

- [1] Kaur, M., Singh, K. Mater. Sci. Eng. C Mater. Biol. Appl. 102, 844-862 (2019).
- [2] Wang, G., Zhang, P., & Zhao, Med Sci. Monit. 24, 7001–7006 (2018).
- [3] Derakhshandeh, M. R. et al., Surface Innovations, 6 (4–5), 266-276 (2018).
- [4] Lu, Y., et al., Appl. Surf. Sci. 541, 148573 (1-12) (2021).
- [5] Penkov O. V. et al. Biomaterials 102: 130–136 (2016).
- [6] Pukha, V. E., et al., J. Phys. D: Appl. Phys., 45(33), 335302 (2012).

ОГЛАВЛЕНИЕ

<i>Секция №1. Распыление, эрозия поверхности, десорбция.....</i>	<i>13</i>
<u>П.Ю. Бабенко</u>, А.П. Шергин, А.Н. Зиновьев. Торможение, рассеяние и распыление при столкновениях атомов кэв-энергий с твердым телом.....	15
<u>А.С. Рудый</u>, М.А. Смирнова, В.И. Бачурин, А.Н. Куликов. Формирование террасированного рельефа на поверхности кремния при облучении ионами галлия.	22
<u>А.Н. Зиновьев</u>, П.Ю. Бабенко, В.С. Михайлов, А.В. Смаев. Распыление легкими атомами....	25
<u>Д.С. Киреев</u>, А.А. Татаринцев, К.Ф. Миннебаев, Д.Р. Бессмертный, Р.Х. Хисамов, М.Д. Буруто, В.С. Черныш, А.Е. Иешкин. Влияние облучения атомарными и кластерными ионами на топографию поверхности сплавов Ti6Al4V и AlSi10Mg, полученных методом селективного лазерного плавления.	28
<u>Д.К. Миннебаев</u>, К.Ф. Миннебаев, Д.С. Киреев, В.С. Черныш. Распыление никель-палладиевых сплавов	32
<u>К.П. Карасев</u>, Д.А. Стрижкин, Е.Д. Федоренко, А.Л. Шахмин, В.Е. Пуха, А.И. Титов, П.А. Карасев. Динамика начальной стадии образования углеродных покрытий при облучении кремния ионами C ₆₀	36
<u>N. Ostojic</u>, N.S. Sergeev, Y.M. Gasparyan, E.A. Narskikh, V.S. Efimov, A.S. Umerenkova, B.M. Kydyrbaev. The fluence dependence of tungsten sputtering with helium and deuterium ions	40
<u>О.И. Лубенченко</u>, А.В. Лубенченко, Д.А. Иванов, Д.С. Лукьянцев. Распыление ультратонких бинарных плёнок слаботочными ионными пучками.....	43
<u>В.А. Тарбоков</u>, С.К. Павлов, Чжао Чжэнчуань, Г.Е. Ремнёв. Применение мощных ионных пучков для модифицирования поверхности твердых сплавов.....	47
Н.Н. Андрианова, А.М. Борисов, Р.Р. Мулюков, М.А. Овчинников, <u>С.Д. Федорович</u>, Р.Х. Хисамов. Воздействие пучка ионов аргона и гелиевой стационарной плазмы на мелкозернистый вольфрам.	51
А.В. Бабайцев, В.В. Валиуллин, <u>А.Б. Надиразе</u>. Модификация поверхности меди при интенсивном воздействии ионов ксенона	55
<u>Р.Т. Курбанов</u>, С.Е. Максимов. Эмиссия и фрагментация кластерных ионов, распыленных с границы раздела железо-углерод	58
М.Н. Ларичев, Г.Е. Беляев, Д. Сидельников, О.В. Белов. Взаимодействие высоко-энергетических ионов Хе с кристаллическим оксидом алюминия (лейкосапфиром).....	62
L.G. Lobanova, V.P. Afanas'ev, L. Zhang, M.A. Semenov-Shefov, S. Wang, J. Chen, H. Liu. Formation of dielectric amorphous diamond-like coatings on the surface of plasma facing graphite in the east tokamak	67
Ма Ли, <u>В.С. Сыпченко</u>, Ю.И. Тюрин, Сюй Цзиньтянь. Влияние постоянного и переменного магнитных полей на десорбцию водорода из циркония и титана	70
В.В. Манухин. Стехиометрическое распыление пентаоксида тантала ионами гелия	73
<u>В.С. Михайлов</u>, П.Ю. Бабенко, А.Н. Зиновьев. Распыление вольфрама альфа-частицами.....	77
<u>А.И. Мусин</u>, В.Н. Самойлов, П.В. Аристархов. Аналитическая модель эмиссии атомов с поверхности (111) Ni в несимметричном направлении относительно центра линзы.....	80
<u>Б.Л. Оксенгендлер</u>, С.Е. Максимов, С.Х. Сулейманов, Н.Н. Никифорова, Ф.А. Искандарова, Г.Ё. Ахматова, Р.Р. Иброхимов. Синергизм в процессах взаимодействия ионов с поверхностью и его моделирование в рамках теории катастроф ...	84

И.Р. Романов, А.С. Скрябин, Д.Б. Пушкин, В.Г. Жупанов. Зондовая диагностика процесса ионного распыления	89
М.В. Свижевская, М.Н. Ларичев, Г.Е. Беляев. Оценка параметров треков, образующихся при взаимодействии высокоэнергетических ионов Хе с кристаллическим оксидом алюминия.....	93
А.А. Сыров, О.А. Томилина, С.В. Томилин. Формирование эллиптического профиля эпитаксиальной плёнки феррит-граната методом ионного травления	97
М.А. Смирнова, В.И. Бачурин, М.Е. Лебедев, К.Н. Лобзов, Л.А. Мазалецкий, Д.Э. Пухов, С.Г. Симакин, А. Б. Чурилов. Развитие топографии поверхности полупроводников AlGaAs при облучении фокусированным ионным пучком галлия	101
В.К. Смирнов, Д.С. Кибалов, В.И. Бачурин, А.Б. Чурилов, А.С. Рудый. Периодические наноструктуры на поверхности GaAs и AlGaAs самоформируемые распылением ионами азота	105
С.В. Томилин, С.Д. Ляшко, О.А. Томилина. Магнитоплазменные структуры на основе асимметричных плазменных решёток.....	109
И.И. Амиров, А.Н. Куприянов, М.О. Изюмов, Л.А. Мазалецкий. Низкоэнергетическое распыление Al-Cu в аргоновой плазме. Эксперимент и моделирование.....	112
<i>Секция № 2. Рассеяние и эмиссия ионов, электронов, фотонов и рентгеновских лучей при ионной бомбардировке</i>	<i>117</i>
А.Б. Толстогузов. Диагностика поверхности методом спектроскопии обратно рассеянных ионов низких энергий	119
M. Erich, M. Kokkoris, M. Gloginjc, S. Petrovic, S. Chen. Nuclear reaction analysis in the crystal channeling mode	124
В.П. Афанасьев, Л.Г. Лобанова, М.А. Семенов-Шефов, С.Д. Федорович, А.М. Завгородняя, Т.В. Пушкин, М.К. Шишкин. Анализ компонентных и структурных изменений Mo и W при взаимодействии с плазмой на основе рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии.....	129
N.E. Efimov, D.N. Sinelnikov, D.V. Kolodko, M.V. Grishaev, I.A. Nikitin, A.S. Mosiakova. On the quantitative surface analysis of Au-Pd striped films using grazing angle ion scattering spectroscopy	133
I.A. Nikitin, D.N. Sinelnikov, N.E. Efimov, M.V. Grishaev. Analysis of adsorbed protium and deuterium using scattered and recoiled ions	138
Ш.М. Ахмедов, У. Хасанов, С.С. Исхакова, Ш.Дж. Ахунов, Т.Х. Эрова, Б.Ш. Касимов, Д.Т. Усманов. Закономерности поверхностной ионизации некоторых синтетических производных меткатиона.....	141
А.А. Абдувайитов, Б.Е. Умирзаков, Х.Х. Болтаев, Х. Шамаев, И.К. Кодирова, Д. Расулова. Определение физических свойств тонких трехкомпонентных плёнок CdMgTe на поверхности CdTe(111) при имплантации ионов Mg	144
Б.Е. Умирзаков, Д.А. Ташмухамедова, А.А. Абдувайитов, Ж.Б. Хужаниёзов, И.К. Кодирова, Х.Х. Болтаев. Состав и структура слоев CdBaTe, созданных в приповерхностной области CdTe имплантацией ионов Ba ⁺	148
В.В. Евстифеев, Н.В. Костина. Компьютерные исследования рассеяния медленных ионов при попадании в разные точки монокристаллической поверхности.....	152
С.С. Москаленко, Ю.А. Мелкозерова, И.К. Гайнуллин. Компьютерное моделирование зарядового обмена при скользящем рассеянии ионов на металле с помощью модели Андерсона-Ньюнса.....	156

A.I. Tolmachev, L. Forlano. Calculation of the angular distribution of ions after passing through a foil	159
Секция № 3. Имплантация ионов, модификация и анализ поверхности	
A.E. Ieshkin, D.S. Kireev, A.A. Tatarintsev, V.S. Chernysh, B.R. Senatulin, E.A. Skryleva. Surface modification of multicomponent targets with gas cluster ion beam.....	165
Н.Г. Коробейщиков. Газокластерные ионные пучки для поверхностной инженерии: прогресс, вызовы и решения	170
С.В. Рогожкин, Т.В. Кулевой, А.А. Никитин, А.А. Богачев, А.А. Хомич, А.В. Клауз, Н.А. Искандаров, А.А. Лукьянчук, О.А. Разницын, П.А. Федин. Ускоренные испытания радиационной стойкости конструкционных материалов на пучках ионов	174
E.A. Korneeva, Van Tiep Nguyen, Dinh Phuong Doan, Bao Trung Tran, Van Toan Nguyen, Chi Linh Dinh, A.S. Sohatsky, T.N. Vershinina, V.A. Skuratov. Radiation resistance of multicomponent alloys reinforced with oxide nanoparticles under high-energy heavy ion irradiation	180
И.В. Николаев, Н.Г. Коробейщиков. Влияние бомбардировки кластерными ионами аргона на поверхность монокристаллического GaN.....	184
O.V. Ogorodnikova, A. Nikitin, S. Rogozkin, N. Sergeev, V. Efimov. Structural changes and deuterium retention in Eurofer damaged by heavy ions.....	187
А.В. Румянцев, О.В. Подорожний, Г.С. Киреев, А.С. Приходько, А.Е. Иешкин, Д.К. Миннебаев, Н.И. Боргардт. Характеризация атомарной структуры аморфизованного ионами ксенона кремния методами молекулярной динамики и высокоразрешающей электронной микроскопии.....	190
Д.С. Королев. Ионно-синтезированные нанокристаллы оксида галлия: состав, структура и светоизлучающие свойства	194
Gogova Daniela. Ultra-wide bandgap Gallium oxide for next generation power electronics: growth, doping and radiation stability.....	199
K. Lorenz. Ion implantation in GaN and GaN microwires for radiation sensing	202
А.И. Титов, А.И. Клевцов, Е.Д. Федоренко, В.Д. Андреева, А.Л. Шахмин, И.Н. Скрипов, А.И. Печников, В.И. Николаев, П.А. Карасев. Особенности радиационно стимулированных процессов при ионном облучении альфа оксида галлия	206
Д.И. Тетельбаум, А.А. Никольская, Д.С. Королев, П.А. Юнин, М.Н. Дроздов, Д.А. Татарский, А.В. Кудрин, А.А. Ревин, А.А. Конаков. Модификация свойств β -Ga ₂ O ₃ при ионной имплантации B ⁺ , Si ⁺ и S ⁺	210
П.А. Юнин, Д.А. Татарский, А.А. Никольская, Д.С. Королев, А.А. Конаков, А.А. Назаров, К.С. Матюнина, Д.И. Тетельбаум. Об исследовании индуцированного имплантацией бора перехода из β -Ga ₂ O ₃ в γ -Ga ₂ O ₃ : ВРРД, ПЭМ и кристаллографический анализ.....	214
В.А. Андрианов, Е.А. Воробьева, А.П. Евсеев, А.Л. Ерзинкян, А.А. Буш, П.В. Лямкин, П.А. Федин, К.Е. Прянишников, Т.В. Кулевой. Мессбауэровские исследования радиационных повреждений в гематите и магнетите при имплантации ионов Fe	219
Г.В. Вознюк, М.И. Митрофанов, И.Н. Григоренко, Д.Н. Николаев, А.Н. Смирнов, В.П. Евтихийев. Формирование радиационных дефектов в структурах GaAs/AlGaAs в результате воздействия прямой ионно-лучевой литографии сфокусированным пучком	223
Ю.А. Данилов, В.П. Лесников, А.Е. Парафин, Ю.А. Дудин, Д.А. Здоровейщев, А.В. Здоровейщев. Формирование слоев GaAs со сверхвысокими концентрациями носителей при использовании неравновесных методов легирования.....	227

<u>А.В. Здоровейцев, М.В. Ведь, Ю.А. Данилов, П.Б. Демина, М.В. Дорохин, Ю.А. Дудин, Д.А. Здоровейцев, И.Л. Калентьева, А.В. Кудрин, Ю.М. Кузнецов.</u> Магнитоуправляемый спиновый светодиод с электрической изоляцией, выполненной методом ионной имплантации	231
<u>Д.А. Здоровейцев, О.В. Вихрова, Ю.А. Данилов, Ю.А. Дудин, А.В. Здоровейцев, А.Е. Парафин, Р.И. Баталов, В.Ф. Валеев, В.И. Нуждин, М.В. Ведь.</u> Синтез и свойства слоев GaAs, ионно-легированных азотом и висмутом	234
<u>А.И. Иванова, О.С. Корнева, С.В. Дектярев, А.В. Гурулев.</u> Модификация стали 12Х18Н10Т высокоинтенсивной имплантацией ионов азота с одновременным энергетическим воздействием.....	237
<u>И.Л. Калентьева, О.В. Вихрова, Ю.А. Данилов, А.В. Здоровейцев, Ю.А. Дудин, М.В. Ведь, А.Е. Парафин, М.К. Таперо.</u> Формирование структур со слоем GaMnAs методом ионной имплантации с последующим комбинированным отжигом.....	241
<u>С.К. Павлов, Ж.К. Койшыбаева, Ф.В. Конусов, Д.В. Сиделёв, В.А. Тарбоков, И.А. Иванов.</u> Влияние коротко-импульсного ионного облучения на критерии правила Урбаха в тонких пленках оксида галлия	244
<u>Е.О. Крайнова, А.С. Гренадёр, К.В. Оскомов, Н.Е. Маджара, А.Н. Захаров, А.А. Соловьёв.</u> Влияние длительности импульса на свойства покрытий на основе титана и бора	248
<u>Ц. Хуан, Ю. Лю, В.А. Тарбоков, К.Д. Камелина, С.К. Павлов, Г.Е. Ремнёв.</u> Влияние облучения мощным ионным пучком на структуру и свойства высокоэнтропийных сплавов.....	251
<u>С.К. Павлов, Ф.В. Конусов, В.А. Тарбоков, Г.Е. Ремнёв.</u> Влияние короткоимпульсного ионного облучения на структуру и свойства тонкоплёночных широкозонных материалов.....	254
<u>Д.А. Новиков, Е.А. Маркова, Е.А. Гребенщикова, К.В. Карабешкин, В.М. Микушкин.</u> Краевые спектры фотолюминесценции ионно-облучённого GaAs	257
<u>В.М. Микушкин, Д.А. Новиков, Е.А. Маркова.</u> Формирование «плоского» профиля точечных дефектов при имплантации и отжиге полупроводников.....	262
<u>В.В. Привезенцев, А.А. Фирсов, В.С. Куликаускас, М.В. Поляков, Л.С. Волкова, А.Н. Терещенко.</u> Исследование пленок нитрида кремния, последовательно имплантированных цинком и кислородом	267
<u>А.В. Францкевич, В.А. Мартинович, Н.В. Францкевич.</u> Исследование методом комбинационного рассеяния поверхности пластин Cz-Si обработанных в DC плазме водорода	271
<u>A.D. Akylbekova, L.A. Vlasukova, A.Q. Azikhan, G.G. Sarsekhan.</u> Electrochemical deposition of arrays of copper (II) oxide nanocrystals into SiO ₂ _{porous} /Si track templates.....	274
<u>Б.Е. Умирзаков, Д.А. Ташмухамедова, М.Б. Юсупжанова, А.У. Хужаниязова, Х.Э. Абдиев, Ш.А. Толипова.</u> Влияние поверхностной пленки Pd-Ba на профиль распределения имплантированных атомов по глубине Pd.....	278
<u>С.Н. Эшбобоев, А.К. Ташатов, Н.М. Мустафоева, С.Ш. Кучаров, Ш.Х. Норкулова.</u> Получение скрытых наноразмерных фаз и слоев BaSi ₂ в приповерхностной области Si.....	281
<u>М.Б. Юсупжанова, Д.А. Ташмухамедова, С.Т. Абраева, А.Н. Ураков, С.С. Пак, И.Ф. Худойбердиев.</u> Влияние имплантации ионов активных металлов на состав пленок MgO/Mg.....	285
<u>В.Е. Пуха, Е.Н. Кабачков, А.А. Бельмесов, К.П. Карасев, Д.А. Стрижкин, П.А. Карасев.</u> Формирование функциональных углеродных пленок при облучении Ti мишени ионами C ₆₀	288