

УДК 548-162:539.16.04; 548-162:539.12.04

Ю.Ю.КРЮЧКОВ, В.М.МАЛЮТИН, В.Ф.ПИЧУГИН, В.В.СОХОРЕВА, Т.С.ФРАНГУЛЬЯН

РАЗРАБОТКА И ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДОВ СПЕКТРОСКОПИИ ОБРАТНОГО РАССЕЯНИЯ БЫСТРЫХ ИОНОВ ДЛЯ АНАЛИЗА СОСТАВА И СТРУКТУРЫ ИОННО-ОБЛУЧЕННЫХ СЛОЕВ ДИЭЛЕКТРИКОВ

В настоящей работе приводится описание экспериментальной установки ТОКАМА-2 для проведения ядерного микроанализа, основанного на резерфордском обратном рассеянии и ядерных реакциях, с использованием эффекта каналирования. В качестве примера использования данной установки приведены результаты исследования состава и структуры монокристаллов MgO.

Введение

Среди эффектов, вызванных действием ионного пучка на диэлектрики, особый интерес представляет гигантское увеличение электрической проводимости [1, 2]. Это явление имеет большие практические перспективы, так как может быть положено в основу принципиально нового ионно-радиационного метода получения проводящих слоев в диэлектрических подложках.

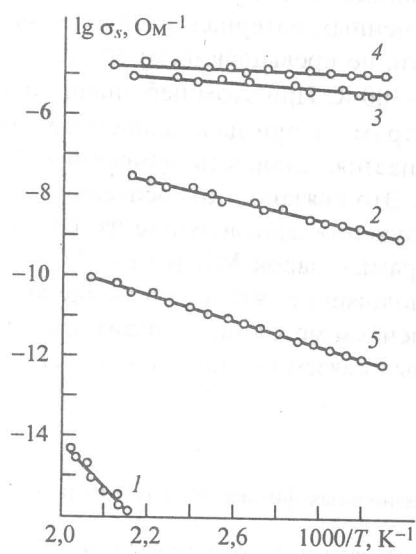


Рис. 1. Температурные зависимости σ_s ионно-модифицированных слоев MgO: 1 – до облучения; 2, 3 – облучение ионами N^+ дозой $5 \cdot 10^{16}$ ион/см² и 10^{16} ион/см² соответственно; 4 – облучение ионами Si^+ дозой 10^{16} ион/см²; 5 – облучение ионами Si^+ дозой 10^{16} ион/см² и последующий отжиг в воздушной среде при 570 K

Облучение образцов MgO пучками ионов различной природы приводит качественно к одному и тому же эффекту – гигантскому (до 10–14 порядков) увеличению проводимости, сопровождаемому снижением энергии активации электропереноса до величины $E = 0,03$ эВ. На рис. 1 приведены характерные температурные зависимости σ_s облученных ионами слоев кристаллов MgO. Температурные зависимости σ_s достаточно хорошо воспроизводятся при многократных циклах измерения проводимости в интервале температур (300–600) K, хорошо описываются соотношением $\sigma_s = \sigma_0 e^{-E/kT}$ и могут быть охарактеризованы определенной энергией активации. Как видно из приведенных на рис. 1 данных, ионно-радиационное увеличение проводимости (ИРУП) сопровождается резким снижением энергии активации электропереноса. Общий характер эффекта возрастания проводимости, наблюдающийся при использовании ионных пучков различной природы, позволяет считать основной причиной радиационного повышения электропроводности σ_s особенности структуры слоев кристаллов, модифицированные ионным облучением. При этом, безусловно, нельзя исключать из рассмотрения определенного влияния на этот эффект природы имплантированных

частиц, а также их возможного взаимодействия с матрицей. Для понимания физики процессов, несущих ответственность за формирование проводящих слоев в диэлектрике под действием ионного облучения, целесообразна постановка всесторонних исследований на модельных образцах, какими являются монокристаллы окиси магния MgO. Решающее значение в связи с обсуждаемой проблемой приобретает вопрос о характере структурных несовершенств приповерхностного слоя кристалла MgO, облученного ускоренными ионами. При этом особый интерес представляют данные, касающиеся структуры и состава ионно-модифицированных слоев диэлектриков.

Электрофизические методы [1] дают информацию о структуре электронных состояний, принимающих участие в формировании наблюдаемых электрических свойств ионно-модифицированных слоев, однако они не дают информации о стехиометрии состава и структурных нарушениях решетки кристалла после ионной имплантации и термического отжига. Такая информация

может быть получена ядерно-физическими методами [3], развитыми для полупроводниковых кристаллов и практически не используемыми для исследования диэлектриков.

В настоящей работе приводится описание экспериментальной установки ТОКАМА-2 (томское каналирование и мгновенный анализ), разработанной и изготовленной в НИИЯФ Томского политехнического университета для проведения ядерного микроанализа, основанного на резерфордском обратном рассеянии с использованием эффекта каналирования, и представлены результаты исследования состава и структуры кристаллов MgO , подвергнутых облучению ускоренными ионами железа (Fe^+).

1. Экспериментальная установка

При разработке экспериментальной установки, исходя из возможностей ядерно-физических методов анализа вещества, включая и методы на основе эффекта каналирования, были учтены следующие основные требования [3]:

1. Анализирующий пучок должен состоять из ионов одного сорта, имеющих одинаковую и известную энергию.

2. Экспериментальная установка должна обеспечивать минимальную угловую расходимость пучка, меньшую или равную шагу сканирования по углу, определяемому исходя из величины критического угла каналирования частиц.

3. Энергетический спектр продуктов взаимодействия пучка ионов с атомами мишени должен измеряться с достаточным энергетическим разрешением.

4. Должен быть обеспечен контроль полного числа ионов, падающих на образец за время накопления энергетического спектра.

5. Необходимо знать углы падения анализирующего пучка на исследуемую мишень, углы вылета продуктов взаимодействия и телесный угол регистрации этих продуктов.

6. Экспериментальная установка должна иметь гониометрическое устройство, позволяющее производить ориентацию монокристаллической мишени относительно падающего пучка в трех взаимно перпендикулярных плоскостях. Точность ориентации должна обеспечивать снятие достаточного количества точек на ориентационной кривой. Предельный шаг должен быть, по крайней мере, на порядок меньше критического угла каналирования.

Установка включает в себя следующие основные элементы:

- 1) источник быстрых ионов известного сорта и энергии;
- 2) тракт формирования пучка ионов с малой угловой расходимостью с устройствами наблюдения за пучком и его проводки;
- 3) экспериментальная камера;
- 4) вакуумная система;
- 5) система регистрации продуктов взаимодействия анализирующего пучка с атомными ядрами исследуемой мишени и контроля полного числа ионов анализирующего пучка, попадающего на образец (монитор пучка);
- 6) измерительно-вычислительный комплекс (аппаратура для сбора, обработки, хранения, документирования информации и аппаратура для автоматизации эксперимента). В качестве источников быстрых ионов использовался ускоритель Ван-де-Граафа (электростатический генератор ЭСГ-2,5) НИИ ядерной физики при Томском политехническом университете. Энергия ускоренных ионов варьировалась от 0.5 до нескольких мегаэлектронвольт. Отбор ионов одного сорта и одной энергии осуществляется магнитным анализатором. Калибровка энергии производилась с помощью известных ядерных реакций [3].

Выведенный из ускорителя пучок ионов отклоняется магнитным анализатором, который производит отбор ионов одного сорта и является одновременно электромагнитным стабилизатором энергии. Затем, проходя систему формирования, пучок попадает на образец, закрепленный на гониометрическом устройстве, размещенном в центре камеры рассеяния.

Система формирования пучка разрабатывалась с учётом следующих основных требований:

- 1) она должна осуществлять сканирование отверстий коллиматоров в плоскости, перпендикулярной направлению падения пучка;
- 2) допускать изменение размеров отверстий коллиматоров с сохранением вакуума;
- 3) пучок после прохождения ионопровода должен иметь малую угловую расходимость;
- 4) должна быть проста и надежна в эксплуатации.

Общая схема установки показана на рис. 2. Пучок ионов от ускорителя 1, пройдя через поворотный анализирующий магнит 2, попадает на входной ограничивающий коллиматор 3, который представляет собой диафрагму диаметром 10 мм, защищенную со стороны пучка танталовой накладкой, охлаждаемую водой. Коллиматор 6 диаметром 5 мм служит для уменьшения доли ионов, рассеянных на входном коллиматоре 3. Основным параметром тракта формирования пучка является угловая расходимость Δv , которая задается с помощью двух блоков коллиматоров 12 и 14. В нашем случае $\Delta v < 0.01^\circ$. Каждый блок выполнен в виде независимо перемещаемых с помощью микровинтов четырех танталовых пластин, что позволяет без нарушения вакуума менять размер пучка. Это необходимо делать в ряде случаев при проведении большого количества экспериментов с целью сокращения времени за счет увеличения тока частиц, прошедших в камеру. Однако на краях коллиматоров происходит рассеяние части пучка. Для того чтобы рассеянные таким образом ионы не попали в камеру рассеяния, установлен антирассеивающий коллиматор 17. Требования к размеру этого коллиматора таковы, что, с одной стороны, апертура его должна быть возможно меньшей (чтобы «запереть» максимальное количество рассеянных ионов), с другой – пучок основной интенсивности не должен касаться пластин этого коллиматора (чтобы не вызвать новое рассеяние).

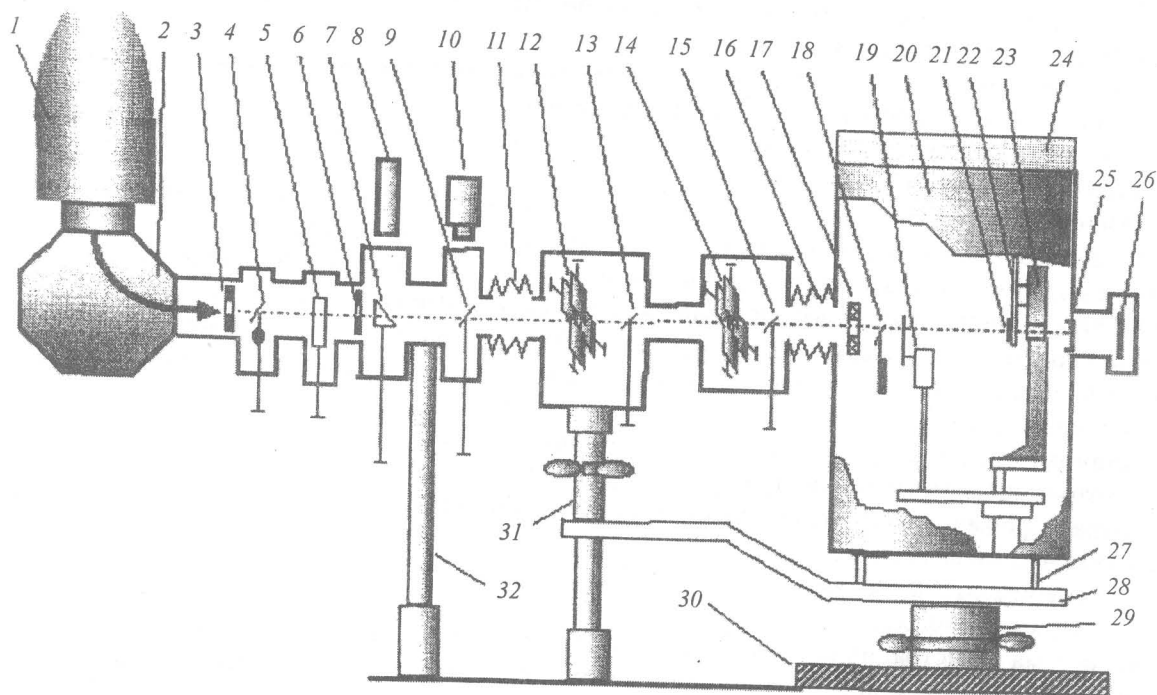


Рис. 2. Схема экспериментальной установки: 1 – ускоритель ЭСГ-2,5; 2 – анализирующий магнит; 3, 6 – ограничивающие коллиматоры; 4 – система наблюдения (кварц и цилиндр Фарадея); 5 – вакуумный затвор; 7 – зеркало; 8 – лазер; 9, 13, 15, 18 – система наблюдения (кварц); 10 – TV-камера; 11, 16 – сильфон; 12, 14 – блок задающих коллиматоров; 17 – антирассеивающий коллиматор; 19 – монитор пучка; 20 – камера рассеяния; 21 – образец; 22 – диск для образцов; 23 – гониометр; 24 – крышка из оргстекла; 25 – цилиндр Фарадея; 26 – NaI; 27 – регулировочные болты; 28 – стол; 29, 31 – регулировочная стойка; 30 – стальная плита; 32 – стойка

Система наблюдения положения пучка в ионопроводе осуществляется с помощью люминофоров 4, 9, 13 и 18, выполненных из кварцевых пластин. Конструктивные особенности ионопровода, содержащего тракт формирования пучка, следующие: ионопровод, выполненный из трубы нержавеющей стали диаметром 60 мм, имеет сильфонные развязки 13 и 16. Блоки коллиматоров и камера рассеяния располагаются на регулируемых по высоте стойках 29 и 31, которые имеют свободу вращения в горизонтальной и продольной вертикальной плоскостях. Плоскопараллельное движение пластин коллиматоров осуществляется через скользящее вакуумное уплотнение посредством микрометрических винтов. Фланцы для наблюдения за положением пучка и для ввода лазерного луча выполнены из оргстекла. Столик юстировки лазера позволяет вращать луч в вертикальных (в продольной и поперечной) плоскостях, возможен параллельный перенос этих плоскостей вращения как вдоль, так и поперёк пучка.

Камера рассеяния обеспечивает размещение необходимой аппаратуры, легкий доступ к её юстировке и хорошую вакуумную гигиену. Поскольку один из главных инструментов наших исследований – гониометр 23 – выполнен с внутренним приводом, использовалась камера относительно больших размеров (откачиваемый объём 80 л). Камера позволяет кроме гониометра разместить узлы детекторов спектрометра и систему регистрации тока пучка 19 (монитор и цилиндр Фарадея).

Камера 20 представляет собой цилиндр высотой 400 и диаметром 600 мм. Корпус изготовлен из листовой нержавеющей стали толщиной 5 мм. Через нижний фланец камеры присоединяется вакуумная система откачки, которая позволяет в течение 40–50 мин получить вакуум 10^{-5} Торр. Верхняя крышка камеры 24, для удобства наблюдения за регулировками в камере под вакуумом, прозрачная и выполнена из оргстекла толщиной 40 мм. Боковая стенка оснащена патрубками (через каждые 30°), через которые вводится электропривод двигателей (гониометра, механизмов подачи α -источника и цилиндра Фарадея, механизма регулировки столика спектрометрического детектора по углу рассеяния, а также механизма прерывания пучка для мониторингирования) и выводятся регистрируемые сигналы детекторов (спектрометра и монитора). Регулировка камеры относительно пучка осуществляется тремя регулировочными болтами 27, позволяющими производить наклон в различных плоскостях. Кроме того, имеется возможность (более грубо) регулирования камеры с помощью стола 28.

Монитор тока пучка. Относительные измерения тока пучка осуществляются посредством счёта числа частиц, рассеянных на прерывающей пучок мишени, выполненной в виде пленки золота толщиной 200 нм, напыленной на кремниевую основу). Такое исполнение мишеней позволяет надежно разделять ионы, рассеянные от пленки и от подложки. Регистрация рассеянных ионов производится полупроводниковым детектором. Точность такого метода измерений обуславливается двумя параметрами: числом зарегистрированных частиц и представительностью выборки рассеянных ионов из генеральной совокупности падающих ионов. Что касается первого параметра, то уже при числе зарегистрированных ионов 5000 среднеквадратичная погрешность 1,5%. Вклад в ошибку измерений влияния второго параметра трудно оценить, поскольку неизвестен закон распределения флуктуаций тока пучка по времени. Однако очевидно, что уменьшение погрешностей измерений требует максимально возможной стабилизации тока пучка. В нашем случае погрешность относительных измерений тока составляет 5%.

Гониометр. Для реализации режима каналирования ионов в кристаллах необходимо прецизионное устройство – гониометр, позволяющее с мелким шагом наклонять мишень как минимум в двух плоскостях. Величина шага наклона должна быть по крайней мере в 10 раз меньше критического угла каналирования. Возможные пределы изменений критических углов в предполагаемых работах для данной экспериментальной установки лежат в пределах $0,25$ – $1,0^\circ$. Изготовленный гониометр позволяет осуществлять следующие операции:

Склонение (вращение вокруг вертикальной оси) образца в диапазоне 360° с шагом $0,0017^\circ$, наклон (вращение вокруг горизонтальной оси, поперечной пучку) в диапазоне $\pm 45^\circ$ с шагом $0,0013^\circ$. Азимутальное вращение (вокруг горизонтальной продольной пучку оси) в диапазоне 360° с шагом $0,1^\circ$. Параллельный перенос образца в двух взаимно перпендикулярных плоскостях (в продольном и поперечном относительно пучка направлениях) на расстояние ± 10 мм. При необходимости азимутальное вращение может заменяться многопозиционным мишенным устройством (дискон). Кроме того, с гониометром совмещены столики спектрометрического детектора, которые можно выставить в любое положение для угла рассеяния 90 – 175° относительно направления падения анализирующего пучка частиц, привод гониометра осуществляется через систему червячных и колесных редукторов посредством реверсивных шаговых двигателей.

Устройство крепления образцов. Для размещения исследуемых образцов на гониометрическом столике крепилось устройство в виде диска, позволяющее позиционировать до 10 образцов.

При проведении экспериментальной работы по исследованию воздействия термической обработки на структуру и свойства материалов был разработан и изготовлен нагревательный элемент, который крепится на трехосевом гониометре вместо многопозиционного диска и на котором в свою очередь крепится исследуемый образец. Для прецизионного регулирования температуры объекта исследования нами было разработано и изготовлено устройство программного регулирования температуры, позволяющее реализовать следующие температурные режимы: линейного на-

грева (охлаждения), линейно-циклического нагрева, стабилизации температуры. Регулирование температуры осуществляется путем сравнения электрического сигнала, пропорционального температуре объекта и сигнала, вырабатываемого задающим устройством. Мощность, выделяемая нагревательным элементом, автоматически увеличивается с ростом температуры объекта. Платина-платинородиевый преобразователь температуры конструктивно сделан так, что выполняет роль прижима образца к нагревателю. Изготовленное устройство позволяет осуществлять регулировку температуры в диапазоне (300÷1600) К. Точность поддержания температуры 0,2 К.

Описанный нагревательный элемент и система автоматизированной регулировки температуры позволяли устанавливать необходимую температуру отжига. Это существенно упрощает проведение эксперимента и повышает достоверность получаемой информации, поскольку отжиг проводится in-situ как в вакууме, так и на воздухе при измерении энергетических спектров и в режиме каналирования, и в режиме хаотического падения пучка анализирующих частиц на мишень.

Как указывалось ранее, при исследовании элементного состава имплантированных образцов необходимо так располагать мишень на держателе, чтобы избежать влияния эффекта каналирования на измеряемый энергетический спектр. Напротив, при использовании эффекта каналирования для изучения дефектов структуры и определения местоположения примесных атомов особую важность представляет задача ориентации образца относительно направления падающего пучка и направления на детектор.

Нахождение кристаллографической оси $\langle 100 \rangle$ монокристаллических образцов MgO производилось по схеме «КВАДРАТ», основные компоненты которой описаны в работе [3]. Необходимо отметить, что при осуществлении процедуры ориентирования могут произойти изменения состояния образца под воздействием анализирующего пучка ионов. Чтобы избежать влияния пучка, осуществлялся параллельный перенос образца поперек пучка на расстояние не менее двух диаметров пучка. В этой области и проводилось измерение энергетического спектра обратно рассеянных ионов гелия. Из сравнения двух спектров (до и после параллельного переноса) оценивалось влияние анализирующего пучка ионов на состояние кристалла, что позволило выбрать оптимальное время для набора энергетического спектра.

Образцы для исследований, представлявшие собой плоскопараллельные пластины, маскировались таким образом, что после имплантации на них имелись три области: первая – контрольная (не подвергнутая ионной бомбардировке), вторая – облученная ионами железа до дозы $1 \cdot 10^{16}$ ион/см² и третья – облученная ионами железа до дозы $1 \cdot 10^{17}$ ион/см². Размеры образцов были согласованы с возможностями гониометра, что позволило без перестановки кристаллов с помощью дистанционно управляемого механизма подводить под анализирующий пучок любую из трех областей исследуемого образца. После измерения энергетического спектра на контрольной (исходной) области путем параллельного переноса под пучок подводилась имплантированная область и измерялся энергетический спектр. При измерении рэндомного энергетического спектра монитор пучка брался равным или кратным монитору при измерении каналированных спектров. Рэндомные спектры измерялись на обеих областях – исходной и имплантированной.

Таким образом, использование процедуры «квадрат» унифицировало подход к измерению рэндомных энергетических спектров, обеспечило повторяемость от образца к образцу и оградило от случайного попадания в режим каналирования.

2. Исследование распределения ионов Fe⁺ в монокристаллах MgO методом резерфордовского обратного рассеяния (РОР)

Количественный анализ и распределение ионов железа (Fe⁺), имплантированных в монокристаллы MgO, производился методом РОР ионов ⁴He с энергией 1,5 МэВ, ускоренных с помощью электростатического генератора Ван-де-Граафа ЭСГ-2,5.

На образец, помещенный в вакуумную камеру, падал коллимированный пучок ионов ⁴He. Угол между нормалью к образцу и осью пучка анализирующих ионов составлял 10°. Упругорассеянные α-частицы регистрировались полупроводниковым Si (Au)-детектором, расположенным под углом $\Theta \approx 170^\circ$ к образцу. Телесный угол, стягиваемый детектором, составлял величину, равную $5 \cdot 10^{-3}$ ср. Спектрометрическая информация накапливалась и обрабатывалась при помощи программируемого анализатора АМА-03Г.

Количество внедренных ионов определялось при помощи вторичного РОР стандарта, представляющего собой пленку WTi, нанесенную на монокристалл кварца SiO₂. Содержание вольфра-

ма W в пленке составляло величину, равную $(7,6 \pm 0,1) \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$. Концентрация ионов железа Fe^+ , имплантированных в образцы монокристаллов окиси магния MgO , связана с выходом обратнорассеянных ионов следующим выражением [3]:

$$C_i = \frac{A_i \cdot \cos \varphi_i}{I \cdot t \cdot \Omega \cdot \sigma_i^R}, \quad (1)$$

где A_i – площадь под аналитическим пиком; φ_i – угол наклона образца к анализирующему пучку ионов; I – ток пучка ионов; t – время набора информации; Ω – телесный угол, стягиваемый детектором; σ_i^R – эффективное сечение упругого рассеяния.

Проведенные по формуле (1) расчеты показывают, что концентрация ионов Fe^+ составляет величину $C_i = 9,2 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$. Ошибка в определении величины интегрального потока ионов составляет величину порядка $\Delta\Phi/\Phi = 8\%$. На рис. 3 представлен профиль распределения ионов Fe^+ , имплантированных в образец. На оси абсцисс отложена координата в нанометрах при плотности кристалла $\rho = 3,58 \text{ г/см}^3$. Начало координат (точка 0 на оси абсцисс) совпадает с поверхностью мишени. На оси ординат отложена атомная доля ионов Fe^+ , имплантированных в MgO . Как видно из рисунка, величина пробега ионов Fe^+ в кристалле составляет величину, равную 207 нм. Эта оценка глубины проникновения имплантированных ионов из экспериментальных данных хорошо совпадает со значением проективных пробегов ионов Fe^+ , вычисленных как по теории ЛШШ, так и с использованием программы TRIM [5]. Хвост вплоть до 600 нм в распределении ионов Fe^+ , имплантированных в MgO (см. рис. 3), по нашему мнению, обусловлен тем, что в исходном пучке присутствовали как однозарядные ионы железа Fe^+ , так и двух (Fe^{2+})- и трех (Fe^{3+})-зарядные ионы. Концентрация внедренных в MgO ионов железа для экспозиционной дозы облучения 10^{16} ион/см^2 составляет $9,4 \cdot 10^{15} \text{ ион/см}^2$.

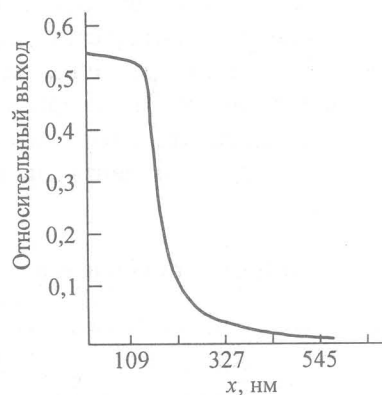


Рис. 3. Профиль распределения ионов Fe^+ , имплантированных в MgO

3. Исследование имплантированных слоев кристаллов MgO методом РОР/К

Здесь приводятся результаты по исследованию поведения дефектов в приповерхностных слоях кристаллов $\langle 100 \rangle \text{ MgO}$, имплантированных ионами Fe^+ ($E = 70 \text{ кэВ}$, $D = 10^{16}$ и 10^{17} ион/см^2) [2, 4]. Изотермический отжиг образцов производился в течение 30 мин в интервале температур от 300 до 1600 К. Данные результаты получены методом РОР/К ионов гелия с энергией 1,8 МэВ. Характерной особенностью этих экспериментов, как указывалось ранее, было то, что отжиг кристаллов

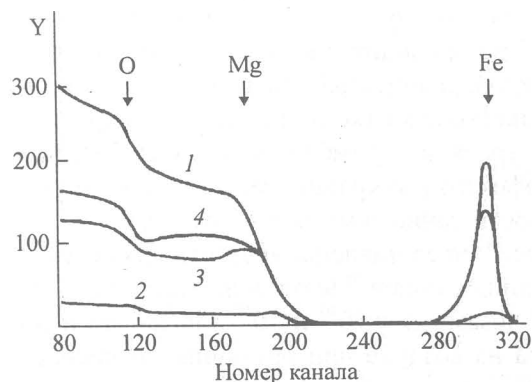


Рис. 4. Энергетические спектры обратнорассеянных ионов гелия от образцов окиси магния до и после их облучения ионами железа: необлученный кристалл (1 – неориентированный, 2 – ориентированный вдоль кристаллографической оси $\langle 100 \rangle$); облученный кристалл ионами железа Fe^+ : ориентированный вдоль кристаллографической оси $\langle 100 \rangle$ (3 – $D = 10^{16} \text{ ион/см}^2$, 4 – $D = 10^{17} \text{ ион/см}^2$)

проводился in-situ, непосредственно в экспериментальной камере установки с помощью нагревательного элемента, укрепленного на трехосевом гониометре. Это существенно повысило достоверность полученной информации. На рис. 4 представлены энергетические спектры обратнорассеянных ионов гелия от образцов MgO до и после их облучения ионами железа Fe^+ . Анализ этих спектров показывает:

1) в интервале исследуемых доз имплантация ионов железа не приводит к аморфизации поверхностных слоев кристаллов. В случае аморфизации должно наблюдаться совпадение амплитуд энергетического спектра в области, соответствующей данному слою для ориентированного и неориентированного падения пучка ионов гелия на кристалл, чего не наблюдается экспериментально;

2) при имплантации ионов железа до дозы 10^{16} ион/см^2 наблюдаются преимущественно точечные дефекты (смещенные атомы Mg и кислорода). На это

указывает характерный пик в энергетическом спектре для ориентированного случая, наблюдаемый в области, соответствующей имплантированному слою, как для кислородной, так и для магниевой компонент;

3) при имплантации ионов железа до дозы 10^{17} ион/см² также можно говорить о преимущественно точечном типе дефектов, хотя ярко выраженного пика в энергетическом спектре не наблюдается, но имеется характерный минимум в области, соответствующей окончанию дефектного слоя.

Из сравнения энергетических спектров кристаллов, облученных дозами 10^{16} и 10^{17} ион/см², видно, что при большей дозе имплантации глубина дефектного слоя приблизительно в 2 раза больше, чем при меньшей дозе имплантации. В то же время, если сравнить области энергетического спектра, соответствующие внедренным ионам железа, то такой разницы в их распределении не наблюдается (сравнение делается по полуширине на половине высоты пиков, соответствующих рассеянию ионов ^4He на ядрах атомов имплантированного железа).

Экспериментальные значения минимального выхода $\chi_{\min}$ для атомов магния, кислорода и железа до и после имплантации приведены в табл. 1.

Таблица 1

Экспериментальные значения минимального выхода ($\chi_{\min}$) ионов ^4He от монокристалла MgO до и после имплантации ионами железа Fe^+

Элемент	До имплантации	После имплантации	
		$D = 1 \cdot 10^{16}$ ион/см ²	$D = 1 \cdot 10^{17}$ ион/см ²
Магний	$0,05 \pm 0,01$	$0,45 \pm 0,05$	$0,6 \pm 0,05$
Кислород	$0,06 \pm 0,02$	$0,45 \pm 0,1$	$0,6 \pm 0,1$
Железо	-	$0,75 \pm 0,2$	$0,75 \pm 0,1$

Анализ данных, представленных в табл. 1, позволяет говорить о том, что средняя по толщине дефектного слоя концентрация точечных дефектов (в частности, смещенных атомов) составляет для дозы $1 \cdot 10^{16}$ ион/см² $C = 47\%$ ($N = 2,5 \cdot 10^{22}$ см⁻³), а для дозы $1 \cdot 10^{17}$ ион/см² $C = 63\%$ ($N = 3,4 \cdot 10^{22}$ см⁻³).

Полученные значения намного превышают число электронных центров окраски, регистрируемых оптическим методом [1]. Из сравнения минимального выхода $\chi_{\min}$ для атомов Fe и Mg, а также Fe и O следует, что меньшая часть атомов железа занимает узлы кристаллической решетки (по крайней мере, для кристаллографического направления $\langle 100 \rangle$). Большинство же атомов имплантированного железа хаотически распределены в кристаллической решетке.

Было изучено влияние термического отжига на спектры ROP облученных кристаллов. Прежде

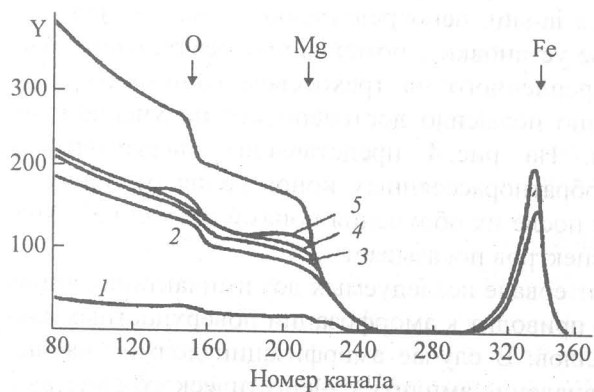


Рис. 5. Энергетические спектры обратнорассеянных ионов гелия от монокристаллических образцов окиси магния до и после их облучения ионами железа до дозы 10^{17} ион/см² и после отжига на воздухе при различных температурах: необлученный: 1 – ориентированный вдоль кристаллографической оси $\langle 100 \rangle$; облученный кристалл и отожженный на воздухе при T , К: 5 – после имплантации дозой $D = 10^{17}$ ион/см², 4 – 772, 3 – 973, 2 – 1200, 6 – неориентированный

всего отметим необычный результат, заключающийся в том, что отжиг образцов в вакууме до $T = 1200$ К не приводит к каким-либо изменениям этих спектров. Данный результат указывает на то, что при такой обработке не происходит структурных перестроек в ансамбле наведенных ионным пучком дефектов (по крайней мере, на уровне чувствительности данного метода – 1 ат.%).

На рис. 5 представлены энергетические спектры рассеянных ионов ^4He от монокристаллов, облученных дозами $D = 10^{16}$ и 10^{17} ион/см² до и после отжига на воздухе при различных температурах. В отличие от вакуумного отжига, не приводящего к отжигу дефектов, нагрев образцов в атмосферных условиях приводит к отжигу дефектов. Экспериментальные данные показывают, что заметные изменения в спектрах обратного рассеяния фиксируются только лишь при температуре отжига выше 780 К. Следует отметить, что для образцов, облученных дозой 10^{16} ион/см², отжиг дефек-

тов протекает более эффективно, чем для образцов, облученных дозой 10^{17} ион/см². Однако отжиг образцов до температуры $T = 1200$ К не приводит к полному восстановлению нарушенного слоя. Эти результаты согласуются с данными оптических исследований [2].

4. Определение состава ионно-имплантированных слоев кристаллов MgO методом резерфордовского и резонансного обратного рассеяния (РезОР)

Как указывалось ранее, одним из эффектов воздействия ионного облучения, самым кардинальным образом влияющим на свойства диэлектрика, является нарушение стехиометрии состава ионно-облученных слоев. В связи с этим особое значение приобретают данные, касающиеся изменения состава диэлектриков в результате ионной бомбардировки, т.е. возникает проблема измерения концентрации легких элементов, прежде всего кислорода и магния в ионно-модифицированном слое кристаллов MgO. Эти данные были получены методом РОР и РезОР ионов гелия ^4He .

В резонансных методах используется упругое ядерное рассеяние, функция возбуждения (зависимость сечения от энергии) которого обладает резонансной структурой, причем в энергетической зависимости сечения возможно наличие как изолированного, узкого и высокого пика, так и широкого пика. Как правило, сечение резонансного рассеяния в 2–3 раза, а иногда на 2–3 порядка, выше, чем сечение резерфордовского рассеяния. Это обстоятельство позволяет определять интегральное содержание и профиль концентрации атомов с массой, меньшей массы атомов матрицы, что и нашло применение, например, при анализе углерода, азота и кислорода в образцах среднего и тяжелого атомного состава [3]. Отметим также, что наибольшей величины сечение резонансного рассеяния достигает на углах, близких к 180° . Поэтому анализ с их помощью проводят в обратной геометрии. Профиль концентрации получают, измеряя выход рассеяния шаг за шагом, при энергии падающих частиц, равной и выше резонансной.

Для анализа легких элементов в поверхностных слоях материалов авторами работы [4] было предложено использовать метод резонансного обратного рассеяния высокоэнергетических ионов гелия (РезОР). Наиболее широко метод резонансного обратного рассеяния высокоэнергетических ионов гелия применялся для изучения содержания и профиля концентрации кислорода при анализе сверхпроводников на основе ниобия [4]. В ряде работ для определения профиля концентрации кислорода использовался изолированный резонанс при упругом рассеянии $^{16}\text{O}(\alpha, \alpha)^{16}\text{O}$ с $E_0 \approx 3,045$ МэВ [3]. Основное преимущество этого энергетического диапазона – получение полной информации о составе образца, так как сечение упругого рассеяния на ядрах более тяжелых элементов, начиная с Al, достаточно точно описывается известной формулой Резерфорда [3]. Таким образом, в этом случае один энергетический спектр обратнорассеянных частиц сочетает в себе как спектр РезОР для кислорода, так и спектр РОР для других элементов. Анализ литературных данных позволяет заключить, что область использования метода РезОР для анализа атомного состава многокомпонентных кислородсодержащих структур (МКС) заключена в интервале 2,3–17 МэВ для всех масс элементов периодической таблицы от $Z = 8$ до $Z = 82$.

При $E_0 > 2,3$ МэВ (область метода РезОР для анализа МКС) сечение рассеяния α -частиц на ядрах ^{16}O отличается от резерфордовского, функция возбуждения имеет сложный немонотонный характер с наличием изолированных резонансов, а в области углов $\theta \approx 180^\circ$ в угловых распределениях наблюдаются аномально высокие максимумы. Наиболее значимым является резонанс при $E_0 = 3,045$ МэВ. Этот резонанс в функции возбуждения упругого рассеяния $^{16}\text{O}(\alpha, \alpha)^{16}\text{O}$ предпочтительнее использовать для анализа структур, в состав которых входят элементы Mg, Al, Si. Для реализации метода РезОР необходимо использовать электростатические генераторы на энергию до 5 МэВ (ЭГ-5). Резонанс 3.045 МэВ ионов гелия использовался нами для исследования состава ионно-модифицированной поверхности кристаллов MgO (облучение ионами железа Fe^+ и алюминия Al^+). Эксперименты проводились на электростатическом генераторе ЭГ-5 с максимальной энергией 5 МэВ (ОИЯИ, г.Дубна).

В ионно-модифицированных слоях MgO методом РОР ионов гелия ^4He с энергией $E_0 = (1,8 - 3,2)$ МэВ измерены профили концентрации атомов магния и имплантированной примеси. В связи с низкой чувствительностью метода РОР к легким элементам профиль концентрации атомов кислорода измерен методом РезОР ионов ^4He с изменением энергии в диапазоне $E_0 = 3,0 - 3,2$ МэВ с использованием узкого резонанса $E_R = 3,045$ МэВ [4]. Ширина резонанса составляет 10 кэВ, а сечение в резонансе в 17 раз превышает резерфордовское.

Достоинство использования метода РезОР по сравнению с обычной методикой РОР заключается в том, что, во-первых, обеспечивается повышенная чувствительность из-за существенно большего сечения в резонансе и, во-вторых, более высокое разрешение по глубине из-за малой ширины самого резонанса. Сочетание этих двух методов в одном эксперименте показало свою высокую эффективность при исследовании основного состава ВТСП-керамик ($\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) и эпитаксиальных пленок гранатов ($\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ и $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$), а также позволило обнаружить в составе последних неконтролируемые в процессе выращивания примеси тяжелых элементов (Pb и Pt) [3].

С помощью методов с использованием обратного рассеяния, информацию о составе твердого тела и о концентрации примесных атомов в них извлекают из энергетических спектров обратнорассеянных (ЭСОР) частиц. На рис. 6 приведены экспериментальные ЭСОР ионов ^4He , рассеянных на угол $167,5^\circ$ монокристаллом $\langle 100 \rangle \text{MgO}$, имплантированного ионами Fe (1э) и Al (2э). Разрешение спектрометрического тракта составляло 20 кэВ для альфа-частиц от ^{238}Pu с энергией 5,499 МэВ.

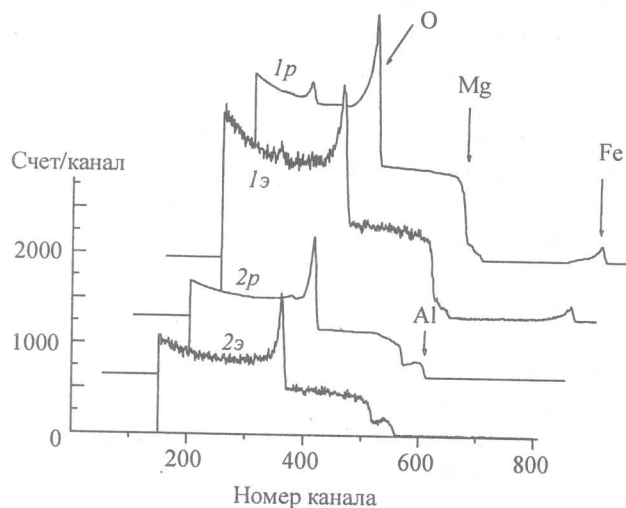


Рис. 6. Энергетические спектры обратнорассеянных ионов ^4He с начальной энергией $E_0 = 3,045$ МэВ от образцов $\text{MgO} \langle \text{Fe} \rangle$ (1э – экспериментальный, 1р – расчетный) и $\text{MgO} \langle \text{Al} \rangle$ (2э – экспериментальный, 2р – расчетный)

Из рис. 6 видно, что области, соответствующие рассеянию на ядрах атомов ^{16}O , Mg, Al и Fe, хорошо выделяются для энергии $E_0 = 3,045$ МэВ анализирующих ионов ^4He . Сечение упругого рассеяния на ядрах атомов Al, Mg и Fe аналитически описывается формулой Резерфорда с поправкой на экранирование, так как кулоновский барьер имеет значение выше энергии падающих ионов.

Сечение рассеяния ионов ^4He на ядрах атомов ^{16}O носит уже нерезерфордовский характер, о чем свидетельствует форма соответствующей области спектра. Для обработки экспериментальных данных использовался компьютерный анализ спектров, в основе которого лежит методика моделирования ЭСОР для заданных параметров модели образца и последующего его сравнения с экспериментальным по критерию совпадения площади как на отдельных выделенных участках, так и в области перекрывающихся участков спектра [3]. На рис.6 также приведены

расчетные энергетические спектры (1р, 2р), соответствующие экспериментальным ЭСОР (1э, 2э). Получено хорошее согласие рассчитанных и экспериментальных энергетических спектров: критерий совпадения площадей 0,5%, а величина стандартного отклонения, характеризующая степень близости формы моделированного и экспериментального спектров, оказалась не хуже $5 \cdot 10^{-3}$.

Из экспериментальных ЭСОР, подобных приведенным на рис.6 и полученных при изменении энергии анализирующего пучка ионов He в пределах от 3 до 3,2 МэВ, рассчитывались распределения (профили) атомов, входящих в состав рассматриваемых образцов [4]. Полученные результаты представлены на рис. 7. Сравнение профилей показывает, что в результате ионного облучения происходит преимущественное убывание кислорода (не зависящее от сорта и дозы внедряемых ионов), приводящее к отклонению от стехиометрии основного состава приповерхностных слоев исследованных кристаллов. Так, при внедрении ионов Fe в поверхностной области концентрация атомов ^{16}O составляет 15 ат.%, а Mg – 30 ат.%. При внедрении Al эти значения составляют 7,5 и 15 ат.% соответственно. Доказательством того, что изменение основного состава образцов связано с внедрением ионов, являет-

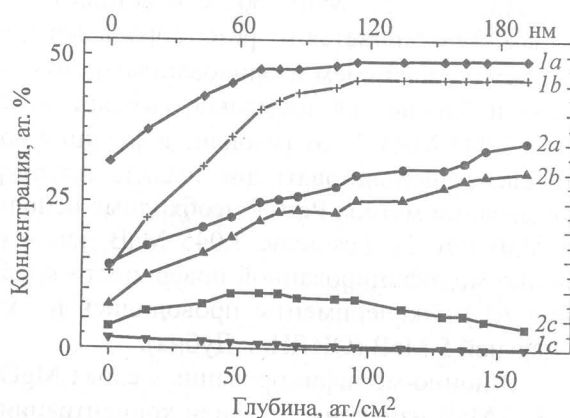


Рис.7. Распределение атомов по глубине приповерхностного слоя в образцах MgO , имплантированных ионами Fe ($E = 70$ кэВ, $D = 10^{16}$ ион/см 2): 1а – Mg, 1б – O, 1с – Fe; ионами Al ($E = 60$ кэВ, $D = 10^{17}$ ион/см 2): 2а – Mg, 2б – O, 2с – Al

ся разная толщина наблюдаемого обедненного слоя. Это объясняется тем, что при одной и той же энергии внедряемых ионов Fe и Al последние (кривая 2с) проникают в кристалл на глубину, более чем в 2 раза превышающую глубину внедрения первых (кривая 1с). Отметим также и тот факт, что внедрение более легких ионов Al приводит к большему обеднению атомами кислорода и магния модифицированного слоя, чем имплантация тяжелых атомов Fe.

Таким образом, использование методов РОР и РезОР ионов гелия с энергией $E_0 = (1,8 - 3,2)$ МэВ позволило определить изменение основного состава поверхностных слоев кристаллов $<100>$ MgO, модифицированных внедрением ионов Fe и Al.

Приведенные результаты позволяют сделать следующие выводы:

1. Методом РОР/К показано, что ионное облучение не приводит к аморфизации MgO.
2. В ионно-облученных слоях наблюдаются преимущественно точечные дефекты – смещенные в междоузлия атомы магния и кислорода.
3. Глубина дефектного слоя зависит от дозы ионного облучения. При дозе облучения $1 \cdot 10^{17}$ ион/см² глубина дефектного слоя по меньшей мере в 2 раза выше, чем при дозе облучения $1 \cdot 10^{16}$ ион/см².
4. Вакуумный отжиг до 1200 К не оказывает никакого влияния на дефектное состояние ионно-модифицированных слоев MgO.
5. Заметные изменения в спектрах обратнорассеянных частиц наблюдаются только лишь при отжиге ионно-модифицированных слоев MgO на воздухе при температуре выше 780 К. Полного восстановления структуры нарушенного слоя не происходит даже при повышении температуры отжига на воздухе до 1300 К.
6. Ионное облучение кристаллов MgO приводит к нарушению стехиометрии состава ионно-облученных слоев кристаллов как по магнию, так и по кислороду.
7. Результатом ионного облучения является преимущественное убывание кислорода (не зависящее от сорта внедряемых ионов), приводящее к отклонению от стехиометрии основного состава приповерхностных слоев исследованных кристаллов.
8. Внедрение более легких ионов алюминия Al^+ приводит к большему обеднению атомами кислорода и магния модифицированного слоя, чем имплантация более тяжелых ионов Fe.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Pichugin V.F., Feodorov A.N., Shmyrin A.I. // Phys. Res. – 1989. – V. 13. – P. 337–339.
2. Pichugin V.F., Frangulian T.S., Kryuchkov Yu.Yu., Feodorov A.N., Riabchikov A.I. // Nucl. Instr. & Meth. – 1993. – V.B80/81. – P.1203–1206.
3. Крючков Ю.Ю., Чернов И.П. // Итоги науки и техники, серия Пучки заряженных частиц и твердое тело. Т.2. Ионные пучки, прикладные аспекты. – 1990. – С.74–151.
4. Заводчиков В.М., Крючков Ю.Ю., Пичугин В.Ф., Сохорева В.В. и др. // Письма в ЖТФ. – 1996. – Т. 22. – №1. – С.7–11.
5. Ziegler J.F., Biersack J.P., Littmark K. // Stopping and ranges of ions in Matter. – New York: Pergamon Press, 1985.