

КЕЛТ-2019

КОНФЕРЕНЦИЯ с международным участием «Электронно-лучевые ТЕХНОЛОГИИ»



Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт проблем технологии микроэлектроники и
особочистых материалов РАН

Акционерное общество
«Научно-исследовательский институт молекулярной электроники»

Конференция с международным участием
«Электронно-лучевые технологии»
КЭЛТ - 2019

30 сентября – 3 октября 2019 г.

Тезисы докладов

Черноголовка 2019

ББК 32.844.1

К64

УДК 537.533.35

К64 Конференция с международным участием «Электронно-лучевые технологии» КЭЛТ-2019.
Тезисы докладов – Черногловка, «Богородский печатник», 2019, 176 с.

Организационный комитет

Красников Г.Я. - акад. РАН,
АО «НИИМЭ», г. Москва, Зеленоград - сопредседатель

Рощупкин Д.В. - д-р физ.-мат. наук,
ИПТМ РАН, г. Черноголовка - сопредседатель

Горнев Е.С. - д-р техн. наук,
АО «НИИМЭ», г. Москва, Зеленоград - заместитель председателя

Члены Оргкомитета

Бородин А.В. - д-р техн. наук, ФГУП ЭЗАН, г. Черноголовка

Казьмирук В.В. - канд. физ.-мат. наук, ИПТМ РАН, г. Черноголовка

Латышев А.В. - акад. РАН, ИФП СО РАН, г. Новосибирск

Лукичев В.Ф. - чл.-кор. РАН, ФТИАН, г. Москва

Никитов С.А. - чл.-кор. РАН, ИРЭ РАН, г. Москва

Осипов Н.А. - ИПТМ РАН, г. Черноголовка

Чаплыгин Ю.А. - акад. РАН, МИЭТ, г. Москва, Зеленоград

Программный комитет

Якимов Е. Б. - д-р физ.-мат. наук, ИПТМ РАН, г. Черноголовка -
председатель

Николайчик В.И. - д-р физ.-мат. наук, ИПТМ РАН, г. Черноголовка -
заместитель председателя

Члены программного комитета

Боргарт Н.И. - д-р физ.-мат. наук, НИУ МИЭТ, г. Москва, Зеленоград

Кальнов В.А. - канд. техн. наук, ФТИАН, г. Москва

Князев М.А. - канд. физ.-мат. наук, ИПТМ РАН, г. Черноголовка

Мальцев П.П. - д-р техн. наук, ИСВЧПЭ РАН, Москва

Рау Э.И. - д-р физ.-мат. наук, МГУ, г. Москва

Толстихина А.Л. - д-р физ.-мат. наук,
ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, г. Москва

Содержание

Секция 1. Характеризация полупроводниковых материалов и структур

Исследование температурной зависимости размеров дислокационных розеток в GaN методом катодолюминесценции П.С. Вергелес, В.И. Орлов, Е.Б. Якимов	17
Гексагональный политип кремния Si-IV. ТЕМ и АСМ микроскопия. В.Г. Еременко	18
Исследование процессов накопления заряда в пленках SiO_2 и Si_3N_4 под воздействием низкоэнергетичного электронного пучка, ЭЦР водородной плазмы и облучения высокоэнергетичными частицами С.В. Ковешников, О.А. Солтанович, М.А. Князев, А.В. Ковальчук, Ю.А. Коржов, С.И. Коденцев, А.С. Россов, С.В. Нефедьев, С.Ю. Шаповал	19
Влияние геттерирования и термических обработок на температурную зависимость дислокационной люминесценции в ионно-имплантированном кремнии А.Н. Терещенко, М.А. Хорошева, Д.С. Королев, А.А. Никольская, А.Н. Михайлов, А.И. Белов, Д.И. Тетельбаум.	20
Исследование кристаллов Ga_2O_3 методом катодолюминесценции Е.Б. Якимов.	21
Исследование дефектов упаковки в 4H-SiC, введенных при облучении электронным пучком Е.Е. Якимов, Е.Б. Якимов	22
Получение и рентгенографические исследования твёрдых растворов системы $\text{Cu}_2\text{ZnGe}_x\text{Si}_{1-x}\text{Se}_4$ А.У. Шелег, В.Г. Гуртовой, В.Ф. Гременок, Т.В. Петлицкая, Г.Ф. Новиков, Е.В. Рабенко, В.В. Ракитин	23
Атомно-силовая и электронная микроскопия монокристаллических пленок висмута и твердого раствора висмут-сурьма В.М. Грабов, Е.В. Демидов, В.А. Комаров, А.В. Суслов, М.В. Суслов	24
Исследование методом СЭМ пленок политетрафторэтилена, наполненных малослойными графитовыми нанопластинками Н.Н. Дремова, А.В. Мележик, Е.Н. Кабачков, Н.В. Лысков, А.Г. Ткачев, Ю.М. Шульга	25
ВФХ характеристики МДП структур с оксидом кремния, облученных в РЭМ электронами с энергией 3 кВ и 5 кВ М.А. Князев, Д.М. Седловец, О.А. Солтанович, С.В. Ковешников	26
Исследование влияния облучения низкоэнергетичным электронным пучком на вольт-фарадные характеристики SiO_2 Ю.О. Куланчиков, П.С. Вергелес, Е.Б. Якимов.	27
Исследование структуры плёнок ИТО, полученных методом термического распыления Д.С. Куманькин, К.Н. Ницев, С.Н. Ушаков, М.А. Усламина, Б.Н. Денисов, П.С. Петров, В.П. Мишкин, Е.Н. Лютова	28
Использование EBIC, LBIC и DLTS методов для изучения электрической активности протяженных дефектов в кремнии В.И. Орлов, О.А. Солтанович, О.В. Феклисова, Н.А. Ярыкин, Е.Б. Якимов.	29

Исследование кремния, имплантированного ионами цинка и кислорода и отожженного в вакууме при повышенных температурах В.В. Привезенцев, А.Н. Палагушкин, В.С. Куликаускас, В.И. Зиненко, О.С. Зилова, А.А. Бурмистров, Д.А. Киселев, Т.С. Ильина, А.Н. Терещенко	30
Исследование переходного слоя на границах раздела кремний-стекловидный диэлектрик-кремний чипа микромеханического тензопреобразователя Л.В. Соколов	31
Влияние времени селенизации на формирование морфологии тонких пленок $Cu_2ZnSnSe_4$, осажденных на гибкой металлической подложке А.В. Станчик, В.Ф. Гременок, С.М. Барайшук	32
Исследование особенностей электрической активности следов за дислокациями в кремнии методами EBIC, LBIC и DLTS В.И. Орлов, О.В. Феклисова, Е.Б. Якимов	33
Новый метод описания диэлектрических спектров нелинейных диэлектриков Ю.И. Юрасов, А.В. Назаренко	34

Секция 2. Характеризация материалов и структур методами ПЭМ

Просвечивающая электронная микроскопия магнитных наноструктур С.А. Гусев, Ю.В. Петров, Д.А. Татарский, А.Л. Чувиллин	37
Микроскопия в исследовании гетероструктурных нанопроволок, полученных методом матричного синтеза И.М. Долуденко, О.М. Жигалина, В.М. Каневский, Д.Л. Загорский, С.А. Бедин, В.В. Артёмов, Д.Н. Хмеленин, И.М. Иванов	38
Преимущества различных электронно-дифракционных методов при структурной диагностике политипов М.Г. Кязумов, Л.В. Рустамова	39
Электронно-микроскопическое исследование наноразмерных частиц диоксида титана В.И. Николайчик, И.И. Ходос, О.И. Тимаева, Г.М. Кузьмичева	40
Прецизионное определение расстояния между слоями графена методом высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии А.С. Приходько, Н.И. Боргардт, М. Neilmann, J.M.J. Lopes	41
Аналитическая электронная микроскопия биогенных наночастиц диоксида урана: экспериментальные данные и моделирование Е.И. Суворова	42
Управление магнитными свойствами многослойных структур на основе Co и их характеристика методами ПЭМ Д.А. Татарский, Н.С. Гусев, М.В. Сапожников, А.Л. Чувиллин, С.А. Гусев	43
Характеризация структуры пленок Li-Nb-O, нанесенных в процессе ВЧМР или ИЛР Е.К. Белоногов, В.А. Дыбов, В.М. Иевлев, С.В. Канькин, Д.В. Сериков, А.В. Ситников, М.П. Сумец	44
Аккомодация структуры чистой меди М 1 в течение РКУП Н.В. Землякова, С.О. Рогачев	45
Особенности структуры и состава поверхностных образований в эпитаксиальных пленках $Ge_3Sb_2Te_6$ по данным электронной микроскопии Ю.С. Зыбина, А.С. Приходько, Н.И. Боргардт, E. Zallo, R. Calarco	46

Атомная структура тонких нанопроволок Bi Ю.А. Касумов, В.Т. Волков, И.И. Ходос, А.Ю. Касумов	47
Влияние высокотемпературного отжига на валентное состояние ионов Ce и механические свойства кристаллов $(\text{ZrO}_2)_{0.972}(\text{Y}_2\text{O}_3)_{0.02}(\text{CeO}_2)_{0.008}$ Ф.О. Милович, А.В. Кулебякин, И.Е. Курицина, Н.В. Сидорова, Н.Ю. Шульга, И.В. Яцык	48
Исследование структуры металлматричных композитов с наноразмерными упрочняющими частицами, полученными с применением наноалмазов, методами просвечивающей электронной микроскопии В.А. Попов, И.И. Ходос, М.Н. Ковальчук, Е.В. Вершинина	49
Исследование влияния на интенсивность электронов с характеристическими потерями энергии глубины залегания атома кремния в кристалле германия при разной его толщине Н.В. Рудич, А.В. Зыков, Н.И. Боргардт	50
Количественная характеристика зерен в слое LT-GaAs методами просвечивающей растровой электронной микроскопии В.А. Сазонов, В.Н. Кукин, Н.И. Боргардт, И.П. Казаков	51
Исследование поперечного среза буферных слоев, используемых для создания светоизлучающих структур на основе полупроводников A_3B_5 на радиационно-стойких подложках А.А. Сушков, Д.А. Павлов, В.Г. Шенгуров, С.А. Денисов, В.Ю. Чалков, Н.В. Байдусь, А.В. Рыков, Р.Н. Крюков	52
Исследование поперечного среза слоя Ge с гексагональной фазой на подложке $\text{Si}(001)$ Р.И. Муртазин, Д.А. Павлов, А.А. Сушков, Н.О. Кривулин, Е.С. Кочугова	53
Нано-трубки, рельсы, пластинки-хлопья образцов Ti-Se под воздействием электронного пучка в ПЭМ В.Ю. Колосов, А.Н. Титов, А.А. Юшков, Н.Ю. Елисеева	54

Секция 3. Характеризация материалов и структур методами РЭМ

Исследование перераспределения элементов в области воздействия лазерного излучения в водной среде методом электронной Оже-спектроскопии Д.А. Подгорный, М.В. Конюхов, А.С. Быков, К.А. Щербаков, Е.С. Шитова, Э.Р. Нурбакиева, П.В. Болотова	57
Характеризация структур на основе пористого кремния и графена методами РЭМ и сорбометрии Е.А. Гостева, В.В. Старков, А.О. Белорус, Д.М. Седловец	58
Двухпоточная модель обратного рассеяния моноэнергетического пучка электронов: приложение к задачам диагностики тонкопленочных структур Н.Н. Михеев	59
Особенности формирования морфологии поверхности напыленных пленок Zn В.А. Полищук, В.В. Томаев	60
РЭМ-анализ влияния содержания ионообменника на структурные характеристики мембран Ralex CM Pes Э.М. Акберова, В.И. Васильева, Д.В. Костылев	61

Морфологические особенности полученного из электролита с добавкой УДА анодного оксида алюминия И.В. Гасенкова, И.М. Андрухович	62
Морфология пористых пленок, сформированных из полианионной целлюлозы Н.М. Антонова, Е.Ю. Хаустова, А.С. Пузанова	63
Исследования электрофизических свойств биомиметических материалов в YMD- режиме: визуализация профилей зарядки и изопотенциальных линий О.В. Градов, М.А. Градова, П.Л. Александров, А.В. Ратновская	64
Crystal structure and morphological properties of Cu_2SnS_3 thin films prepared by sulfurization process Е.Р. Zaretskaya, V.F. Gremenok, V.A. Ivanoy, A.N. Pyatlitski, N. Akcaу, S. Özçelik	65
Влияние электрической дуги на структуру и фазовый состав рабочего слоя электроконтактов на основе серебра, дисперсноупрочненных нанопорошками оксидов Г.М. Зеер, Е.Г. Зеленкова, С.В. Николаев, В.В. Белецкий, О.Н. Ледяева, В.В. Колот	66
Применение метода дифракции отраженных электронов РЭМ при исследовании произведений искусства И.Ф. Кадикова, М.В. Лукашова, Т.В. Юрьева, А.А. Кудрявцев, В.А. Юрьев.	67
Определение плоскости фокусировки пучка в РЭМ по зависимости контраста сигнала от потенциала фокусирующего электрода В.В. Казьмирук, И.Г. Курганов, А.А. Подкопаев, Т.Н. Савицкая	68
Жаропрочные композитные волокна, полученные из исходных оксидов алюминия, кальция и иттрия В.М. Кийко, Н.И. Новохатская	69
Слоистые композиты с оксидными композитными пластинами и молибденовой матрицей В.М. Кийко	70
Структура и прочность оксидных волокон, содержащих гексаалюминаты бария и лантана В.М. Кийко	71
Структура слоисто-волокнистого композита на основе ниобия и волокон сапфира В.М. Кийко, В.П. Коржов, В.Н. Курлов, К.А. Хвостунков.	72
Подтверждение особенностей механизма фазового перехода в замещенных $Ca_3(PO_4)_2$ методом РЭМ А.В. Кнотько, Р. Мардонова	73
Тонкий фазовый анализ слоистой структуры композитов, полученной растровой электронной микроскопией, с помощью компьютерных технологий В.П. Коржов, И.С. Желтякова	74
Оптимизация электронно-оптической системы низковольтного РЭМ В.В. Казьмирук, И.Г. Курганов, Т.Н. Савицкая	75
Вариация электронной эмиссии из рельефной структуры под действием электронного пучка низковольтного РЭМ Ю.В. Ларионов, Ю.В. Озерин	76
Морфология, состав и структура архитектурной керамики Р.В. Лобзова, О.В. Каримова, Л.О. Магазина	77

Подсчёт микрочастиц, осажденных на подложку, по их изображениям, полученным в РЭМ-РМА, и их микроанализ В.Г. Дюков, М.В. Ломакин, А.В. Саталина, В.А. Стебельков	78
Использование СЭМ в изучении адаптивных реакции растений <i>Malus domestica</i> Bork С.М. Мотылева	79
Изучение морфологии и элементного состава алюминиевых сплавов методами СЭМ Т.И. Муравьева, И.В. Шкалей	80
Исследование структуры слоев, полученных методом электронно-лучевой наплавки А.А. Никулина, Т.С. Буренкова, А.Г. Тюрин, А.С. Федорино, С.С. Усачева, А.И. Волокитин	81
Применение растровой электронной микроскопии высокого разрешения для исследования распределения наноразмерных упрочняющих частиц в композиционных материалах В.А. Попов, М.Н. Ковальчук	82
Возможности микрокатолюминесцентной спектроскопии РЭМ при исследовании художественных материалов И.Ф. Кадикова, С.А. Малыхин, Е.Ю. Рогаткина, Е.А. Морозова, И.Б. Афанасьев, В.А. Юрьев	83
Применение методов РЭМ и РСМА для исследования структуры полимер-полимерных композитов на основе поликарбамидов Н.В. Садовская, Р.С. Хатипов, С.А. Серов, С.А. Хатипов	84
Подготовка и характеристика поверхности подложек (100)SrLaGaO ₄ для выращивания а-ориентированных сверхпроводящих пленок YBa ₂ Cu ₃ O ₇ Е.А. Степанцов	85
О некоторых возможностях использования электронно-лучевых технологий для изучения влияния магнитоимпульсной обработки на структуру и свойства цементного камня А.Л. Сибирев, М.Н. Шипко, М.А. Степович, А.А. Вирюс, М.В. Акулова, А.Н. Стрельников, Н.Ф. Косенко	86
Растровая электронная и атомная силовая микроскопия аморфных сплавов системы Al-Fe-Ni-La, подвергнутых магнитоимпульсной обработке М.Н. Шипко, Н.Д. Бахтеева, А.А. Вирюс, Т.П. Каминская, В.В. Коровушкин, А.Г. Савченко, М.А. Степович, Е.С. Савченко, Е.В. Тодорова	87
Сопоставление результатов 2D- и 3D-моделирования для оценки характеристик возбуждения рентгеновского излучения под воздействием электронного зонда В.В. Татаринов, А.С. Кузаков, А.С. Макшаков	88
Оценка пространственного разрешения рентгеноспектрального микроанализа с электронным зондом при определении элементов по линиям K- и L-серий В.В. Татаринов, А.С. Кузаков, А.С. Макшаков	89
Оптические и структурные свойства пленок Zn и ZnO В.В. Томаев, В.А. Полищук, Т.А. Вартамян, Н.Б. Леонов, Е.А. Васильев, Е.Н. Борисов	90
Микроморфологические исследования каолинита в гидротермальных глинах термальных полей южной Камчатки М.С. Чернов, В.Н. Соколов, В.В. Крупская, Р.А. Кузнецов	91
Спектроскопия микрокатолюминесценции исторического стекла Т.В. Юрьева, И.Ф. Кадикова, С.А. Малыхин, В.А. Юрьев	92
Наноструктуризация и исследование поверхности титана В.А. Янкин, Е.А. Гостева, В.В. Старков	93

Секция 4. Сканирующая зондовая микроскопия, зондовая нанолитография и спектроскопия

Создание доменных структур в кристаллах $\text{Sr}_x\text{Ba}_{1-x}\text{Nb}_2\text{O}_6$ методом электронного облучения Я.В. Боднарчук, Р.В. Гайнутдинов, Т.Р. Волк, Л.С. Коханчик, Е.Б. Якимов, Л.И. Ивлева	97
Особенности совмещения СЭМ-СЗМ А.О. Голубок, О.М. Горбенко, И.Д. Сапожников, М.Л. Фельштын	98
Диагностика алюмооксидных нанопористых мембран методом атомно-силовой микроскопии А.Н. Кокатев, С.Г. Васильев, Н.М. Яковлева, К.В. Степанова	99
Сканирующая емкостная силовая микроскопия в исследовании модулированных примесью сегнетоэлектрических структур А.Л. Толстихина	100
АСМ-исследование новых суперпротонных кристаллов $(\text{K}_{0.43}(\text{NH}_4)_{0.57})_3\text{H}(\text{SO}_4)_2$ А.Л. Толстихина, Р.В. Гайнутдинов, Е.В. Селезнева, И.П. Макарова	101
Исследования морфологии и магнитных свойств островковых метаматериалов с применением атомно-силовой и магнитно -силовой микроскопии А.В. Черных, Л.А. Фомин, В.А. Березин, Б.А. Логинов, А.Б. Логинов	102
СТМ/СТС-исследования электронной структуры нанополос графена на поверхности SiC(001) А.Н. Чайка, В. Walls, O.V. Molodtsova, H.-C. Wu, M.-C. Hsu, T.-W. Huang, C.-R. Chang, K. Zhussupbekov, I.V. Shvets, В.Ю. Аристов	103
О фрактальных структурах в пленках никеля и меди Д.В. Иванов, А.С. Антонов, В.С. Мясниченко, М.С. Афанасьев, Н.Ю. Сдобняков	104
Исследование селен- и серебросодержащих биоактивных наносистем методом АСМ С.В. Валуева, М.Э. Вылегжанина	105
Морфологические особенности композиционных полиимидных пленок для первапорационных мембран Г.Н. Губанова, М.Э. Вылегжанина	106
Исследование влияния деформации на резистивные свойства углеродных нанотрубок методами атомно-силовой микроскопии А.В. Гурьянов, М.В. Ильина, О.И. Ильин, О.А. Агеев	107
Влияние отжига на структуру нанотрубчатого оксида титана А.Н. Кокатев, К.В. Степанова, Н.М. Яковлева, Х. Петтерссен	108
Криохимический синтез и исследование морфологии поверхности полимерных нанокомпозитов ППК–PbS, ППК–CdS и ППК–S Е.П. Криничная, О.П. Иванова, С.А. Завьялов, Т.С. Журавлева	109
Исследование поверхности наноструктурированных пленок дисульфида молибдена, интеркалированного органическими и неорганическими соединениями Е.П. Криничная, О.П. Иванова, А.С. Голубь, Н.Д. Лененко, Т.С. Журавлева	110
Особенности морфологии и структуры тонких пленок кремния А.В. Новак, В.Р. Новак, Д.И. Смирнов, А.В. Румянцев	111
Параметры локального оксидирования зондовыми методами слоистого полупроводникового кристалла GaSe. Р.А. Ибрагимов, А.А. Сафарзаде	112

О механизмах формирования фрактальных структур в металлических пленках на диэлектрических подложках Н.Ю. Сдобняков, Д.В. Иванов, А.С. Антонов, В.С. Мясниченко, М.С. Афанасьев, С.С. Богданов	113
Методы зондовой микроскопии в изучении морфологии и магнитных свойств нанопроволок Д.А. Черкасов, Д.А. Бизяев, Д.В. Панов, И.М. Долуденко, Д.Л. Загорский, А.А. Бухараев, А.В. Анкудинов	114
Магнитная силовая микроскопия тонких плёнок пермаллоя при помощи «двухрезонансного» пьезоэлектрического датчика силы А.П. Черкун	115
Использование различных методов микроскопии при исследовании морозостойких резин О.О. Щербакова, Д.Л. Загорский, В.А. Лапицкая	116
Исследование структуры и механических характеристик Li-ионопроводящей керамики $Li_{3x}La_{2/3-x}TiO_3$ методами сканирующей электронной и зондовой микроскопии О.Б. Щербина, Г.Б. Куншина, В.В. Ефремов	117

Секция 5. Электронная и ионная литографии

Surface modification on $MoO_{2+x}/Mo(110)$ induced by a local electric potential K. Walshe, S.I. Bozhko, N. Tulina, B. Walls, O. Lubben, B.E. Murphy, V. Bozhko, I.V. Shvets	121
Ионная литография полимерных слоев, ориентирующих жидкокристаллические метаповерхности В.В. Артемов, А.А. Ежов, Р.В. Гайнутдинов, Д.Н. Хмеленин, М.В. Горкунов	122
Формирование микро- и наноструктур методом фокусированного ионного пучка Н.И. Боргардт, А.В. Румянцев	123
Субмикронные неорганические маски для создания сверхпроводящих наноструктур с джозефсоновскими переходами В.Л. Гуртовой, С.Б. Изъюров, И.Н. Храпач, О.В. Астафьев	124
Ионная литография: сравнение поглощенной энергии и скорости травления резиста с электронной литографией Я.Л. Шабельникова, С.И. Зайцев, А.А. Свинцов	125
Локализация роста углеродных нанотрубок методом фокусированных ионных пучков О.И. Ильин, Н.Н. Рудык, М.В. Ильина, А.В. Гурьянов, А.А. Федотов	126
FIB-стимулированное переосаждение А.А. Иржак, В. Ло	127
Развитие методов электронно-лучевой литографии для создания периодических рентгеновских дифракционных решеток с эффектом «блеска» М.А. Князев, А.А. Свинцов	128
Использование кодов Баркера для повышения точности совмещения и сшивки полей экспонирования в электронно-лучевой литографии В.В. Казьмирук, А.А. Подкопаев, Т.Н. Савицкая	129

Оптимизация метода функций уровня для моделирования микро- и наноструктур, формируемых методом фокусированного ионного пучка А.В. Румянцев, Н.И. Боргардт	130
Расчет миниатюрной формирующей линзы высоковольтного электронного литографа В.В. Казьмирук, И.Г. Курганов, А.А. Подкопаев, Т.Н. Савицкая	131
Измерение размера пучка в электронной литографии С.И. Зайцев, М.А. Князев, А.А. Свинцов	132

Секция 6. Электронно - лучевые технологии: создание микро- и наноструктур, 3D печать, электронно-лучевая сварка, электронно-лучевая плавка

Зависимость показателя твёрдости плёнок золота и меди от условий получения С.А. Шарко, Е.Н. Галенко	135
Применение 3D фемтосекундной лазерной литографии для технологических процессов в микроэлектронике и для технологии метаматериалов А.В. Ковальчук, Е.А. Полушкин, А.А. Деменев, С.Ю. Шаповал	136
Локальный отжиг е-пучком, ПЭМ и in situ исследования точек кристаллизации, формируемых в аморфных плёнках В.Ю. Колосов	137
Электронно-лучевая запись периодических доменных структур в оптических волноводах на ниобате лития для реализации квази-синхронного преобразования лазерного излучения Л.С. оханчик, С.М. Шандаров, Т.Р. Волк	138
Влияние СВЧ облучения на электрические характеристики плёнок меди и золота Е.Н. Галенко, С.А. Шарко	139
Микроструктура и свойства сплава Ti-6Al-4V, полученного по технологии СЭЛП Л.Е. Афанасьева	140
Синтез ZnO и AlN на SiO ₂ /Si, предварительно экспонированном электронами А.В. Зотов, Д.М. Седловец, М.А. Князев, М.В. Еставфьева	141
Прямая электронно-лучевая запись доменов в сегнетоэлектрических кристаллах Sr _x Ba _{1-x} Nb ₂ O ₆ (x=0,61) Л.С. Куханчик, Я.В. Боднарчук, Т.Р. Волк, Е.Б. Якимов	142
Формирование однородных по толщине кремниево-германиевых структур методом молекулярно-лучевой эпитаксии Д.А. Павлов, Е.С. Кочугова, Н.О. Кривулин	143
Управление током электронно-лучевой сварки посредством регулирования мощности лазерного подогрева катода. М.Ю. Косачев, Э.А. Купер, В.В. Репков, Ю.И. Семенов, А.А. Старостенко, А.С. Цыганов	144
Создание упорядоченных дисков Ge на поверхности SiO ₂ Д.Е. Уткин, А.А. Шкляев	145
Формирование автоэмиссионных нанокатодов методом фокусированных ионных пучков Н.А. Шандыба, И.В. Панченко, А.С. Коломийцев, С.А. Лисицын	146

Секция 7. Новые материалы для микроэлектроники

Структура и фотоэлектрические свойства гипердопированных металлами слоёв кремния Р.И. Баталов, Р.М. Баязитов, И.А. Файзрахманов, Н.М. Лядов, Р.И. Хайбуллин, А.И. Гумаров	149
Получение методом электроимпульсного плазменного спекания и исследование свойств нового функционального наноматериала, содержащего наночастицы Si в матрице SiO ₂ М.В. Дорохин, М.В. Ведь, П.Б. Дёмина, Ю.М. Кузнецов, И.В. Ерофеева, М.С. Болдин, Е.А. Ланцев, А.А. Попов, А.В. Боряков	150
Разработка многоколонного электронного литографа для производства шаблонов КМОП СБИС с технологической нормой 65 нм В.В. Казьмирук, И.Г. Курганов, А.А. Подкопаев, Т.Н. Савицкая	151
Структура и свойства турбостратного мультислойного графена, синтезированного на пленках железа О.В. Кононенко, В.Н. Матвеев, В.И. Левашов, И.И. Ходос, О.В. Трофимов	152
RE-ТМ микропровода с бистабильным переключением О.В. Коплак, Р.Б. Моргунов	153
Создание спин-инжекторного источника терагерцового излучения на основе массива нанопроволок из ферритмагнитных металлов. А.С. Шаталов, Д.А. Черкасов, Д.Л. Загорский, А.Э. Муслимов, В.М. Каневский, С.Г. Чигарев	154
Исследование влияния напряженного состояния микропроводов при их деформации in situ на магнитную доменную структуру О.И. Аксенов, А.С. Аронин	155
Формирование сверхструктуры в эпитаксиальных пленках TIn _{1-x} Sn _x S ₂ М.М. Панахов, Н.Ф. Гахраманов, Э.Ш. Алекперов, А.М. Назаров, С.С. Фарзалиев	156
Исследование дефектов структур GaAs/Ge/Si методом наведенного тока в РЭМ П.С. Вергелес, А.В. Рыков, М.Ф. Аристова, А.В. Здравейцев, В.А. Ковальский, М.В. Дорохин, В.Г. Шенгуров, С.А. Денисов	157
Метод канонических корреляций в диагностике фазового состава тонких пленок оксида церия на кремнии по оже-спектрам В.Г. Бешенков, А.Г. Знаменский, В.А. Марченко, В.И. Николайчик	158
Определение состояния поверхности полиэфирэфиркетона после обработки ионными и атомными пучками по РФЭС спектрам C1s методом главных компонент в двойственной постановке В.Г. Бешенков, С.М. Пестов	159
Никелевые контакты с низким переходным сопротивлением Е.И. Бубликов, В.И. Кулинич, В.В. Рыбалко	160
Синтез и микроскопия тонких пленок со структурой шпинели на сапфировых подложках А.В. Буташин, А.Э. Муслимов, А.Ш. Асваров, Л.А. Задорожная, А.С. Лавриков, В.М. Каневский	161
Функционализация пористого кремния наночастицами различного типа В.Л. Кошевой, А.О. Белорус, А.С. Леншин	162

Использование метода масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой и лазерной абляцией в технологии получения легированной самарием шихты танталата лития С.М. Маслобоева, И.Р. Елизарова	163
Гексаалюминат лантана-магния – новый подложечный материал А.В. Буташин, А.Э. Муслимов, А.Ш. Асваров, В.М. Каневский	164
Исследование люминесценции оксифторидных стекл для применения их в качестве чувствительного элемента датчика искры И.М. Плешанов, А.О. Белорус, А.А. Васильченко, А.М. Урядышева, Д.С. Агафонова	165
Низкотемпературное формирование пленок силицидов платины на поверхности поли-Si К.В. Чиж, Л.В. Арапкина, Д.Б. Ставровский, В.П. Дубков, С.А. Миронов, В.М. Сенков, И.В. Пиршин, П.И. Гайдук, В.А. Юрьев	166

Секция 8. Характеризация материалов и структур методами рентгеновской микроскопии

Рентгеновские дифракционные методы для исследований материалов и структур микро- и нанoeлектроники Д.В. Рощупкин, Д.В. Иржак	169
Совместная обработка и представление данных разнотипных измерений в задаче исследования микроструктур: этапы, методы, решения М.В. Чукалина	170
Авторский указатель	171

Секция 1.
Характеризация полупроводниковых
материалов и структур

Исследование температурной зависимости размеров дислокационных розеток в GaN методом катодоллюминесценции

П.С. Вергелес¹, В.И. Орлов^{1,2}, Е.Б. Якимов¹

¹ ИПТМ РАН, 142432, г. Черноголовка, Московская область, ул. Академика Осипьяна, д. 6

² ИФТТ РАН, 142432, г. Черноголовка, Московская область, ул. Академика Осипьяна, д. 2

Широкое применение нитридов третьей группы в микроэлектронике генерирует интерес к изучению механических свойств этих материалов, поскольку при проектировании и производстве рабочего элемента неизбежно будут возникать напряжения на контактах, а несколькими научными группами было установлено, что дислокации в GaN могут генерироваться и скользить при приложении напряжений уже при комнатной температуре [1-3]. Кроме того, в работах [4,5] было показано, что ростовые дислокации могут начать двигаться при комнатной температуре при инжекции электронов вследствие так называемого эффекта рекомбинационно-ускоренного скольжения дислокаций (REDG). В данной работе представлены результаты исследований оптических и рекомбинационных свойств свежевведенных дислокаций в тонких пленках и толстых кристаллах GaN при пластической деформации индентирования методами наведенного тока (НТ) и катодоллюминесценции (КЛ). Также была исследована зависимость размера дислокационной розетки от температуры индентирования.

В исследовании использовались тонкая латерально-зарощенная (ELOG) пленка, толщиной 6 мкм, тонкая пленка (4 мкм) и толстый свободный кристалл (450 мкм). Все образцы были n-типа и выращены вдоль направления (0001). Индентирование исследуемых структур осуществлялось при помощи индентора типа Виккерса в диапазоне температур от 300 до 773 К. Прикладываемое усилие менялось от 0,2 до 1 Н. Исследования методом НТ проводились в сканирующем электронном микроскопе JSM-840A, а измерения КЛ в JSM 6490, оборудованного системой MonoCL3 с фотоумножителем Hamamatsu в качестве детектора.

В общем случае дислокации в GaN, введенные при пластической деформации, образуют несколько систем скольжения: в базисной плоскости {0001}, призматических плоскостях {1-100} и пирамидальных плоскостях {1-101} и {1-102} [6,7]. Показано, что дислокации, скользящие в базисной плоскости, выявляются в виде петель, параллельных поверхности, а дислокации, распространяющиеся в наклонных плоскостях, в виде прямых линий, ориентированных вдоль направления <1-120>. Наши исследования показали, что дислокации, движущиеся в базисной плоскости (0001), распространяются на большие расстояния, чем дислокации, скользящие в наклонных плоскостях. В то же время было установлено, что эффекту REDG более подвержены дис-

локации, скользящие в пирамидальных плоскостях в направлении <1-120>, чем в базисной.

Исследование температурной зависимости размера дислокационных розеток в интервале температур от 300 до 773 К позволило оценить энергию активации скольжения дислокаций, скорость скольжения дислокаций и ее температурную зависимость. Было установлено, что энергия активации скольжения дислокаций при температурах ниже 773 К не превышает 1 эВ, а ее скорость имеет величину порядка 10^{-4} см/с.

Известно, что в пластически деформированной области имеется линия излучения с энергией фотона 3,1 эВ в дополнение к излучению зона-зона (3,4 эВ) [8]. В литературе эта линия ассоциируется с расщепленными винтовыми дислокациями а-типа [8]. Однако детальное сравнение монохроматических КЛ-изображений дислокационной розетки, полученных с регистрацией фотонов с энергиями 3,4 и 3,1 эВ, показало, что положение дислокаций, демонстрирующих излучательную рекомбинацию избыточных носителей заряда и дислокаций, проявляющих безызлучательную рекомбинацию, не всегда совпадает. Соответственно, мы предполагаем, что светлый контраст в режиме КЛ, может быть точечными дефектами (следы за дислокациями). Это предположение подтверждается тем, что на одном из исследуемых образцов новая люминесцентная линия в деформированной области не была обнаружена.

Работа П.С. Вергелеса и Ю.О. Куланчикова была выполнена в рамках гранта РФФИ №18-32-00323 мол_а.

1. J.E. Bradby, S.O. Kucheyev, J.S. Williams, J. Wong-Leung, M.V. Swain, P. Munroe, G. Li, M.R. Philips, Appl. Phys. Lett., 2002, 80, 383-385.
2. U. Jahn, A. Trampert, T. Wagner, O. Brandt, K.H. Ploog, Phys. Status Solidi A, 2002, 192, 79-84.
3. S.R. Jian, Appl. Surf. Sci., 2008, 254, 6749-6753.
4. K. Maeda, K. Suzuki, M. Ichihara, S. Nishiguchi, K. Ono, Y. Mera, S. Takeuchi, Physica B, 1999, 273, 134-139.
5. E.B. Yakimov, P.S. Vergeles, A. Y. Polyakov, I.-H. Lee, S.J. Pearton, Appl. Phys. Lett., 2015, 106, 132101.
6. J. Huang, K. Xu, X.J. Gong, J.F. Wang, Y.M. Fan, J.Q. Liu, X.H. Zeng, G.Q. Ren, T.F. Zhou, H. Yang, Appl. Phys. Lett., 2011, 98, 221906.
7. I. Ratschinski, H.S. Leipner, F. Heyroth, W. Franzel, R. Hammer, M. Jurisch, Philos. Mag. Lett., 2010, 90, 565-571.
8. O. Medvedev, O. Vyvenko, E. Ubyivovk, S. Shapenkov, A. Bondarenko, P. Saring, M. Seibt, J. Appl. Phys., 2018, 123, 161427.

Гексагональный политип кремния Si-IV. ТЕМ и АСМ микроскопия.

В.Г. Еременко

*Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН,
г. Черноголовка, Московская обл., Россия*

В настоящее время возрос интерес к изучению политипов Si с целью развития новых микроэлектронных технологий. Известны 13 политипов Si, большая часть которых получена при высоких гидростатических давлениях $\sim 10-15$ GPa. При этом, наибольший интерес вызывает политип с гексагональной алмазной структурой – вюрцитной структурой Si-IV, впервые полученный в 1963г. [1]. Политип является полупроводником и рассматривается потенциально эффективное его применение для микроэлектроники для создания новых типов гетероструктур и особенно для солнечной энергетики [2]. Исследования по локальному механическому деформированию кремния показали впервые возможность создания прослоек Si-IV и их анализа в ТЕМ [3].

Экспериментальные наблюдения стабильного вюрцитного 2H кремния, возникающего при использовании ряда традиционных технологий весьма многочисленны и указывают на возникновение кластеров фазы нанометровых или микронных размеров [4]. В действительности, контролируемое создание структур Si-IV является до настоящего времени нерешенной проблемой. Возможности же эпитаксиального роста Si, наиболее интересного с точки зрения технологии, пока неясны []. Это, очевидно, связано с недостаточным пониманием реального механизма генерации 2H структуры, атомных особенностей ее строения и физических свойств. Несомненно, это требует наличия протяженных и устойчивых областей чистой гексагональной фазы, допускающих эффективное применение широкого спектра методов микроскопии и спектроскопии.

Целью данной работы являются эксперименты по созданию изолированных прослоек гексагональной 2H фазы и попытка выявления тонких элементов морфологии ламелей, изучение особенностей элементов кристаллографии прослоек фазы, предполагая, что имеет место мартенситный характер пре-

вращения. Индентирование представляется одним из наиболее простых и в тоже время эффективных путей создания изолированных прослоек Si-IV и проведения более полных исследований структуры и свойств политипа.

Проведены АСМ эксперименты по анализу особенностей морфологии Hex-Si и прямому изучению электрических свойств фазы методами АСМ - проводимости. Рассмотрена поверхностная морфология областей ламелей фазы вблизи поверхности с целью подтверждения мартенситного характера фазового перехода. Рассмотрена тонкая структура ТЕМ изображений ламелей фазы. Показано, что имеет место образование изолированных протяженных ламелей чистой гексагональной фазы (Рис.1) и ламелей содержащих структурные дефекты непосредственно в гексагональном кремнии.

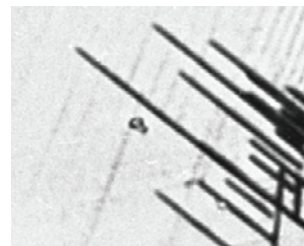


Рис. 1. Изолированные ламели гексагональной фазы. Плоскость (110).

1. *R.H. Wentorf, J.S. Kasper*, New forms of silicon, *Science* 139 (1963) 338.
2. *S.Wippermann, Y. He, M. Voros, and G. Galli*, *Appl. Phys. Rev.* 3, 040807 (2016).
3. *V.G. Eremenko, V.I. Nikitenko*, *Phys.Status Solidi A* 14 (1972) 317–330.
4. *A. Fissel, E. Bugiel, C.R. Wang, H.J. Osten*. *Mater. Sci.Eng. B.* (2006), 134, 138–141.
5. *Y. Qiu, H. Bender, O. Richard, M.-S. Kim, E. Van Besien, I. Vos, M. de Broeck, D. Mocuta and W. Vandervorst*, *Sci. Rep.* 5, 12692.!

Исследование процессов накопления заряда в пленках SiO_2 и Si_3N_4 под воздействием низкоэнергетичного электронного пучка, ЭЦР водородной плазмы и облучения высокоэнергетичными частицами

С.В. Ковешников¹, О.А. Солтанович¹, М.А. Князев¹, А.В. Ковальчук¹, Ю.А. Коржов², С.И. Коденцев²,
А.С. Россов³, С.В. Нефедьев³, С.Ю. Шаповал¹

¹Институт проблем технологии микроэлектроники РАН, г. Черноголовка

²АО "ВЗПП-Микрон", г. Воронеж

³АО «НИИМЭ», г. Зеленоград

Пленки оксида и нитрида кремния являются основными диэлектрическими материалами микроэлектроники, используемыми в качестве подзатворных диэлектриков КМОП микросхемах, слоев накопления заряда в элементах памяти или слоев, пассивирующих поверхность пластин на финишной стадии изготовления микросхем. Их электрические свойства имеют огромное значение для надежной функциональной работы приборов микроэлектроники. Однако под воздействием технологических обработок в процессе изготовления приборов, а также в результате внешних воздействий их способность накапливать и сохранять заряд может существенно меняться.

В данной работе исследовались свойства оксида и нитрида кремния под воздействием низкоэнергетичного электронного пучка в растровом электронном микроскопе, ЭЦР водородной плазмы и облучения гамма-квантами. Для проведения исследований изготавливались МДП-структуры с Al или Au электродами на исходных и обработанных электронным пучком и водородной плазмой пластинах. Исходные пластины представляли собой пластины кремния КДБ-10 толщиной около 1 мм с эпитаксиальным слоем n-типа проводимости (концентрация электронов $n \sim 2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$, толщина слоя $\sim 10 \text{ мкм}$) с нанесенными слоями оксида кремния SiO_2 и нитрида кремния Si_3N_4 толщиной 500 и 800 Å соответственно. Таким образом, анализировались свойства МДП-структур, сформированных на полупроводнике n-типа.

Свойства диэлектриков и их границ раздела с поверхностью кремния исследовались методом вольт-фарадных характеристик (ВФХ) с помощью емкостного моста EG&G PAR-410 с тестовой частотой 1 МГц.

Величина встроенного заряда, введенного электронным пучком в пленку оксида кремния зависит как от дозы экспонирования, так и ускоряющего напряжения. При ускоряющем напряжении 3кВ имеющийся в оксиде положительный заряд сначала уменьшается, становится близким к нулю для доз 500 мкКл/см² и 1000 мкКл/см², а для дозы 1500 мкКл/см² он становится отрицательным. При 5 кВ для всех доз диэлектрик заряжается еще более отрицательно.

Обработка в аргон-водородной плазме [1] проводилась в разных режимах – без постоянного смеще-

ния на образце и с различными смещениями. Также варьировалась длительность обработки образцов.

Проведен сравнительный анализ влияния технологических обработок в аргон-водородной плазме на заряд в диэлектрике и качество интерфейса диэлектрик-полупроводник для оксида и нитрида кремния.

Показано, что на исходных структурах с оксидом кремния параметры диэлектрика практически не отличаются от параметров идеальной структуры, тогда как в нитриде кремния наблюдается встроенный положительный заряд порядка $1.5 \div 2.0 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-2}$. Однако, оксид кремния менее устойчив к технологическим обработкам. Например, при некоторых режимах обработки в аргон-водородной плазме в оксид вносился положительный заряд до $5 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-2}$, наблюдалось существенное ухудшение качества интерфейса диэлектрик-полупроводник. Вместе с тем, при определенных режимах обработки в оксид вносился отрицательный заряд. Этот результат имеет важное практическое применение для повышения стойкости приборов, изготовленных на структурах КНИ, подвергающихся высокоэнергетичному внешнему воздействию.

Что касается структур с нитридом кремния, надо отметить, что обработка в аргон-водородной плазме существенно не ухудшает качество интерфейса и не увеличивает заряд в диэлектрике. Более того, в процессе исследования были подобраны условия воздействия, позволяющие снижать заряд в нитриде кремния практически до нуля.

Таким образом, оксид кремния показывает более высокие параметры в исходном состоянии, тогда как нитрид кремния более устойчив к технологическим обработкам и воздействиям.

Исследованы временные зависимости стекания заряда, внесенного в нитрид кремния электронным пучком либо импульсом прямого/обратного напряжения большой амплитуды (30-50 В), для МДП-структур, подвергшихся обработке в водородной плазме и гамма-облучению. Показано, что в облученных гамма-квантами структурах заряд более стабилен; стекание заряда происходит медленнее как при комнатной температуре, так и при температуре жидкого азота, что может использоваться для улучшения характеристик слоев накопления заряда в элементах памяти.

I. S. Shapoval et al, Journal of Vacuum Science & Technology A Vacuum Surfaces and Films, (1991), 9(6), 3071 - 3077
DOI: 10.1116/1.577175

Влияние геттерирования и термических обработок на температурную зависимость дислокационной люминесценции в ионно-имплантированном кремнии

А.Н. Терещенко¹, М.А. Хорошева¹, Д.С. Королев², А.А. Никольская², А.Н. Михайлов²,
А.И. Белов², Д.И. Тетельбаум²

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики твердого тела Российской академии наук 142432, Московская область, г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, д. 2, Россия

²Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского», 603950, г. Нижний Новгород, пр. Гагарина, 23, Россия

Создание эффективного светодиода на основе кремния является одной из нерешенных проблем современной оптоэлектроники. Главным образом это связано с непрямой запрещенной зоной кремния и, соответственно, малым квантовым выходом люминесценции. Одним из возможных решений этой проблемы является использование излучательной рекомбинации на глубоких энергетических состояниях, связанных с дислокациями в кремнии. Среди различных методов генерации дислокаций особое место занимает создание центров дислокационной люминесценции (ДЛ) методом имплантации ионов кремния средних энергий с последующей термообработкой. Наряду с тем, что этот метод является наиболее совместимым со CMOS технологией, он позволяет проводить модификацию параметров центров ДЛ в широких пределах с помощью изменения режимов облучения, дополнительного ионного легирования и термообработки. Однако, одним из главных препятствий к практическому использованию ДЛ является ее сильное температурное гашение. В настоящей работе исследовано влияние процедуры алюминиевого геттерирования (AlG), а также идентичной геттерированию термообработки на температурную зависимость люминесценции дислокационных структур в кремнии, сформированных путем облучения ионами Si⁺ с последующей дополнительной имплантацией ионов В⁺ различной концентрации.

В данной работе показано, что процедура AlG, как и аналогичные геттерированию термообработки исследуемых дислокационных структур радикально влияют на температурную зависимость интенсивности линии D1 ДЛ. В образцах, подвергнутых AlG, наблюдается кратное возрастание интенсивности линии D1 в температурном интервале 6 - 100 К независимо от концентрации бора. Термообработка образцов, идентичная AlG, приводит к возникновению интенсивных максимумов на температурной зависимости, положение которых коррелирует с содержанием имплантированного бора. Установлено, что в обоих случаях примесь бора играет ключевую роль в возникновении наблюдаемых особенностей температурной зависимости ДЛ. Мы предполагаем, что наблюдаемый рост интенсивности линии D1 ДЛ с повышением температуры связан с термическим высвобождением носителей с борсодержащих комплексов, энергия ионизации и другие параметры которых зависят от содержания бора в кристалле. Это приводит к эффективному увеличению

накачки D1-центров люминесценции в определенном температурном интервале.

Ионное легирование бором с последующим отжигом, наряду с полезным эффектом – образованием центров температурной «подкачки» электронов на уровне, с которых осуществляется излучательных переход линии D1, вносит центры, связанные с неконтролируемыми примесями, гасящими люминесценцию. Геттерирование неконтролируемых примесей устраняет или снижает такое их влияние. Таким образом, как процедура AlG, так и идентичная термообработка служат эффективным способом улучшения температурной зависимости интенсивности линии D1 для исследуемых дислокационных структур. Благодаря обнаруженному аномальному поведению люминесценции стало возможным получать технологичным способом светоизлучающие структуры, в которых интенсивность линии D1 при возрастании температуры от 6К до 270К падает всего в несколько раз (рис. 1).

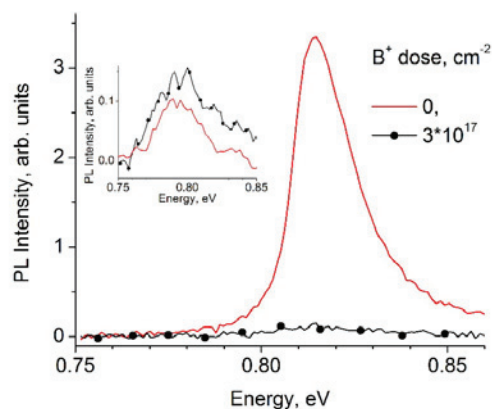


Рис. 1. Сравнение линий D1 при температуре 6К для образцов без бора и имплантированного В⁺ с дозой 3·10¹⁷ см⁻² после отжига, идентичному AlG. Для удобства сравнения в одной шкале интенсивность D1 образца без бора уменьшена в 5 раз. На вставке: аналогичное сравнение интенсивности линии D1 при температуре 270К.

Работа частично выполнена при поддержке РФФИ (грант №17-02-01070), а также частично при поддержке Минобрнауки России в рамках государственного задания (№ 16.2737.2017/4.6) и государственного задания ИФТТ РАН. Д.С. Королев благодарит за поддержку Совет по грантам Президента РФ (стипендия СП-1147.2018.3).

Исследование кристаллов $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ методом катодолюминесценции

Е.Б. Якимов

Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН,
г. Черноголовка, Московская обл., Россия

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия

Моноклинная модификация $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ в настоящее время привлекает большое внимание как перспективный широкозонный материал для опто и силовой электроники. Для его успешного использования необходимы детальные исследования электрических и оптических свойств. Исследования $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ методами фото- и катодолюминесценции проводились в целом ряде работ, однако интерпретация полученных результатов достаточно неоднозначна. В спектрах люминесценции $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ обычно наблюдается широкая полоса с центром около 3.3 эВ, которую обычно разделяют на ультрафиолетовую, голубую и зеленую полосы излучения. Зеленая полоса, как правило, детектируется только в присутствии определенных примесей, в то время как ультрафиолетовая и голубая полосы наблюдались практически во всех работах. При этом, ультрафиолетовую полосу связывают с рекомбинацией свободных электронов с автолокализованными дырками, а голубую полосу с рекомбинацией донорно-акцепторных пар. Донорные и акцепторные уровни в большинстве работ связывают с собственными точечными дефектами, хотя надежных доказательств такого предположения пока не получено. Доказательств автолокализации дырок также пока не получено. Более того, представляется, что такая локализация противоречит достаточно большим значениям наведенного тока в этом материале. Таким образом, природа центров люминесценции в $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ пока окончательно не выяснена, что и обуславливает необходимость дальнейших исследований.

В настоящей работе проведено исследование оптических свойств $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ методом катодолюминесценции. Исследования проводились в растровом электронном микроскопе JSM 6490 с использованием системы MonoCL3 в интервале температур 80-350 К.

На большинстве исследованных ранее образцов $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ спектр люминесценции имел форму широкого пика без ярко выраженных особенностей, что приводит к тому, что его разложение на отдельные компоненты достаточно неоднозначно. Спектр, измеренный в настоящей работе при разных температурах на образцах, легированных Mg, имел целый ряд особенностей, что повышало надежность разложения [1]. Было показано, что в спектре присутствуют 4 линии с энергиями 3.29, 3.09, 2.84 и 2.55

эВ. Положение максимумов линий излучения практически не зависело от температуры, что еще больше повышало надежность разложения (Рис. 1). Измеренные температурные зависимости интенсивностей отдельных компонент спектра позволили обосновать связь между ними. Исследование образцов, легированных Fe [2], позволило выявить узкие линии вблизи 1.8 эВ, связанные с внутрицентровым переходом ${}^4T_1 \rightarrow {}^6A_1$ в Fe^{3+} (Рис. 2).

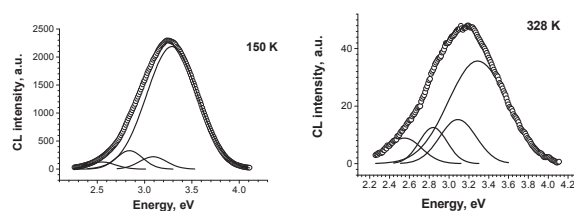


Рис. 1. Спектры катодолюминесценции, измеренные при 150 и 328 К. Тонкими линиями показаны результаты разложения спектров.

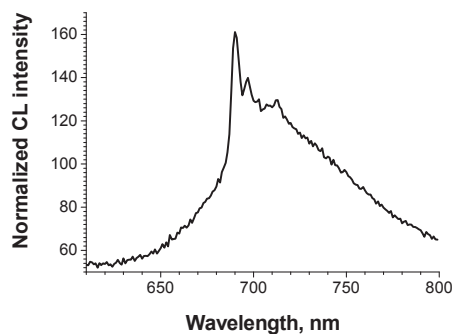


Рис. 2. Спектр катодолюминесценции $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$, легированного Fe, вблизи 1.8 эВ.

1. A.Y. Polyakov, N.B. Smirnov, I.V. Shchemerov, E.B. Yakimov, S.J. Pearton, F. Ren, A.V. Chernykh, D. Gogova, A.I. Kochkova. ECS J. Solid State Sci. Technol., 2019, 8, Q3019-Q3023.

2. A.Y. Polyakov, N.B. Smirnov, I.V. Shchemerov, A.V. Chernykh, E.B. Yakimov, A.I. Kochkova, A.N. Tereshchenko, S.J. Pearton. ECS J. Solid State Sci. Technol., 2019, 8, Q3091-Q3096.

Исследование дефектов упаковки в 4H-SiC, введенных при облучении электронным пучком

Е.Е. Якимов¹, Е.Б. Якимов^{1,2}

¹ Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН,
г. Черноголовка, Московская обл., Россия

² Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия

Дефекты упаковки в 4H-SiC могут генерироваться в процессе работы силовых приборов, что приводит к деградации их свойств. Поэтому исследование процессов генерации и расширения дефектов упаковки представляют как научный, так и практический интерес. В настоящей работе дефекты упаковки вводились в 4H-SiC при облучении электронным пучком в РЭМ при комнатной температуре. Облучение проводилось в растровом электронном микроскопе JSM 6490. Исследование дефектов упаковки и их роста в процессе облучения проводилось методом катодоллюминесценции в том же микроскопе с использованием системы MonoCL3. Для зарождения дефектов упаковки на поверхность, наклоненную на 4° по отношению к базисной плоскости, при комнатной температуре наносились отпечатки алмазного индентора.

При облучении электронным пучком области вблизи отпечатка зарождаются и расширяются дефекты упаковки, имеющие форму ромба. Анализ их расширения показывает, что облучение электронным пучком стимулирует движение только двух 30°-ных частичных дислокаций. Согласно широко распространенному мнению, эти дислокации имеют Si ядро. Как видно на Рис. 1, скорость подвижных частичных дислокаций практически не зависит от расстояния до отпечатка, хотя сдвиговые напряжения должны спадать обратно пропорционально квадрату этого расстояния [1]. Это может свидетельствовать о том, что, либо напряжения существенно релаксируют, либо при облучении на частичные дислокации действует эффективная сила, сравнимая или даже больше, чем упругие напряжения.

Следует также отметить, что дефекты упаковки при облучении электронным пучком расширялись за пределы облученной области на расстояния порядка 50 мкм, что более, чем на порядок превышало диффузионную длину в исследуемых образцах (2 мкм). Это можно объяснить, принимая во внимание, что дефекты упаковки в 4H-SiC подобны квантовым ямам II типа, т.е. они являются ямой для электронов и барьером для дырок [2,3]. Поэтому электроны захватываются в яму, отрицательно заряжая дефект упаковки, а дырки собираются вблизи него. В результате неравновесные электроны и дырки пространственно разделяются, что и приводит к повышению эффективной длины переноса вдоль дефектов упаковки.

Обнаружено, что дефекты упаковки, введенные пластической деформацией при повышенных температурах, не расширяются при последующем облучении электронным пучком [2,3]. В то же время дефекты упаковки, введенные при комнатной температуре при облучении электронным пучком, могут уменьшаться в размерах при последующем отжиге при температурах выше 500°C [3]. Полученные результаты обсуждаются, принимая во внимание возможное различие ядер дислокаций и их закрепление неподвижными дислокационными сегментами.

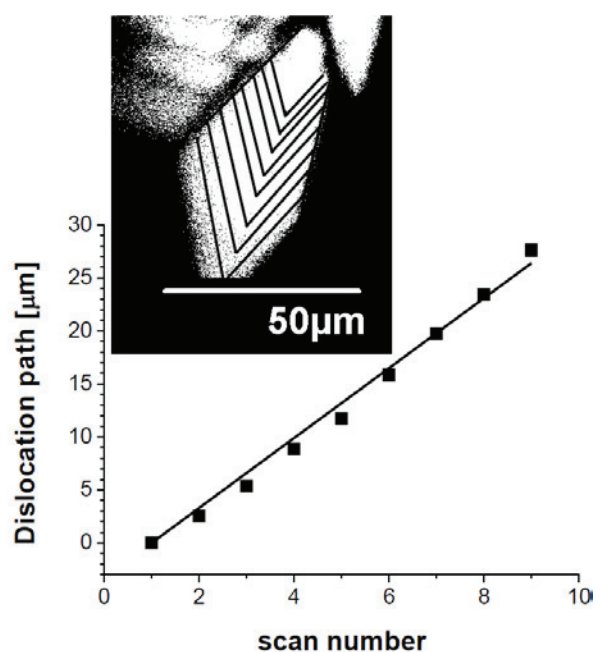


Рис. 1. Изображение дефекта упаковки в 4H-SiC, полученное в режиме катодоллюминесценции на длине волны 424 нм после 9 последовательных сканирований. Черными линиями отмечены размеры дефекта упаковки после каждого сканирования. Зависимость пройденного дислокацией расстояния от числа сканирований показана на графике. Доза облучения 2.6×10^{-3} Кл/см² на один кадр.

1. V.I. Orlov, E.B. Yakimov, E.E. Yakimov. To be publ. in Phys. Status Solidi A, 2019, 209.

2. V.I. Orlov, G. Regula, E.B. Yakimov. Acta Mater., 2017, 139, 155-162.

3. E.B. Yakimov, E.E. Yakimov, V.I. Orlov, D. Gogova. Superlattices Microstruct., 2018, 120, 7-14.

Получение и рентгенографические исследования твёрдых растворов системы $\text{Cu}_2\text{ZnGe}_x\text{Si}_{1-x}\text{Se}_4$

А.У. Шелег¹, В.Г. Гуртовой¹, В.Ф. Гременок¹, Т.В. Петлицкая², Г.Ф. Новиков^{3,4}, Е.В. Рабенко³, В.В. Ракитин³

¹ ГНПО «Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по материаловедению», 220072, г. Минск, ул. П. Бровки 19, Республика Беларусь

² ОАО «ИНТЕГРАЛ» - УКХ «ИНТЕГРАЛ», 220108, г. Минск, ул. Казинца И.П., 121А, Республика Беларусь

³ Институт проблем химической физики РАН, 142432, г. Черноголовка, проспект Семенова, 1, Россия

⁴ Московский государственный университет, 119991, Москва, ГСП-1, Ленинские горы, д. 1, стр. 51, Россия

Исследование полупроводниковых соединений $\text{Cu}_2\text{B}^{\text{II}}\text{C}^{\text{IV}}\text{X}_4$ (где B^{II} – Zn, Cd; C^{IV} – Si, Ge, Sn; X – S, Se, Te) является новым перспективным направлением в материаловедении. К таким материалам относятся соединения $\text{Cu}_2\text{ZnGeSe}_4$, $\text{Cu}_2\text{ZnSiSe}_4$ и твердые растворы $\text{Cu}_2\text{ZnGe}_x\text{Si}_{1-x}\text{Se}_4$ обладающие физическими свойствами для создания фотопреобразователей, приемников для ближней ИК-области спектра и других устройств опто- и микроэлектроники [1–2]. Отсутствие надежной информации о методах получения, физико-химических свойствах и связи технологии получения с физическими свойствами указанных кристаллов является на сегодняшний день одним из основных факторов, сдерживающих прикладные разработки на основе этих материалов. В литературе имеются лишь ограниченные сведения о выращивании соединений и твердых растворов на их основе $\text{Cu}_2\text{ZnGe}_x\text{Si}_{1-x}\text{Se}_4$ [3–5].

В связи с этим целью данной работы было получение соединений $\text{Cu}_2\text{ZnGeSe}_4$, $\text{Cu}_2\text{ZnSiSe}_4$, твердых растворов $\text{Cu}_2\text{ZnGe}_x\text{Si}_{1-x}\text{Se}_4$ и исследования структурных характеристик полученных материалов в зависимости от состава.

Для синтеза материалов использовался одно-температурный метод, обеспечивающий чистоту получаемого вещества и отсутствие потерь компонентов [6]. Исходными веществами служили элементарные компоненты: Cu, Zn, Ge, Si чистоты 99.999% и Se марки ОСЧ.

Химический состав выращенных поликристаллических материалов определяли методом рентгеноспектрального микроанализа (PCM) с использованием САМЕСА SX-100. Рентгенографические исследования полученных образцов проводились на дифрактометре ДРОН-3 с использованием монохроматического $\text{CuK}\alpha$ излучения. Параметры элементарной ячейки определялись из записанных дифракционных спектров методом Ритвельда с использованием программного пакета *Fullprof*.

Данные рентгеноспектральных исследований показали, что экспериментальные результаты по химическому составу удовлетворительно согласуются с расчетными величинами. На рисунке 1 приведены дифрактограммы твёрдых растворов $\text{Cu}_2\text{ZnGe}_x\text{Si}_{1-x}\text{Se}_4$ различного состава. Из рисунка видно, что в системе образуется два ряда твёрдых растворов: $\text{Cu}_2\text{ZnSiSe}_4$ – $\text{Cu}_2\text{ZnGe}_{0.5}\text{Si}_{0.5}\text{Se}_4$ на основе $\text{Cu}_2\text{ZnSiSe}_4$ (орторомбическая структура пр. гр. *Pmn21*) и $\text{Cu}_2\text{ZnGeSe}_4$ – $\text{Cu}_2\text{ZnGe}_{0.7}\text{Si}_{0.3}\text{Se}_4$ на

основе $\text{Cu}_2\text{ZnGeSe}_4$ (тетрагональная структура пр. гр. *I-42m*). Интервал $0.5 < X < 0.7$ требует дополнительных исследований. Параметры элементарной ячейки в обоих структурах с ростом X увеличиваются. Замена атомов Ge на атомы Si приводит к уменьшению кристаллографических параметров. Это обусловлено тем, что атомный радиус Si несколько меньше, чем Ge.

Монотонность и линейный характер изменения параметров согласно правилу Вегарда подтверждает, что в системе $\text{Cu}_2\text{ZnGe}_x\text{Si}_{1-x}\text{Se}_4$ образуется два ряда твёрдых растворов.

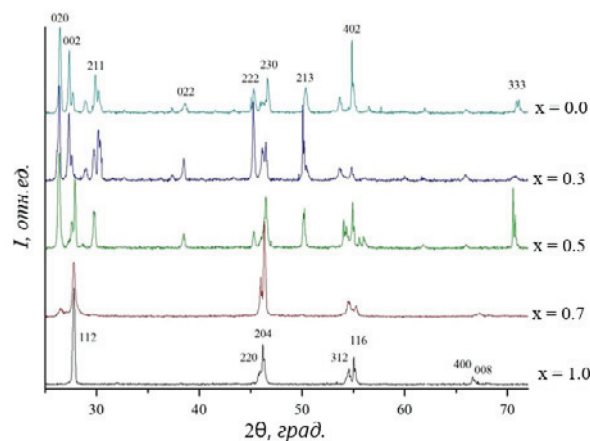


Рис. 1. Дифрактограммы соединений $\text{Cu}_2\text{ZnGeSe}_4$, $\text{Cu}_2\text{ZnSiSe}_4$ и твердых растворов $\text{Cu}_2\text{ZnGe}_x\text{Si}_{1-x}\text{Se}_4$.

Исследования проведены при финансовой поддержке Белорусского республиканского фонда фундаментальных исследований (грант Ф18Р-243) и Российского фонда фундаментальных исследований (грант Бел_а 18-58-00021).

1. G. Yao, H. Shen, E. Honig, R. Kershaw, K. Dwight, A. Wold. *Solid State Ionics*, 1987, 24, 249-256.
2. O.V. Parasyuk, L.D. Gulay, Y.E. Romanyuk. *Journal of Alloys and Compounds*, 2001, 329, 202-207.
3. H. Matsushita, T. Ichikawa, A. Katsui. *J. Mater. Sci.*, 2005, 40, 2003–2005.
4. Dongguo Chen, N.M. Ravindra. *J. Alloys Compounds*, 2013, 579, 468–472.
5. G. Gurieva, S. Levchenko, V. Kravtsov, Ch. Victor, A. Nateprov, E. Irran, E. Arushanov, S. Schorr. *Zeitschrift für Kristallographie - Crystalline Materials*, 2015, 230, 507-512.
6. А.У. Шелег, В.Г. Гуртовой, В.Ф. Гременок, А.С. Середа, В.А. Чумак, И.Н. Цырельчук. *Известия НАН Беларуси, сер. физ-мат. наук*, 2018, 54, 229-233.

Атомно-силовая и электронная микроскопия монокристаллических пленок висмута и твердого раствора висмут-сурьма

В.М. Грабов, Е.В. Демидов, В.А. Комаров, А.В. Суслов, М.В. Суслов

*Российский государственный педагогический университет им. А.И. Герцена,
191186, наб. р. Мойки 48, г. Санкт-Петербург, Россия.*

Выполненные ранее эксперименты по получению пленок твердых растворов висмут-сурьма методом зонной перекристаллизации под покрытием позволили впервые решить задачу получения монокристаллических пленок данных составов [1]. Положительные результаты получены для пленок толщиной от 200 нм до 3 мкм на подложках из слюды (мусковит) и полиимида при использовании защитного покрытия из КВг. В ходе экспериментов по зонной перекристаллизации пленок толщиной менее 200 нм было установлено, что такие пленки в процессе зонной плавки под покрытием стягиваются в капли.

В работе апробирован способ получения монокристаллических пленок висмута и твердого раствора висмут-сурьма с концентрацией Sb 3 ат. % с помощью плавления и последующей нормальной направленной кристаллизации без затравки под защитным покрытием в атмосфере азота. В установке создавался малый градиент температуры в плоскости пленки. В качестве подложки использовалось боросиликатное стекло, в качестве защитного покрытия КВг. Исходные пленки и защитное покрытие получены методом термического испарения в вакууме 10^{-5} мм. рт. ст. при комнатной температуре. Пленка в процессе рекристаллизации вначале медленно нагревалась до температуры плавления, далее медленно охлаждалась. Стекланный корпус установки предполагал визуальный контроль момента плавления. Покрытие смывалось дистиллированной водой, и пленка просушивалась на центрифуге.

Высокое совершенство кристаллической структуры полученных пленок подтверждается рентгенографическим исследованием. Морфология поверхности исследовалась методами атомно-силовой микроскопии с использованием микроскопа Solver P47 фирмы NT-MDT. Для определения ориентации кристаллографических осей использовался метод избирательного химического травления и параметры травителя, описанные в работе [2]. Результаты исследования представлены на рис. 1.

Из рисунка видно, что на площади как минимум 50×50 мкм² наблюдается одна кристаллографическая ориентация. Об этом можно судить по ориентации и форме ямок травления — все ямки ориентированы одинаковым образом и имеют треугольную форму, соответствующую ориентации плоскости (111) параллельно плоскости подложки или близко к этому.

Аналогичные результаты получены и на электронном микроскопе Carl Zeiss EVO-40. На рис. 2. представлено изображение.

Таким образом, в рамках данной работы методом избирательного химического травления с использованием атомно-силовой и электронной микроскопии

установлена преимущественно монокристаллическая структура полученных пленок висмута.

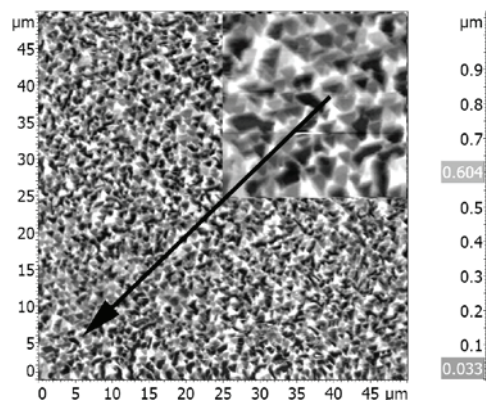


Рис. 1. АСМ-изображение поверхности пленки висмута толщиной 1 мкм после химического травления. На вставке фрагмент увеличен в 2,5 раза.

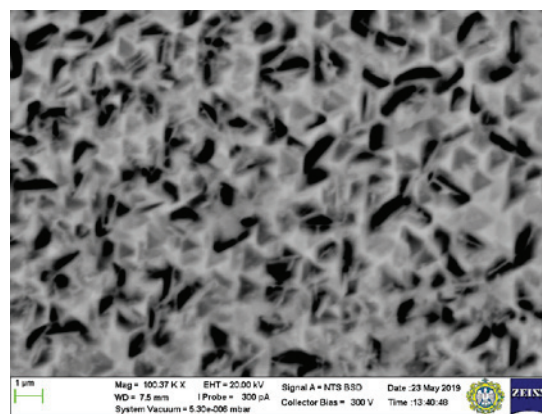


Рис. 2. Изображение поверхности пленки висмута толщиной 1 мкм после химического травления.

Задачей дальнейшего исследования является апробация предложенного метода для пленок висмута и твердого раствора висмут-сурьма меньших толщин и других материалов подложек, расширения методов контроля структуры, а также исследование явлений переноса в получаемых структурах.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, грант № 18-32-00242 и Минобрнауки России (в рамках государственного задания, проект № 3.4856.2017/8.9).

1. В.М. Грабов, В.А. Комаров, Н.С. Каблукова, Е.В. Демидов, А.Н. Крушельницкий. Письма ЖТФ, 2015, 41, 20-27.

2. Е.В. Демидов, В.А. Комаров, А.Н. Крушельницкий, А.В. Суслов. ФТП, 2017, 51, 7, 877-879

Исследование методом СЭМ пленок политетрафторэтилена, наполненных малослойными графитовыми нанопластинками

Н.Н. Дремова¹, А.В. Мележик², Е.Н. Кабачков¹, Н.В. Лысков¹, А.Г. Ткачев², Ю.М. Шульга¹

¹ФГБУН Институт проблем химической физики РАН 142432, Черноголовка, просп. Академика Семенова, 1

²ФГБОУ ВО Тамбовский государственный технический университет 392000, Тамбов, ул. Ленинградская, 1

В работе [1] методом послойного наплавления с помощью 3D-принтера из промышленно выпускаемого филамента на основе композита полилактиона с углеродными наноматериалами были изготовлены токоъемники для суперконденсатора (СК). Токоъемники показали, в принципе, неплохую проводимость и устойчивость в кислотной среде, однако они теряли гибкость при толщине более 200 мкм.

Далее нами были получены девять гибких проводящих пленок композита политетрафторэтилена (ПТФЭ) с малослойными графитовыми нанопластинками (МГНП). Содержание МГНП в пленках изменялось в пределах от 2 до 20 масс. %. Цель настоящего сообщения – описание результатов исследования полученных пленок методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ).

В качестве источника ПТФЭ была выбрана водная фторопластовая суспензия марки Ф-4Д (производство Кирово-Чепецкого химического комбината по ТУ 6-05-1246-81), содержащая 60 масс. % фторопласта-4, кроме того, ОП-7 – в качестве стабилизатора, остальное – вода. ГНП являются товарным продуктом, выпускаемым ООО НаноТехЦентр (г. Тамбов) в виде пасты. Содержание графита в пасте 15-16%.

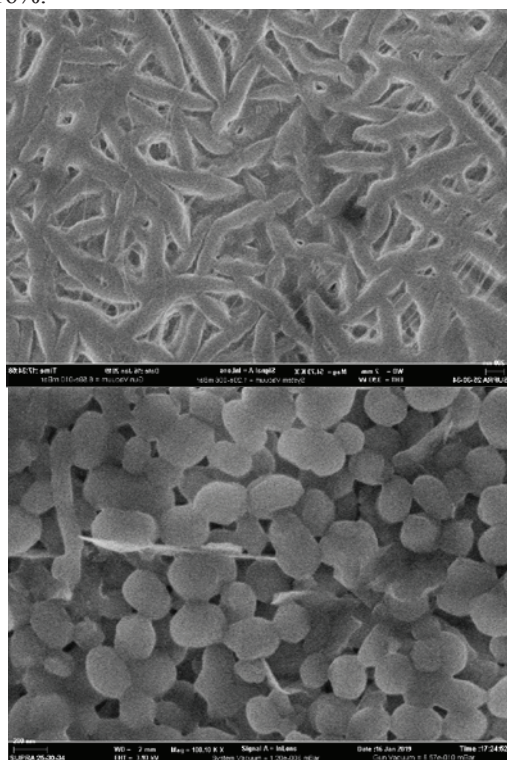


Рис. 1. СЭМ изображение поверхности пленок с содержанием МГНП 2 масс. % (вверху) и 4 масс. % (внизу).

Наиболее резкие изменения морфологии происходит при малых концентрациях МГНП (рис.1). При более высоких концентрациях МГНП поверхность пленки представляется хаотическим наложением листов полимера и графитовых пластинок, декорированных полимером (Рис. 2). Высота локальных максимумов достигает 500 нм.

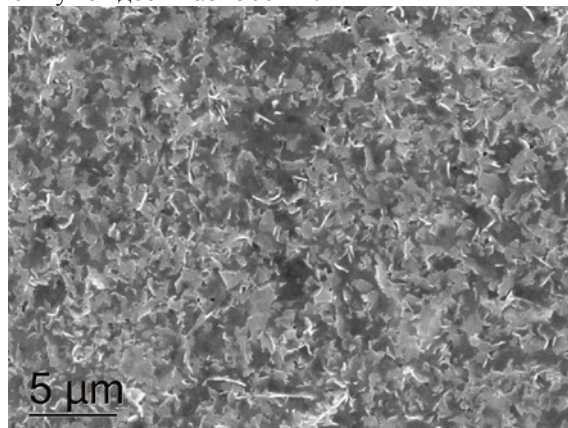


Рис. 2. СЭМ изображение поверхности пленки с содержанием МГНП 10 масс. %.

Интересные данные были получены при исследовании СЭМ-микрофотографий поперечного сечения пленки, которое получено при разрушении пленки при температуре жидкого азота. Оказалось, что материал пленки в объеме состоит из: 1) листов (фибрилл) ПТФЭ, 2) графитовых пластинок, декорированных полимером, и 3) длинных полимерных нитей.

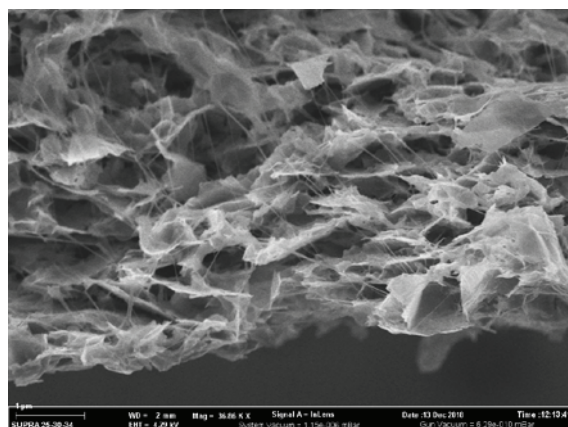


Рис. 3. СЭМ изображение поперечного сечения пленки с содержанием МГНП 15 масс. %.

1. S.A. Baskakov, Y.V. Baskakova, N.V. Lyskov, N.N. Dremova, A.V. Irzhak, Y. Kumar, A. Michtchenko, Y.M. Shulga, *Electrochimica Acta*, (2018), 260, 557-563.

ВФХ характеристики МДП структур с оксидом кремния, облученных в РЭМ электронами с энергией 3 кВ и 5 кВ

М.А. Князев, Д.М. Седловец, О.А. Солтанович, С.В. Ковешников

Институт проблем технологии микроэлектроники РАН, г. Черноголовка

Пленки оксида кремния являются основными диэлектрическими материалами микроэлектроники, используемыми в качестве подзатворного диэлектриков в КМОП микросхемах. Кроме того, оксид кремния используется для пассивации поверхности пластин на финишной стадии изготовления микросхем. Их электрические свойства имеют огромное значение для надежной функциональной работы приборов микроэлектроники. Однако под воздействием технологических обработок в процессе изготовления приборов способность оксида кремния накапливать и сохранять заряд может существенно меняться.

В данной работе исследовались свойства оксида кремния под воздействием низкоэнергетичного электронного пучка в растровом электронном микроскопе и кислородной плазмы, используемой на стадии удаления остатков электронного резиста. Для проведения исследований изготавливались МДП-структуры с Al электродами на исходных и обработанных электронным пучком и кислородной плазмой образцах. Исходные пластины представляли собой пластины кремния КЭФ-4,5 толщиной около 300 мкм с нанесенными слоями оксида кремния толщиной 2000 Å.

На ряде образцов с помощью электронно-лучевой литографии (ЭЛЛ) были получены площадки 500x500 мкм из алюминия толщиной 100 нм, всего 2 ряда по 4 площадки. Перед напылением на ВУП-4 алюминия стандартная чистка в кислородной плазме не осуществлялась. Некоторые площадки были проэкспонированы электронным лучом с энергией 3 кВ. Дозы экспонирования были 1500 мкКл/см², 500 мкКл/см², 1000 мкКл/см². Другие площадки экспонировались с такими же дозами электронами с энергией 5 кВ. Контрольные площадки не экспонировались. На другой группе образцов перед напылением алюминия была проведена чистка в кислородной плазме в течение 1 мин при комнатной температуре. Условия экспонирования были такими же, как и на образцах без плазменной очистки.

Свойства диэлектриков и их границ раздела с поверхностью кремния исследовались методом вольт-фарадных характеристик (ВФХ) с помощью

емкостного моста EG&G PAR-410 с тестовой частотой 1 МГц.

Были получены следующие результаты:

1. В оксиде кремния без плазменной очистки и экспонирования присутствует положительный встроенный заряд. Последующее экспонирование влияет на величину заряда. Встроенный заряд в структурах изменяется в зависимости от ускоряющего напряжения и дозы. После экспонирования образцов без плазменной очистки электронами с энергией 3 кВ заряд уменьшается. После экспонирования электронами с энергией 5 кВ для всех доз заряд в оксиде кремния становится еще более положительным, чем до облучения электронами.

2. После обработки в плазме количество встроенного положительного заряда в диэлектрике заметно увеличивается. Дальнейшее экспонирование электронами значительно влияет на величину встроенного заряда. Для 3 кВ ВФХ практически совпадают для разных доз и смещены вправо относительно кривой для неэкспонированной структуры. Встроенный заряд становится близким к 0. При 5 кВ кривые также смещены вправо относительно кривой для неэкспонированной структуры. Однако сдвиг меньше, т.е. еще остается положительный заряд.

3. Структуры, проэкспонированные на чищенном в плазме образце имеют меньший по величине положительный встроенный заряд по сравнению с необработанным в плазме образце. Также на одном образце при одинаковой дозе структуры экспонированные с энергией электронов 3 кВ заряжены более положительно, чем образцы, облученные электронами при 5 кВ.

4. ВФХ всех структур с оксидом кремния имеют гистерезис. Для неэкспонированной структуры на почищенном в плазме образце ВФХ, снятые из обеднения в обогащение и обратно, совпадают с кривыми снятыми из обогащения в обеднение и обратно. Для всех остальных структур гистерезис в первом случае больше чем во втором. С увеличением амплитуды напряжения, при котором снималась ВФХ, увеличивается гистерезис.

Исследование влияния облучения низкоэнергетичным электронным пучком на вольт-фарадные характеристики SiO₂

Ю.О. Куланчиков¹, П.С. Вергелес¹, Е.Б. Якимов¹

¹ ИПТМ РАН, 142432, г. Черноголовка, Московская область, ул. Академика Осипьяна, д. 6

Изолирующие и диэлектрические материалы очень важны в современной полупроводниковой технологии. Исследования процессов накопления электрического заряда в изоляторах при облучении различными типами ионизирующего излучения представляют значительный интерес во многих областях техники и науки, таких как радиационная стойкость полупроводниковых приборов, разработка изоляционных материалов для защиты спутников и космических аппаратов и т. д. Кроме того, феномен накопления электрического заряда может играть важную роль при анализе и характеристизации изолирующих материалов методами растровой электронной микроскопии. Однако, несмотря на многочисленные исследования, динамика зарядки диэлектриков при облучении электронным пучком до сих пор не до конца понятна. В данной работе мы представляем результаты исследования накопления заряда в слое SiO₂ при облучении низкоэнергетическим электронным пучком и релаксации этого заряда методом измерения вольт-фарадных профилей (C–V характеристики).

В исследовании использовались образцы с толщиной слоя SiO₂ 200 нм на подложке Si, легированной бором до уровня $\sim 3 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-3}$ (p-тип Si). Облучение проводилось в сканирующем электронном микроскопе JSM-840A при двух значениях энергии первичных электронов: 2,5 и 10 кэВ и максимальным токе пучка 10^{-9} А. Соответственно, размер области генерации электрон-дырочных (e-h) пар был меньше и больше толщины слоя SiO₂ при 2,5 и 10 кэВ. Доза облучения составляла 20 мкК/см² для электронного пучка с более низкой энергией и 1 мкК/см² для более высокого. Было изучено поведение накопленного заряда при термическом отжиге. Кроме того, было исследовано влияние приложенного смещения при облучении и последующем отжиге на заряд в слое SiO₂.

Было обнаружено, что при облучении образца электронным пучком с энергией 2,5 кэВ наблюдалось накопление заряда только на границе раздела Si/SiO₂ (менялся наклон C–V кривой без какого-

либо смещения), тогда как при облучении электронным пучком с энергией 10 кэВ также было обнаружено накопление положительного заряда в объеме слоя SiO₂ (происходило изменение наклона C–V кривой и наблюдался значительный сдвиг кривой в область отрицательных напряжений). Таким образом, можно сделать вывод, что изменение свойств МДП структуры существенно зависит от энергии падающего электронного пучка.

Термический отжиг показал, что при температуре ниже 120°C релаксация накопленного заряда происходит путем туннелирования электронов из кремниевой подложки в слой SiO₂, имеющая логарифмическую зависимость от времени, в то время как при более высоких температурах происходит тепловой выброс дырок, имеющий экспоненциальную зависимость от времени.

Также было проведено исследование влияния приложенного к металлизации смещения как на накопление заряда во время облучения электронным пучком, так и на его релаксацию после облучения. Было обнаружено, что накопленный заряд во время облучения был меньше при подаче на металлическую площадку отрицательного напряжения (электрическое поле в диэлектрике отталкивало дырки от границы Si/SiO₂), чем при приложении положительного смещения (электрическое поле в диэлектрике притягивало дырки к границе Si/SiO₂). При этом, накопленный заряд релаксировал при комнатной температуре быстрее при приложении к металлизации положительного напряжения, чем при подаче отрицательного. Это можно объяснить тем фактом, что в режиме инверсии (положительное напряжение) большее количество электронов может туннелировать в слой SiO₂ из кремниевой подложки, в то время как при обогащении (отрицательное напряжение) этот процесс существенным образом подавляется.

Работа П.С. Вергелеса и Ю.О. Куланчикова была выполнена в рамках гранта РФФИ №18-32-00323 мол_а.

Исследование структуры плёнок ИТО, полученных методом термического распыления

Д.С. Куманькин¹, К.Н. Ницев¹, С.Н. Ушаков^{1,2}, М.А. Усламина¹,
Б.Н. Денисов¹, П.С. Петров¹, В.П. Мишкин¹, Е.Н. Лютова¹

¹Национальный исследовательский Мордовский государственный университет им. Н.П. Огарева,
430005, Республика Мордовия, г. Саранск, ул. Большевикская, д. 68.

²Институт общей физики им. А.М. Прохорова Российской академии наук,
119991, г. Москва, ул. Вавилова, д. 38.

ИТО (Indium tin oxide - $(\text{In}_2\text{O}_3)_{0,9}-(\text{SnO}_2)_{0,1}$) – оксид индия-олова полупроводниковый материал, относящийся к полупроводникам *n*-типа, который широко применяется как прозрачное проводящее покрытие [1-2]. Электропроводность и коэффициент оптического пропускания данных покрытий зависят от технологических условий их нанесения, и, следовательно, от морфологии их поверхности [3-4].

В работе были исследованы образцы плёнок ИТО, полученных методом термического распыления сплава (In – Sn) (в массовых долях 90% и 10% соответственно) при различных массах навески сплава на подложку из кварцевого стекла. Исследование морфологии поверхности полученных металлизированных плёнок проводилось методами РЭМ и СЗМ. Далее образцы отжигали на воздухе при температуре 400 °С в течении 2-х часов, затем проводили повторное исследование поверхности.

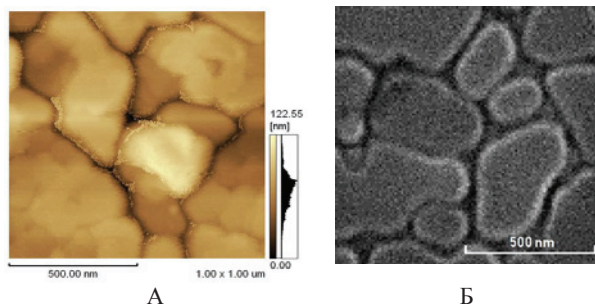


Рис. 1. СЗМ (а) и РЭМ (б) изображения образца №1 с массой навески сплава 15,1 мг после отжига.

Анализ РЭМ- и СЗМ-изображений показал, что поверхность плёнок имеет зернистую структуру (Рис. 1), а толщина плёнок линейно зависит от массы навески сплава (Рис. 2). При этом средний размер зерен уменьшается после проведения термического отжига на величину порядка 30-50% по сравнению с образцами до окисления с помощью отжига (Рис. 3). Выявлено, что при увеличении массы навески происходит увеличение размера зерен до величины порядка 1 мкм, после чего происходит уменьшение размеров зерен, причем это наблюдается как до, так и после процесса отжига.

Анализ зависимости шероховатости поверхности показывает, что шероховатость металлизированных плёнок до отжига возрастает с увеличением массы навески. После отжига она возрастает до величины порядка 180 нм, после чего происходит уменьшение шероховатости.

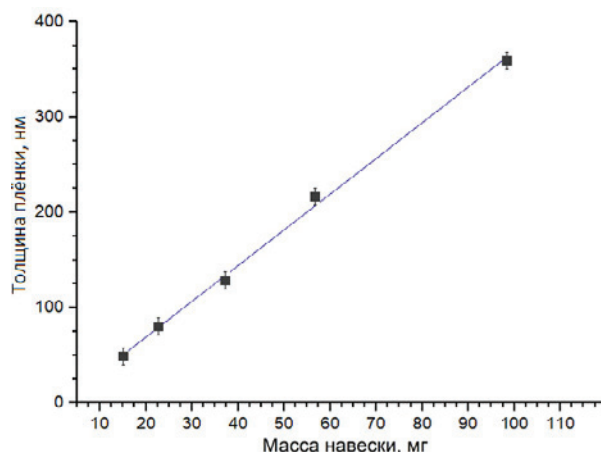


Рис. 2. Зависимость толщины плёнки ИТО после отжига от массы навески сплава.

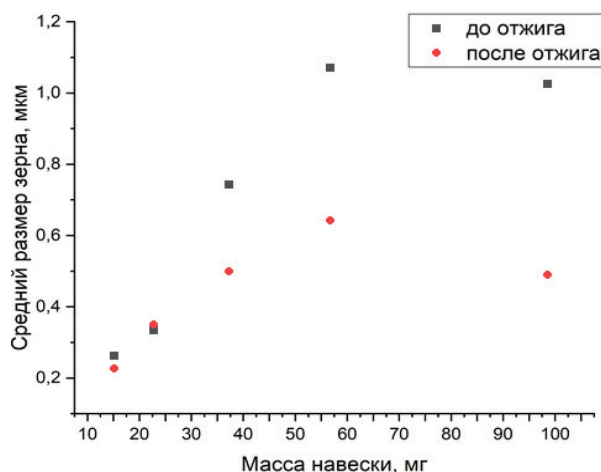


Рис. 3. Зависимость среднего размера зерна плёнок ИТО до и после отжига от массы навески сплава.

1. Т.В. Семкина, В.Н. Комащенко, Л.Н. Шмырева. Оксидная электроника как одно из направлений прозрачной электроники //Электроника и связь. – 2010. – Т. 3. – С. 20-28.

2. Д.О. Москалев, Д.Д. Васильев. Применение плёнок ИТО и выбор метода их формирования //Студенческая научная весна. – 2016.

3. Ю.В. Сахаров, Т.П. Ефимович, Ю.С. Жидик. Исследование механизмов электропроводности плёнок оксида индия, легированного оловом //Доклады Томского государственного университета систем управления и радиоэлектроники. – 2015. – №. 3 (37).

4. П.Н. Крылов, Р.М. Закирова, И.В. Федотова. Оптические свойства плёнок ИТО, полученных высокочастотным магнетронным напылением с сопутствующей ионной обработкой //ФТП. – 2013. – Т. 47. – №. 10. – С. 1421-1424.

Использование EBIC, LBIC и DLTS методов для изучения электрической активности протяженных дефектов в кремнии

В.И. Орлов^{1,2}, О.А. Солтанович¹, О.В. Феклисова¹, Н.А. Ярыкин¹, Е.Б. Якимов¹

¹ Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН,
г. Черноголовка, Московская обл., Россия

² Институт физики твердого тела РАН (ИФТТ РАН), г. Черноголовка, Москов-ская обл., Россия

В докладе будет представлен небольшой истори-ческий обзор проблем, связанных с образованием дефектов в результате скольжения дислокаций в полупроводниках - так называемых дислокацион-ных следов, природа и даже условия образования, которых до сих пор до конца не выяснены. Интерес к этим исследованиям вызван тем, что в последние годы для изготовления солнечных элементов широко используется поликристаллический кремний, где дислокации и связанные с ним дефекты являются основными причинами низкого КПД. Кроме того следы за дислокациями являются электрически активными дефектами и проявляют, как правило, заметную рекомбинационную активность [1-4].

В настоящей работе методами наведенного элек-тронным (EBIC) или оптическим (LBIC) пучком тока и нестационарной спектроскопии глубоких уровней (DLTS) исследовалась электрическая актив-ность следов за дислокациями со стороны растя-жения и сжатия в образцах, вырезанных из про-мышленной пластины кремния p- и n- типа.

В работе использовались бездислокационные монокристаллические образцы кремния, выращен-ные методом Чохральского p-типа. Концентрация легирующей примеси (бор) была $[B] = 10^{15} \text{cm}^{-3}$. Об-разцы имели форму прямоугольных призм размером $30 \times 4 \times 1 \text{ мм}^3$. Индивидуальные дислокации вводились на поверхности (100) от концентраторов напряже-ний - укол алмазного индентора. Для получения высокой плотности дислокаций ($\sim 10^6 \text{cm}^{-2}$) - источни-ком являлась царапина. Нагружение осуществлялось методом четырехопорного изгиба вокруг оси [110] при температуре 873 К.

Исследования методом EBIC проводились на электронном микроскопе JSM 840 фирмы Jeol при комнатной температуре, энергии пучка 35 кэВ и токе пучка порядка 10^{-10} А. Для получения изобра-жения LBIC нами была изготовлена установка на основе оптического микроскопа и сканирующего столика.

Анализ EBIC и LBIC изображений индивидуаль-ных дислокационных полупетель позволил сделать вывод о том, что рекомбинационно-активные дефек-ты (дислокационные следы) всегда формируются только за одним из трех сегментов дислокационной полупетли. Эксперименты, проведенные с использо-ванием образцов кремния различной кристаллогра-

фической ориентации и деформированных в различ-ных условиях, показывают, что дислокационные сле-ды формируются только 60° сегментом дислокацион-ной полупетли у которого, лидирующей является 90° частичная дислокация. Смена лидирующей частич-ной дислокации, за счет изменения направления дви-жения дислокации подтверждает это утверждение (Рис.1).

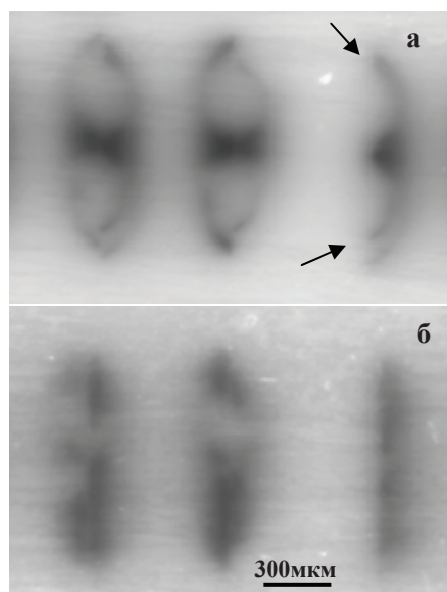


Рис. 1 LBIC изображение дислокационных петель, полу-ченных при расширении (а) и после их обратного движе-ния (б). Плоскость наблюдения (100), стрелками указаны места выхода дислокаций на поверхность наблюдения.

В работе обсуждается природа образования дис-локационных следов скольжения и выдвигается не-сколько возможных механизмов их образования.

1. V. G. Eremenko, V. I. Nikitenko, and E. B. Yakimov. Sov. Phys. JETP Lett., 1978, 26, 65.

2. E. B. Yakimov, I. E. Bondarenko, and N. A. Yarykin. Defects in semiconductors, Mater. Sci. Forum, Trans Tech Publications, Switzerland, 1986, 10-12, 787-790.

3. I. E. Bondarenko, H. Blumtritt, J. Heydenreich et al.. Phys. Stat. Sol. (a), 1986, 95, 173.

4. O.V. Feklisova, E.B. Yakimov, N. Yarykin. Physica B, 2003, 340-342, 1005-1008.

Исследование кремния, имплантированного ионами цинка и кислорода и отожженного в вакууме при повышенных температурах

В.В. Привезенцев^{1,2}, А.Н. Палагушкин², В.С. Куликаускас³, В.И. Зиненко⁴, О.С. Зилова⁵, А.А. Бурмистров⁵, Д.А. Киселев⁶, Т.С. Ильина⁶, А.Н. Терещенко⁷

¹ Физико-технологический институт им. К.А. Валиева РАН, Нахимовский просп. 34, Москва 117218, Россия

² Федеральный научный центр "НИИ системных исследований РАН", Нахимовский просп. 36-1, Москва 117218, Россия

³ НИИЯФ МГУ им. М.В. Ломоносова, Ленинские горы, Москва 119991, Россия

⁴ Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, Московская обл. 141432, Россия

⁵ Национальный исследовательский университет «МЭИ», Красноказарменная ул.14, Москва 111250, Россия

⁶ Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС», Ленинский просп. 4, Москва 119049, Россия

⁷ Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Московская обл. 141432, Россия

В последнее время наночастицы (НЧ) оксида цинка привлекают большое внимание из-за их возможного применения в микроэлектронных устройствах [1]. ZnO является прямозонным материалом с шириной запрещенной зоны 3.34эВ, имеет большую энергию связи в экситоне 60мэВ, является пьезоэлектриком, обладает сорбционным эффектом и в форме НЧ является ферромагнетиком уже при комнатной температуре.

В данной работе представлено исследование формирования фазы ZnO в Si, n-типа, выращенном по Чохральскому, с ориентацией (100). Подложки имплантировались ионами $^{64}\text{Zn}^+$ с дозой $5 \times 10^{16}/\text{см}^2$ и энергией 50кэВ, а после ионами $^{16}\text{O}^+$ с дозой $5 \times 10^{17}/\text{см}^2$ и энергией 17кэВ так, чтобы их проекционные пробеги $R_p=40\text{нм}$ совпадали. Затем образцы отжигались в вакууме в течение 30мин при температурах от 400 до 900°C с шагом 100°C.

Исследования образцов проводили с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) MIRA3 (TESCAN) в режимах вторичной эмиссии (ВЭ) электронов и обратно рассеянных электронов (ОРЭ) в сочетании с энерго-дисперсионной спектроскопией (ЭДС). Морфология поверхности была исследована с помощью атомно-силового микроскопа (АСМ) MFP-3D Stand Alone в полуконтактной моде. АСМ изображения были проанализированы с помощью программы Gwyddion. Для выявления искомой фазы ZnO использовалась фотолюминесценция (ФЛ) при температуре 10К в диапазоне 350-600нм с накачкой He-Cd лазером с длиной волны 325нм.

РЭМ-ВЭ исследования (топологический контраст) (рис.1.а) показали, что на поверхности Si находятся многочисленные яркие бугорки, представляющие собой Zn-содержащие частицы и некоторое количество темных пятен - кратеров с размерами около 50-100нм, заполненных углеводородами. Это подтверждено РЭМ-ОРЭ изображением (Z-контраст) и количественно ЭДС спектром поверхности. При этом АСМ измерения показали, что шероховатость поверхности характеризуется следующими параметрами: $R_{\text{rms}}=73\text{нм}$, $R_a=57\text{нм}$, а средняя высота шероховатости составляет 0.35нм.

После отжига, например, при 700°C, структура поверхности становится более развитой: происходит уменьшение размеров Zn-содержащих частиц до 10-20нм и заметное увеличение количества пор. Из АСМ измерений следует, что шероховатость поверхности в этом случае имеет следующие характе-

ристики: $R_{\text{pm}}=45\text{нм}$, $R_a=36\text{нм}$, а средняя высота шероховатости составляет 0.15нм (Рис.1.б).

Исследование ФЛ (Рис.2) подтвердило наличие фазы ZnO после имплантации ввиду появления в спектре пика на длине волны 370нм, обусловлено-го экситонной рекомбинацией в оксиде цинка. При

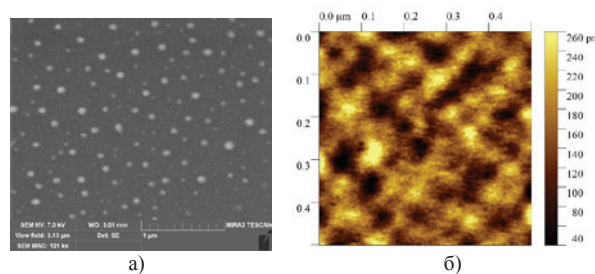


Рис. 1. РЭМ-ВЭ изображения поверхности образца Si после имплантации Zn/O (а) и АСМ изображение после отжига при 700°C (б).

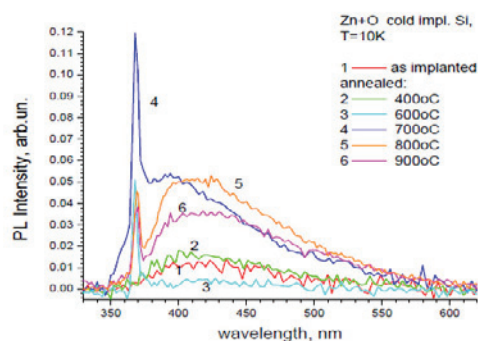


Рис. 2 Спектры ФЛ образцов (б) после имплантации Zn/O (1) и после отжигов, температура °C: 2 – 400, 3 – 600, 4 – 700, 5 – 800, 6-900.

отжиге этот пик постепенно растет ввиду увеличения содержания фазы ZnO в образце. После отжига при температуре 700°C пик ФЛ на длине 370нм достигает максимальной величины. При дальнейшем увеличении температуры отжига (800°C и выше) этот пик начинает уменьшаться из-за исчезновения фазы ZnO, поскольку с ростом температуры в реакцию окисления Zn вступают атомы матрицы Si и образуется фаза виллемита Zn_2SiO_4 . Этой фазе соответствует пик ФЛ на длине волны около 420нм, который появляется на спектре.

Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки: договор № 0065-2019-0003 (НИИСИ РАН); проект № 11.9706.2017/7.8 (МИСИС) и в рамках бюджетного финансирования ФТИАН РАН и ИФТТ РАН.

Исследование переходного слоя на границах раздела кремний - стекловидный диэлектрик-кремний чипа микромеханического тензопреобразователя

Л.В. Соколов

Филиал АО «РПКБ» в городском округе Жуковский. 140185, Россия, Московская обл., г. Жуковский, ул. Туполева, 18

В настоящее время ещё недостаточно исследованы причины, обуславливающие вносимые и остаточные механические напряжения, как фактор нестабильности, при изготовлении интегральных преобразователей и интегральных микросхем на основе гетерогенных структур.

Анализируются возможные причины образования локальных центров механических напряжений при изготовлении чипа преобразователя, модуля на его основе (рис.1), полученного методом анодного сращивания в электростатическом поле с опорным элементом из стекла Ругех, и при производстве КНИ пластин [1].

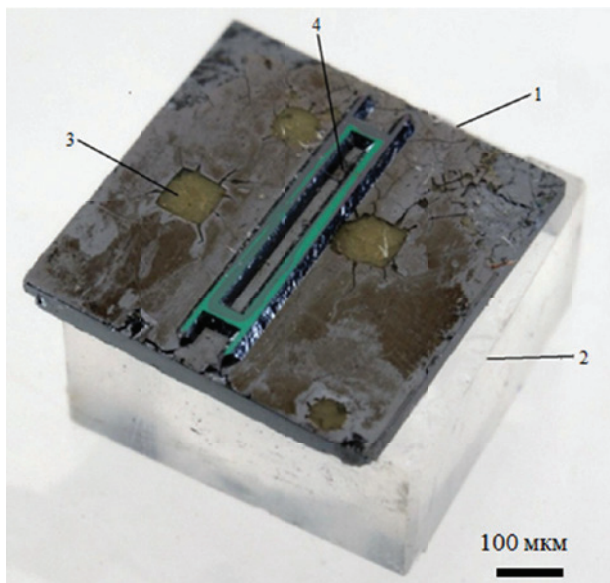


Рис. 1. Образец модуля с чипом КНИ тензопреобразователя 1 для исследования переходных областей в микро профилированной структуре кремний - стекловидный диэлектрик - кремний чипа КНИ тензопреобразователя: 2 – стеклянный опорный элемент, 3 – отпечатки торцов электрода после анодного сращивания, 4 – остатки продуктов травления кремния.

Исследования проводились с использованием растрового электронного микроскопа Quanta 200 и атомносилового микроскопа Veeco.

Объектом исследования являются локальные области переходного слоя на границах раздела монокремний-стекловидный диэлектрик чипа микромеханического преобразователя давления с КНИ гетероструктурой [2]. На полученных изображениях локальных областей видны образования в виде микро размерных кластеров, предположительно кластеров из атомов кремния и кластеров из ионов бария и алюминия, входящих в состав синтезированного стекла $BaO-Al_2O_3-SiO_2$ [1]. Элементный состав подтверждён рентгеновской спектроскопией с использованием сканирующего электронного микроскопа Stereoscan-360, оснащённого рентгеновским спектрометром AN 10000. Возможная причина этих образований – межфазные взаимодействия компонентов стекловидного диэлектрика в паровой фазе с приповерхностным слоем монокристаллического кремния в твердой фазе в процессе термокомпрессионного сращивания кремниевых пластин с помощью тонкого промежуточного слоя стекловидного диэлектрика. Такой механизм образования микро размерных кластеров объясняется с позиции теории межфазных взаимодействий [3]. Локальные структурные изменения в переходном слое, обуславливающие дефекты дислокации в прилегающих кремниевых слоях гетероструктуры, могут стать причиной зарождения локальных центров механических напряжений в кремнии.

1. Н.И. Кошелев, О.Ю. Семёнов, А.И. Ермолаева. Перспективные материалы, 2000, 6, 21-24.

2. Leonid V. Sokolov. Proceedings of 9th International Symposium on Measurement Technology and Intelligent Instruments ISMTI-2009, v. 3, S-Petersburg, 29 June – 2 July 2009, 248-251.

3. A.Y. Usenko. 219th ECS Meeting Transactions. Advanced Semiconductor-on-Insulator Technology and Related Physics 15. The Electrochemical Society, Pennington, USA, 2011, Volume 35, Issue 5, 111-115.

Влияние времени селенизации на формирование морфологии тонких пленок $\text{Cu}_2\text{ZnSnSe}_4$, осажденных на гибкой металлической подложке

А.В. Станчик¹, В.Ф. Гременок¹, С.М. Барайшук²

¹ ГНПО «Научно-практический центр НАН Беларуси по материаловедению», 220072 Беларусь, г. Минск, ул. П. Бровки 19

² Белорусский государственный аграрный технический университет, 220023 Беларусь, г. Минск, пр. Независимости, 99

Гибкие солнечные элементы (СЭ) на основе тонких пленок $\text{Cu}_2\text{ZnSnSe}_4$ (CZTSe) являются привлекательными из-за их потенциально низкой стоимости и различных возможностей применения [1]. На сегодняшний день эффективность таких СЭ составляет 6,1 % [2], что пока ниже теоретической и полученной эффективности СЭ на стеклянной подложке на основе пленок CZTSe. Одной из возможных причин низкой эффективности гибких СЭ является шероховатость металлических подложек, которая влияет на качество формирования морфологии активных слоев СЭ [3]. Поэтому исследование шероховатости поверхности пленок CZTSe полученных на металлических подложках играет важную роль в повышении эффективности СЭ на их основе. Целью данной работы является исследование влияния времени селенизации на морфологию пленок CZTSe, полученных на подложке из фольги тантала (Ta).

Для получения тонких пленок CZTSe использовалась методика, включающая электрохимическое осаждение металлических прекурсоров на фольгу из Ta, предварительный отжиг и селенизацию [4]. Температура селенизации составляла 560°C , а время изменяли от 10 до 30 мин. Исследование структуры и шероховатости поверхности пленок CZTSe осуществляли с помощью атомно-силового микроскопа NT206 (Microtestmachines Co) в контактном режиме.

На рисунке 1 представлены характерные АСМ-изображения поверхности пленок CZTSe на фольге из Ta, селенированных в течении различного интервала времени. Поверхность пленок CZTSe селенированных в течении 10 мин характеризуется зернистой структурой. Зерна имеют продолговатую форму, размером $(0,6-1) \times (1,4-2,2)$ мкм высотой 0,6–1 мкм. Аналогичная картина наблюдается для пленок CZTSe, селенированных в течение 20 мин, однако размеры зерен несколько иные. При ширине 0,5–0,8 мкм средняя длина зерен незначительно уменьшилась до 1–1,8 мкм, при этом зерна имеют гораздо более выраженную ориентацию вдоль одного направления. При увеличении времени селенизации пленок CZTSe до 30 мин происходит объединение зерен в кластеры и уменьшение межзеренных границ. Наблюдается уменьшение высоты зерен и формирование округлой формы зерен размером 2 мкм высотой до 0,5 мкм.

Из результатов, представленных в табл. 1, видно, что значения шероховатости поверхности пленок CZTSe, селенированных в течении 10 и 20 мин, незначительно отличаются, что можно объяснить незначительными изменениями размеров зерен и структуры поверхности пленок в целом. Шероховатость поверхности пленок CZTSe, селенированных в течение 30 мин, уменьшилась по сравнению с пленками CZTSe, селенированными в течение 10

и 20 мин, что обусловлено формированием крупных зерен на поверхности.

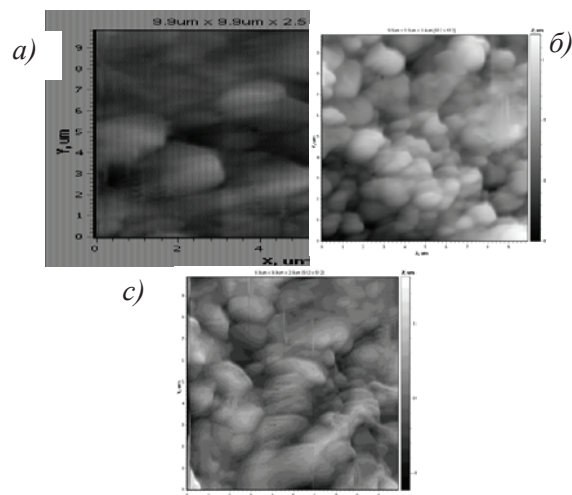


Рис. 1. АСМ-изображения тонких пленок CZTSe селенированных в течении 10 (а), 20 (б) и 30 (в) мин при 560°C

Табл. 1. Усредненные значения средней арифметической (R_a) и средней квадратичной (R_q) шероховатости поверхности тонких пленок CZTSe на Ta-фольге

Время селенизации, мин	R_a , нм	R_q , нм
10	320,2	413,8
20	332,5	417,9
30	256,2	322,6

Таким образом, из полученных результатов исследования следует, что время селенизации тонких пленок CZTSe оказывает влияние на их морфологию и шероховатость. Кроме того, полученные результаты позволяют говорить о том, что при использовании Ta-фольги в качестве подложки возможно получение пленок со структурными свойствами, аналогичными свойствам пленок CZTSe, нанесенных на стеклянные подложки с подслоем молибдена [1].

Работа выполнена при поддержке БРФФИ (№ T19M-022).

- С.М. Барайшук, Т.М. Ткаченко, А.В. Станчик, В.Ф. Гременок, С.А. Башкиров, М. Вертель, М. Будзинский, А.И. Туровец, Ю.С. Яковенко. Поверхность. рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2018, 11, С. 35–40.
- S. López-Marino, Y. Sánchez, M. Espindola-Rodríguez, X. Alcobé, H. Xie, M. Neuschitzer, I. Becerril, S. Giraldo, M. Dimitrievska, M. Placidi, L. Fourdrinier, V. Izquierdo-Roca, E. Saucedo. J. Mater. Chem. A., 2016, 1–16.
- W.K. Batchelor. Proc. of the 29th IEEE Photovoltaics Specialist's Conference, 2002, 719.
- V.F. Gremenok, R. Juskenas, T.V. Petlitskaya, A.V. Stanichik, S.A. Bashkirov, R. Giraitis, A. Selskis, A.N. Pyatlitski, V.A. Solodukha, C. Berthold, K. Nickel. Proceedings of the 33rd European Photovoltaic Solar Energy Conference and Exhibition, 2017, 1081–1084.

Исследование особенностей электрической активности следов за дислокациями в кремнии методами EBIC, LBIC и DLTS

В.И. Орлов^{1,2}, О.В. Феклисова¹, Е.Б. Якимов¹

¹ Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, 142432 Московская область, г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна 6

² Институт физики твёрдого тела РАН, 142432 Московская область, г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна 2

В работе методами наведенного электронным пучком (EBIC) и лазерным излучением (LBIC) тока, а также методом нестационарной спектроскопии глубоких уровней (DLTS) исследовалась электрическая активность протяжённых дефектов в кремнии – следов за дислокациями, которые возникают при движении дислокаций по кристаллу. Был обнаружен ряд особенностей при исследовании электрической активности следов за дислокациями – различная рекомбинационная активность со стороны сжатия и растяжения кристалла, а также неоднородность контраста в наведенном токе даже в пределах одной дислокационной петли. Разработанные методы деформации позволяют создавать образцы с различной рекомбинационной активностью следов за дислокациями. Сочетание нескольких методов исследования электрической активности позволит выявить спектр энергетических уровней этих дефектов.

Электрическая активность следов за дислокациями исследовалась в кристаллах кремния р-типа. Образцы изготавливались из промышленной пластины кремния электронного качества, деформировались четырёхточечным изгибом. Обнаружено, что со стороны сжатия заметным контрастом обладали следы за боковыми сегментами дислокационных петель, тогда как со стороны растяжения позади боковых сегментов дислокаций EBIC контраст от следов практически отсутствовал, и наблюдался лишь в центральной части петли вблизи царапины, служившей источником зарождения дислокаций.



Рис. 1. EBIC изображения следов за дислокациями а) со стороны сжатия; б) со стороны растяжения; в) тот же участок (б) образца после следования дислокаций в обратном направлении.

После повторной деформации образца, где сторона растяжения уже служила стороной сжатия, и дислокации двигались в обратном направлении, в режиме EBIC и LBIC наблюдалось появление кон-

траста от следов за дислокациями, значения которого достигали ~ 20 % (Рис. 1 и 2).

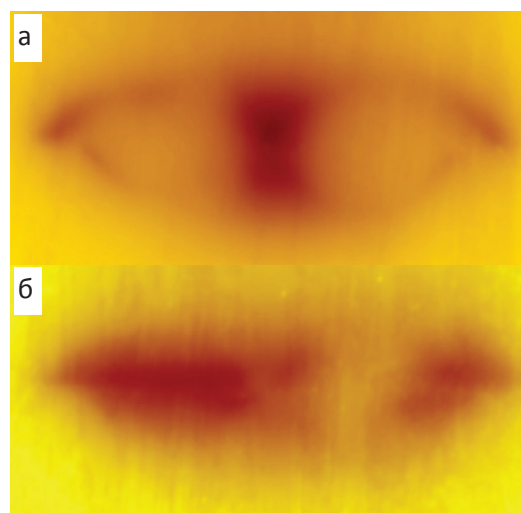


Рис. 2. LBIC изображения одиночных следов за дислокациями со стороны растяжения (а) и после следования дислокаций в обратном направлении (б).

В спектре DLTS, измеренном со стороны растяжения, глубоких уровней не обнаружено, тогда как со стороны сжатия наблюдался широкий пик при температуре ~230 К.

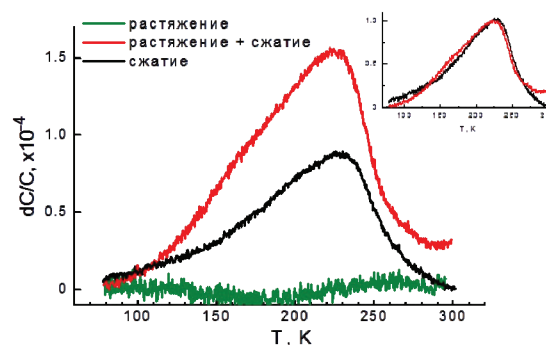


Рис. 3. DLTS спектры, измеренные в деформированных образцах со стороны сжатия, растяжения и повторной деформации.

После повторной деформации образца в спектре DLTS наблюдалось появление уширенного пика при температуре ~230 К, аналогичного пику, наблюдаемому со стороны сжатия (Рис. 3). Из полученных результатов установлена связь измеренного методом DLTS спектра глубоких уровней с дефектами, ответственными за формирование рекомбинационного контраста в следах за дислокациями.

Новый метод описания диэлектрических спектров нелинейных диэлектриков

Ю.И. Юрасов^{1,2}, А.В. Назаренко¹

¹ Федеральный исследовательский центр Южный научный центр Российской академии наук
344006, Ростов-на-Дону, пр. Чехова, 41

² Научно-исследовательский институт физики Южного федерального университета,
344090, Ростов-на-Дону, пр. Стачки, 194

Изучением релаксорных свойств сегнетопьезо-керамик во всем мире занимаются уже более 50 лет. За это время были созданы многочисленные объекты, обладающие уникальными свойствами и совокупностью сегнетоэлектрических, пьезоэлектрических и оптических свойств. Для описания происходящих в них физических процессов разработано множество теорий и моделей, среди которых можно отметить законы Аррениуса и Фогеля - Фулчера.

Самой общей моделью аппроксимации релаксации в сегнетопьезоматериалах на сегодняшний день является формула Гавриляка – Негами [1]. Именно поэтому на ее основе нами была получена новая модель описания комплексной удельной электропроводности, которая имеет более высокую сходимость в ВЧ- и НЧ-областях [1]:

$$\gamma^* = \gamma_\infty + \frac{\gamma_s - \gamma_\infty}{(1 + (i\omega\tau)^{1-\alpha})^\beta} + \varepsilon''_\infty \omega \varepsilon_0 + i\varepsilon'_\infty \omega \varepsilon_0 \quad (1)$$

где $\gamma^* = \gamma' + i\gamma''$ – полная комплексная электропроводность; $\varepsilon''_\infty \omega \varepsilon_0$ – сингулярный член, показывающий вклад сквозной проводимости в γ' ; ε''_∞ – значения мнимой части диэлектрической проницаемости (ε'') при $\omega \rightarrow \infty$; $\varepsilon'_\infty \omega \varepsilon_0$ – дополнительный член; ε'_∞ – значения действительной части диэлектрической проницаемости (ε') при $\omega \rightarrow \infty$; α и β – эмпирические параметры ($0 \leq \alpha \leq 1$, $0 \leq \beta \leq 1$).

В работе нами на основе анализа температурно-частотных зависимостей «эмпирических» параметров α и β выявлена закономерность, позволяющая рассчитывать их значения [2].

$$\alpha = \frac{kT}{E_a} \ln(Q_\infty), \quad (2)$$

где Q_∞ – это добротность при $\omega \rightarrow \infty$. Причем установлено, что параметр α – это параметр температурно-частотного распределения диэлектрических потерь в нелинейных диэлектриках, при этом параметр β находится из следующего выражения:

$$\beta = 1 - \alpha. \quad (3)$$

Установлена новая взаимосвязь для $\gamma^*_\infty = \gamma^*_0 e^{aE_a/kT}$ и $f_\infty = f_0 e^{aE_a/kT}$ через параметр a , позволяющая связать температурную и частотные зависимости комплексной электропроводности при $\omega \rightarrow \infty$ и при $\omega \rightarrow 0$ в аппроксимационных моделях Гавриляка – Негами и в новой модели для описания комплексной электропроводности γ^* .

$$\gamma^* = \gamma_\infty + \sum_{n=1}^{\infty} \frac{\Delta\gamma_n}{\left(1 + (i\omega\tau_n)^{1-\frac{kT}{E_a} \ln(Q_n)}\right)^{1-\frac{kT}{E_a} \ln(Q_n)}} + \varepsilon''_\infty \omega \varepsilon_0 + i\varepsilon'_\infty \omega \varepsilon_0 \quad (4)$$

где $\Delta\gamma_n = \gamma_{Sn} - \gamma_{\infty n}$; n – номер релаксационного процесса, причем $\gamma_{Sn} = \gamma_{\infty n-1}$.

Использование новой модели позволяет с высокой точностью описывать набор изучаемых спектров нелинейных диэлектриков, включая ВЧ- и НЧ-области, в диапазоне частот от 10^{-3} до 10^{12} Гц.

На рисунке 1 показан результат аппроксимации оксида графена (GO-B)-IPA при температуре $T = 60^\circ\text{C}$ с помощью формулы (4), который был описан в работе [3]. Данный материал имеет сложный релаксационный характер, состоящий из двух типов релаксации – «слабой» при низких частотах $< 10^3$ Гц и «сильной» $> 10^3$ Гц.

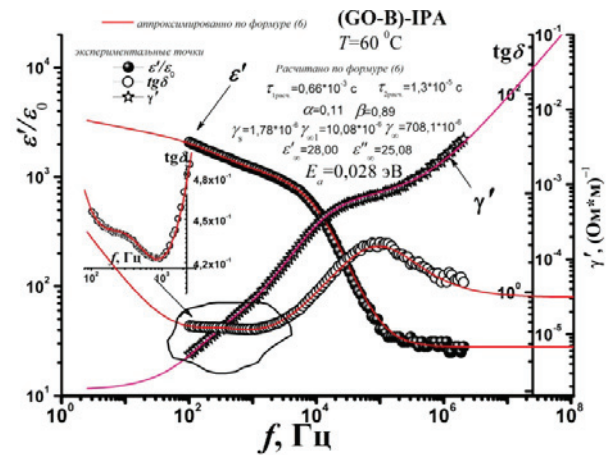


Рис. 1. Зависимости $\varepsilon'/\varepsilon_0(f)$, тангенса угла диэлектрических потерь ($\text{tg}\delta(f)$), $\gamma'(f)$ оксида графена (GO-B)-IPA.

В работе показано, что новая модель (4) получена при описании диэлектрических спектров сегнетоэлектрических материалов (ЦТС, PMN-PT, бесвинцовая пьезокерамика) и может использоваться для описания диэлектрических спектров и аппроксимации экспериментальных данных нелинейных диэлектриков широкого класса (жидкие диэлектрики, полупроводниковый материалы), а величина параметра температурно-частотного распределения диэлектрических потерь a отражает характер потерь при релаксационных процессах

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (№ 17-08-01724 а) и Министерства образования и науки Российской Федерации: ЮФУ (№3.6371.2017/8.9, №3.6439.2017/8.9), ЦКП № 1483136; ЮНЦ РАН-РАН (№01201354240), ЦКП № 501994..

1. Ю.И. Юрасов, А.В. Назаренко . Наука Юга России, 2018, 14(4), 35-45.

2. Ю.И. Юрасов, А.В. Назаренко. Наука Юга России, 2019, 15(1), 31-41.

3. S. Al-Zangana, M. Iliut, G. Boran, M. Turner, A. Vijayaraghavan, I. Dierking. Scientific Reports. 2016. V. 6. Article number: 31885.

Секция 2.
Характеризация материалов и структур
методами ПЭМ

Просвечивающая электронная микроскопия магнитных наноструктур

С.А. Гусев¹, Ю.В. Петров², Д.А. Татарский¹, А.Л. Чувилин³

¹ Институт физики микроструктур РАН, ул. Академическая, д. 7, Нижний Новгород, 607680

² Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург

³ CIC nanoGUNE, Tolosa Hiribidea, 76, San Sebastian, E-20018 Spain

Топологически устойчивые магнитные конфигурации нанометрового масштаба, такие как вихри и скирмионы привлекают к себе огромное внимание как фундаментальной науки, так и обладают реальными перспективами практического применения в устройствах магнитной логики и памяти, для которых понимание физических свойств магнитных нанодоменов имеет важное значение. Просвечивающая электронная микроскопия является наиболее мощным инструментом для изучения структурных особенностей и магнитных доменных текстур в корреляции с физическими свойствами подобных новых наноструктур.

Одним из способов формирования скирмионных структур является локальная модификация магнитных характеристик тонкопленочных систем с помощью остро сфокусированных ионных пучков. В данном докладе приведены результаты экспериментального исследования по наблюдению структурных изменений и неоднородных магнитных распределений в многослойных пленках Co/Pt, свойства которых были модифицированы с помощью локального ионного облучения остро сфокусированными пучками ионов гелия. Многослойные структуры Co/Pt с толщиной слоев от ~ 0.5 до ~ 1 нм облучались пучками ионов He^+ с энергией 30 кэВ (флюенс варьировался от $\sim 10^{14}$ до 10^{16} cm^{-2}) с использованием ионного гелиевого микроскопа Otop и системы литографии Nanomaker. Экспонированные ионами области имели круглую или эллиптическую форму с размерами от 50 нм до 400 нм, и образовывали периодическую квадратную решетку. При ионном облучении происходит перемешивание материала слоев структуры, которое сопровождается локальным изменением магнитных свойств многослойной пленки. Структурные изменения в пленках в зависимости от дозы облучения были исследованы с помощью просвечивающего электронного микроскопа LIBRA 200MC на поперечных срезах облученных образцов. Визуализация магнитных текстур осуществлялась методом Лоренцевой просвечивающей электронной микроскопии (ЛПЭМ). При этом использовались два способа получения изображений с магнитным контрастом: френелевский или метод дефокусировки (микроскопы LIBRA 200MC и FEI Titan), и метод дифференциального фазового контраста (FEI Titan). Типичные экспериментальные изображения с френелевским контрастом приведены на Рис.1. Анализ экспериментальных френелевских ЛПЭМ изображений проводился на основе качественного сравнительного анализа их с модельными изображениями.

Характерный вид контраста на Рис.1а, на котором представлено дефокусированное изображение

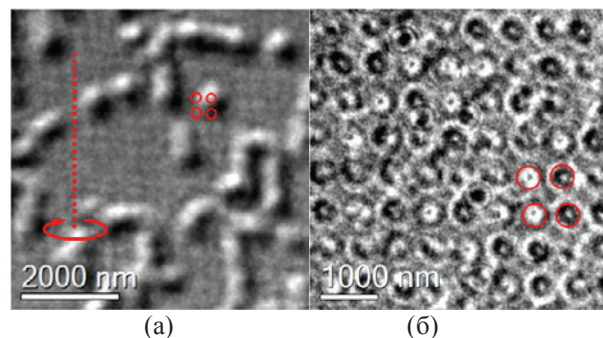


Рис. 1. ЛПЭМ изображение с френелевским контрастом: а) решетка неелевских скирмионов, образец имеет наклон 30° , направление оси вертикальное; б) решетка скирмионов блоховского типа, электронный пучок перпендикулярен плоскости образца.

облученных областей с флюенсом 10^{15} cm^{-2} , а также его изменение при наклоне образца по отношению к электронному пучку свидетельствует о формировании в данном случае решетки скирмионов неелевского типа. Для структур с большими дозами облучения магнитный контраст изображения показывает формирование неоднородных магнитных распределений блоховского типа (Рис.1б, 2а). Восстановлению распределений намагниченности из френелевских изображений затрудняет наличие кроме магнитного контраста – контраста связанного с локальными изменениями электростатического потенциала при облучении (Рис.1а). ПЭМ изображения, полученные с помощью метода дифференциального фазового контраста, позволил реконструировать картину магнитных распределений в облученных структурах без предварительных модельных построений (Рис.2б).

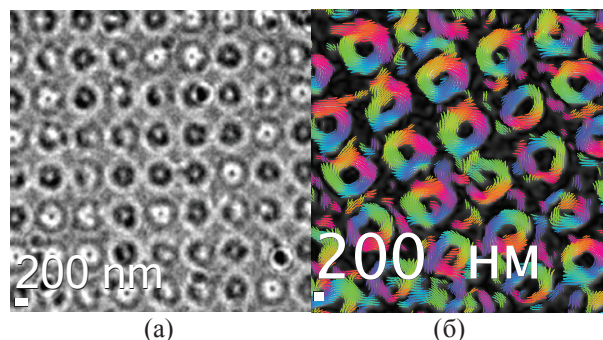


Рис. 2. ЛПЭМ изображение с френелевским контрастом (слева) решетки вихрей и восстановленные распределения намагниченности из микроизображений с дифференциальным фазовым контрастом (справа)

Работа поддержана грантом РФФИ 18-02-00827. В работе использовано оборудование Междисциплинарного ресурсного центра по направлению «Нанотехнологии» СПбГУ и ЦКП "Физика и технология микро- и наноструктур" (ИФМ РАН).

Микроскопия в исследовании гетероструктурных нанопроволок, полученных методом матричного синтеза

И.М.Долуденко¹, О.М. Жигалина^{1,2}, В.М.Каневский¹, Д.Л.Загорский¹, С.А.Бедин^{1,3},
В.В.Артёмов¹, Д.Н.Хмеленин¹, И.М.Иванов^{1,2}

¹ ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, 119333, Ленинский проспект 59.

² Московский государственный технический университет им. Н.Э.Баумана

³ Московский педагогический государственный университет, 119991, Малая Пироговская 1/1

Нанопроволоки (НП) из чередующихся слоёв различных металлов (гетероструктурные, слоёвые) представляют интерес в качестве сенсоров, магнитных материалов, элементов спинтроники. В настоящей работе синтезированы массивы НП, состоящих из комбинации магнитный металл-немагнитный металл (Ni/Cu, Co/Cu). В данной работе применялся метод матричного синтеза и проводилось гальваническое осаждение различных металлов в поры трековых мембран. Во всех случаях использовались электролиты на основе солей (как правило серноокислых) из соответствующего металла. Использовался однованный метод: осаждение в поры матрицы велось из одного двухкомпонентного электролита, а чередование составов достигалось путём изменения потенциала электроосаждения. В ходе предварительного осаждения на плоскую поверхность были определены оптимальные потенциалы осаждения: в случае Cu/Ni – 0,7 В Cu и 1,8 В для Ni, в случае Cu/Co – Cu – 0,5 В; Co – 1,5 В.

Эти результаты использовались в росте в порах матрицы. После роста матрица удалялась, а образцы исследовались с помощью растровой электронной микроскопии. Результаты РЭМ показали, что толщина НП больше диаметра пор примерно на 15-20%. Это связано с «растягиванием» пор растущим металлом и с образованием оксидной пленки на поверхности проволоки. ПЭМ исследования показали, что синтезированные НП состояли из десятков слоёв, толщина которых варьировалась от 250 до 15 нм. Для получения слоёв, одинаковых по длине НП был применён метод контроля протекшего заряда.

Показано, что размер отдельных зерен варьируется от 5 нм до 10 нм. На поверхности присутствуют оксиды меди (Cu₂O и CuO) и никеля (NiO и Ni₂O₃) разных стехиометрий. Причем, преобладают оксиды меди. ПРЭМ исследование с z-контрастом показало, что слои меди монокристалличны. Карта распределения элементов показала, что толщина слоёв экспоненциально уменьшается по мере роста НП. Это и объясняет несоответствие реальной длины НП

предполагаемой. Пример полученных результатов приведен на Рис. 1. Элементный анализ вдоль длины нанопроволоки показал наличие чистых слоев меди (примесь никеля порядка 2 %) и слоев никеля с содержанием меди порядка 20 %

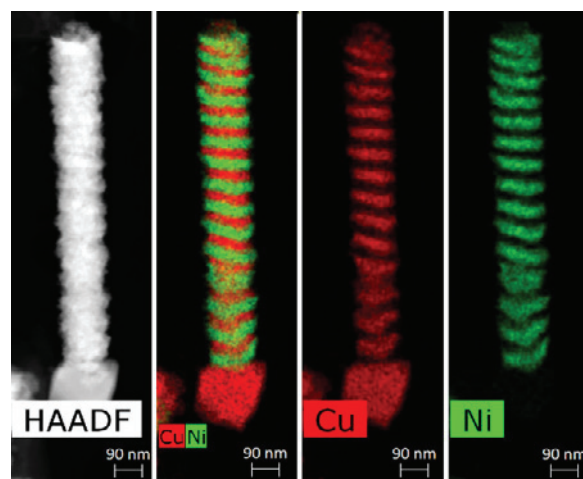


Рис. 1. Карта распределения элементов для образца полученных гетероструктурных нанопроволок Cu/Ni

Было показано, что, уменьшая время роста (и протёкший заряд) можно уменьшить толщину слоёв до 30 нм. Уменьшение толщины слоёв до 15 нм приводило к размытию границы между слоями, уменьшения различия концентраций между слоями. При ещё большем сокращении времени характер осаждения металлов изменялся и образовывались структуры, состоящие из одного металла, заключённого в оболочку из другого.

Благодарности. Часть работ (синтез и СЭМ) выполнялись при поддержке гранта РФФИ (проект № 16-29-11763 офи-м). Часть работ (ПЭМ исследования) выполнены в рамках Госзадания ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН

Преимущества различных электронно-дифракционных методов при структурной диагностике политипов

М.Г. Кязумов, Л.В. Рустамова

Институт Физики НАН Азербайджана, Аз -1143, г. Баку, пр. Г. Джавида 33, Азербайджан

Известно, что режимы синтеза политипов слоистых кристаллов покрывают друг друга. Поэтому становится очень сложным синтезировать чистые политипы слоистых кристаллов, особенно методом ХТР (химической транспортной реакции).

Изучены электронограммы косых текстур и электронограммы вращения монокристалла (ЭВМ) CdInGaS_4 и $\text{Ga}_{0,83}\text{In}_{0,83}\text{Fe}_{0,34}\text{S}_3$, полученные вращением монокристаллической пленки (МП) вокруг оси, перпендикулярной к плоскости пленки, которая заранее наклонена на угол φ от перпендикулярного положения к падающему электронному пучку [1], а также полученные вращением МП вокруг оси a^* обратной решетки, перпендикулярно расположенной к электронному пучку [2]. В отличие от дифракционных картин, где трудно было различить разные политипы в их смесях, в полученных нами электронограммах вращения они легко различимы. По рентгенограммам порошка и по электронограммам косых текстур были ошибочно установлены 3Т (рис.1а) и 6R политипы. В результате исследований по ЭВМ оказалось, что эти политипы являются смесями 1Т и 3R (рис.1б), а также 2Н и 3R политипов, соответственно. Предварительная оценка кристаллической структуры $\text{Ga}_{0,83}\text{In}_{0,83}\text{Fe}_{0,34}\text{S}_3$, сделанная по рентгенограмме от порошка указывала на пяти пакетную структуру со структурным типом ТОТТ. Исследование электронограмм текстур и ЭВМ показало, что образец состоит из смесей двух полиморфных фаз со структурными типами ТОТТ и ТОТТТ.

Вращая тонкую монокристаллическую пленку вышеуказанными методами (ЭВМ) можно собрать узлы ОР по порядку, что позволит очень легко определить параметры кристаллической решетки и провести фазовый анализ. Электронограммы можно легко расшифровывать приведенными ниже формулами.

$$d_{100} = (3/4)^{1/2} a = 2L\lambda h / 2R_{h00}, \quad D_{hkl} = (R_{hkl}^2 - R_{hk0}^2)^{1/2},$$

$$\Delta D = c^* L\lambda = (D_{hkl} - D_{hk(l-1)}), \quad d_{001} = c = 1/c^* = L\lambda / \Delta D.$$

Расшифровка всех электронограмм свидетельствует о том, что не только кристаллы, отобранные из разных ампул и разных мест одной ампулы, различаются по структуре, но и в одном кристалле сочетаются структуры различных политипов: 2Н и 3R, 1Т и 3R или 1Т и 2Н. Разные политипы CdInGaS_4 сменяются только по направлению перпендикулярно слоям.

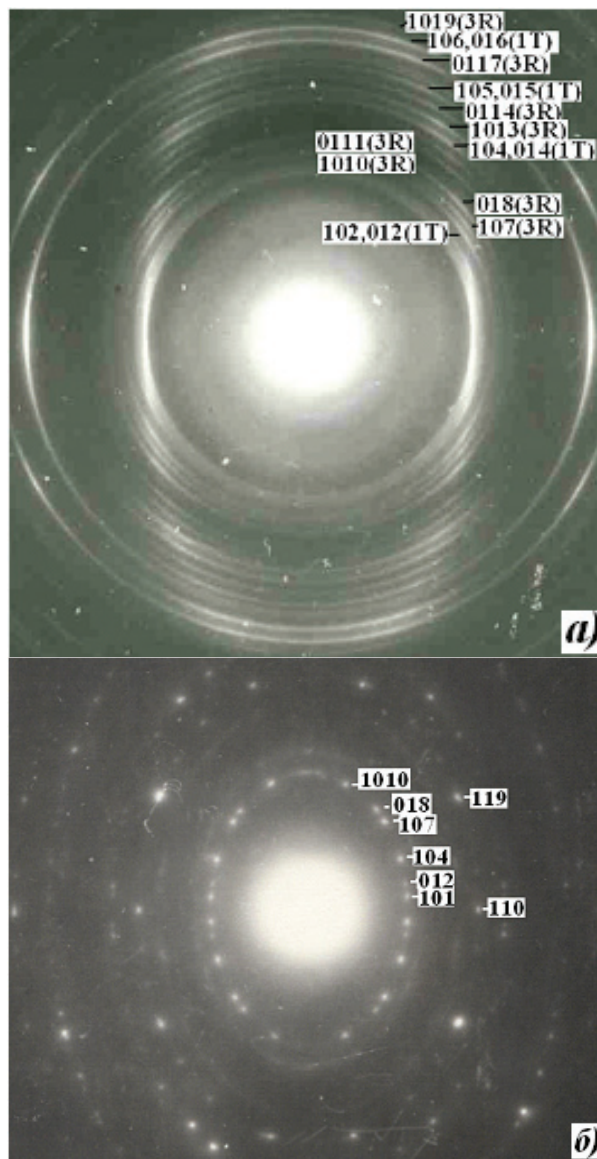


Рис.1. Электронограммы а) от смесей текстур 1Т и 3R политипов и б) от тонкой монокристаллической пленки 3R политипов CdInGaS_4 .

1. Б.Б.Звягин, А.П.Жухлистов, М.Г.Кязумов, А.М. Фоминенков. Электронограммы вращения монокристалла. Кристаллография, 1990, вып. 3, с.602-609 1.

2. М. Г. Кязумов. Новые схемы получения электронограмм гексагональных и моноклинных кристаллов. Кристаллография, (2014), 59, 549-555

Электронно-микроскопическое исследование наноразмерных частиц диоксида титана

В.И. Николайчик¹, И.И. Ходос¹, О.И. Тимаева², Г.М. Кузьмичева²

¹ ИИТМ РАН, ул. Акад. Осипьяна, д.6, г. Черноголовка, Московская обл., 142432

² Российский технологический университет МИРЭА, пр. Вернадского, д.86, г. Москва, 119571

Наночастицы диоксида TiO_2 привлекают большое внимание из-за своих уникальных физико-химических свойств, в частности, фотокаталитических, адсорбционных, бактерицидных. Одной из тенденций развития технологии получения наночастиц является получение наночастиц в форме ядро-оболочка (core-shell). В этой связи привлекает интерес получение и исследование core-shell наночастиц TiO_2 .

В работе проведено электронно-микроскопическое исследование образцов наночастиц TiO_2 , приготовленных гидротермальным сульфатным методом по разным процедурам, включая использование полимера ПВХ для формирования оболочки наночастиц. Для сравнения также исследовался коммерческий продукт безоболочных наночастиц TiO_2 Nombifine N фирмы Sachtleben Chemie GmbH.

Электронно-дифракционное выявило, что электронограммы образцов имеют вид дифракционных колец, соответствующих структуре анатаза. Степень размытия колец, определяемая размером области когерентного рассеяния, была различной для разных процедур приготовления. Полуширина дифракционных колец обратно пропорциональным образом коррелировала с размером наночастиц на изображениях высокого разрешения. Для размеров наночастиц около 40 нм высокая локализация дифракционных пятен на электронограмме позволяет различать отражения, соответствующие близким межплоскостным расстояниям структуры анатаза, в частности, $d_{hkl} = 2.43, 2.37$ и 2.33 \AA .

Электронно-микроскопическое исследование показало наличие в образцах, синтезируемых в присутствии ПВХ, крупных наночастиц (размером около 50 нм) в форме поликристаллическое ядро-аморфная оболочка (Рис.1). Мелкие наночастицы не имеют толстой оболочки из ПВХ. Возможно, что на таких наночастицах присутствует тонкая оболочка (оцениваемая толщина около ~ 0.2 нм) из молекулярного слоя ПВХ или монослой воды (~ 0.3 нм).

Обнаружено, что на электронограммах образцов с размерами наночастиц от 10 нм наблюдаются изолированные дифракционные отражения, не лежащие на дифракционных кольцах и запрещенные в структуре анатаза.

Измерения межплоскостных расстояний, соответствующих запрещенным отражениям и симуляция картин электронной дифракции показывают, что запрещенные отражения связаны не с примесной фазой (получаемые образцы были однофазными со структурой TiO_2 в форме анатаза), а с эффектом двойной дифракции, который приводит к появлению кинематически запрещенных отражений, обусловленных динамическим характером электронной дифракции. Структура анатаза имеет пр. гр. $I4_1/amd$, в которой присутствует винтовая ось 4_1 и плоскости скользящего отражения **a** и **d**, которые ответственны за появление запрещенных отражений. Эффект двойной дифракции наиболее сильно проявляется при ориентировке наночастиц относительно падающего пучка электронов направлениями высокой симметрии. В связи с тем, что таких частиц относительно мало среди случайно ориентированных, то отражения двойной дифракции не формируют дифракционных колец, а проявляются в изолированном виде. Эффект двойной дифракции нарастает с увеличением пути прохождения электронов, поэтому отражения двойной дифракции не видны на электронограммах образцов с малым размером наночастиц.

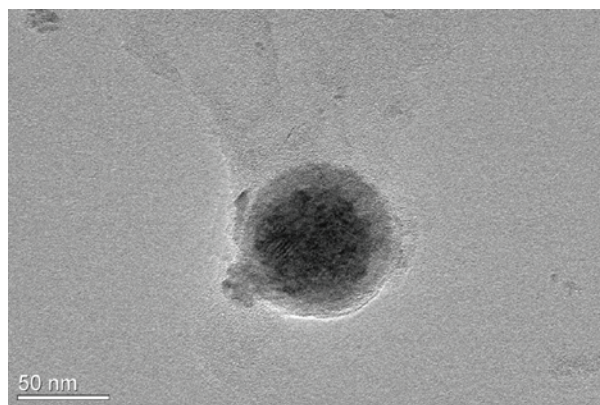


Рис. 1. Электронно-микроскопическое изображение наночастицы в форме ядро-оболочка. Ядро диаметром около 40 нм (темный контраст) состоит из сросшихся кристаллических наночастиц TiO_2 размером около 10 нм, оболочка из ПВХ толщиной около 10 нм (светлый контраст) имеет аморфную структуру.

Прецизионное определение расстояния между слоями графена методом высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии

А.С. Приходько¹, Н.И. Боргардт¹, М. Heilmann², J.M.J. Lopes²

¹Национальный исследовательский университет «МИЭТ», 124498, Москва, Зеленоград, пл. Шокина, д. 1

²Paul-Drude-Institut für Festkörperelektronik, Leibniz-Institut im Forschungsverbund Berlin, 10117, Hausvogteiplatz 5-7

Эпитаксиальные слои графена, сформированные на подложках карбида кремния SiC, представляют интерес для создания двумерных атомарно тонких транзисторов и конденсаторов.

Одним из параметров, характеризующих структуры SiC/графен, является расстояние между углеродными слоями. Его величина позволяет выявить возможное влияние кристаллической симметрии подложки на сформированные слои [1]. Поэтому его измерение с высокой точностью является важной задачей для усовершенствования технологии роста графена, особенно для структур, состоящих из нескольких слоев. В настоящей работе для измерения этого расстояния предложена процедура обработки распределения фазы волновой функции (ВФ) электрона на выходной поверхности образца.

В качестве объекта исследования выбран двухслойный графен, сформированный на подложке 6H-SiC(0001). Фольги поперечного сечения приготавливались методом In-Situ Lift-Out в электронно-ионном микроскопе Helios NanoLab 650 и изучались в просвечивающем электронном микроскопе Titan Themis 200 при ускоряющем напряжении 200 кВ.

Изображения с атомарным разрешением структуры SiC/графен при разных значениях дефокусировки ξ объективной линзы приведены на рис. 1а-1в.

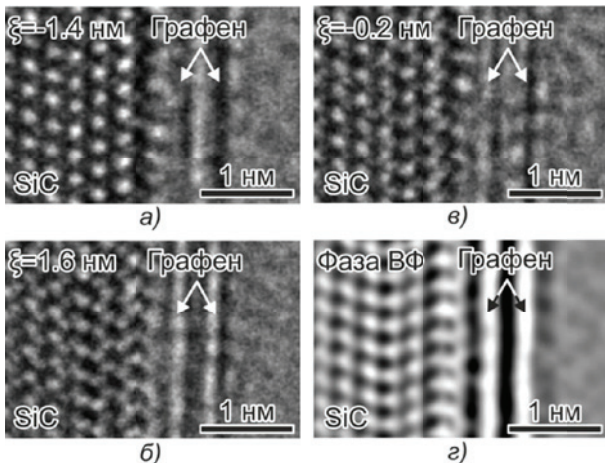


Рис. 1. Дефокусная серия изображений структуры SiC/графен (а-в) и распределение фазы ВФ (г).

На рис. 1а при отрицательной дефокусировке слои графена выглядят как темные полосы, а при ее положительном значении (рис. 1б) – они светлые. При практически точной фокусировке (рис. 1в) графен трудно различим. Поэтому для интерпретации изображений применялась реконструкция ВФ методом итеративного вычисления [2], так как максимальные значения на распределении фазы ВФ соответствуют позициям атомных колонок в образце.

Распределение фазы ВФ показано на рис. 1г, на котором отчетливо видны два слоя графена, сформированные на SiC подложке. Для измерения расстояния между слоями в среде MatLab разработана программа, которая позволяет с высокой точностью находить центры таких слоев, а затем локально измерять расстояния d между ними и усреднять полученные значения.

Распределение значений d для фазы ВФ приведено на рис. 2а. С применением критерия Пирсона при уровне значимости 0.05 показано, что оно подчиняется нормальному закону. В качестве среднего измеренного расстояния $\langle d \rangle$ между слоями бралась точка максимума аппроксимирующей функции Гаусса. В результате расстояние составило $\langle d \rangle = (0.364 \pm 0.001)$ нм. Погрешность измерения определялась в соответствии с [3].

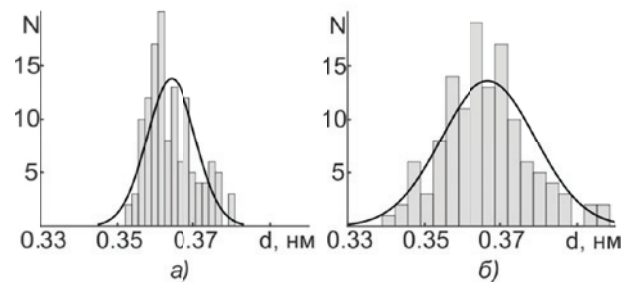


Рис. 2. Распределение локально измеренных расстояний для фазы ВФ (а) и изображения при $\xi=1.6$ нм (б).

Поскольку реконструкция ВФ затруднительна и трудоемка, изучалась возможность для измерения $\langle d \rangle$ на основе изображения, полученного при небольшой перефокусировке (рис. 1б), т.к. слои графена на нем имеют повышенную интенсивность. Распределение локально измеренных значений d показано на рис. 2б, а $\langle d \rangle = (0.366 \pm 0.002)$ нм, что близко к определенному ранее $\langle d \rangle$ из фазы ВФ. Однако, по видимому, из-за эффекта делокализации точность измерения в этом случае снижается.

Таким образом, цифровая обработка распределения фазы ВФ структуры SiC/графен позволяет измерить расстояние между слоями графена с субангстремной точностью. Продемонстрировано, что для нахождения этого расстояния можно использовать изображение, полученное при небольшой перефокусировке объективной линзы.

1. W. Norimansu, M. Kusunoki. J. Phys. D: Appl. Phys, (2014), 47, 094017-1–094017-16.

2. L.J. Allen, W. McBride, et. al. Ultramicroscopy, (2004), 100, 91–104.

3. ГОСТ Р 8.736–2011. Измерения прямые и многократные. Методы обработки результатов измерения.

Аналитическая электронная микроскопия биогенных наночастиц диоксида урана: экспериментальные данные и моделирование

Е.И. Суворова

Федеральный научно-исследовательский центр "Кристаллография и фотоника"
Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова Российской академии наук,
Ленинский пр., 59, 119333, Москва

Участие бактерий в восстановлении тяжелых металлов представляет интерес из-за потенциального применения для очистки и биоремедиации загрязненных подземных вод. Целью данной работы являлось исследование конечного продукта, образованного в результате восстановления хорошо растворимого в воде соединения уранилацетата, содержащего U (VI), металлоредуцирующими бактериями *Shewanella* в присутствии примеси Mn.

Методами ПЭМ, дифракции электронов, рентгеновского микроанализа (ЭДС) и спектро-скопии энергетических потерь электронов (СЭПЭ) установлены фазовый и химический состав, размер образующихся частиц, влияние электронного пучка на их морфологию. Рассмотрены методологические аспекты, связанные с интерпретацией данных ПЭМ с помощью моделирования. Основная практическая задача состояла в объяснении эффекта увеличения резистивности к окислению и растворению конечного продукта восстановления более мелких наночастиц диоксида урана в условиях повышения концентрации ионов Mn.

ПЭМ показывает, что образованные в результате восстановления уранилацетата, частицы UO_2 (IV) покрывают поверхность бактерий и расположены также в пространстве между ними, а на ультратонких срезах видно, что частицы отсутствуют внутри бактерий. С помощью ЭДС показано образование тетра- или дигидрата ацетата Mn, который, адсорбируясь на поверхности частиц UO_2 , подавляет их дальнейший рост, причем с ростом концентрации Mn размер частиц уменьшается. Однако, благодаря образованию оболочки ацетата Mn растет устойчивость частиц к растворению и окислению.

Размер частиц определялся на ВРЭМ изображениях и с помощью моделирования электронограмм с уширенными кольцами с использованием программы JEMS (Stadelmann, 2019). Получено хорошее согласие средних и модовых размеров частиц, измеренных с помощью двух методов. Самые маленькие размеры частиц до 1.2 нм в диаметре наблюдали при максимальной используемой в работе концентрации Mn 8.0 мМ. Моделирование малых частиц UO_2 и их ВРЭМ изображений (Рис.1) показало, что можно визуализировать частицы даже менее 1 нм, используя микроскопы без коррекции aberrаций. Однако, такие маленькие частицы размером ниже критического вряд ли выживут в растворе.

Анализ электронограмм и спектров энергетических потерь электронов не показали фазовых пере-

ходов, что подтверждает устойчивость фазы UO_2 к действию электронного пучка.

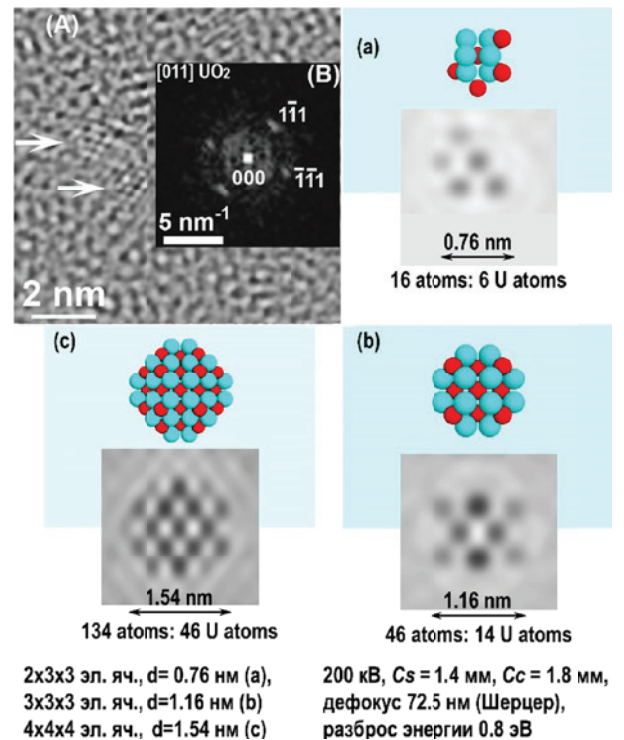


Рис.1. Структурные модели частиц UO_2 , построенные с помощью JEMS с разным количеством элементарных ячеек, встроены в блоки размером 2x3x3 элементарных ячеек (а), 3x3x3 эл. яч. (б) и 4x4x4 эл. яч. (с) с диаметром частиц 0.76 нм, 1.16 нм и 1.54 нм. Моделирование ВРЭМ изображений для соответствующей структурной модели выполнено в приближении слабого фазового объекта; Отмечены частицы диаметром менее 1.2 нм на ВРЭМ изображение (А) и их преобразование Фурье (В).

Однако, частицы UO_2 имеют сильную тенденцию к спеканию под электронным пучком, и их размер заметно увеличивается с изменением морфологии, при этом присутствие ацетатной Mn-оболочки не влияет на процесс спекания. Некоторые вытянутые частицы длиной приблизительно 8,0-9,0 нм с неправильной формой образуются при спекании. Спекание сопровождается некоторым снижением количества кислорода из-за радиолитического разрушения химических связей в структуре ацетата Mn.

Результаты показывают, что процесс биогенного очищения загрязненной воды от U(VI) может быть проведен одновременно с удалением ионов Mn^{2+} .

Управление магнитными свойствами многослойных структур на основе Co и их характеристика методами ПЭМ

Д.А. Татарский^{1,2}, Н.С. Гусев¹, М.В. Сапожников^{1,2}, А.Л. Чувилин³, С.А. Гусев¹

¹Институт физики микроструктуры РАН, Нижний Новгород, 603950, ГСП-105, Россия

²Лобачевский университет, пр. Гагарина, 23, Нижний Новгород, 603950, Россия

³CIC nanoGUNE, Tolosa Hiribidea, 76, San Sebastian, E-20018, Spain

В настоящее время активно исследуются свойства многослойных магнитных плёнок с перпендикулярной магнитной анизотропией (ПМА). Они содержат тонкие слои кобальта (менее 1 нм), чередующиеся с тонкими слоями таких металлов как платина, палладий, тантал и др. Наличие сильного спин-орбитального (СО) взаимодействия на границе ферромагнетик-тяжёлый металл приводит к появлению антисимметричного обменного взаимодействия: поверхностного взаимодействия Дзялошинского-Мория (пВДМ) [1]. Благодаря чему неелевские доменные стенки становятся энергетически выгодными по сравнению с блоховскими стенками [2]. В настоящее время неелевские доменные стенки наблюдались в целом ряде многослойных структур [3-6]. Причём в таких структурах всегда присутствует несимметричное чередование материалов, например, Ta-Co-Pt или AlO_x-Co-Pt. В данной работе методами просвечивающей электронной микроскопии и магнито-оптическими методами исследованы структурные и магнитные свойства многослойных периодические структуры типа [Co(0.5 нм)/Pt(1.0 нм)] \times *N*, а также влияние на них вакуумного отжига.

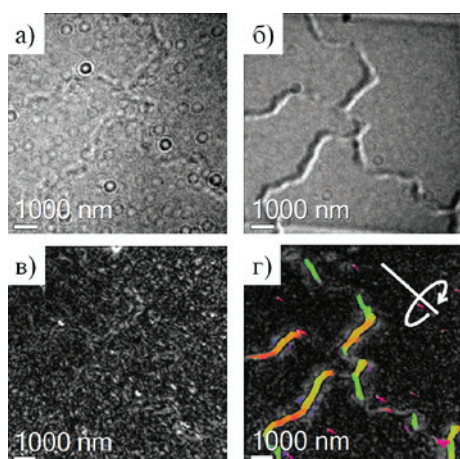


Рис. 1. Сравнение френелевского контраста (а,б) и ДФК (в,г) одной и той же области образца без наклона (а,в) и с наклоном в 40° вокруг оси (б,г).

На подложках монокристаллического кремния (100) и аморфного нитрида кремния толщиной 30 нм методом магнетронного распыления получены многослойные структуры Ta(10 нм)/Pt(10 нм)/[Co(0.5 нм)/Pt(1.0 нм)] \times *N*/Pt(2 нм). Количество периодов *N* изменялось от 3 до 5. Часть образцов дополнительно отжигалась в вакууме в течении часа при температурах 100° С, 200° С, 300° С и 400° С. Исходные и отожженные образцы исследовались на

магнито-оптическом лазерном стенде. Измерения показали, что коэрцитивность плёнок возрастает с 200 Э до 1000 Э при отжиге до 300° С. При дальнейшем увеличении температуры отжига в плёнках пропадает ПМА. Просвечивающая электронная микроскопия образцов на мембранах показала, что при отжиге в 400° С средний размер областей когерентного рассеяния возрастает с 5.5 нм для исходного образца до 6.5 нм в отожженном образце.

Образцы на подложках кремния использовались для получения ламелей с помощью фокусированных ионных пучков Ga⁺ 30 кВ. Ламели дополнительно полировались низкоэнергетическими пучками Ag⁺ 300 В. Подготовленные ламели исследовались с помощью просвечивающей электронной микроскопии для определения качества и толщины слоёв кобальта и платины. На поперечных срезах и исходных, и отожженных образцов хорошо видно, что отжиг не меняет структуру слоёв. Таким образом, изменение магнитных свойств при отжиге в первую очередь связано с изменением размеров кристаллитов.

Дополнительно исходная плёнка была исследована с помощью лоренцевой электронной микроскопии и дифференциального фазового контраста (ДФК) [7]. Полученные данные однозначно свидетельствуют, что в такой плёнке достаточно сильное пВДМ, которые стабилизирует неелевские доменные стенки. На рис.1 приведены результаты измерений 360°-неелевских стенок. Из этого следует вывод, что, в силу разницы интерфейсов Co-on-Pt и Pt-on-Co, обусловленных магнетронным распылением, в таких многослойных плёнках присутствует пВДМ. Очевидно, что в случае эпитаксиального роста в таких плёнках пВДМ отсутствует.

Работа выполнена при поддержке грантов РФФИ (получение и отжиг многослойных плёнок выполнен в рамках гранта № 18-02-00247; структурные исследования выполнены в рамках гранта № 18-02-00827). В работе использовано оборудование Междисциплинарного ресурсного центра по направлению «Нанотехнологии» (СПбГУ) и ЦКП «Физика и технология микро- и наноструктур» (ИФМ РАН).

1. A. Crepieux, C. Lacroix, JMMM 1998, 182, 341.
2. A.N. Bogdanov, D.A. Yablonskii, JETP 95,178 (1989).
3. M.J. Benitez, A. Hrabec, A.P. Mihai et al., Nat.Comms. 2015, 6, 8957.
4. S. Zhang, J. Zhang, Yan Wen, Comm.Phys. 2018, 1, 36.
5. Sh.D. Pollard, J.A. Garlow, J. Yu, Nat.Comms. 2017, 8, 14761.
6. S. McVitie, S. Hughes, K. Fallon, Nat.Sci.Rep. 8, 2018, 5703.
7. S. Lopatin, Yu.P. Ivanov, J. Kosel, A. Chuvilin, Ultramicroscopy 2016, 162, 74.

Характеризация структуры пленок Li-Nb-O, нанесенных в процессе ВЧМР или ИЛР.

Е.К. Белоногов^{1,2}, В.А. Дыбов¹, В.М. Иевлев^{2,3}, С.В. Канькин²,
Д.В. Сериков¹, А.В. Ситников,¹ М.П. Сумец²

¹Воронежский государственный технический университет, 394026, Воронеж, Московский проспект, д. 14

²Воронежский государственный университет, 394006, Воронеж, Университетская площадь, д. 1

³Московский государственный университет, 119991, Москва, Ленинские горы, д. 1, стр. 73

В силу сегнетоэлектрических, электрооптических и акустических свойств пленок LiNbO₃ - основа элементной базы функциональных устройств микро-, наноэлектроники пятого поколения; их наносят жидкофазной эпитаксией, вакуумными технологиями, золь-гель, ионной нарезкой, синтезируют из аморфных слоев системы Li-Nb-O (LNO), но есть неясность кинетики кристаллизации LNO.

В работе с целью характеристики структуры LNO состава близкого стехиометрии LiNbO₃ исследованы пленки, созданные в процессе ВЧМР или ИЛР. Пленки толщиной 70 и 1500 нм наносили распылением мишени LiNbO₃ на поверхности пластин Si или NaCl без нагрева. Изотермический отжиг (ТО) LNO проводили в вакууме в течение 1 часа при T=300, 400, 425, 550°C. Структуру LNO исследовали методами дифракции быстрых электронов (ДБЭ), просвечивающей электронной микроскопии и рентгеновской дифрактометрии (РД). В рамках концепции Колмогорова-Аврами-Джонсона-Мела оценивали кинетику кристаллизации LNO в процессе ТО.

По данным ДБЭ полная кристаллизация тонкой пленки LNO наступает после ТО при 550°C (см. рис. 1). Положение гало в интервале дифракционных максимумов, отвечающих кристаллическим решеткам Nb₂O₅, Li₂O и LiNbO₃, т.е. области упорядочения представляют собой структурные единицы – предшественники кристаллических фаз. Результаты РД (рис. 2) характеризуют структуру LNO до (а) и после ТО (б). Гало РД перекрывает интервал углов 2θ отвечающих структурам Nb₂O₅, LiNbO₃ и Li₂O. Снижение уровня интенсивности фона РД доказывает распад наноразмерных фаз в процессе синтеза LiNbO₃.

В процессе ТО кинетика кристаллизации характеризуется энергией активации ~20 ккал/моль и показателем Аврами n=3.

Скорость кристаллизации $\sim 2,5 \times 10^{-10} \text{ с}^{-3}$, скорость образования центров $\sim 10^{12} \text{ м}^{-3} \text{ с}^{-1}$ и роста кристаллитов $\sim 8 \text{ нм/с}$.

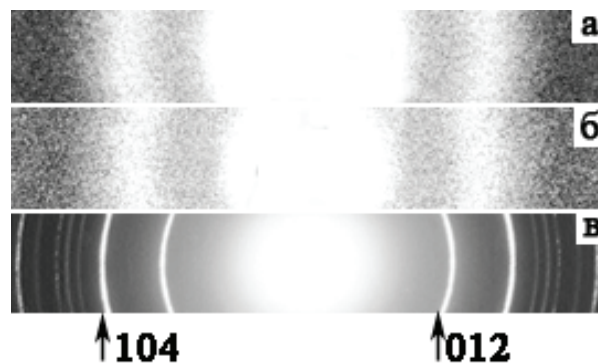


Рис. 1. Фрагменты электронограмм пленок Li-Nb-O толщиной 70 нм, нанесенных ВЧМР на поверхности NaCl, после ТО 1 час в вакууме при 300 (а), 400 (б) и 550 °С (в).

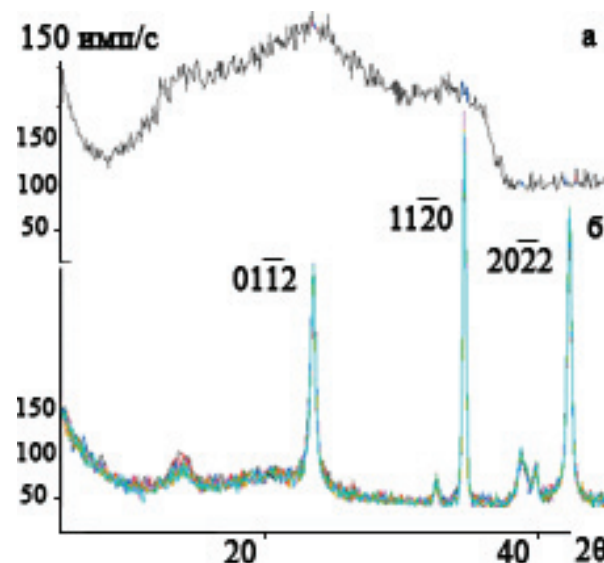


Рис. 2. Фрагменты РД пленок Li-Nb-O толщиной 1.5 мкм, нанесенных ИЛР на поверхность пластины Si до (а), и после ТО в вакууме 1 час при 550 °С (б).

Структура пленок LNO, выращенных без нагрева при ВЧМР или ИЛР, характеризуется как предельно наноструктурированная, образованная зародышами кристаллических оксидов с произвольной взаимной ориентацией и конечного продукта синтеза – нанокристаллов LiNbO₃. Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 18-29-11062 мк).

Аккомодация структуры чистой меди М 1 в течение РКУП

Н.В. Землякова,¹ С.О. Рогачев²

¹ Институт прикладной физики РАН, Нижний Новгород, Белинского, 85

² Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Ленинский проспект, 4

Методы интенсивной пластической деформации применяют с целью формирования структуры с заданным размером зерна, высокой прочностью, высокоугловыми границами зерен [1]. Слабой стороной полученных материалов является ограничение по термической стабильности и пластичности. Интересен тот факт, что при сдвиговом механизме измельчения исходного зерна 200 мкм после ИПД в ГЦК металлах, например, меди получают субзерна, которые не соответствуют по форме двойникам деформации. Этот удивительный факт говорит о том, что основная цель ИПД состоит в формировании деформационного скелета с огромным количеством дефектов, а получаемый элемент структуры не является по сути зерном. Таким образом, важно описать особенности формирования структуры на разных этапах интенсивной деформации. В нашей работе мы попытались анализировать особенности структуры чистой меди после четырех проходов в сечении прутка диаметром 20 мм в течение равноканального углового прессования методом Вс при комнатной температуре. Важность четвертого прохода в том, что вся поверхность образца получает одинаковую деформацию. Использовали методы ПЭМ.

На рис. 1 можно видеть, что после четырех проходов РКУП получена неоднородная структура в виде полос, состоящих из элементов вытянутой формы шириной 100 нм и округлой формы размером 300 – 500 нм. Рассмотрим особенности получаемой структуры. Так на рис. 1, а можно видеть зерно довольно правильной геометрической шестигранной формы размером 1 мкм. В темном поле нам хорошо видны контуры этого зерна. Такие зерна могут образоваться в процессе РКУП деформации, когда задействованы множественные полосы скольжения, преимущественно (111). Надо отметить, что получе-

ние такого зерна носит промежуточный характер и на рис. 1, б видно, что оно фрагментировано с образованием мезополос шириной 200 нм и длиной около 700 нм.

На рис. 1, с особенностью структуры меди после четвертого прохода РКУП можно считать образование зерна размером 500 нм с пакетом микродвойников в центре. Появление подобных зерен происходит, благодаря аккомодации структуры при деформировании. В работе [2] показано, что внутри пакета микродвойников и вблизи микродвойников внутренние напряжения и плотность запасенной энергии значительно ниже. Можно сказать, что на данном этапе РКУП был образован единственный микрокристаллит.

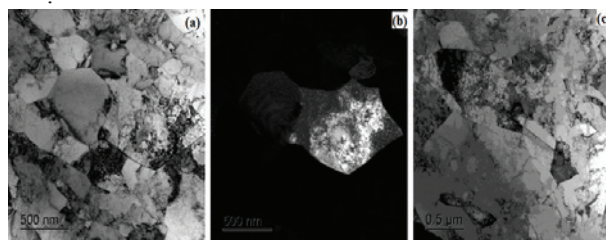


Рис. 1. ПЭМ микроструктура меди зерно 1 мкм (а), в темном свете это же зерно (б), зерно с микродвойниками (с)

Работа выполнена в рамках государственного задания ИФП РАН на проведение фундаментальных научных исследований на 2013–2020 гг. по теме № 0035–2014–0401.

1. Э.В. Козлов, А.М. Глезер, Н.А. Конева Основы пластической деформации наноструктурных материалов. М. Физматлит., 2016, 360с.
2. С.Ф. Киселева, Н.А. Попова, Н.А. Конева Э.В., Козлов. Письма о материалах, 2012, т.2, 84-89.

Особенности структуры и состава поверхностных образований в эпитаксиальных пленках $\text{Ge}_3\text{Sb}_2\text{Te}_6$ по данным электронной микроскопии

Ю.С. Зыбина¹, А.С. Приходько¹, Н.И. Боргардт¹, Е. Zallo², R. Calarco²

¹ Национальный исследовательский университет «МИЭТ»; 124498, г. Москва, г. Зеленоград, площадь Шокина, дом 1

² Paul-Drude-Institut für Festkörperelektronik, Hausvogteiplatz 5-7, D-10117, Berlin, Germany

По мере развития цифровых технологий возрастают требования к существующим энергонезависимым устройствам памяти, среди которых широко распространены устройства фазовой памяти на основе соединений Ge-Sb-Te (GST). Одним из параметров, характеризующих совершенство материалов GST, является сплошность и гладкость поверхности формируемых пленок. К нарушению гладкости могут приводить характерные для GST поверхностные образования (дефекты) треугольной формы [1, 2]. Электронно-микроскопические методы позволяют определить их структуру и состав, что может способствовать пониманию причин формирования дефектов.

Настоящая работа посвящена электронно-микроскопическим исследованиям поверхностных дефектов в тонкой пленке $\text{Ge}_3\text{Sb}_2\text{Te}_6$, выращенной методом молекулярно-лучевой эпитаксии на подложке Si (111). Исследования проводились в просвечивающем электронном микроскопе Titan Themis 200 при ускоряющем напряжении 200 кВ. Тонкие фольги приготавливались методом In-Situ Lift-Out с применением фокусированного ионного пучка, что позволяло сопоставлять результаты для выбранного дефекта, полученные методами растровой (РЭМ) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ).

С использованием РЭМ было установлено, что дефекты различной высоты имеют форму усеченных пирамид с правильным треугольником в основании, средняя длина стороны которого составляет около 150 нм. Выявлено, что стороны таких треугольников строго ориентированы вдоль определенных направлений. Штрихпунктирная линия на рис. 1а показывает область, в которой приготавливалась тонкая фольга для ПЭМ. Ее поперечное сечение приведено на рис. 1б, римскими цифрами отмечены области, в которых были получены высокоразрешающие изображения (рис. 1в-д). Установлено, что слой GST наследует ориентацию подложки (рис. 1в), а дефекты располагаются таким образом, чтобы стороны треугольников лежали вдоль направлений $\langle 110 \rangle$.

ПЭМ-исследованиями было показано, что слой состоит из блоков GST, разделенных так называемыми щелями Ван-дер-Ваальса, лежащими в плоскости (111) (рис. 1в). В локальных областях дефектов были выявлены участки разупорядоченной кубической фазы GST, характеризующейся произвольным расположением вакансий в г.д.к. решетке (рис. 1г). Также наблюдалось упорядочение вакансий в плоскостях (111) и $(11\bar{1})$, развернутых друг относительно друга на угол $70,5^\circ$. В результате за счет проекционного эффекта на высокоразрешающих изображениях формировался так называемый «паркетный» [3] контраст (рис. 1д). Наблюдаемое упорядочение вакансий в эквивалентных направлениях $\{111\}$ согласуется с теоретическими представлениями о фазовом перехо-

де материала GST из разупорядоченной кубической фазы к кубической фазе с блочной структурой, характеризующейся щелями Ван-дер-Ваальса.

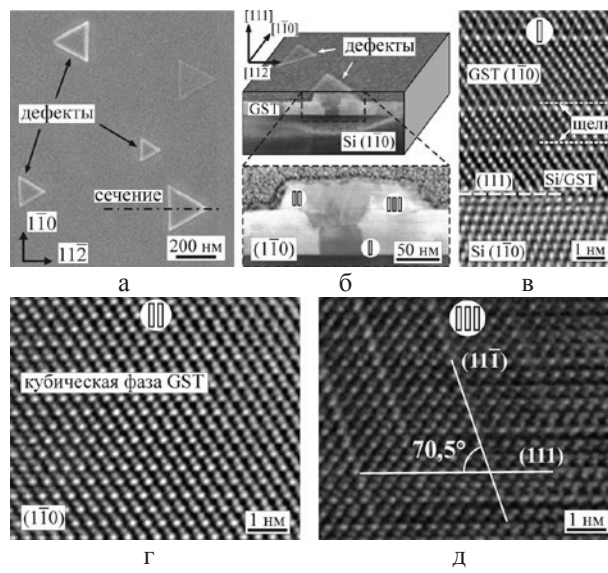


Рис. 1. РЭМ-изображение поверхности пленки GST (а) и поперечное сечение дефекта в выбранной с помощью РЭМ области (б). Цифрами I, II и III на (б) указаны области, в которых были получены высокоразрешающие изображения границы раздела Si/GST (в), области GST в кубической фазе (г) и с «паркетным» контрастом (д)

Химический анализ, проведенный для нескольких поверхностных дефектов, выявил зависимость средних концентраций германия и сурьмы от их размера. По мере роста высоты дефекта над поверхностью слоя от 10 до 35 нм концентрация Ge снижается с 24 до 12 ат.%, концентрация Sb возрастает от 18 до 29 ат.%. В результате этого стехиометрия материала смещается от соединения $\text{Ge}_3\text{Sb}_2\text{Te}_6$ к GeSb_2Te_4 . Также было выявлено, что по мере перемещения от поверхности слоя к верхней части дефекта концентрация Ge постепенно уменьшается.

Таким образом, на поверхности слоя $\text{Ge}_3\text{Sb}_2\text{Te}_6$ были выявлены дефекты треугольной формы, стороны треугольников которых ориентированы вдоль направлений $\langle 110 \rangle$. Установлено, что в области дефектов вакансии могут быть упорядочены в плоскостях (111) и $(11\bar{1})$, что приводит к «паркетному» контрасту на изображениях. Выявлено обеднение дефектов германием и обогащение сурьмой, в результате чего их состав меняется от $\text{Ge}_3\text{Sb}_2\text{Te}_6$ к GeSb_2Te_4 .

1. J.E. Boschker, R. Calarco. Adv. Phys. X, 2017, 2, 675-694.

2. M. Schuck, S. Ries, M. Schreiber et al. J. Cryst. Growth, 2015, 420, 37-41.

3. T. Rosenthal, S. Welzmler, L. Neudert et al. J. Solid State Chem., 2014, 219, 108-11.

Атомная структура тонких нанопроволок Вi

Ю.А. Касумов, В.Т. Волков, И.И. Ходос, А.Ю. Касумов

Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН,
142432, Московская обл., Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, д. 6

Нанопроволоки висмута являются перспективными кандидатами для исследования состояния топологического изолятора, в котором только поверхность материала проводит электрический ток. Предполагается использовать материалы с такими свойствами в нанoeлектронике и спинтронике [1]. Авторами данной работы ранее была предложена методика получения монокристаллических нанопроволок Вi методом ВЧ-диодного осаждения [2].

В настоящее время состояние топологического изолятора изучается в основном на соединениях висмута. Добавление различных элементов, таких как Sb, Se и Te вызвано необходимостью создания энергетической щели в полуметаллическом висмуте. Энергетическая щель может также открываться вследствие квантового размерного эффекта (т.е. малого размера Вi-структур). Показано, что для возникновения щели диаметр нанопроволоки Вi должен составлять менее 50 нм [3]. Таким образом, существует потребность в методике синтеза нанопроволок Вi малого диаметра.

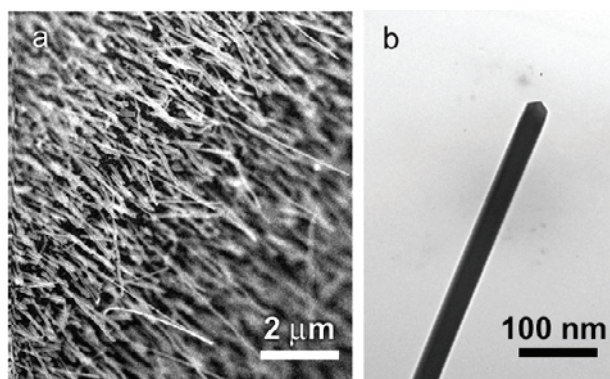


Рис. 1. а) РЭМ-изображение полученных нанопроволок Вi; б) ПЭМ-изображение нанопроволоки Вi малого диаметра.

В данной работе для получения нанопроволок висмута использовали ВЧ диодное осаждение из двух мишеней - ванадиевой (как в [4]) и висмутовой - на подложки из кремния и окисленного кремния. На подложки последовательно осаждали пленку ванадия толщиной 40 нм и пленку висмута толщиной 50 нм. При этом ванадий и висмут осажда-

ются как на фронтальной, так и на боковых поверхностях подложек. В процессе осаждения висмута происходит рост нанопроволок на поверхности пленки ванадия. В отличие от [4] практически весь массив нанопроволок вырастает на боковых поверхностях подложек (рис. 1а). В результате было получено множество нанопроволок различного диаметра и длины, среди которых были нанопроволоки диаметром менее 50 нм (рис. 1б).

Исследование полученных нанопроволок в просвечивающем электронном микроскопе (рис. 2) показало, что нанопроволоки являются монокристаллическими. Кроме того обнаружено, что слой окисла, которым покрыты нанопроволоки, - очень тонкий (менее 2 нм), либо вообще неразличим (рис. 2). Это является большим преимуществом при изготовлении структур для измерения транспортных свойств Вi.

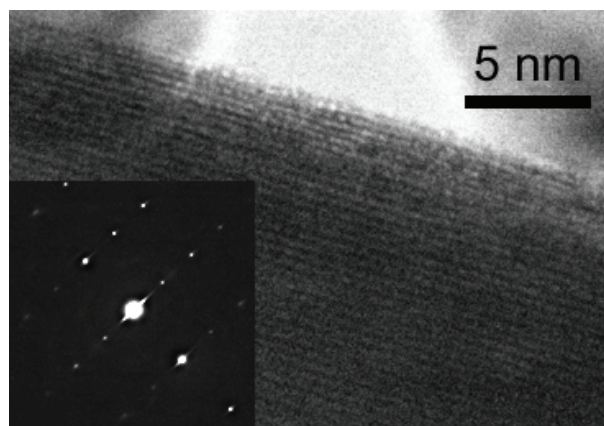


Рис. 2. ПЭМ изображение части одной из нанопроволок с высоким разрешением, на вставке – электронограмма нанопроволоки.

1. M.Z. Hasan, C.L. Kane, *Rev. Mod. Phys.*, (2010), 82, 3045.
2. V. T. Volkov, A. Yu. Kasumov, Yu. A. Kasumov, I. I. Khodos, *Appl. Phys. A* 123:503 (2017).
3. S. Lee et al, *Nanotechnology*, 2010, V. 21, P. 405701.
4. M. Liu et al, *Nano Lett.*, 2014, V.14, P. 5630.

Влияние высокотемпературного отжига на валентное состояние ионов Се и механические свойства кристаллов $(\text{ZrO}_2)_{0.972}(\text{Y}_2\text{O}_3)_{0.02}(\text{CeO}_2)_{0.008}$

Ф.О. Милович¹, А.В. Кулебякин², И.Е. Курицина³, Н.В. Сидорова⁴, Н.Ю. Шульга¹, И.В. Яцык⁵

¹ Национальный исследовательский технологический университет "МИСиС", Москва, Россия

² Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, Москва, Россия

³ Институт физики твёрдого тела РАН, Черноголовка, Россия

⁴ Национальный исследовательский Мордовский государственный университет им. Н.П. Огарева, Саранск, Россия

⁵ Казанский Физико-технический Институт им.Е.К.Завойского КазНЦ РАН, 420029 Казань, Россия

Материалы на основе диоксида циркония широко используются в качестве конструкционных материалов, имплантов, кислородных сенсоров, твердых электролитов, термобарьерных покрытий. Во всех областях применения материалов на основе диоксида циркония высокие механические свойства являются одним из основных требований. Диоксид циркония стабилизированный оксидом иттрия и солегированный оксид церия обладает высокими механическими свойствами.

В работе проведено изучение влияния высокотемпературного отжига в различных атмосферах на изменение валентного состояния ионов Се, а также на фазовый состав и механические свойства кристаллов $(\text{ZrO}_2)_{0.972}(\text{Y}_2\text{O}_3)_{0.02}(\text{CeO}_2)_{0.008}$. Кристаллы были выращены направленной кристаллизацией расплава в холодном контейнере. Для идентификации ионов Ce^{3+} и их относительного количества в кристаллах использовали метод электронного парамагнитного резонанса. Фазовый состав и структуру кристаллов исследовали методом рентгеновской дифрактометрии и просвечивающей электронной микроскопии. Микротвердость и трещиностойкость кристаллов изучали методом индентирования. Показано, что кристаллы $(\text{ZrO}_2)_{0.972}(\text{Y}_2\text{O}_3)_{0.02}(\text{CeO}_2)_{0.008}$ обладают высокими значениями микротвердости и трещиностойкости. Обнаружена анизотропия значений трещиностойкости. Исследование микроструктуры кристаллов было проведено методом просвечивающей электронной микроскопии (рис. 1). В ростовых кристаллах $(\text{ZrO}_2)_{0.972}(\text{Y}_2\text{O}_3)_{0.02}(\text{CeO}_2)_{0.008}$ и в кристаллах после отжига наблюдали двойники. При отжиге кристаллов на воздухе и последующем отжиге в вакууме изменения размера и формы двойников не наблюдали. Таким образом, было показано, что двойниковая структура кристаллов не вносит вклад в изменение значений трещиностойкости при отжиге в разных атмосферах.

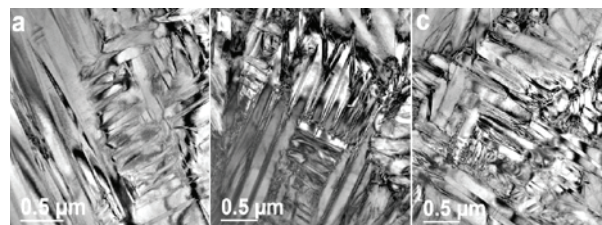


Рис. 1. Изображения ТЭМ двойниковой структуры кристаллов $(\text{ZrO}_2)_{0.972}(\text{Y}_2\text{O}_3)_{0.02}(\text{CeO}_2)_{0.008}$: а – кристаллы после роста, б - кристаллы отожжённые на воздухе, с – отожжённые в вакууме.

Отжиг выращенных кристаллов на воздухе при температуре 1200 °С приводит к заметному уменьшению трещиностойкости. Последующий отжиг кристаллов в вакууме при этой же температуре практически восстанавливает исходное значение трещиностойкости.

Исследование влияния отжига на валентное состояние ионов Се показало, что после отжига на воздухе количество ионов Ce^{3+} в кристалле $(\text{ZrO}_2)_{0.972}(\text{Y}_2\text{O}_3)_{0.02}(\text{CeO}_2)_{0.008}$ уменьшилось почти в 2 раза. Последующий отжиг этих образцов в вакууме привел к увеличению содержания ионов Ce^{3+} в кристаллах практически до уровня, соответствующего содержанию ионов Ce^{3+} в ростовом кристалле.

Условия, при которых происходит рост кристаллов из расплава близки к условиям восстановительного отжига в вакууме. Изменение содержания трансформируемой тетрагональной t-фазы является одним из факторов, влияющих на величину трещиностойкости в кристалле, но более существенным фактором влияния является присутствие и количество ионов Ce^{3+} .

Таким образом, в работе показано, что последовательный отжиг в окислительной и восстановительной атмосферах приводит к обратимым изменениям валентного состояния ионов Се, а также фазового состава и трещиностойкости кристаллов $(\text{ZrO}_2)_{0.972}(\text{Y}_2\text{O}_3)_{0.02}(\text{CeO}_2)_{0.008}$.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 18-32-00533 мол_а

Исследование структуры металломатричных композитов с наноразмерными упрочняющими частицами, полученными с применением наноалмазов, методом просвечивающей электронной микроскопии

В.А. Попов¹, И.И. Ходос², М.Н. Ковальчук², Е.В. Вершинина³

¹ Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», 119049 Москва, Ленинский пр., 4

² Институт проблем микроэлектроники и особочистых материалов РАН, 142432 Черноголовка, Институтская ул., 6

³ Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева, 125047 Москва, Миусская площадь, 9

Металломатричные композиты можно встретить во всех сферах человеческой деятельности, от бытовых приборов до космической техники. Интерес к ним обусловлен уровнем свойств, недостижимым в обычных неукрепленных материалах. Наиболее часто применяются упрочняющие частицы микронных размеров. Снижение размера упрочняющих частиц положительно сказывается на свойствах металломатричных композитов. В случае применения наночастиц, синтезированных отдельно, возможно загрязнение поверхности раздела «упрочняющая частица - металлическая матрица», так как при хранении и транспортировке наночастицы контактируют с атмосферой. Эффективным способом устранения такого загрязнения является *in situ* синтез наночастиц непосредственно в матрице. Для получения упрочняющих наночастиц карбида титана в металломатричных композитах было предложено осуществить *in situ* синтез в процессе механического легирования. Исходная смесь для обработки состояла из материала матрицы (алюминий) и прекурсоров для синтеза карбида титана: наноалмазных частиц и титанового порошка [1-3]. При соотношении $Al:(Ti+C) = 30:40$ синтез протекал стабильно с образованием наночастиц карбида титана. Снижение количества алюминия приводит к тому, что синтез начинается до того, как агломераты наноалмазов будут раздроблены и поэтому значительная часть синтезируемых частиц имеет повышенный размер (до десятков микрон). Повышение количества алюминия приводит к замедлению или невозможности синтеза.

Исследование полученных композиционных гранул методами рентгенофазового анализа показало, что размер блоков в частицах карбида титана равен 18 нм. А исследование сечения гранулы методом растровой электронной микроскопии выявило, что размер наночастиц равен 30 нм. Для объяснения такого различия было проведено исследование с применением просвечивающей электронной микроскопии. Образцы для исследований были вырезаны из гранул при помощи сфокусированного ионного пучка. Изучение структуры показало, что часть упрочняющих наночастиц карбида титана имеет монокристаллическую структуру (Рисунок 1), а часть упрочняющих частиц разбита на блоки меньших размеров (Рисунок 2, блок А и блок В). Этим и объясняется различие результатов, полученных методами рентгенофазового анализа и растровой электронной микроскопии.

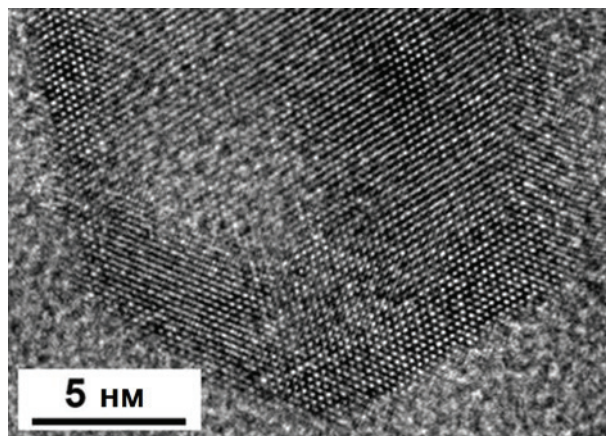


Рис. 1. Монокристаллическое строение упрочняющей частицы карбида титана, полученной *in situ* синтезом в алюминиевой матрице при механическом легировании (ПЭМ)

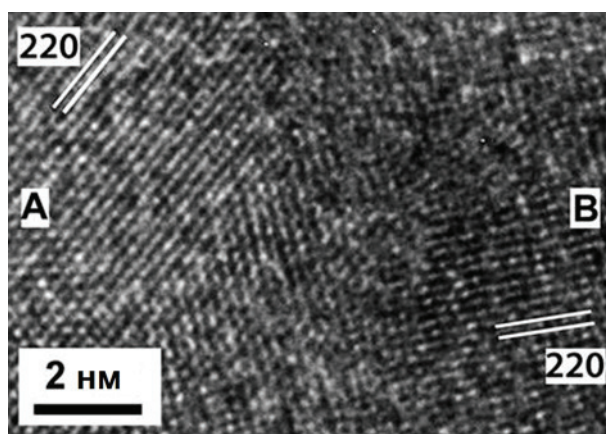


Рис.2. Наночастица карбида титана, разбитая на блоки (блоки А и В) (ПЭМ)

Авторы благодарны М.Преснякову за помощь в получении ПЭМ изображений.

1. V.A. Popov, M. Burghammer, M. Rosenthal, A. Kotov. *Composites Part B: Engineering*, 2018, 145, 57-61.

2. V. A. Popov, E.V. Shelekhov, A.S. Prosviryakov, M.Y. Presniakov, B.R. Senatulin, A.D. Kotov, M.G. Khomutov. *J. Alloys and Compounds*, 2018, 707, pp. 365-370.

3. V.A. Popov, E.V. Shelekhov, A.S. Prosviryakov, M.Y. Presniakov, B.R. Senatulin, A.D. Kotov, M.G. Khomutov, I.I. Khodos. *Diamond and Related Materials*, 2017, 75, 6-11.

Исследование влияния на интенсивность электронов с характеристическими потерями энергии глубины залегания атома кремния в кристалле германия при разной его толщине

Н.В. Рудич, А.В. Зыков, Н.И.Боргардт

Национальный исследовательский университет «МИЭТ», 124498, Москва, Зеленоград, проезд 4806 д.5, Россия

Спектроскопия энергетических потерь быстрых электронов – один из аналитических методов, находящий широкое применение в различных приложениях современной просвечивающей электронной микроскопии. Метод основан на анализе интенсивности электронов, вступивших в различные неупругие взаимодействия с атомами образца.

Для исследования конфигураций рассеивающих атомов в кристалле наибольший интерес представляют электроны, которые претерпели неупругое взаимодействие с их внутренней оболочкой, в результате которого атом ионизировался. Величина потери энергии, которую отдаёт быстрый электрон атому в этом взаимодействии – характерная особенность каждого атома [1]. В работе на основе теоретического моделирования фильтрованных по энергии микрофотографий исследуется влияние глубины залегания рассеивающего атома в кристалле на интенсивность электронов с характеристическими потерями энергии.

Метод моделирования базируется на представлении волновой функции быстрого электрона в виде суперпозиции блоховских волновых пакетов как до неупругого рассеяния на электроны внутренней оболочки атома, так и после [2]. Неупругое взаимодействие быстрого электрона с атомом приводит к переходу одного электрона его внутренней оболочки из связанного состояния в состояние непрерывного спектра. Изменение состояния быстрого электрона в этом процессе описывается матричным элементом перехода атома [3]. При моделировании фильтрованных по энергии изображений в его расчёте использовались точные волновые функции, полученные при численном решении уравнения Шредингера для начального и конечного состояния возбуждаемого электрона изолированного атома.

Для изучения влияния на интенсивность электронов с характеристическими потерями энергии глубины залегания рассеивающего атома выполнено моделирование серии фильтрованных по энергии изображений кристалла германия фиксированной толщины, $t = 100$ нм, в котором в качестве примеси присутствует атом кремния. Расчёты выполнялись в тринадцатилучевом приближении для кристалла, который симметрично ориентирован относительно падающего пучка электронов с энергией 300 кэВ. Фильтрованные по энергии изображения формировались электронами прошедшего пучка, которые потеряли энергию 125 эВ при ионизации L -оболочки атома кремния. Для симметрично ориентированного кристалла и электронов прошедшего пучка распределение интенсивности на фильтрованном изображении имеет осесимметричный колоколообразный вид.

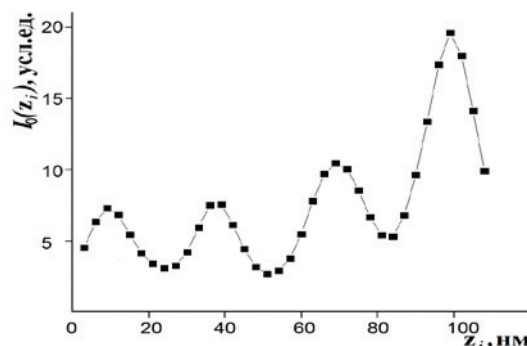


Рис. 1. Изменение интенсивности в центре фильтрованного по энергии изображения от разной глубины залегания z_i атома кремния в кристалле германия фиксированной толщины $t = 110$ нм.

На рис. 1 показано изменение интенсивности в центре фильтрованного по энергии изображения от разной глубины залегания z_i атома кремния в кристалле германия. Видно, что с увеличением глубины залегания рассеивающего атома интенсивность максимума фильтрованного по энергии изображения периодически меняется с переменной амплитудой колебаний. Период колебаний коррелирует с экстинкционной длиной. Периодический характер зависимости интенсивности неупруго рассеянных электронов от z_i обусловлен тем, что быстрые электроны распространяются по кристаллу в виде совокупности прошедшей и дифрагированных волн как до, так и после неупругого взаимодействия. Динамическая дифракция этих волн сложным образом влияет на фильтрованные по энергии изображения.

В работе с помощью численного моделирования исследовалось влияние на интенсивность электронов с характеристическими потерями энергии, которая обусловлена ионизацией L -оболочки атома кремния, от его глубины залегания в кристалле германия. Для вычисления матричного элемента использовались волновые функции исходного и конечного состояния выбитого электрона атома, найденные численным решением уравнения Шредингера. Установлено, что изменение интенсивности на фильтрованных по энергии изображениях сложным образом зависит как от глубины залегания рассеивающего атома, так и от оставшегося расстояния до нижней поверхности кристалла.

1. R.F.Egerton. Electron energy-loss spectroscopy in the electron microscope. – NY: Plenum Press, 1986. – 416 p.

2. Н.И. Боргардт, С.Ф. Крамар. Изв. РАН. Сер. физическая. 1997. Т. 61, N 10. С. 1877-1884.

3. M.P. Oxley, L.J. Allen. Acta Cryst. 1998, V 57, N 6. P. 3273-3282.

Количественная характеристика зерен в слое LT-GaAs методами просвечивающей растровой электронной микроскопии

В.А. Сазонов¹, В.Н. Кукин¹, Н.И. Боргардт¹, И.П. Казаков²

¹ Национальный исследовательский университет «МИЭТ»,
124498, г. Москва, г. Зеленоград, площадь Шокина, дом 1, Россия

² Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, 119991 ГСП-1 Москва, Ленинский проспект, д.53, Россия

Слой низкотемпературного арсенида галлия (LT-GaAs), сформированные при температурах ниже 400 °С, обладают низкими временами жизни неосновных носителей заряда и высоким удельным сопротивлением, что позволяет использовать такой материал в качестве фотопроводящих антенн, работающих в терагерцовом диапазоне.

Исследуемый в работе слой LT-GaAs толщиной 250 нм формировался на подложке Si(100) методом молекулярно-лучевой эпитаксии при 270 °С с последующим отжигом в течение 10 минут при 600 °С. Исследования проводились на просвечивающем электронном микроскопе FEI Titan Themis 200 при ускоряющем напряжении 200 кВ. Тонкие фольги толщиной около 20 нм приготавливались методом In-Situ Lift-Out с применением фокусированного ионного пучка.

Особенностью роста LT-GaAs на сингулярной подложке Si(100) являлось формирование зернистой структуры слоя. Анализ электронограмм образца планарного сечения выявил группу рефлексов, которая подтверждала образование двойников. Вариации контраста на экспериментальных микрофотографиях, связанные с разными брэгговскими условиями формирования изображения, свидетельствовали о разориентации кристаллических решеток соседних зерен друг относительно друга. Для количественной характеристики такой структуры необходимы сведения о размерах зерен.

В настоящей работе в отличие от способов выявления межзеренных границ, представленных в [1, 2], предложен подход, основанный на получении серий микрофотографий при разных углах наклона образца LAADF-STEM и HAADF-STEM методами просвечивающей растровой электронной микроскопии. Наклоны образца осуществлялись в пределах от -3° до +3° с шагом 1°, а полученные изображения подвергались компьютерной обработке. Для формирования LAADF-STEM изображений с дифракционным контрастом была установлена длина камеры 800 мм, при которой внутренний θ_{in} и внешний θ_{out} углы детектирования электронов составили 7 мрад и 49 мрад соответственно. Для HAADF-STEM изображений, характеризующихся высокоугловым рассеянием электронов, длина камеры равнялась 86 мм, при которой $\theta_{in}=65$ мрад и $\theta_{out}=200$ мрад.

С целью визуализации межзеренных границ на усредненном изображении проводилась цифровая обработка серий микрофотографий в программном пакете Matlab, состоящая из нескольких шагов. На первом шаге строились градиенты распределения интенсивности изображения для зерен каждой из серий микрофотографий. С целью определения воз-

можных смещений полученных градиентных изображений друг относительно друга использовался метод кросс-корреляции, после чего устранялись выявленные сдвиги. На последнем шаге вычислялись усредненные изображения. Результаты цифровой обработки серий изображений представлены на рис. 1а и 1б соответственно.

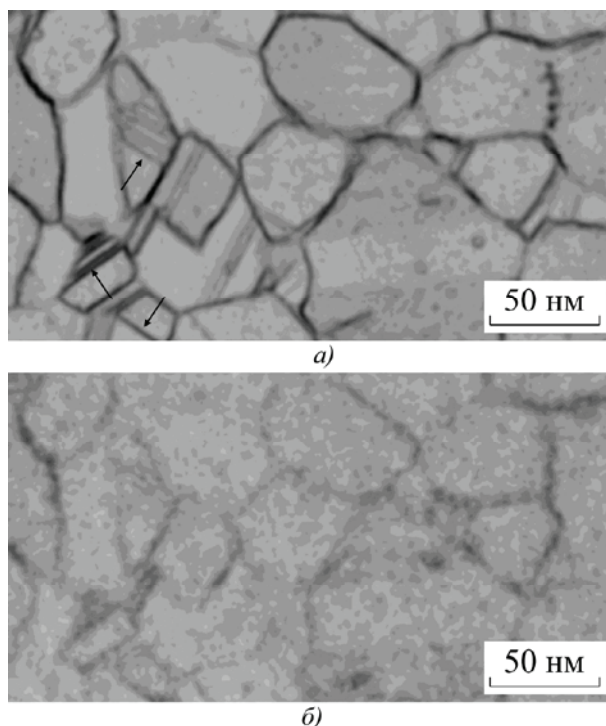


Рис. 1. Усредненные LAADF-STEM и HAADF-STEM изображения (изображения инвертированы).

Статистическая обработка полученных усредненных изображений позволила установить, что размеры зерен находились в пределах от 20 нм до 140 нм, а их среднее значение составило 61 ± 24 нм. Хорошо различимые границы двойников, отмеченные стрелками на рис. 1а, не приводили к затруднению при определении межзеренных границ.

Таким образом, усредненные градиентные LAADF-STEM и HAADF-STEM изображения позволяют выявлять межзеренные границы и определять размеры зерен в слое LT-GaAs. Однако по сравнению с HAADF-STEM, метод LAADF-STEM позволяет получить существенно более контрастные изображения границ между зернами.

1. R.B. Bergmann, J. Krinke. J. Crystal Growth, 1997, 177, 191-195.
2. М.В. Ловыгин, Н.И. Боргардт, И.П. Казаков, М. Зайбт. ФТП, 2015, 49, 349-356.

Исследование поперечного среза буферных слоев, используемых для создания светоизлучающих структур на основе полупроводников АЗВ5 на радиационно-стойких подложках

А.А. Сушков¹, Д.А. Павлов¹, В.Г. Шенгуров¹, С.А. Денисов¹,
В.Ю. Чалков¹, Н.В. Байдусь¹, А.В. Рыков¹, Р.Н. Крюков¹

¹ Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, 603950, г. Нижний Новгород, пр. Гагарина, 23

Одна из актуальных задач в настоящее время – увеличение быстродействия интегральных микросхем, в частности и на радиационно-стойких подложках. Способ решить – разработать новые оптические межсоединения [1]. Одна из трудностей такого подхода заключается в создании гибридных гетеролазеров АЗВ5, в которых полупроводники способные эффективно излучать свет будут выращены на радиационно-стойких подложках. Кремний на сапфире (КНС) и кремний на изоляторе (КНИ) являются широко известными реализациями данных структур. Верхним слоем таких подложек является Si. Принимая во внимание, что рост полупроводников группы АЗВ5 на точно ориентированных подложках Si (001) с использованием буферных слоев [2] хорошо изучен, представляется логичным перенести технологию на КНС и КНИ подложки. Для инфракрасной области спектра предлагается использовать напряженные InGaAs/GaAs квантовые ямы (КЯ) на буферных слоях GaAs/AlAs/GaAs/AlAs/Ge и подложках Si/Al₂O₃(R-срез) (КНС) и Si/SiO₂/Si (КНИ). Для того чтобы получать высокого оптического качества InGaAs/GaAs КЯ необходимо сначала отработать технологию роста буферного слоя Ge, а затем и слоя GaAs на таких подложках с минимальными значениями плотности прорастающих дефектов и шероховатости поверхности.

В настоящей работе представлены результаты исследования поперечного среза слоя GaAs на буферных слоях AlAs/GaAs/AlAs/Ge и подложке Si/Al₂O₃ (R-срез), а также подложке Si/SiO₂/Si. Буферный слой Ge выращивался методом «горячей проволоки» [3], а АЗВ5 слои методом МОС-гидридной эпитаксии. Структурные и аналитические исследования проведены с помощью высоко разрешающей просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и рентгеновской энергодисперсионной спектроскопии соответственно на электронном микроскопе JEOL JEM-2100F (200 кВ) с энергодисперсионным детектором Oxford Instruments X-MAX.

Исследования поперечного среза образца АЗВ5/Ge/Si/Al₂O₃(R-срез) на просвечивающем электронном микроскопе показали, что слой GaAs имеет монокристаллическую структуру. Дефекты, образующиеся вблизи гетерограницы AlAs/Ge и распространяющиеся к поверхности, частично запираются между прослойками AlAs. Результаты энергодис-

персионного анализа показывают, что слой AlAs предотвращает взаимную диффузию атомов Ge, Ga и As между слоями GaAs и Ge, что согласуется с результатами в других работах [2]. Положительные эффекты, связанные с введением буферных слоев AlAs/GaAs/AlAs, объясняются сильной энергией связи пары атомов Al-As. Плотность дислокаций в верхнем слое GaAs, выявленных с использованием селективного травления, оценивалась методом подсчета ямок травления на изображении, полученном с помощью атомно-силового микроскопа. Значение количества ямок травления равно $9 \cdot 10^7 \text{ см}^{-2}$, что сопоставимо с результатами для образцов, выращенных на Si подложках [4]. Исследования поперечного среза подложек КНИ на просвечивающем электронном микроскопе показали, что верхний слой Si имеет близкую к атомарно-гладкой поверхность. На ПЭМ-изображениях не было обнаружено контраста, связанного с дефектами.

Результаты данной работы указывают на возможность выращивания напряженных InGaAs/GaAs квантовых ям на подложках КНС и КНИ с использованием буферных слоев AlAs/GaAs/AlAs/Ge для создания светоизлучающих структур на радиационно-стойких подложках. Это мотивирует на дальнейшие исследования с целью получения слоев GaAs и Ge более высокого структурного качества на подложках КНС и КНИ.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 18-32-00636 – МОС-гидридная эпитаксия) и Министерства образования и науки Российской Федерации (проект № 16.7443.2017/БЧ).

1. T. Creazzo, E. Marchena, S.B. Krasulick, P.K.L. Yu, D.V. Orden, J.Y. Spann, C.C. Blivin, L. He, H. Cai, J.M. Dalesasse, R.J. Stone, A. Mizrahi. Opt. Express, 2013, 21, 28048-28053.

2. N. Baidus, V. Aleshkin, A. Dubinov, K. Kudryavtsev, S. Nekorkin, A. Novikov, D. Pavlov, A. Rykov, A. Sushkov, M. Shaleev, P. Yunin, D. Yurasov, Z. Krasilnik. Crystals, 2018, 8, 311.

3. V.G. Shengurova, S.A. Denisova, V.Yu. Chalkova, Yu.N. Buzynina, M.N. Drozdova, A.N. Buzyninc, P.A. Yunina. Technical Physics Letters, 2015, 41, 36-39.

4. A.V. Rykov, M.V. Dorokhin, P.S. Vergeles, V.A. Kovalskiy, E.B. Yakimov, M.V. Ved', N.V. Baidus, A.V. Zdoroveyshchev, V.G. Shengurov, S.A. Denisov. J. Phys.: Conf. Ser., 2018, 1124, 022037.

Исследование поперечного среза слоя Ge с гексагональной фазой на подложке Si (001)

Р.И. Муртазин¹, Д.А. Павлов¹, А.А. Сушков¹, Н.О. Кривулин¹, Е.С. Кочугова¹

¹ Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, 603950, г. Нижний Новгород, пр. Гагарина, 23

Получение эффективных светоизлучающих структур на подложке кремния для создания оптоэлектронных интегральных микросхем нового поколения до сих пор остается актуальной задачей. В последнее время интерес вызвали гексагональные фазы алмазоподобных полупроводников: Si и Ge, у которых предсказывается повышение вероятности межзонных электронно-дырочных переходов по сравнению с кубическими модификациями [1]. Так, например, теоретические расчеты указывают, что политип 9R-Ge (доля гексагональности 2/3) обладает прямым энергетическим спектром [1]. В связи с этим возникает задача синтезировать фазу 9R-Ge на подложке Si и исследовать ее оптические свойства.

В работе исследовалась кристаллическая структура слоя Ge на подложке Si (001). Структура была получена методом молекулярно-пучковой эпитаксии в одной ростовой камере в две стадии. До начала роста проводилась термическая очистка подложки Si при температуре 1000°C в течение 10 минут. На первой стадии выращивали слой Si при температуре роста 400°C в течение 5 минут, а на второй стадии – слой Ge при температуре роста 300°C в течение 10 минут. Препарирование поперечного среза (110) Ge/Si(001) структуры проводилось с использованием Gatan 691 PIPS (Precision Ion Polishing System) по методике, основанной на технологии фирмы Gatan (США). Структурные и аналитические исследования проведены с помощью высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии (ВРПЭМ) и рентгеновской энергодисперсионной спектроскопии (ЭДС) соответственно на электронном микроскопе JEOL JEM-2100F (200 кВ) с энергодисперсионным детектором Oxford Instruments X-MAX.

На ВРПЭМ-изображениях в режиме фазового контраста поперечного среза структуры Ge/Si(001) в слое Ge обнаружены области с высокой концентрацией дефектов упаковки. Расчет межплоскостных расстояний ($d(hkl)$) в этих областях в направлении типа [111] дает значение $d(111)=(0.97\pm 0.04)$ нм, которое в три раза больше (с точностью до погрешно-

сти измерения) $d(111)=0.33$ нм для Ge со структурным типом алмаз (3C-Ge). На дифракционной картине данных областей кроме рефлексов типа (111), свойственных для 3C-Ge, присутствуют рефлексы, отстоящие от центрального пятна на 1/3 и 2/3 расстояния до рефлекса (111). Такая картина дифракции характерна для политипа 9R-Ge, для которой рефлекс (009) должен практически совпадать с рефлексом (111) 3C-Ge, а два других должны иметь индексы (003) и (006). Фазовый контраст, смоделированный с использованием элементарной ячейки 9R-Ge, совпадает с полученным на ВРПЭМ. Это подтверждает правильность расшифровки гексагонального политипа. Результаты ЭДС свидетельствуют, что данные включения 9R-Ge состоят из атомов Ge. Предполагается, что причиной образования включений 9R-Ge является значительное механическое напряжение, возникающее в процессе роста Ge на Si из-за рассогласования параметров решетки этих материалов, которое составляет 4 %.

Формирование гексагональной фазы алмазоподобных полупроводников в процессе гетероэпитаксии является новым почти не изученным подходом для решения актуальной проблемы интеграции светоизлучающих структур со стандартной кремниевой технологией. Пока однозначно непонятны условия формирования такой фазы, как на него влияют ориентация подложки, температура роста и прочие параметры гетероэпитаксиальных процессов – ответы на эти вопросы предстоит выяснить. На данный момент существует лишь возможность получения включений 9R-Ge на подложке Si(001) методом молекулярно-пучковой эпитаксии.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 18-32-20168-mol_a_ved).

1. A.A. Nikolskaya, D.S. Korolev, A.N. Mikhaylov, A.I. Belov, A.A. Sushkov, N.O. Krivulin, K.R. Muhamatchin, A.A. Elizarova, M.O. Marychev, A.A. Konakov, D.I. Tetelbaum, D.A. Pavlov. Appl. Phys. Lett., 2018, 113, 182103.

Нано-трубки, рельсы, пластинки-хлопья образцов Ti-Se под воздействием электронного пучка в ПЭМ

В.Ю. Колосов, А.Н. Титов, А.А. Юшков*, Н.Ю. Елисеева

Уральский федеральный университет, 620000, Екатеринбург, пр. Ленина, 51

*E-mail: emlab@urfu.ru

В образце состава Ti-Se выявлены наноструктуры – трубки, «рельсы», хлопья-пластины. Под воздействием электронного пучка при исследовании в просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) наблюдается изменение их строения и морфологии, в т.ч. происходит их аморфизация, раскрытие и деградация нанотрубок, видоизменения ступенчатости «нанорельс» и им подобных линейных образований.

TiSe₂ демонстрирует переход в состояние с волной зарядовой плотности [1], описываемое как состояние экситонного изолятора [2] (переход Келдыша-Копалева [3]). Образцы Ti-Se были получены при выращивании монокристаллов TiSe₂ из синтезированной шихты. Кристаллы выращивались методом газотранспортных реакций с избытком селена в качестве газа-носителя [4]. Перенос происходил на холодный конец ампулы при 600 С, горячий конец имел 800 С, с него брали порошок, оставшийся после извлечения крупных монокристаллов TiSe₂, перенесенный на сеточку для ПЭМ исследований с поверхности воды.

Образцы исследовались в ПЭМ при ускоряющих напряжениях 200 и 80 кВ в режимах светлого и темного полей, микро- (SAED) и нанодифракции, ВРЭМ, МРСА.

Образец представлен разнородными и смешанными скоплениями кристаллических объектов. Наибольший интерес и новизну среди них представляют линейно-вытянутые объекты, шириной ~ 20 – 50 нм и протяженностью 100 нм – 1 мкм, дающие кристаллическую дифракцию и обладающие внутренней структурой ступенчатой толщины (ступеньки вдоль оси объекта). ПЭМ выявляет 2 типа линейных нанообъектов, напоминающие одно/многослойные нанотрубки и «нанорельсы» и им подобные ступенчатые рейки более сложного профиля, **Рис. 1 а-д**. Исходно нанообъекты имеют тенденцию иметь прямые края. По предварительным данным EDX, в их составе преобладает титан (до ~80-90%). Переменный контраст некоторых объектов указывает на наличие в них нескольких слоев. Также в образце были выявлены отдельные тонкие пластинки-хлопья с различной слоистой структурой, **Рис. 1 е, ж**. Установлено, что под воздействием пучка ПЭМ в течение ~ 10 мин происходит частичная или полная аморфизация нанообъектов (гало на электронограммах) и утрата ими начальной морфологии, **Рис. 1 в-ж**. На снимках пластинок, слоев проявляется лабиринтная структура, **Рис. 1 ж**.

Авторы работы по наностержням TiSe₂ [5], полагают, что нанотрубки должны иметь стехиометрический состав, облегчающий закручивание слоёв TiSe₂. Наши исследования показывают, что присутствие интеркаланта (сверхстехиометрического тита-

на) приводит к большому разнообразию сложных нанообъектов системы Ti-Se.

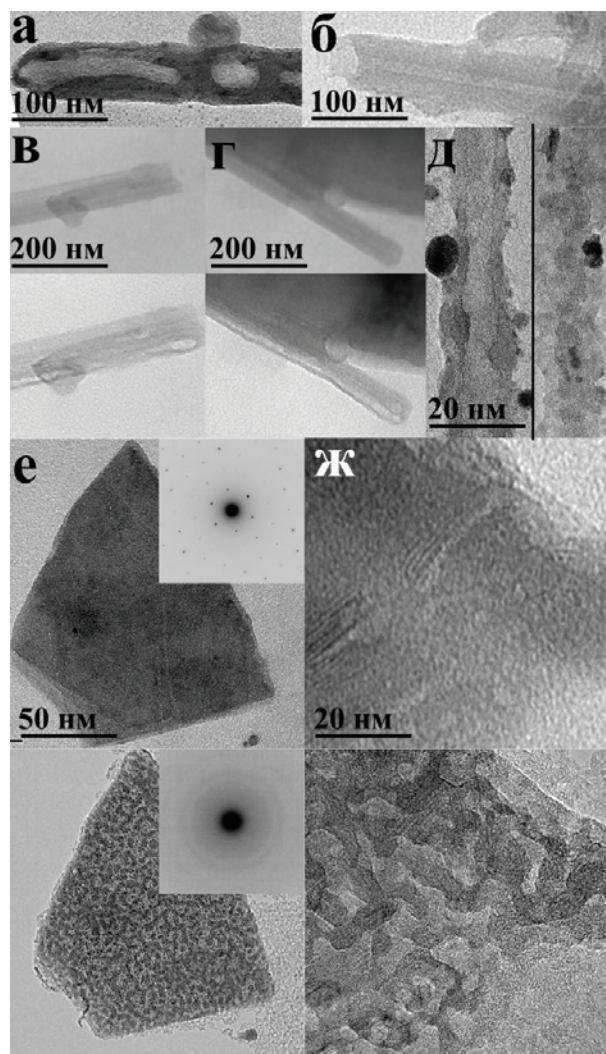


Рис. 1. ПЭМ снимки: нанотрубка с отверстиями (а); «нанорельсы» и рейки сложного профиля (б-г) и рейки сложного профиля (б-г), в т.ч. (г-д) до воздействия пучка (сверху) и после воздействия (внизу); трубка (д) до воздействия (слева) и утратившая структуру после (справа); пластинки-хлопья (е, ж) до воздействия пучка и после (внизу), с соответствующими SAED на врезках; фрагмент слоистой пластинки до и после воздействия пучка при большем увеличении.

1. F.J. Di Salvo, J.V. Waszczak., Phys. Rev. B (1978), 17, 3801-3807.
2. C. Monney, E.F. Schwier et al., Phys. Rev. B (2010), 81, 155104
3. L.V. Keldysh, Y.V. Kopalev., Sov. Phys. Solid State (1965), 6, 2219-2224.
4. A.N. Titov, A.I. Merentsov et al., J. Alloys Comp. (2018), 737, 829-835.
5. Jun Chen, Zhan-Lyang Tao et al., Adv. Mater. (2003), 15, 1379-13

Секция 3.
Характеризация материалов и структур
методами РЭМ

Исследование перераспределения элементов в области воздействия лазерного излучения в водной среде методом электронной Оже-спектроскопии

Д.А. Подгорный¹, М.В. Конюхов^{1,2}, А.С. Быков¹, К.А. Щербаков¹, Е.С. Шитова¹, Э.Р. Нурбакиева¹, П.В. Болотова¹

¹ НИТУ «МИСиС», 119049, г. Москва, Россия, Ленинский проспект, д. 4

² ВА РВСН, 143900, г. Балашиха, Россия, ул. Карбышева, д. 8

Интерес к процессам распространения лазерного излучения в водной среде, взаимодействия лазерного излучения с конструкционными материалами, в том числе на больших глубинах, вызван необходимостью создания мобильных лазерных комплексов, специализированных для ведения подводной (в том числе глубоководной) резки металлоконструкций и других конструкционных материалов. Одним из аспектов этой работы является исследование перераспределения элементов в приповерхностной области в процессе воздействия лазерного излучения в соленой воде.

Для облучения образцов использовалось излучение Nd:YAG лазера $\lambda = 532$ нм, близкой к окну прозрачности водной среды ($\lambda = 490$ нм), в режиме модуляции добротности, на модельные металлы в доплазменном режиме в аналоге морской среды соленостью 25 ‰ по Cl вблизи температуры максимальной плотности.

Выбор материалов производился с расчетом на изучение воздействия при максимальном теплоотводе (Cu – M2, Al – АД0) и высокой температуре плавления (Ti – BT0, Nb – НБ1) облучаемой мишени. Проведены экспериментальные исследования по воздействию лазерного излучения различной длительности в течение 1, 2, 4 и 8 мин.

Распределение элементов по глубине и на поверхности образцов после лазерного воздействия исследовалось методом электронной оже-спектроскопии (установка Physical Electronics PHI-680). Энергия первичного пучка $E = 10$ кэВ, ток $j = 10$ нА, диаметр первичного пучка $\varnothing = 40$ нм, давление остаточных газов в исследовательской камере $P = 5 \cdot 10^{-9}$ Торр, чувствительность к элементам – все элементы, кроме H и He предел чувствительности по элементам – 0,3-1,5 ‰ мол.

Для получения профилей распределения по глубине использовалась ионная пушка. Послойное распыление материала осуществлялось пучком ионов Ar⁺, энергия ионов $E = 2$ кВ, угол между поверхностью образца и ионным пучком 30°, ток $j = 1,4$ мкА, растр 1×1 мм.

Расчет концентраций элементов проводился путем анализа возбуждаемых электронным пучком оже-линий C KLL, O KLL, N KLL, Cu MNN, Ca LMM, Al LMM, B KLL, S KLL, Cl LMM, Nb MNN, Ti LMM,. Энергетическое разрешение спектрометра $\Delta E/E$ составляло 0,5 ‰. Запись оже-спектров велась с шагом 1 эВ при времени накопления 20 мс/эВ в режиме счета импульсов $E \times N(E)$, при этом электронный пучок разворачивался в растр 15×20 мкм. Скорость распыления (20 нм/мин, получено для SiO₂/Si) предполагалась независимой от состава распыляемого материала.

Определение относительной концентрации элементов с помощью КОЭЧ было выполнено с неопределенностью не более 20 ‰ для известных КОЭЧ, элементов, находящихся в сходном состоянии с эталонным образцом. Расчет концентрации азота (N) в образце Ti не осуществлялся (определялось наличие), в связи с наложением пиков Ti и N.

В результате воздействия лазерного излучения на образец в соленой воде происходит разрушение металла с образованием кратера (Рисунок 1).

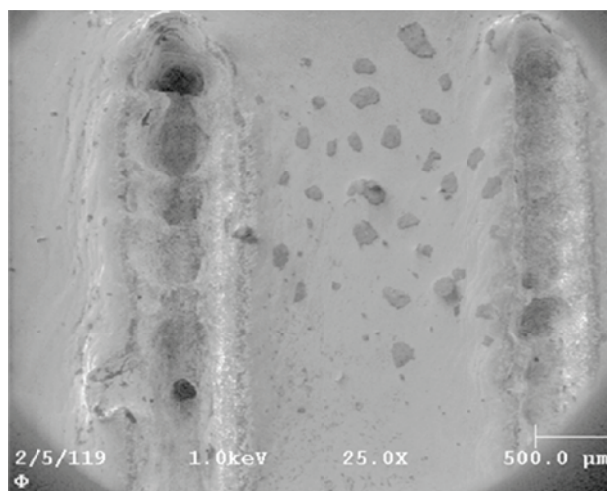


Рис. 1. Картины СЭМ поверхности образца Al после воздействия ЛИ.

При исследовании элементного состава в областях воздействия лазерного излучения (кратер), области на границе воздействия и на поверхности образца не подверженном воздействию лазерного излучения наблюдаются различия в распределении основного элемента и загрязнений. В области кратера и на границе воздействия в значительной концентрации наблюдаются загрязнения характерные для состава используемой жидкости. Также в малых количествах наблюдается фоновые элементы загрязнения. Отмечается, что после проведения интенсивного ионного травления концентрация загрязняющих элементов остается в значительной концентрации. Характер распределение примеси и ее состав может быть обусловлен формированием приповерхностных областей со значительной концентрацией загрязняющих элементов, эти элементы взаимодействуют с основным материалом, осаждаются и перемешиваются в процессе воздействия излучения и после.

Проведенные исследования хорошо согласуются с физической моделью разрушения материалов под воздействием лазерного излучения.

Характеризация структур на основе пористого кремния и графена методами РЭМ и сорбометрии

Е.А. Гостева¹, В.В. Старков², А.О. Белорус³, Д.М. Седловец²

¹ НИТУ «МИСиС», г. Москва, 119991, Ленинский пр-т, д.4,

² ФГБУН Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, Черноголовка, 142432, ул. Академика Осипьяна, д.6.,

³ Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет (ЛЭТИ)шл. В. И. Ульянова (Ленина) г. Санкт-Петербург, 197376, ул. Профессора Попова, д. 5, ГСП-1

Наиболее распространенными средствами прямой регистрации размеров и исследования морфологии нанообъектов являются методы электронной и электронно-зондовой микроскопии. Важнейшим дополнением к ним выступает экспериментальная оценка и измерение удельной поверхности твердых дисперсных материалов с помощью низкотемпературной сорбции паров азота на поверхности раздела твердое тело-газ, так называемый БЭТ (Брунауэр, Эммест и Теллер) метод [1]. Комплексное применение этих методов для характеристики пористого кремния (ПК) связано с рядом особенностей и предполагает необходимость учета значительного разнообразия характеристик ПК и, прежде всего, по морфологическим различиям как самих пор, так и стенок (скелетона), разделяющих поры друг от друга.

Применение традиционных методов ИК-спектроскопии и рентгеновской дифрактометрии в сочетании с относительно новыми методами аннигиляции позитронов (УКАИ- угловой корреляции аннигиляционного излучения) позволили установить, что на «идеальной», согласно СЭМ изображений, внутренней поверхности микроканалов макропористой структуры присутствует нанопоры с диаметром ~ 1nm, а толщина такого слоя может составлять 100 nm [2]. Для количественной оценки величины удельной площади поверхности мембран, сформированных на основе макропористых структур кремния, авторы работы [3] осуществляли термическое окисление внутренней поверхности пор и определяли привес пористой области образца в результате формирования SiO₂. В этих работах исследовались макропористые структуры с микронными размерами пор, однако больший интерес представляют нанопористые структуры кремния, характеризующиеся максимальной величиной удельной площади поверхности [4].

В таблице 1 представлены результаты исследования структурных параметров ГПК-вар пленок БЭТ методом. При этом учитывается сложность морфологии пористой структуры, которая характеризуется наличием нанопористого слоя не только на внешней поверхности пористого слоя, но и на внутренней поверхности стенок пор [1,5]. Исследуются также изменения морфологии структуры в результа-

те синтеза графено-подобных пленок (ГПП) на различную глубину ГПК-вар слоя.

Анализ представленных результатов свидетельствует о том, что синтез графеновых слоев в пористый ГПК-вар слой увеличивает площадь удельной поверхности. Для образца 3 с наибольшей глубиной слоя графена по сравнению с исходным образцом 1 это увеличение составляет 3,4 раза. Наиболее вероятным объяснением этому является то, что при этом наблюдается увеличение общего числа пор в 20 (19,6) раз, а также уменьшение вклада в распределение по размерам пор большего диаметра и увеличение вклада в распределение по размерам пор меньшего диаметра.

Таблица 1. Распределение пор по размерам. Величина удельной поверхности. Количество пор.

Диаметр пор, нм	Число пор соответствующего диаметра, %			
	1	2	3	4
79,6±31,4	37,9	18,2	8,3	5,1
56,1±15,7	35,2	11,1	9,6	7,3
33,4±10,8	24,7	12,4	15,8	12,1
15±9,8	-	11,3	11,9	13,5
8,4±3,4	-	15,1	15,6	16,3
5,9±1,8	-	10,9	13,1	15,7
4,4±1,1	2,1	15,3	18,5	20,9
3,5±0,8	-	5,7	7,2	9,1
Суд, м ² /г	247	375	690	833
Кол-во пор, шт	7,66E+12	9,93E+13	1,26E+14	1,50E+14
Глубина слоя Gr, мкм	-	40	50	70

1. Грег С., Синг К. Адсорбция, удельная поверхность, пористость: пер с англ. 2-е изд. – М.: Мир, 1984. – 306 с.

2. Барышев И.И., Мокрушин А.Д., Пуряева Т.П., Себребрякова Н.В., Старков В.В. Неорганические материалы, 2004, 40, №11, 1287-1292.

3. A.A. Nechitailov, E.V. Astrova, Ju.A. Kukushkina, S.Yu. Kameneva. Semiconductors, 2006, 40, 10, 1222-1226.

4. V. V. Starkov, E. A. Gosteva, D. M. Sedlovets, and M. O. Kah. Journal of The Electrochemical Society, 165 (11) E534-E539, (2018).

5. Starkov V.V. All materials. Encyclopedic reference book. №4. 2009, 13-21

Двухпоточковая модель обратного рассеяния моноэнергетического пучка электронов: приложение к задачам диагностики тонкопленочных структур

Н.Н. Михеев

Лаборатория Космического материаловедения ИК РАН – филиал Федерального государственного учреждения «Федеральный научно-исследовательский центр «Кристаллография и фотоника» Российской академии наук», 248640, г. Калуга, ул. Академическая 8, Россия

Спектроскопия обратно рассеянных электронов (ОРЭ) моноэнергетического пучка РЭМ является перспективным электронно-зондовым методом для послойной, бесконтактной и неразрушающей диагностики многослойных тонкопленочных планарных структур микро - и нано - электроники с высоким пространственным разрешением по глубине. Однако, эффективное применение этого метода возможно лишь на основе детального и корректного описания всего многообразия процессов рассеяния первичных электронов с энергией 1–50 кэВ в веществе, а именно – на основе решения прямой задачи по расчету сигнала ОРЭ от многослойной структуры с известной геометрией слоев и их элементного состава. Теоретическая модель описания энергетических распределений ОРЭ, основанная на учете вклада в общий энергетический спектр каждого отдельного тонкого слоя известного состава, расположенного внутри образца, была предложена в работах [1,2]. Известно, что ОРЭ представляют собой совокупность двух групп первичных электронов: а) испытавших однократное рассеяние на угол $\theta > \pi/2$ (первая группа) и б) изменивших направление своего движения в результате только малоуглового многократного рассеяния (вторая группа). Вопросы количественного соотношения вкладов этих групп в коэффициент обратного рассеяния $\eta = \eta_1 + \eta_2$ как для пленок, так и для массивных мишеней представляет теоретический и практический интерес и фактически был решен в работе [3].

В данной работе, применительно к задачам метода спектроскопии ОРЭ, выполнены расчеты вкладов электронов первой группы в энергетические спектры быстрых электронов, отраженных от пленок различной толщины при нормальном падении заряженных частиц на образец. Уточнена структура аналитических выражений описывающих распределение коэффициента обратного рассеяния электронов по глубине образца, а также энергетические спектры ОРЭ для каждой из этих групп в отдельности. Учтено влияние углового распределения ОРЭ на их энергетические спектры. Это позволяет приблизить выполняемые расчеты к реальным условиям регистрации ОРЭ, то есть при фиксированном угловом положении входной диафрагмы анализатора относительно поверхности образца. Приводятся результаты всесторонней проверки полученных соотношений на основе сопоставления проведенных модельных расчетов энергетических распределений ОРЭ с экспериментальными спектрами для свободных пленок [4], для массивных образцов и для образцов «пленка – массивная подложка» [5]. Результат достигаемого соответствия представлен на Рис. 1 для тонкой свободной алюминиевой пленки. Проводится обсуждение вопросов количественной диа-

гностики многослойных тонкопленочных структур на основе регистрации ОРЭ.

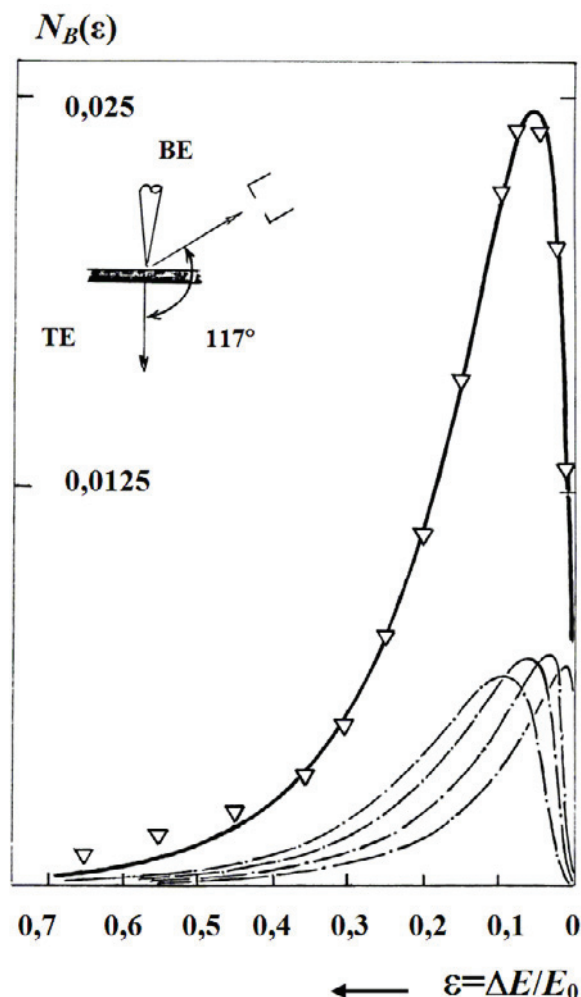


Рис. 1. Энергетический спектр обратно рассеянных электронов с $E_0 = 25$ кэВ от свободной пленки алюминия массовой толщины $\rho h = 162$ мкг/см²: сплошная линия и пунктир – расчет; ∇ – эксперимент работы [4].

1. Н.Н. Михеев, В.И. Петров, М.А. Степович. Известия РАН, сер. физическая, 1995, 59, 144–151.
2. Н.Н. Михеев, М.А. Степович. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 1998, 1, 6–13.
3. Н.Н. Михеев, А.С. Колесник. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2017, 12, 88–96.
4. H. Kulenkampff, K. Ruttiger. Z. Phys., 1958, 152, 249–260.
5. С.Ю. Купреенко, Н.А. Орликовский, Э.И. Рау, А.М. Тагаченков, А.А. Татаринцев. ЖТФ, 2015, 85, 101–104.

Особенности формирования морфологии поверхности напыленных пленок Zn.

В.А.Полищук¹, В.В.Томаев^{2,3}

¹*Санкт-Петербургский университет морского и речного флота им. адмирала С.О. Макарова,
Санкт-Петербург, ул. Двинская, 5/7*

²*Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет),
Санкт-Петербург, Московский проспект, дом 26*

³*Санкт-Петербургский горный университет, Санкт-Петербург, Васильевский остров, 21 линия 2*

Прогресс нанофотоники опирается на разработку новых материалов, имеющих необходимые для приложений свойства. В связи с этим особую актуальность приобретают исследования гибридных материалов, компоненты которых обладают дополняющими друг друга характеристиками. Наноструктуры, состоящие из металлов и полупроводников привлекательны тем, что плазмонный резонанс в металлических наночастицах стимулирует оптические процессы в полупроводниковом материале.

Предлагается оригинальный метод получения таких структур, основанный на вакуумном осаждении металлической пленки, трансформации ее в ансамбль наночастиц с выраженными плазмонными резонансами и частичном окислении поверхности наночастиц. Полученная таким образом оболочка из оксида цинка обладает рядом преимуществ по сравнению с наноструктурами из ZnO, полученными другими методами, так как ее поверхность свободна от лигандов. Помимо этого, естественным образом получается пространственное совмещение плазмонной и полупроводниковой наноструктур. Ожидается, что полученные наноструктуры будут обладать свойствами, необходимыми для успешного применения в химических и биологических сенсорах.

Исходные поликристаллические пленки Zn, имеющие гексагональную морфологию поверхности, получены вакуумным термическим напылением. Поликристаллические пленки ZnO, имеющие нитевидную гексагональную морфологию, получались термическим окислением исходных пленок Zn в ограниченном объеме в парах цинка и сухого воздуха. Изучались структурные и оптические свойства пленок Zn и ZnO.

Исследование морфологии пленок и размер нанокристаллов в пленках осуществлялись с помощью СЭМ Zeiss Merlin.

Фазовый состав пленок анализировался методом рентгеновской дифрактометрии с помощью дифрактометра Rigaku «MiniFlex II».

Основное внимание было уделено выяснению влияния металлического ядра, обладающего плазмонными свойствами, на оптические свойства широкозонного полупроводника, расположенного в непосредственной близости от него. Такое внимание связано с перспективами применения широкозонных полупроводников, в частности, ZnO в качестве сенсорного материала.

С другой стороны, как прямозонный полупроводник оксид цинка обладает люминесценцией, интенсивность которой зависит от состояния его поверхности, что также позволяет использовать его в химических и биологических сенсорах.

Выводы:

1. Морфология поверхности ZnO характеризуется наличием большого числа разориентированных одномерных кристаллов длиной 1-5 мкм и поперечным размером 100-300 нм.
2. Рентгенофазовый анализ обоих типов пленок показал в первом случае наличие исключительно фазы Zn, а во втором - ZnO.
3. В спектрах люминесценции наблюдается максимум в зеленой области вблизи 509 -560 нм. По всей видимости, он связан с дефектами, обусловленными наличием кислорода в междоузлиях. Другой, менее интенсивный максимум 386 нм (соответствует прямому межзонному переходу) связан с экситонной рекомбинацией, относится к ближнему краевому излучению вблизи запрещенной зоны и свидетельствует о том, что исследуемый материал имеет структуру вюрцита.

РЭМ-анализ влияния содержания ионообменника на структурные характеристики мембран Ralex CM Pes

Э.М. Акберова, В.И. Васильева, Д.В. Костылев

Воронежский государственный университет, 394018, г. Воронеж, Университетская пл. 1, Россия

В последнее время интенсивно развивается идея поверхностной оптимизации ионообменных мембран для увеличения сверхпредельного массопереноса. Оптимизация поверхности известных марок коммерческих мембран возможна направленным изменением технологии их изготовления, например, путем изменения объемного соотношения ионообменника и инертного связующего. Цель работы – анализ структурных характеристик гетерогенных ионообменных мембран Ralex с разной долей ионообменника методом растровой электронной микроскопии.

Объектами исследования были выбраны экспериментальные образцы гетерогенных сульфокатионообменных мембран Ralex CM Pes («MEGA» a.s., Чехия) с разным соотношением проводящих (ионообменник) и непроводящих (полиэтилен) участков. Доля ионообменника в составе исследуемых мембран варьировалась от 45 до 70%.

Характеристику морфологии поверхности и среза мембран проводили методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) с регулируемым давлением в камере с исследуемым образцом, что позволило исследовать в низковакуумном режиме поверхность мембраны в набухшем состоянии [1]. Белый цвет на РЭМ-изображениях гетерогенных ионообменных мембран соответствует проводящей фазе – ионообменнику, темно-серый – непроводящей (полиэтилену), черный – макропорам. Количественная оценка доли ионообменных участков и порового состава на поверхности и в срезе мембран проводилась с помощью авторского программного комплекса [2], в котором реализованы методы цифровой обработки электронно-микроскопических фотографий мембран.

Информация об увеличении содержания ионообменника согласуется с результатами исследований морфологии поверхности (рис. 1) и поперечного сечения сульфокатионообменных мембран Ralex CM Pes методом растровой электронной микроскопии. Результаты количественной оценки ионообменной составляющей экспериментальных мембран свидетельствуют о более значительных изменениях структуры поверхности по сравнению с объемом. С ростом содержания ионообменника

установлено увеличение доли ионообменных участков на поверхности в 1,8 раз и уменьшение расстояния между ними более чем в два раза. При этом величина средневзвешенного радиуса ионообменников не изменяется. Радиус ионообменных зерен составляет 0,5–18 мкм. Рост доли ионообменной составляющей на поверхности мембран сопровождается увеличением доли макропор на 75%.

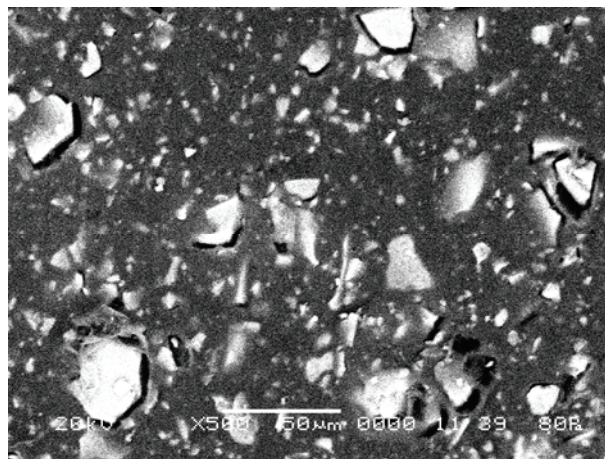


Рис. 1. РЭМ-изображение поверхности набухшей катионообменной мембраны Ralex CM с содержанием ионообменника 45%.

Работа выполнена при поддержке гранта Президента Российской Федерации МК-925.2018.3.

Авторы выражают благодарность компании «Mega» a.s. (Чешская Республика) и г-ну Новаку Л. за предоставленные экспериментальные мембраны Ralex CM Pes.

1. В.И. Васильева, Э.М. Акберова, А.В. Жильцова, Е.И. Черных, Е.А. Сирота, Б.Л. Агапов. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2013, 9, 27–34.

2. Е.А. Сирота, Н.А. Кранина, В.И. Васильева, М.Д. Мальхин, В.Ф. Селеменов. Вестник ВГУ, Серия: Химия. Биология. Фармация, 2011, 2, 53–59.

Морфологические особенности полученного из электролита с добавкой УДА анодного оксида алюминия

И.В. Гасенкова, И.М. Андрухович

ГНПО «Оптика, оптоэлектроника и лазерная техника»,
220072, г. Минск, пр. Независимости 68, Беларусь

Композиционные материалы с добавлением ультрадисперсных алмазов (УДА) нашли применение в машиностроении, электронике, радиотехнике и электротехнике. Покрытия из данных материалов обладают повышенной микротвердостью, износостойкостью и стойкостью к коррозии.

Целью данной работы являлось исследование влияния добавки ультрадисперсных алмазов на морфологические особенности анодного оксида алюминия.

Формирование слоя анодного оксида алюминия проводили на алюминиевой фольге (А99) толщиной 100 мкм в гальваностатическом режиме в двухэлектродной ячейке при плотностях тока 7 мА/см², 15 мА/см², 20 мА/см², 30 мА/см². Электролит анодирования содержал 117 г/л ортофосфорной кислоты, 5 г/л янтарной кислоты, 3 г/л молибдата аммония, 2 г/л глицерина. Также в электролит вводились по 40 мл суспензии содержащей 2М и 3М УДА. Температура электролита составляла 12°C. Для поддержания частиц УДА во взвешенном состоянии процесс проводился при интенсивном перемешивании.

Добавка ультрадисперсных алмазов приводит к снижению напряжения анодирования на 5 - 35 В, в зависимости от плотности тока и концентрации УДА, что способствует уменьшению диаметра ячеек анодного оксида алюминия.

При анодировании в электролите с добавкой ультрадисперсных алмазов наблюдается уменьшение диаметров пор анодного оксида алюминия (рис. 1). Диаметр пор оксида, сформированного в исходном электролите, достигает 400 нм, тогда как в электролитах с добавкой УДА не более 90 нм. При изменении состава электролита наблюдается осаждение агрегатов из частиц алмазов на поверхности оксида (рис. 1 г, е) и в порах (рис. 2). Агрегаты в объеме пор и на поверхности распределены неравномерно.

Образцы анодного оксида алюминия с ультрадисперсными алмазами, выращенные в определенных режимах, обладают повышенным значением твердости и износостойкости по сравнению с образцами оксида алюминия полученного в электролите без добавок.

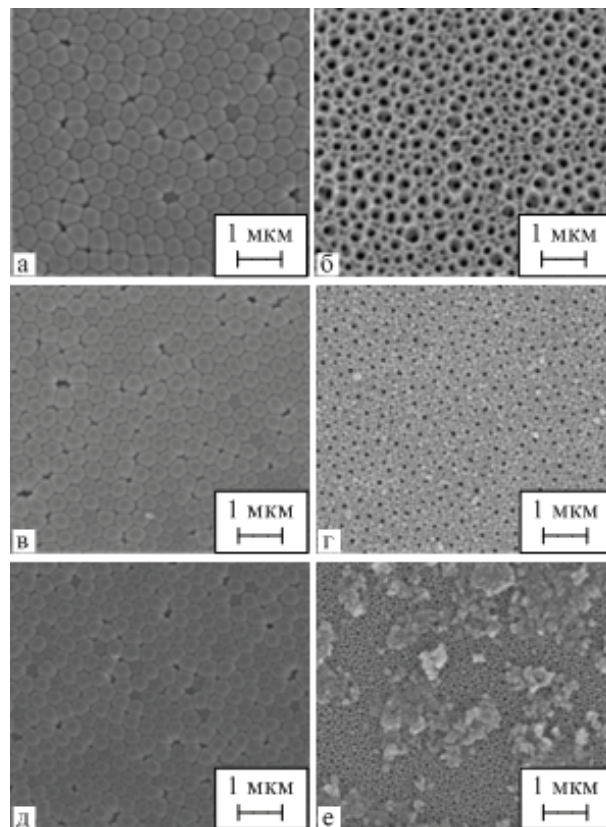


Рис. 1. Морфология поверхности анодного оксида алюминия со стороны барьерного (а, в, д) и пористого (б, г, е) слоев, сформированного в электролите без добавки (а, б), с добавкой 2М УДА (в, г), с добавкой 3М УДА (д, е) при плотности тока 15 мА/см².

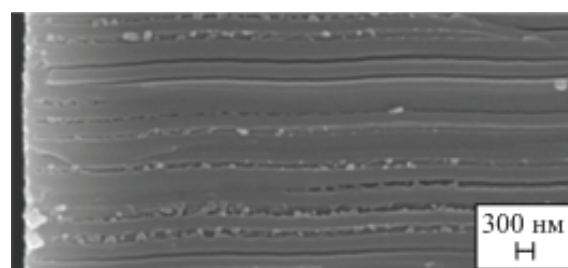


Рис. 2. Скол слоя анодного оксида алюминия, сформированного в электролите с добавкой 3М УДА при плотности тока 15 мА/см².

Морфология пористых пленок, сформированных из полианионной целлюлозы

Н.М. Антонова¹, Е.Ю. Хаустова¹, А.С. Пузанова¹

¹Каменский технологический институт(филиал) ЮРГПУ(НПИ) имени М.И. Платова,
347800, проспект К.Маркса, 23, г. Каменск-Шахтинский, Россия

Биополимерные пористые пленки находят широкое применение как матрицы для создания покрытий с функциональными свойствами. Большой интерес представляют пористые структуры, формирование которых происходит в результате самосборки систем. Наполнение пор полимерных матриц функциональными дисперсными добавками позволяет направлено менять свойства создаваемых композиционных материалов: механические, электрические, антифрикционные и т.д.

В работе изучена морфология пористых пленок, полученных из суспензий очищенной полианионной целлюлозы (ПАЦ) с концентрацией 1,5-2,5 %, наполненных высокодисперсными частицами оксидгидроксида алюминия (АЮОН), экранированных полимером карбоксиметилцеллюлозой (КМЦ) [1]. Растворителем служила дистиллированная вода. Полимеры ПАЦ и КМЦ хорошо растворимы в воде, в указанном интервале концентраций и обладают химическим сродством. СЭМ - изображения исходных порошков ПАЦ и АЮОН представлены на рис. 1. Частицы ПАЦ представляют собой клубковые образования, размерами до 800 мкм. Композиционные частицы на основе АЮОН имеют форму, близкую к сферической. Поверхность частиц покрыта порами размерами до 200 нм.

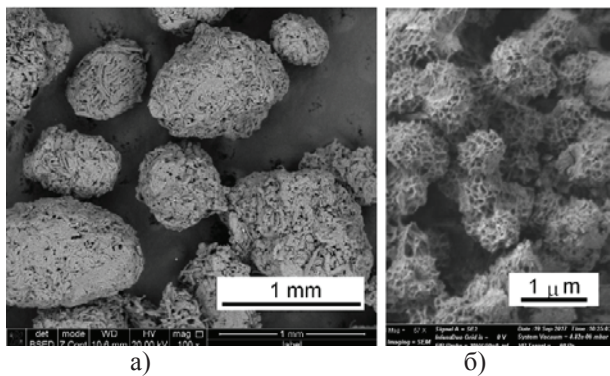


Рис. 1. СЭМ – изображения: порошка ПАЦ – (а); композита на основе АЮОН – (б)

Полимерные пленки формировали на фторопластовых подложках при температуре $(65 \pm 1)^\circ\text{C}$. В зависимости от количества добавляемого наполнителя в пленках формировались ячейки – поры. При добавлении 0,1-0,2 г наполнителя на 100 г раствора ПАЦ генерировались более крупные поры, размера-

ми до 1500 мкм (рис. 2). По мере увеличения содержания наполнителя до 2 г в растворах – поры, размерами 500-600 мкм. Генерация ячеек осуществлялась путем самоорганизации систем, по мере испарения растворителя – воды. Изменение поверхностной свободной энергии Гиббса за счет развитой пористой поверхности композиционных частиц на основе АЮОН позволяло формировать более многочисленные и мелкие поры. Толщина пленок менялась, соответственно, от 1700 мкм до 600 мкм.

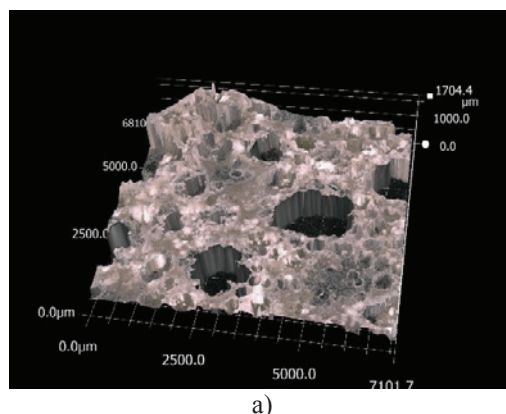


Рис. 2. Изображение пористой пленки: ПАЦ+ композит на основе АЮОН.

Общая поверхностная пористость пленок, определялась с помощью программного обеспечения «Morphology» (фирмы Tescan). В зависимости от содержания наполнителя, она менялась от 40% до 70%. В работе проверена возможность создания антифрикционных покрытий из сформированных пленок. Нанесение пористых полимерных пленок на поверхность стали 45 с дальнейшим заполнением пор твердыми смазками типа пиролитического графита, дисульфида молибдена позволило получить покрытия с антифрикционными свойствами и снизить коэффициент трения контактирующих пар на 40-50% [2].

1. N.M. Antonova, F.M. Boldyrev, I. Y. Zabiuka. *Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*, 2018, 12 (5), 974-981.

2. Antonova N. M., Babichev A. P., Berezovsky V. S., *Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*, 2017, 11 (5), 955-959.

Исследования электрофизических свойств биомиметических материалов в YMD-режиме: визуализация профилей зарядки и изопотенциальных линий

О.В. Градов, М.А. Градова, П.Л. Александров, А.В. Ратновская

Институт Химической Физики им Н.Н. Семенова Российской Академии Наук, 119334, Москва, ул. Косыгина, д. 4

Общеизвестен факт зарядки диэлектриков, особо – полимерных материалов, под электронным пучком в ходе электронной микроскопии. Центроиды заряда распределяются неравномерно и рельефспецифично [1], в силу чего могут характеризовать поверхность, являясь источником диэлектрических дескрипторов и выводимых из них структурных дескрипторов для полимеров; однако также, как и в микроэлектронике и микросистемной технике [2], обычно считают этот заряд паразитным и, как следствие того, требующим элиминирования путём изменения условий работы и смены режима измерений (что особо критично, если говорить об LVEM) либо напыления образца, после которого извлечение информации об электрических свойствах образца становится невозможным. Между тем, положительная зарядка образца информативна, в особенности – пространственное её распределение [3]; ещё более эвристически ценна её динамика [4]. Однако динамических / пространственно-временных подходов к её анализу среди классических методов, распространённых ранее, не существовало [5]. Между тем, очевидна возможность регистрации зарядки по уровню «кооперативного высвечивания» (flashover), перемещающегося по образцу, в соответствии с его структурой или химизмом, локально определяющим заряд [6]. Скорость распространения и задержки при распространении для различных диэлектриков тоже могут быть информативным дескриптором среды [7] и, как следствие, переменной в профилировании или динамическом мапировании зарядки [8].

Нами предлагается использовать для этой задачи методы Y-модулированного картирования («техника YMD»), имплементировавшиеся с 1980-х гг. на SEM (преимущественно – JEOL). Это позволяет получать карты зарядовых распределений в режиме реального времени при разных напряжениях на катоде. Можно сказать, что получение псевдотрёхмерного паттерна заряда, неочевидного при рассмотрении микрофото, обладающего паразитной засветкой, является путём непосредственного анализа путей миграции заряда в системе и, в перспективе, возможно, восстановления её эквивалентных электрических схем. Аналогичной функцией обладает дискретный дифференциальный оператор Собеля-Фельдмана (фильтр Собеля), но он, в отличие от YMD, не даёт профиля в сечении. Ещё несколько лет назад YMD-техника использовалась в качестве эффективного метода контрастирования в «3D-визуализации» SEM [9], но сейчас представляет интерес, преимущественно, как инструмент анализа физических феноменов на поверхности образца, что выгодно отличает её от цифровой обработки файлов микрофотографий. Примеры визуализации в режиме YMD темплатной поверхности приведены на рис.1 – рис.3. Нами были произведены YMD-исследования поверхности полимерных волокон – биомиметиков / мембраномиметиков и их темплатов в режиме YMD.

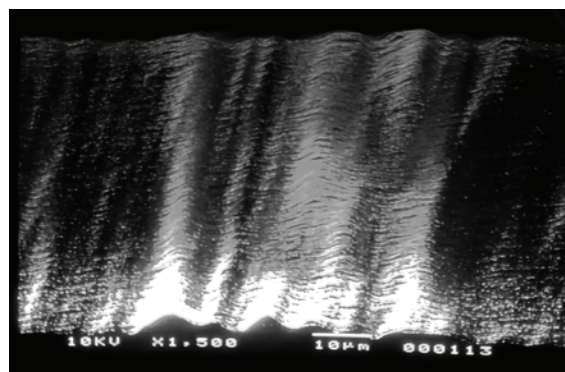


Рис. 1. 3D-картирование YMD при 10 кВ (1500х).

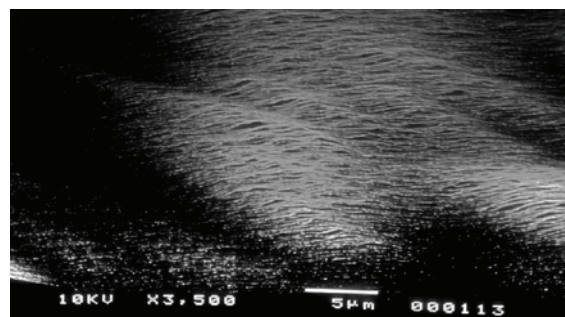


Рис. 2. 3D-картирование YMD при 10 кВ (3500х).

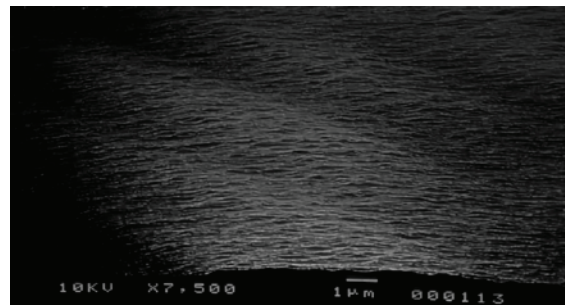


Рис. 3. 3D-картирование YMD при 10 кВ (7500х).

1. B. Gross, G.M. Sessler, J.E. West. Journal of Applied Physics. 1977, 48, 4303-4306.
2. J. Wibbeler, G. Pfeifer, M. Hietschold. Sensors and Actuators A: Physical. 1998, 71, 74-80.
3. W.Q. Li, H.B. Zhang. Applied Surface Science. 2010, 256, 3482-3492.
4. Von Seggern H. IEEE Transactions on Nuclear Science. 1985, 32, 1503-1511.
5. G.M., Sessler, R. Gerhard-Multhaupt. Radiation Physics and Chemistry. 1984, 23, 363-370.
6. G. Blaise, C. Le Gressus. Journal of Applied Physics. 1991, 69, 6334-6339.
7. R. Garcia-Molina, A. Gras-Marti, A. Howie, Ritchie R.H. Journal of Physics C: Solid State Physics, 1985, 18, 5335-5345.
8. R. Gerhard-Multhaupt, M. Haardt, W. Eisenmenger, G.M. Sessler. Journal of Physics D: Applied Physics, 1983, 16, 2247-2256.
9. M.J. Kadhim, S.I. Al-Rubaiey, Hammood A.S. Optics and Lasers in Engineering, 2013, 51, 159-166.

Crystal structure and morphological properties of Cu_2SnS_3 thin films prepared by sulfurization process.

E. P. Zaretskaya¹, V.F. Gremenok¹, V.A. Ivanoy¹, A.N. Pyatlitski², N. Akcay^{3,4}, S. Özçelik⁴

¹State Scientific and Production Association «Scientific-Practical Materials Research Centre of the National Academy of Sciences of Belarus», 220072, Minsk, P. Brovka str., 19, Belarus

²JSC “INTEGRAL” – “INTEGRAL” Holding Managing Company, 220108, Minsk, Kazintsa I.P. str., 121A, Belarus

³Faculty of Engineering, Department of Mechanical Engineering, Baskent University Ankara, Turkey

⁴Gazi University, Photonics Application & Research Center, 06500, Ankara, Turkey

Cu_2SnS_3 (CTS) due to its direct band gap energies of 0.93–1.77 eV depending of crystal structure and an absorption coefficient on the order of 10^4 cm^{-1} is a promising material for environmentally compatible, low-cost, nontoxic solar cells [1]. The theoretically predicted efficiency of CTS solar cells can reach 30% [2].

This work is devoted to the analysis of CTS thin films structural properties formed by sulfurization of electrochemically deposited Cu and Sn thin films. The set of Cu-Sn precursor with Cu/Sn ratio = 1.1/0.63 were deposited onto Mo-coated glass substrates.

The Cu layers were deposited from aqueous solution containing 0.02 M CuSO_4 and 0.25 M sodium citrate with pH= 6.3. The Sn layers were deposited from aqueous solution of 0.02 M SnSO_4 and 0.25 M sodium citrate with pH =6.3. The pH of solutions was adjusted with H_2SO_4 .

Sulfurization of Cu-Sn precursors placed in a graphite container with a solid-state sulfur source was carried out in a closed tube furnace in Ar atmosphere. At first, the temperature was raised with a rate 20 deg/min to a temperature of 200°C and held for a period of 20-30 min. Then the temperature slowly increased to recrystallization temperature $T_s = 520^\circ\text{C}$ with a rate 4 deg/min and thereafter held for 20 min. After sulfurization films were naturally cooled inside the furnace.

The bulk composition and surface morphology of the films were investigated using wavelength dispersive X-ray (WDX) analysis using a CAMECA SX-100 and JEOL 6400 SEM apparatus. Depth profiling was carried out by Auger electron spectroscopy (AES) using a Perkin Elmer Physical Electronics model 590.

XRD structural analysis of grown CTS films with different Cu/Sn ratio = 1.59/2.35 revealed a heterogeneous mixture up to four phases: Cu_2SnS_3 (monoclinic - # 01-070-63380), Cu_2SnS_4 (cubic - # 01-089-2877), Cu_4SnS_4 (orthorhombic - 00-029-0584) and Cu_xS (# 00-023-0960).

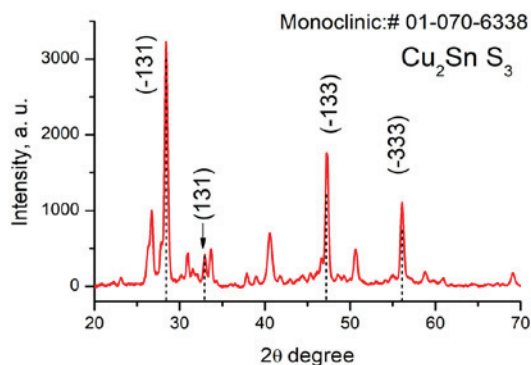


Fig. 1. XRD spectrum for CTS samples sulfurized at 520°C.

The main distinction between the phase composition of CTS films with different Cu/Sn ratio was the amount of monoclinic Cu_2SnS_3 phase, which was predominant in Cu-poor films with Cu/Sn=1.59-1.81 and Cu-stoichiometric (Cu/Sn = 2) films. With the copper content increasing (to Cu/Sn = 2.35) Cu_2SnS_4 and Cu_4SnS_4 phases amount increases. In all cases Cu_xS phase was present.

The morphology of the CTS absorber layer has a relatively compact structure with large grains of Cu_xS on the film surface. To remove Cu_xS phase some of the Cu-rich CTS films were etched in a 5% aqueous solution of KCN for 5 min. Fig. 2 shows surface (a) and cross-sectional images (b) of CTS film after etching.

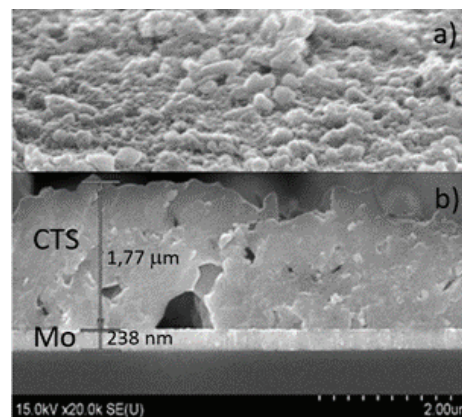


Fig. 2. Top-view (a) and corresponding (b) cross section SEM image of CTS film with predominant monoclinic Cu_2SnS_3 phase.

The cross-sectional image of the CTS films reveals uniform growth of adherent film with thickness of 1.77 μm and voids due to the evaporation of unreacted tin. A clear boundary between CTS and Mo layer indicates the absence of MoS_x phase at the interface. From EDS analysis was found that the Cu/Sn ratio was reduced from 2.08 to 1.82 after KCN etching. The S content was less than 50% in the as-grown film and slightly increased after KCN etching.

It was shown that proposed sulfurization method allows to synthesize CTS absorbers with composition and compact microstructure desired for solar cell application.

This work has been supported by the Belarusian Republican Foundation for Fundamental Research (Grand № $\Phi 18\text{TIOB} -006$) and TUBITAK (TR) with Grand № 118F009.

1. Berg D.M. Djemour R, Gu Étay L, Zoppi G, Siebentritt S, Dale P.J. Thin Solid Films. (2012), **520**, 6291.

2. D. Avellaneda, M.T.S. Nair, P.K. Nair. J. Electrochem. Soc. (2010), **157**, D346.

Влияние электрической дуги на структуру и фазовый состав рабочего слоя электроконтактов на основе серебра, дисперсноупрочненных нанопорошками оксидов

Г.М. Зеер, Е.Г. Зеленкова, С.В. Николаев, В.В. Белецкий, О.Н. Ледяева, В.В. Колот

ФГАОУ ВО «Сибирский федеральный университет», 660041, г. Красноярск, пр. Свободный, 79

Эффективность введения в состав бескадмиевого электроконтактного материала на основе серебра комплексной дугогасящей и дисперсно-упрочняющей добавки, состоящей из нанопорошков оксидов цинка, олова и титана, оценивалась по морфологии поверхности и составу фаз, сформировавшихся в рабочем слое контакта после электроэрозионных испытаний.

Для изготовления образцов методом порошковой металлургии использовали порошок Ag ($d_{cp} \approx 5 \pm 3 \mu m$), нанопорошки SnO₂ ($d_{cp} \approx 70 \pm 10 nm$), TiO₂ ($d_{cp} \approx 20 \pm 5 nm$), ZnO ($d_{cp} \approx 8 \pm 2 nm$). Порошки смешивали в шаровой вибрационной мельнице, шихту прессовали в жесткой матрице при давлении 300 МПа, прессовки спекали на воздухе при температуре 840 °С в течение 2 часов, компакты допрессовывали при давлении 1000 МПа, для снятия остаточных напряжений компакты отжигали в вакууме при температуре 500 °С в течение одного часа. Испытания на электроэрозионный износ проводили на лабораторном стенде при переменном напряжении на контактах – 380 В, частоте – 50 Hz, переменном токе – 20 А и общем числе «включение-выключение» – 10000 циклов. Микроструктуру и элементный состав фаз образцов исследовали методами сканирующей электронной микроскопии с помощью микроскопа JEOL JSM-7001F с системой микроанализаторов Oxford Instruments. В составе образцов количество ZnO варьировали от 1 до 3 вес. %, количество SnO₂ составляло 1 вес.%, TiO₂ – 0,1 вес. %.

В процессе работы под действием дугового разряда происходит износ контактов вследствие массопереноса, испарения и разбрызгивания материала при размыкании электрической цепи (дуговая эрозия) и это является главным фактором, определяющим качество электроконтактного материала. Дуговая эрозия сопровождается процессами взаимодействия твердого и жидкого металла с компонентами атмосферы и плазмой дуги с образованием оксидов и других, плохо проводящих соединений, что увеличивает переходное электросопротивление. Повышение переходного электросопротивления в сочетании с дугой, возникающей при размыкании контактов, вызывает их разогрев в отдельных точках поверхности, вследствие чего происходит рекристаллизация и разупрочнение материала, формируется рабочий слой с измененной микроструктурой и составом фаз. При размыкании в месте плавления идет кристаллизация, появляются выступы и впадины округлой формы, микротрещины, поры (рис. 1,а). На рабочей поверхности контактов всех составов выявлены участки с исходной структурой, имеющие раз-

меры порядка 100-300 мкм. В структуре поперечного сечения образцов всех составов обнаружены локальные трещины, расположенные параллельно рабочей поверхности контакта, также определена толщина рабочего слоя, она после 10 тыс. циклов «замыкание-размыкание», в среднем она достигает размеров $30 \pm 10 \mu m$. Анализ структуры поперечного сечения рабочего слоя электроконтактов всех составов показал, что при размыкании контактов в процессе кристаллизации в месте плавления под действием дуги происходит укрупнение оксидных фаз до 1-2 мкм (рис. 1,б).

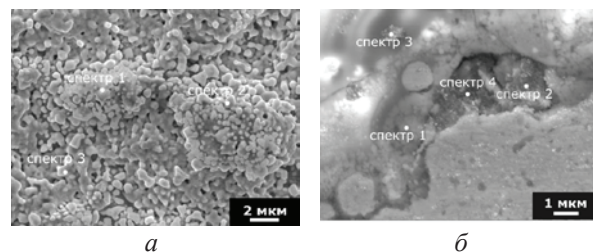


Рис. 1. Электронно-микроскопическое изображение рабочей поверхности образцов с маркерами спектров: а – вид сверху; б – поперечное сечение

Анализ данных энергодисперсионного микроанализа показал в рабочем слое контактов после электроэрозионных испытаний наличие таких дугогасящих и дисперсноупрочняющих фаз, как ZnO, SnO₂, ZnTiO₃, Zn₂TiO₄.

Определено, что в процессе испытаний происходит образование некоторого количества сульфидных фаз как в глубине рабочего слоя, так и на поверхности электроконтактов, но оно настолько мало, что практически не ухудшает дугогасящие свойства.

Полученные электроконтактные материалы имеют низкий электроэрозионный износ, что косвенно подтверждает дисперсно-упрочняющие и дугогасящие свойства предложенной комплексной добавки, состоящей из нанопорошков оксидов цинка, титана и олова.

Анализ результатов испытаний разработанных электроконтактных материалов в сравнении с данными, полученными на промышленном электроконтакте (состав: Ag-12вес.%CdO), проведенных в одинаковых лабораторных условиях, показал, что разработанный электроконтактный материал, в составе которого 2,1 вес. % керамической составляющей (1 вес. % ZnO, 1 вес. % SnO₂ и 0.1 вес. % TiO₂), имеет более высокие свойства, чем промышленный, в составе которого содержится 12 вес. % токсичного оксида кадмия.

Применение метода дифракции отраженных электронов РЭМ при исследовании произведений искусства

И.Ф. Кадикова¹, М.В. Лукашова², Т.В. Юрьева¹, А.А. Кудрявцев², В.А. Юрьев³

¹ Государственный научно-исследовательский институт реставрации, 107014, г. Москва, ул. Гастелло, 44, стр. 1, Россия

² ООО «Тескан», 195220, г. Санкт-Петербург, Гражданский просп., 11, офис 212; а/я 24, Россия

³ Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, 119991, г. Москва, ул. Вавилова, 38, Россия

В круг задач исследователя входит изучение самых разных произведений искусства, таких как масляная, темперная и настенная живопись, рукописи, изделия из металла, стекла и многое другое. Большинство аналитических методов, таких как ИК- и КР-спектроскопия, рентгенофлуоресцентный и микрорентгеноспектральный анализ, рентгеновская дифрактометрия и различные виды хромато-масс-спектрометрии, уже давно зарекомендовали себя при исследовании художественных материалов [1–4].

Однако такой метод, как дифракция отраженных электронов РЭМ (EBSD), активно применяемый в различных областях науки, например, в физическом материаловедении, при исследовании произведений искусства используется крайне редко. Одним из основных достоинств метода является возможность идентифицировать кристаллические фазы даже в очень маленьких пробах. В отличие от рентгеновской дифрактометрии, которая дает суммарную картину от всех составляющих пробу кристаллических соединений, метод EBSD позволяет локально идентифицировать каждый отдельный кристалл, размеры которого превышают 50 нм, и определять параметры его кристаллической решетки. Это особенно важно при исследовании проб с многокомпонентным составом, а также в случаях, когда нужно идентифицировать кристаллические включения, присутствующие в пробе в незначительном количестве. Кристаллографические базы данных позволяют расшифровывать получаемые картины линий Кикучи с высокой степенью достоверности.

В настоящем докладе представлены различные примеры использования метода EBSD при изучении материалов произведений искусства, начиная с памятников средневековья и заканчивая объектами второй половины XX в. Так, например, в грунте картины Е.С. Цей «Дурные сновидения» удалось идентифицировать титановые белила (TiO_2) в форме рутила. Поскольку в это время в СССР для художественных красок оксид титана производился только в форме анатаза, можно утверждать, что художник пользовался красками заграничного производства (Рис. 1а-в).

Также методом EBSD были идентифицированы кристаллические включения орторомбического KSbOSiO_4 в стекле голубого бисера начала XIX века (Рис. 1г-е) [5], кубического NaSbO_3 в стекле опалового бисера, кубического $\text{Pb}_2\text{Fe}_{0.5}\text{Sb}_{1.5}\text{O}_{6.5}$ в стекле желтого бисера, гексагонального $\text{Ca}_2\text{Pb}_3(\text{AsO}_4)_3\text{Cl}$ в стекле двухцветного бело-красного бисера, гексагонального CdZnSSe ($[\text{Cd}] = [\text{Zn}] = [\text{S}] = [\text{Se}]$) в стекле ярко-красного бисера конца XIX века [6].

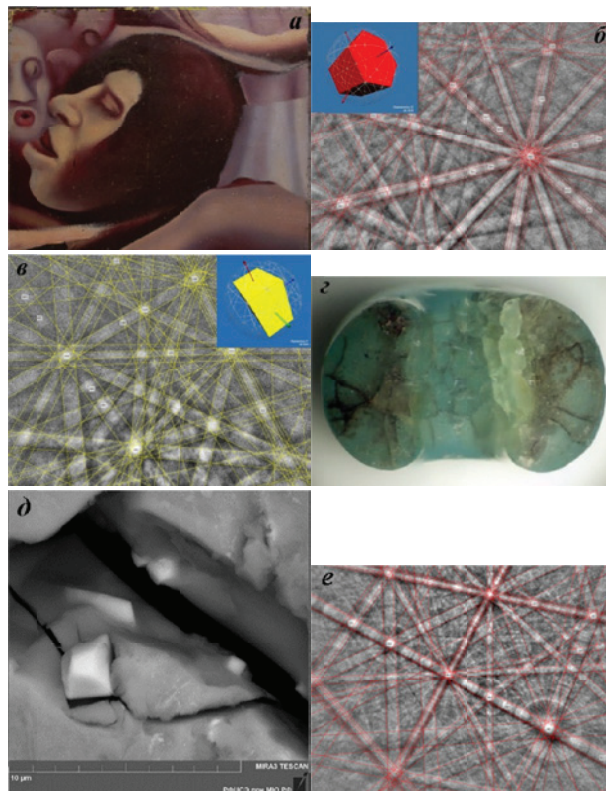


Рис. 1. Исследование кристаллических пигментов в красочном слое: (а) Е.С. Цей «Дурные сновидения», 1979. Картины линий Кикучи: (б) кристалла желтого кадмия гексагональной сингонии и (в) титановых белил в форме рутила тетрагональной сингонии. Исследование кристаллических включений в голубом бисере первой половины XIX в.: (г) голубая бисерина с многочисленными трещинами, фрагментарно изменившая цвет; (д) РЭМ-изображение кристалла в стекле и (е) картина линий Кикучи кристалла, позволившая однозначно идентифицировать его как орторомбический KSbOSiO_4 [грант РФФ № 16-18-10366].

1. R.L. Feller (ed.). Artists' Pigments, Vol. 1, Washington: National Gallery of Art, 1986.

2. A. Roy (ed.). Artists' Pigments, Vol. 2, Washington: National Gallery of Art, 1993.

3. E.W. FitzHugh (ed.). Artists' Pigments, Vol. 3, Washington: National Gallery of Art, 1997.

4. B.H. Berrie (ed.). Artists' Pigments, Vol. 4, Washington: National Gallery of Art, 2007.

5. T.V. Yuryeva, E.A. Morozova, I.F. Kadikova et al. J. Mater. Sci., 2018, 53, 10692–10717.

6. I.F. Kadikova, T.V. Yuryeva, E.A. Morozova et al. Technart 2019, Bruges, Belgium 7–10 May 2019, doi: 10.13140/RG.2.2.36144.61443.

Определение плоскости фокусировки пучка в РЭМ по зависимости контраста сигнала от потенциала фокусирующего электрода

В.В. Казьмирук, И.Г. Курганов, А.А. Подкопаев, Т.Н. Савицкая

¹ Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов Российской академии наук, г. Черноголовка, Московская область, ул. Академика Осипьяна, д. 6, 142432 Россия

Необходимой составляющей процесса исследования поверхности объектов с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) является определение и коррекция параметров электронного пучка, в частности, его фокусировка и стигмирование. Важность этих операций возрастает при переходе от одного поля сканирования к другому в процессе сканирования в автоматическом режиме участка поверхности объекта большой площади, или при исследовании объектов с изменяющимся в широком диапазоне профилем микрорельефа. При этом единственным способом повышения производительности измерений является сокращение времени выполнения вспомогательных процедур.

Существующие способы определения и корректировки параметров сфокусированного электронного пучка [1–4] основаны на обработке изображений или сигналов РЭМ и направлены на решение задачи точной фокусировки пучка по значениям тока возбуждения объективной линзы как регулируемого параметра РЭМ.

Методы реализации этих способов имеют два существенных недостатка: критерии, используемые для нахождения значения тока возбуждения объективной линзы, соответствующего точной фокусировке пучка, не определяют положения плоскости фокусировки по отношению к поверхности объекта, делают его зависимым от характера исследуемого микрорельефа. Вторым недостатком — большая длительность процедур фокусировки и стигмирования.

В работе предлагается метод обработки сигналов в растровом электронном микроскопе, решающий задачу определения плоскости точной фокусировки электронного пучка и выставления этой плоскости на заданную высоту относительно базовой поверхности исследуемого объекта с повышенной точностью при уменьшении времени выполнения коррекции фокусировки.

Метод заключается в следующем. Электронным пучком сканируют поверхность объекта поперек находящегося на ней топологического элемента с одновременным изменением для каждой линии сканирования значения регулируемого параметра. Каждый полученный вторично-эмиссионный сигнал преобразуют в цифровую форму и определяют значение его контраста. Анализируя зависимость контраста от регулируемого параметра [5, 6], строят взаимно однозначную зависимость между значениями регулируемого параметра и положением точки фокусировки пучка относительно поверхности объ-

екта, которая позволяет выставлять точку фокусировки в требуемое положение.

Преимущества предлагаемого способа основаны на использовании в качестве основного критерия измерений контраста сигнала, который может быть измерен в реальном времени, что повышает производительность измерений, с высокой точностью по одной линии сканирования.

При типичных значениях тока возбуждения объективной линзы 1,5 А для изменения положения точки фокусировки на 10 нм требуется изменить ток возбуждения объективной линзы на 3 мкА. Точное и контролируемое изменение тока возбуждения объективной линзы на такие малые значения — не достижимая задача для стандартных источников тока, используемых в РЭМ [7]. В предлагаемом методе в качестве регулируемого параметра РЭМ нами используется потенциал дополнительного электрода, установленного между катодом и анодом в электронно-оптической системе РЭМ [8]. В этом случае согласно расчетам [9] для изменения положения точки фокусировки, например на 10 нм, требуется изменить потенциал электрода на 4 мВ. Такая чувствительность позволяет менять положение точки фокусировки при необходимости на единицы и десятые доли нанометров.

Работа финансировалась в рамках Государственного задания № 075-00475-19-00.

1. *M. Watanabe, H. Shinada, A. Takafuji, et al.* U.S. Patent No.: 7,030,394 B2 (USPTO Patent Full-Text and Image Database, 2006).
2. *A. Yamada.* U.S. Patent No.: 5,198,668 A (USPTO Patent Full-Text and Image Database, 1993).
3. *P.J. Lawson* U.S. Patent No.: 4,514,634 A (USPTO Patent Full-Text and Image Database, 1985).
4. *Mochizuki Yuzuru; Kasai Yuji.* JP Patent No.: 5970229 B2, 2016.
5. *В.В. Казьмирук, И.Г. Курганов, Т.Н. Савицкая.* Поверхность. Рентген-, синхротр. и нейтрон. исслед., 2014, 12, 31.
6. *В.В. Казьмирук, Т.Н. Савицкая.* Изв. РАН. Сер. физ., 2012, 76, 9, 1077.
7. *В.В. Казьмирук (RU), Т.Н. Савицкая (RU), ЧОЙ Чангхун (KR).* RU Патент № 2,510,062 С2, 2011.
8. *В.В. Казьмирук, И.Г. Курганов, А.А. Подкопаев, Т.Н. Савицкая, и др.* II-я Всероссийская научно-практическая конференция «Научное приборостроение — современное состояние и перспективы развития», 2018.
9. *B. Lencova, J. Zlamal.* Nucl. Instrum. Methods in Phys. Res. A, 2011, 645, 1, 278.

Жаропрочные композитные волокна, полученные из исходных оксидов алюминия, кальция и иттрия

В. М. Кийко, Н.И. Новохатская

Институт физики твердого тела РАН,
142432 Московская обл., Ногинский р-он, г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, д.2

Представленные оксидные композитные волокна нацелены на применение их в качестве армирующей компоненты высокотемпературных композитных материалов, жаростойкие матрицы которых во многих случаях являются хрупкими. Задача предлагаемых волокон – обеспечить необходимые механические характеристики таких композитов. Волокна содержат оксид алюминия, обладающий высокой прочностью, алюмоиттриевый гранат с повышенным сопротивлением ползучести [1] и гексаалюминат кальция, в основном обеспечивающий трещиностойкость всей композитной структуры [2, 3]. Волокна изготавливались методом внутренней кристаллизации [4] из исходных смесей порошков оксидов алюминия, кальция и иттрия различных весовых составов и в различных режимах. Вкратце метод состоит в том, что изготавливается молибденовый каркас с полыми коаксиальными цилиндрическими каналами, которые заполняются расплавом оксидов. Затем каркас вытягивается в холодную зону, происходит кристаллизация расплава и формирование волокон в каналах.

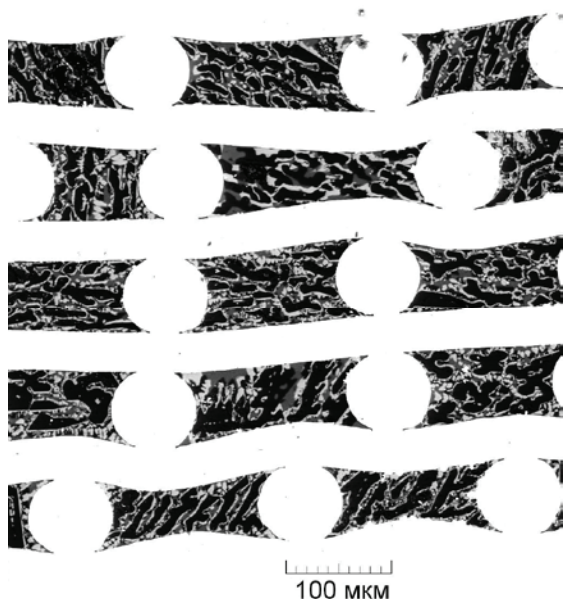


Рис. 1. Поперечные сечения группы композитных волокон, полученных из исходных оксидов алюминия, кальция и иттрия: черные области – оксид алюминия, серые – кальций содержащие оксиды, светло-серые – иттрий содержащие оксиды, белого цвета – молибден.

На рис. 1 представлены поперечные сечения группы волокон одной из партий, находящихся в молибденовом каркасе-матрице. Полуколичественный рентгеноструктурный микроанализ, совмещен-

ный со сканирующей электронной микроскопией, показывает, что состав волокон представлен тремя видами указанных выше соединений, обеспечивающих необходимые механические характеристики. Более детальное определение состава рентгеновскими методами – предмет дальнейших исследований. Из матрицы волокон извлекают растравливанием молибдена смесью кислот. Далее волокна могут быть помещены в произвольную матрицу.

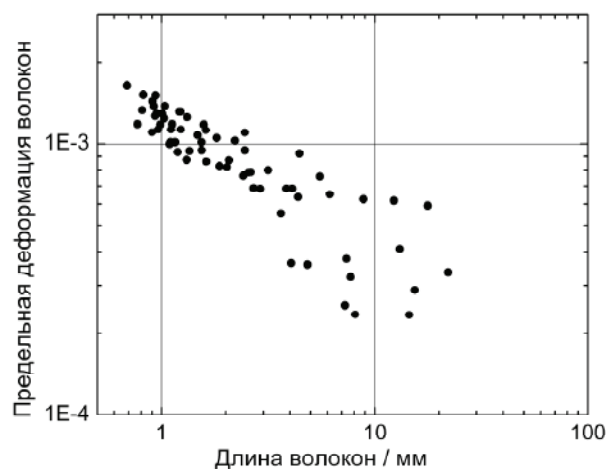


Рис. 2. Зависимость предельных деформаций волокон от длины.

На рис. 2 показаны результаты испытаний выборки волокон на прочность при комнатной температуре в условиях изгиба (для получения значений прочности величину предельной деформации необходимо умножить на значение модуля Юнга волокна) [5].

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 17-03-01136 а).

1. S.T. Mileiko, V.N. Kurlov, A.A. Kolchin, V.M. Kiiko. J. Europ. Ceram. Soc., 2002, 22, 1831-1837.
2. M.K. Cinibulk. J. Europ. Ceram. Soc., 2000, 20, 569-582.
3. J. Cook, J.E. Gordon. Proc. Roy. Soc Ser A, 1964, 1391, 508-520.
4. С.Т. Милейко, В.И. Казьмин. Мех. композитных материалов, 1991, 5, 898-908.
5. V.M. Kiiko, S.T. Mileiko. Compos. Sci. and Technol., 1999, 59, 1977-1981.

Слоистые композиты с оксидными композитными пластинами и молибденовой матрицей

В.М. Кийко

Институт физики твердого тела РАН,
142432 Московская обл., Ногинский р-он, г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, д.2

В работе представлены результаты испытаний и структуры слоистых композитов с хрупкой матрицей из рекристаллизованного молибдена и композитных пластин, полученных на основе исходных смесей оксидов алюминия и кальция различных составов и режимов получения. Композитные образцы изготовлены с использованием метода внутренней кристаллизации [1]. Метод состоит в том, что изготавливается молибденовый каркас с полыми каналами – формообразователями пластин. В тигле расплавляется смесь порошков оксидов, расплав за счет капиллярных сил заполняет каналы. Затем образец вытягивается в холодную зону, и в каналах кристаллизуются пластины. Температура плавления оксидов составляет около 2000 °С, в результате такой технологической процедуры молибден рекристаллизуется и охрупчивается. Ставилась задача в получении «квазипластичного» композитного материала на основе непластичных компонентов. В качестве основного «тормоза» трещин при разрушении играет гексаалюминат кальция [2], включения которого в структуру пластин формируются в результате кристаллизации пластин из расплава смеси оксидов алюминия и кальция. Наличие относительно слабых плоскостей в слоистой структуре гексаалюмината кальция приводит к увеличению трещиностойкости всей композитной структуры [3].

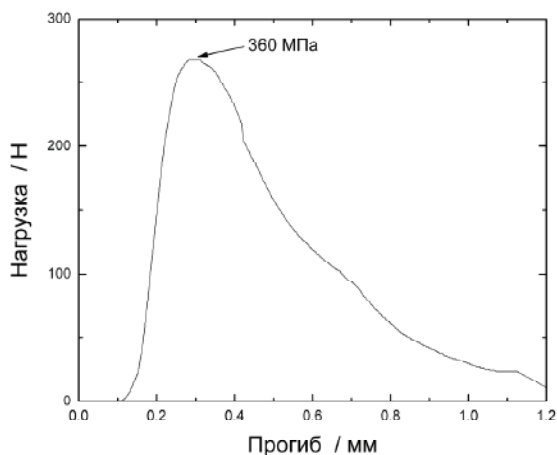


Рис. 1. Зависимость прогиба композитного образца от нагрузки.

На рис. 1 показаны пример результатов испытания одного из композитных образцов. Нелинейность деформационной кривой характерна для нехрупкого материала, а развитая поверхность разрушения после испытаний композита, содержащего хрупкие компоненты (рис. 2), подтверждает это. Величина

эффективной поверхностной энергией данного образца составляет $8.4 \cdot 10^3$ Дж/м² [4].

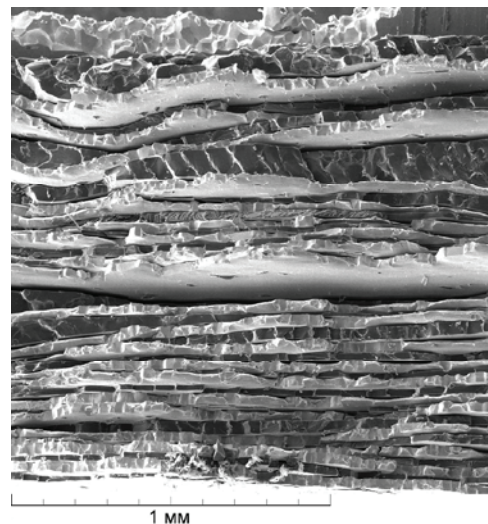


Рис. 2. Поверхность разрушения образца после испытаний.

На рис. 2. видна структура в поперечном сечении образца: слои светло-серого однотонного цвета – рекристаллизованный молибден, а слои с полосатой структурой – оксидные пластины, где черного цвета – сапфир, обеспечивающий прочность композита, а относительно непрочные светлые слои – кальций содержащие оксиды, включающие гексаалюминат кальция, в основном, обеспечивающий трещиностойкость. Таким образом была выполнена сформулированная выше задача.

Автор выражает благодарность коллегам, способствовавшим выполнению работы: С.А. Абашкину, А.А. Колчину, С.Т. Милейко, А.Н. Некрасову, В.А. Чумичеву.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 17-03-01136 а).

1. S. T. Mileiko, V. I. Kazmin. J. Mater. Sci., 1992, 27, 2165-2172.
2. M.K. Cinibulk. J. Eur. Ceram. Soc., 2000, 20, 569-582.
3. J. Cook, J.E. Gordon. Proc. Roy. Soc Ser A, 1964, 1391, 508-520.
4. В.М. Кийко. IX Междунар. конф. Фазовые превращения и прочность кристаллов, Сборник тезисов, Черноголовка, 2016, 156.

Структура и прочность оксидных волокон, содержащих гексаалюминаты бария и лантана

В.М. Кийко

*Институт физики твердого тела РАН,
142432 Московская обл., Ногинский р-он, г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, д.2*

Волокна, содержащие гексаалюминаты бария или лантана, изготовленные методом внутренней кристаллизации [1], будучи помещенными в структуру композита с хрупкой матрицей в качестве армирующей компоненты, способны обеспечить достаточную трещиностойкость композитного материала в целом за счет наличия относительно слабых плоскостей в структуре этих материалов, тормозящих трещины [2].

Номинальные составы исходных смесей оксидов, из которых изготавливаются волокна, алюминия – бария или алюминия – лантана соответствуют соединениям гексаалюминатов [3]. Однако, при достаточно сложных условиях кристаллизации волокон из расплава в данном методе, в результате формируются структуры, содержащие не только гексаалюминаты, но и другие оксиды.

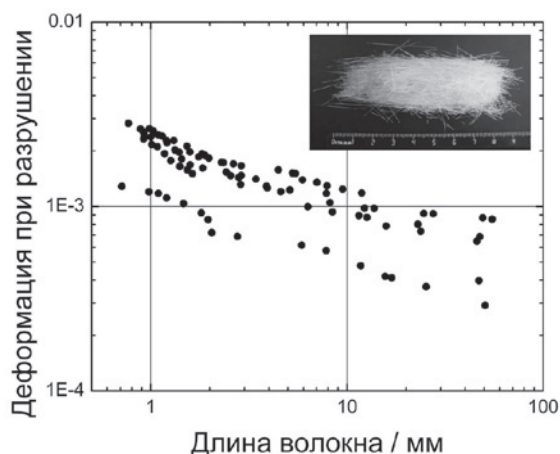


Рис. 1. Зависимость предельных деформаций волокон, содержащих гексаалюминат бария, от длины; на врезке – вид пучка волокон.

Полученные волокна, содержащие гексаалюминаты бария или лантана, были испытаны на прочность в условиях изгиба при комнатной температуре путем намотки их на цилиндры до изломов, при которых подсчитывалась деформация волокон. Чтобы определить прочность волокна величину деформации при разрушении, полученной в эксперименте, следует умножить на значение модуля Юнга материала волокна, см. пример на рис. 1. Развитые поверхности разрушения волокон после испытаний указывают на нехрупкий характер их разрушения, – рис. 2 и рис. 3.

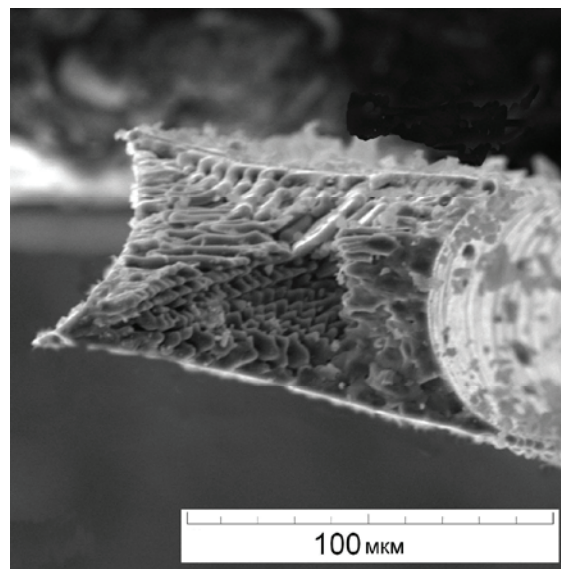


Рис. 2. Поверхность разрушения волокна, содержащего гексаалюминат бария.

Результаты испытаний показали, что прочности волокон обоих составов достаточно близки.

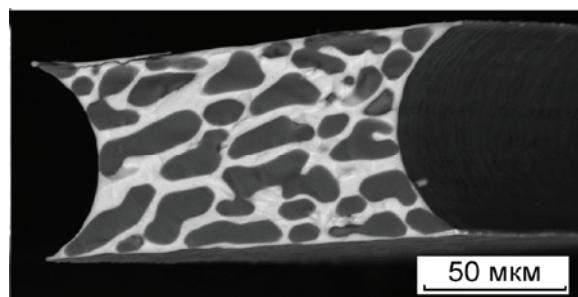


Рис. 3. Поверхность разрушения волокна, содержащего гексаалюминат лантана (в областях светлого цвета).

Видно, что морфология поверхностей разрушения и структуры волокон, содержащих гексаалюминаты бария и лантана различны. Полученные результаты следует рассматривать как начальные.

*Работа выполнена при финансовой поддержке
Российского фонда фундаментальных исследований
(проект № 17-03-01136 а).*

1. С.Т. Милейко, В.И. Казьмин. Мех. композитных материалов, 1991, 5, 898-908.

2. J. Cook, J.E. Gordon. Proc. Roy. Soc Ser A, 1964, 1391, 508-520.

3. Phase Equilibria Diagrams ACerS–NIST, 2003, Version 3. CD-ROM, Database.

Структура слоисто-волоконистого композита на основе ниобия и волокон сапфира

В.М. Кийко¹, В.П. Коржов¹, В.Н. Курлов¹, К.А. Хвостунков²

¹Институт физики твердого тела РАН,

142432 Московская обл., Ногинский р-он, г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, д.2

²Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, 119991, Москва, Ленинские горы, д. 1

Разработка представленного в работе композита нацелена на получение жаропрочного композитного материала, сочетающего высокую прочность и достаточную для конструкционного материала трещиностойкость.

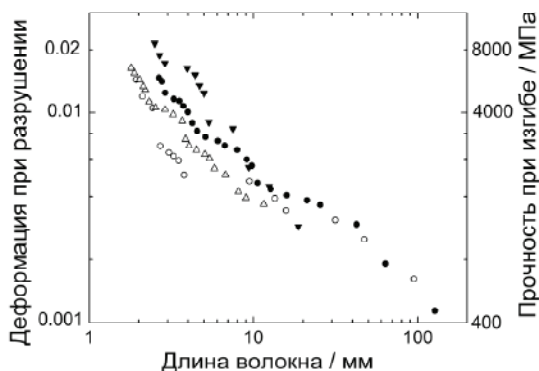


Рис. 1. Зависимость деформации разрушения и прочности волокон от длины четырех партий (отмечены различными знаками); модуль упругости волокна 400 ГПа.

Необходимая прочность обеспечивается монокристаллическими волокнами сапфира, выращенными модифицированным методом Степанова, результаты испытаний которых приведены на рис. 1 и рис. 2 [1].

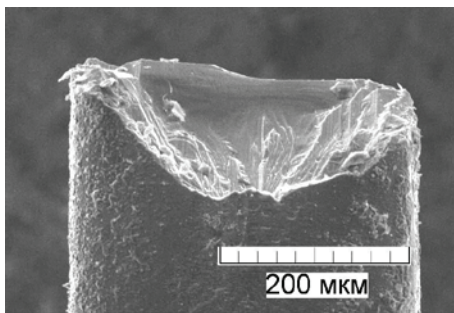


Рис. 2. Поверхность разрушения испытанного на прочность волокна сапфира.

Трещиностойкость достигается за счет неоднородностей композитной структуры разного масштабного уровня с компонентами различных механических свойств и границ раздела между ними, см. рис. 3 и рис. 4 [2]. Структура композита формируется горячим прессованием в вакууме соответствующим образом расположенных слоев заготовки, включающей волокна сапфира, фольги алюминия, порошка ниобия и фольги сплава Nb–0.1С.

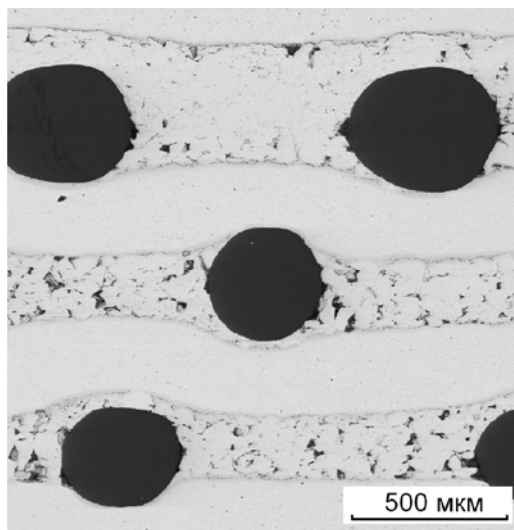


Рис. 3. Поперечное сечение композита (шлиф).

Микроструктура композита и его компонентов исследована с помощью растровой электронной микроскопии и локального рентгеновского спектрального анализа. Начальные испытания композита на прочность при комнатной температуре при изгибе показали значения 500–600 МПа.

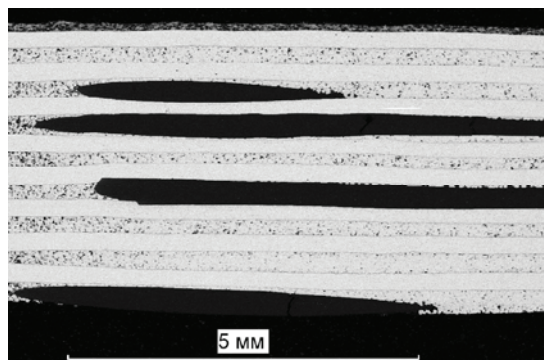


Рис. 4. Продольное сечение композита (шлиф).

Работа выполнена в рамках госзадания ИФТТ РАН при частичном финансировании РФФИ (проект 17-08-01739 а).

1. В.М. Кийко, Д.О. Стрюков, В.П. Коржов, В.Н. Курлов. XXIII Петербургские чтения по проблемам прочности, Санкт-Петербург, 2018, 17.

2. V.P. Korzhov, V.M. Kiiiko. J. of Internal. Sci. Publ.: Materials, Methods, and Technologies, 2018, 12, 343-365.

Подтверждение особенностей механизма фазового перехода в замещенных $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ методом РЭМ

А.В. Кнотько, Р. Мардонова

МГУ имени М.В. Ломоносова, 119991, Москва, Ленинские горы, вл.1, стр.73, ФНМ МГУ

Трикальцийфосфат (ТКФ) $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ является наиболее часто используемым высокоосновным твердым компонентом бруштных кальцийфосфатных цементов. Для этой цели используются модификации α (высокотемпературная) и β -ТКФ, но кинетика реакции взаимодействия цемента и продуктов, полученных в этих случаях, различна. Кинетика перехода между этими модификациями ТКФ существенно зависит от условий высокотемпературной обработки материала [1], однако влияние изоморфных катионных замещений на кинетику этого перехода не изучалось.

Кинетика перехода от β к α -форме $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ с замещением Са на Na (до 10 ат.%) или Mg (до 4 ат.%) при повышении температуры была исследована с помощью дифференциально-термического анализа и подтверждена исследованием микроструктурных особенностей реагирующих систем методом РЭМ. Сигнал ДТА после вычитания базовой линии был пересчитан в кинетическую кривую в формате $d\alpha / dt = f(\alpha)$ с последующим описанием кинетическими уравнениями Аврами-Колмогорова.

$$\frac{d\alpha}{dt} = n \cdot \sqrt[n]{k} \cdot (-\ln(1-\alpha))^{\frac{n-1}{n}} \cdot (1-\alpha)$$

или сжимающейся сферы

$$\frac{d\alpha}{dt} = k \cdot (1-\alpha)^{2/3}$$

Описание кинетики рассматриваемого процесса уравнением сжимающейся сферы было подтверждено исследованием поверхности зерен ТКФ после быстрой закалки с температуры устойчивости α -ТКФ методом РЭМ (1250°C).

Исследование проводилось с использованием микроскопа LEO SUPRA 50VP в режиме низкого (40 Па азота) вакуума с регистрацией изображений во вторичных электронах.

В результате исследования было установлено, что переход $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ из β в α -форму происходит через формирование и рост слоя продукта на границах зерен без формирования отдельных зародышей новой фазы (рис. 1, 2), что соответствует модельным предпосылкам выполнения уравнения сжимающейся сферы уже на начальных стадиях процесса, что достаточно нетипично для твердофазных фазовых переходов.

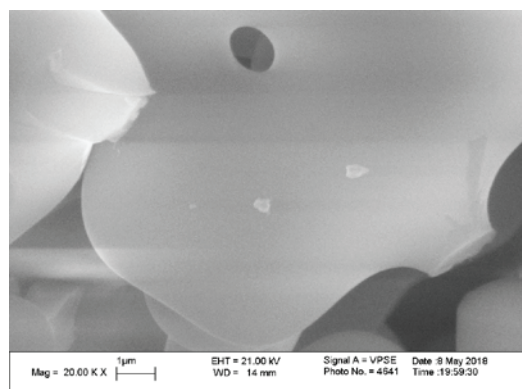


Рис. 1. РЭМ микрофотография частицы ТКФ с замещением 5% Са на Na после закалки с температуры 1250°C

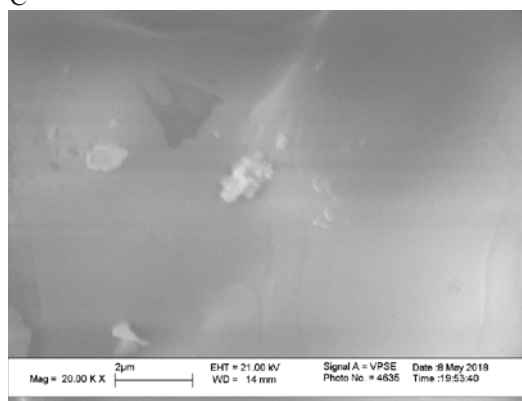


Рис. 2. РЭМ микрофотография частицы ТКФ с замещением 10% Са на Na после закалки с температуры 1250°C

При этом рентгенодифракционное исследование фазового состава конечного продукта после охлаждения показало, что замещение кальция в $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ на магний или натрий облегчает переход от α к β -форме указанного соединения.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 15-29-04871 офи-м).

1. П.Евдокимов, В.Путляев, Д.Мерзлов, Т.Шаталова, Т.Сафронова, Е.Климашина, Б.Чурагулов, Наносистемы: физика, химия, математика, 2013, 4(1):48–53

Тонкий фазовый анализ слоистой структуры композитов, полученной растровой электронной микроскопией, с помощью компьютерных технологий

В.П. Коржов, И.С. Желтякова

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки институт физики твердого тела Российской академии наук, 142432, Московская обл., г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, 2

Исследуются Ti/Al-композиты после диффузионной сварки и прокатки многослойных пакетов, собранных из фольг титана и сплава Al-2 мас.%Si. Для получения композитов с более тонкими слоистыми структурами использовалась комбинация диффузионной сварки и пакетной прокатки при комнатной температуре.

В диаграмме состояний Ti-Al имеются 4 интерметаллических соединения, стабильных ниже 900°C: Ti₃Al, Ti₂Al, TiAl и TiAl₃. Если исходный пакет – это набор диффузионных пар с ограниченными источниками, то существование тех или иных соединений при нормальных условиях зависит от отношения t_{Ti}/t_{Al} , где t_{Ti} и t_{Al} – толщины слоев Ti и (Al-Si)-сплава. Идентификация фаз в диффузионных слоях всегда представляет определенную трудность, тем более ввиду большого их количества.

Исследование фазовой структуры рассмотрим на примере композитов с $t_{Ti}/t_{Al} = 3,3$ и 1,4 после диффузионной сварки во 2-м цикле при 1050°C в течение 15 мин и давлении 10 МПа.

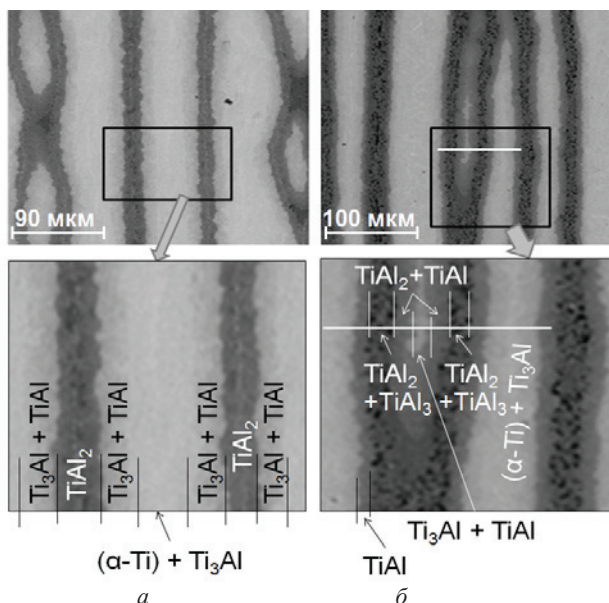


Рис. 1. Микроструктура Ti/Al-композитов после сварки при 1050°C, 15 мин и 10 МПа: $t_{Ti}/t_{Al} = 3,3$ (a) и 1,4 (б).

Композит с отношением $t_{Ti}/t_{Al} = 3,3$ (рис. 1,a) визуально содержал слои только светлого и темного фона. По данным РС-анализа темные слои – это интерметаллид Ti₂Al. Но светлые слои с помощью художественных эффектов были разделены на три «подслоя» (рис. 2,a). Два более тонких из них, прилегающие к темному слою соединения TiAl₂, по концентрациям Ti и Al были идентифицированы с 2-фазной областью Ti₃Al + TiAl диаграммы состояния Ti-Al, а «подслой», расположенный посередине, – с 2-фазной областью α -Ti + Ti₃Al. Двухфазность

обоих «подслоев» подтверждена согласованным выбором контраста и яркости (см. неоднородный световой фон на рис. 2,б).

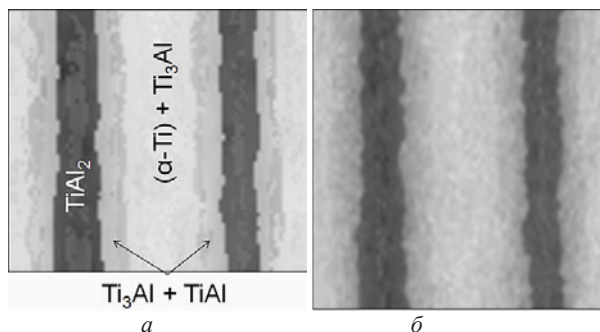


Рис. 2. Структура на рис. 1,a, преобразованная с использованием художественных эффектов

Композит с $t_{Ti}/t_{Al} = 1,4$ имел тот же набор фаз, но отличался своими структурными составляющими. Во-первых, светлый слой не был дифференцирован и по данным РС-анализа и концентрациям Al и Ti соответствовал 2-фазной области α -Ti + Ti₃Al (рис. 1,б). Во-вторых, темный слой в средней части состоял из TiAl₂, а снаружи – из TiAl. Там, где два таких слоя соприкасались, показано на рисунке, TiAl → Ti₃Al + TiAl. В-третьих, в середине темного слоя из TiAl₂ трудно не заметить черные включения. Это – соединение TiAl₃, не имеющее 2-фазной области с TiAl₂, в отличие от α -Ti с Ti₃Al и Ti₃Al с TiAl.

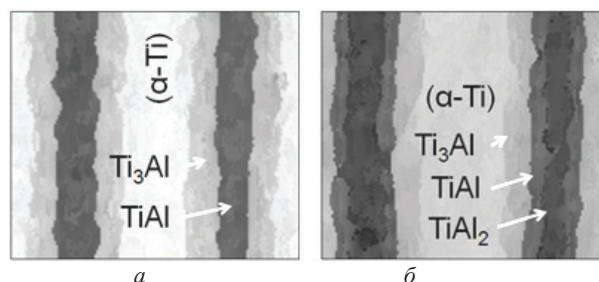


Рис. 3. Микроструктура Ti/Al-композитов после 2-х циклов и отжига в вакууме при 850°C в течение 10 ч: $t_{Ti}/t_{Al} = 3,3$ (a) и 1,4 (б) преобразованная с помощью художественных эффектов

Структура композита с отношением $t_{Ti}/t_{Al} = 3,3$ (рис. 3,a), состоит из 3-х контрастно выделяющихся однофазных слоев: (α -Ti)-твердого раствора, Ti₃Al и TiAl. В композите с малым отношением t_{Ti}/t_{Al} (рис. 3,б), как и после отжига в течение 5 ч, присутствовали α -Ti, Ti₃Al, TiAl и TiAl₂ каждый «в своем слое».

В заключение отметим положительное влияние пакетной прокатки, сказавшееся на формировании в композите беспористой слоистой структуры и однофазных структурных составляющих.

Оптимизация электронно-оптической системы низковольтного РЭМ

В.В. Казьмирук, И.Г. Курганов, Т.Н. Савицкая

¹ Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов Российской академии наук, г. Черноголовка, Московская область, ул. Академика Осипьяна, д. 6, 142432 Россия

Ранее [1,2] нами была рассмотрена электронно-оптическая система растрового электронного микроскопа с электростатической объективной линзой. В ЭОС был применён термокатод, использование которого хотя и экономически эффективно и не предъявляет серьёзных требований к вакууму, но вынуждает использовать конденсорные линзы для обеспечения приемлемого уменьшения системы. При этом размеры колонны РЭМ увеличиваются, усложняется юстировка ЭОС.

В работе была рассмотрена ЭОС РЭМ с полевым катодом. Из-за малых размеров источника электронов ЭОС содержит только одну электронную линзу и состоит из электронной пушки, объективной линзы и отклоняющей системы.

Расчеты характеристик ЭОС проводились в программе EOD [3]. Трёхмерное изображение электродов показано на рисунке 1.

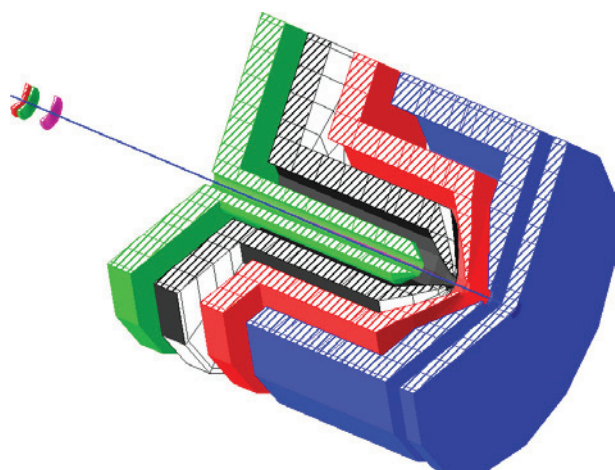


Рис. 1. Электроды ЭОС в разрезе.

В такой конфигурации варьирование потенциалов электродов линзы дает возможность поддержи-

вать увеличение системы на заданном уровне при изменении энергии электронов. В таблице 1 показаны значения потенциалов средних электродов при фокусировке электронных пучков разных энергий. Подобранные потенциалы электродов для изменяющейся энергии электронов сохраняют увеличение системы при постоянном рабочем отрезке.

Таблица 1. Параметры фокусировки

Е, В	V ₃ , В	V ₂ , В	C _s , мм	M
500	4100	5000	4.8	-0.1
400	778	5000	4.7	-0.12
	2000	4343	4.7	-0.1
300	0	3054	4.5	-0.11
	500	2656	4.5	-0.1

Рассмотренная формирующая линза может быть использована для ЭОС растровых электронных микроскопов с полевым эмиттером, при этом обеспечивается изофокусирующий режим работы для ряда значений энергии электронов в пучке.

Работа финансировалась в рамках Государственного задания № 075-00475-19-00.

1. И.Г. Курганов. Электростатическая электронно-оптическая система растрового электронного микроскопа с замедляющим объективом, 2-й Международный форум «Техноюнити - ЭЛТМ 2017».
2. И.Г. Курганов. Моделирование электростатической объективной линзы растрового электронного микроскопа, XXVII Российская конференция по электронной микроскопии, 2018.
3. B. Lencová, J. Zlámal. A new program for the design of electron microscopes. Physics Procedia, 2008, vol. 1, 315-324.

Вариация электронной эмиссии из рельефной структуры под действием электронного пучка низковольтного РЭМ

Ю.В. Ларионов¹ Ю.В. Озерин²

¹Институт общей физики им. А.М.Прохорова РАН, 119991, Москва, Вавилова 38

²ПАО «Микрон», 14460, », Москва, 1-ый Западный проезд, 12/1.

В ходе многократных и длительных сканированных кремниевых выступов на пластине в низковольтном (0.8 кэВ) высоковакуумном РЭМ их поверхность, покрытая естественным окислом, изменяет свои эмиссионные свойства. Изменяется эмиссия медленных вторичных электронов МВЭ, формирующая РЭМ –изображение выступа, причем по разному от разных участков поверхности выступов. Это искажает исходное РЭМ-изображение выступа и приводит в итоге к вариации во времени значений его размеров в нанометровой диапозоне. Вариация значений размеров различна также для соседних выступов на пластине. Зафиксировано увеличение значения ширины верхнего основания (ВО) одного из выступов до 5 нм уменьшение до 0.7 нм для другого выступа.

Изменение характера эмиссии МВЭ вызывается во первых, наведением локальных электрических зарядов, неравномерно распределенных в приповерхностном слое выступа. Во-вторых, изменением исходной геометрической формы выступа из-за осаждения на его поверхность слоя контаминационной пленки [1].

Наведение и накопление заряда носит локальный характер и возникает в ходе сканирования поверхности электронным пучком. Во время перерывов в сканировании происходит релаксация наведенных зарядов или их части. Поэтому при многократном сканировании вариация эмиссии МВЭ и, соответственно, геометрических размеров выступа носит периодический характер. Характер вариации эмиссии вблизи углов рельефных структур особенно сложен.

Осаждение контаминационной пленки, предположительно, тоже зависит от наведенных зарядов на поверхности и поэтому неравномерно и плохо воспроизводимо для разных выступов. Зафиксирован случай полного отсутствия контаминационного уширения выступа в ходе длительного его сканирования.

Известно, что способность формирования зарядовых состояний вблизи поверхности выступа зависит не только от дозы ее облучения пучком, но от ее локальных свойств, в частности от степени насыщенности водородом [2]. В работе проведен эксперимент, который это подтверждает.

В первой серии многократного сканирования пластины был облучен один выступ. Через время во второй серии были облучены тот же выступ и несколько других. Мы зафиксировали заметное отличие характера вариации эмиссии МВЭ и ширины ВО из первого и других выступов. Зависимости вариации значений ширины на них от номера скана показаны на рисунке.

Каждое РЭМ-изображение выступа (скан) получалось в результате усреднения 32 последовательных кадров его сканирования. Соответствующая скану кривая видеосигнала (ВС) формировалась в результате усреднения всех 1024 строк скана, что обеспечило «шум» значений ширины выступа $\sim 0.2\div 0.3$ нм. После 150 сканов пластина выдерживалась на воздухе до следующей серии сканирования.

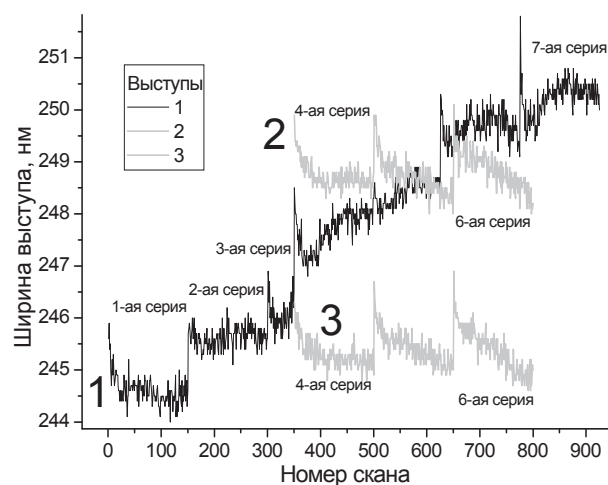


Рис.

Хорошо видна периодичность изменения значений ширины для кривых 2 и 3. На этих кривых заметен тренд уменьшения значений ширины выступа. Динамика вариации значений ширины выступа 1 отлична от соответствующей для выступов 2 и 3. Различие в динамике вариации кривых 1 и 2, 3 мы объяснили уширением выступа 1 из-за осаждения на нем контаминационной пленки и **полным отсутствием пленки** на выступах 2 и 3. По видимому, высаживание пленки на выступе 1 происходило из-за формирования на его поверхности зарядовых состояний в присутствии водорода в ходе первой серии сканирования. В продолжение первой серии сканирования водород выходил из всех выступов и не участвовал в формировании зарядовых состояний в последующих серии сканирования. Созданные зарядовые состояния стимулировали осаждение контаминационной пленки на поверхности ВО выступа 1. В работе будут представлены дополнительные детали этого эксперимента.

1. Ю.В.Ларионов, Ю.В.Озерин. *Нано и микросистемная техника*, 2017, Т19, 12, 723-729.

2. М.Н. Левин, А.В. Татаринцев., Е.В. Бондаренко и др. *Вестник ВГУ, сер: физика, математик.* 2008, 2, 30-42.

Морфология, состав и структура архитектурной керамики

Р.В. Лобзова¹, О.В. Каримова², Л.О. Магазина²

¹ Государственный научно-исследовательский институт реставрации, 107014, г. Москва, ул. Гастелло, 44, стр. 1, Россия

² Институт геологии рудных месторождений, петрографии, минералогии и геохимии РАН, 119017, г. Москва, Старомонетный пер., 35, Россия

Методами оптической и электронной микроскопии (РЭМ) в сочетании с рентгеноспектральным анализом, а также методом петрографии изучены образцы строительной керамики и изразцов (с глазурью и без глазури), их минеральный, элементный состав и микроструктура.

Информация, полученная при исследовании состава и структуры черепка, показала, что при изготовлении керамических деталей использовались песчаная фракция и различные типы глин. Минеральный состав песчаной фракции довольно однообразен, глинистой составляющей более разнообразен. Структурно-текстурные особенности, характер пор, состав минералов-заполнителей, химический состав матрикса показывает существенные различия, что отражено в изделиях, изготовленных в разные периоды: большинство средневековых деталей имеют красный черепок, детали с белым черепком использовались в качестве декора периодически, редко в XVI и более широко в XVIII–XX в.в. Красящее вещество, представленное оксидами и гидроксидами железа, входило в состав, как глинистых минералов, так и в виде тонкодисперсной примеси и мелких включений. Различные цветовые оттенки связаны с поведением этих минералов при различной температуре обжига.

Анализ глазурного покрытия также показывает различное строение, выраженное в развитии волосяных трещин, округлых или удлинённых мелких пор, локализованных в разных участках покрытия, различную степень сцепления с черепком, наличие «каналов», связанных с примесями, что свидетельствует о режиме обжига, разлива и охлаждения, т.е. о поведении в технологическом процессе. С помощью аналитической электронной микроскопии были выявлены различия в составе основных компонентов, щелочных добавок и хромофоров. Во всех покрытиях на черепке фиксируется свинец, количество которого различно, олово присутствует только в некоторых глазурях в виде добавки. Если состав хромофора для зеленых (медь, железо), коричневых (железо), желтых (сурьма) и фиолетовых (марганец) глазурей типичен и соответствует данным А.В. Филиппова (1915 г.), то в сине-белых плитках он разный. В синем красочном слое глазури выявлены либо железо и кобальт, либо медь и кобальт, в некоторых натрия и сера, в белом – кальций. Хлориды натрия, калия, железа, как и сера, возможно, связаны с новообразованиями или недостаточной отмывкой изделий. Бор, к сожалению, определить не удалось.

Интересные результаты получены при исследовании облицовочной плитки, переданной нам для исследования К.В. Лихолотом (ООО «Паллада»). Изготовленный П. Ваулиным в начале XX века, этот образец имеет очень крепкое сцепление черепка с глазурью, что обеспечивает его хорошую сохранность. Для него характерна глазурь интенсивного синего цвета с металлическим отливом, положенная на белую эмаль. Переходный слой от светло-розового черепка к белой эмали представлен агрегатом пластинчатого и волокнистого минерала, ориентированного удлинением в сторону эмали (Рис. 1).

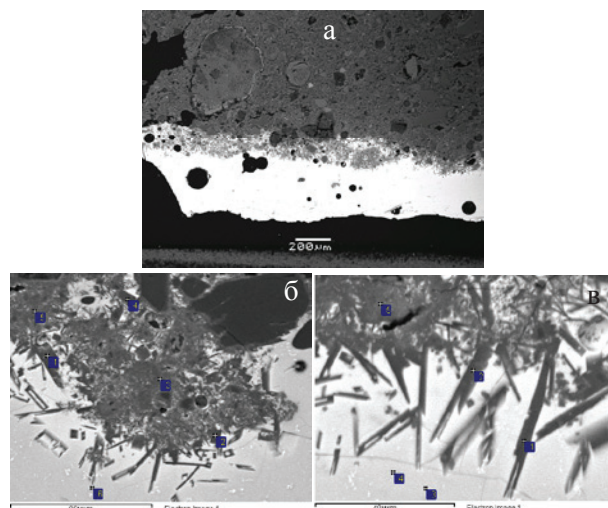


Рис. 1. Электронно-микроскопические снимки прозрачно-полированного шлифа «ВАУЛИН»: (а) контакт эмали с черепком и (б, в) строение переходного слоя.

Анализ состава глазури показал, что основными ее компонентами являются кремнезем (40,9 – 42,7%) и свинец (46,7 – 43,7%). Содержание глинозема 5,2 – 5,4%. Глазурь щелочная, калийная (суммарное содержание около 2%). В глазури отмечаются отдельные включения олова. Хромофоры – кобальт и медь в приблизительно равных количествах, не превышающих 2%. Включения глазури в черепке отличаются высоким содержанием калия и кремнезема.

Полученные данные свидетельствуют о различии технологического приема изготовления изделий. Применение комплекса методов при исследовании изразцов, особенно аналитической электронной микроскопии, позволяет детально охарактеризовать вещественный состав и текстурно-структурные особенности керамического декора.

Подсчёт микрочастиц, осажденных на подложку, по их изображениям, полученным в РЭМ-РМА, и их микроанализ

В.Г.Дюков, М.В.Ломакин, А.В.Саталина, В.А.Стебельков

НП "Лаборатория анализа микрочастиц", Российская Федерация, 117218, Москва, Большая Черёмушкинская ул. д. 25

С помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) модели Luga 3 (Tescan, Чехия), оснащенного энергодисперсионным спектрометром (ЭДС) с пакетом программ для поиска и анализа микрочастиц (Oxford Instruments, Великобритания) и производительного компьютера (ПК) с предустановленной программой ImageJ (США) показана возможность быстрой оценки числа микрочастиц, находящихся на плоской подложке. На РЭМ менее, чем за 6 минут, снимается одна макрофотография с количеством до $2,68 \times 10^8$ пикселей в кадре, отображающая квадрат площадью около 5 мм^2 , которая переносится в ПК. При сохранении изображения с 16-разрядной дискретизацией в формате tiff или 8-разрядной в формате jpeg необходимые объемы памяти составляют 572 и 72 МБ соответственно.

Используя "Просмотр фотографий Windows", можно без РЭМ детально изучать любой участок этого изображения с изменяемым в больших пределах увеличением, а также выбрать подходящее скопление микрочастиц для обработки и анализа. Их подсчет с нумерацией, запоминанием координат расположения и с индикацией выбранных контурных морфометрических показателей может быть завершён за 10-15 минут. При этом вместе с их распределениями в виде гистограмм и таблиц индицируются число обмеренных частиц, максимальное, минимальное, среднее арифметическое и доминирующее значения выбранных показателей, а также стандартное отклонение. За размер частиц принимается их длина в направлении максимальной протяжённости, обозначенная в таблицах ImageJ, как Feret's diameter. Показано, что при $V_{\text{уск.}}=5 \text{ кВ}$ состав частицы PbO размером менее $0,5 \text{ мкм}$ может быть измерен с погрешностью $< 1\%$.

Спектры снимались с наведением неподвижного зонда на геометрический центр изображения частицы при ускоряющем напряжении 5 кВ и токе в диапазоне 0.4 - 0.6 нА. В этих условиях его диаметр составляет примерно 40 – 60 нм. При таком разрешении изображения частиц с размерами менее 1 мкм становятся размытыми без четких границ. При квантификации выполнялась нормировка спектров, а вклады от линий Si и C (углерод содержится в плёнке полиизобутилена) не учитывались.

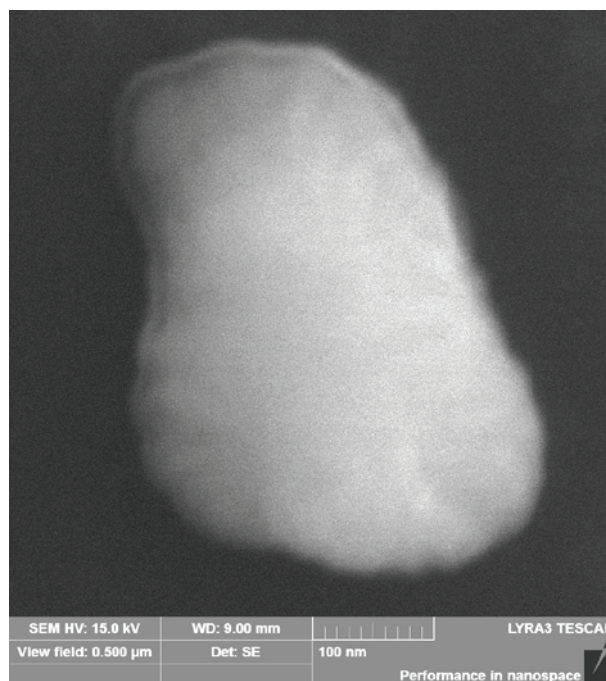


Рис. 1. Микрофотография (режим ВЭ) участка поверхности кремниевой подложки с полем кадра $0,5 \times 0,5 \text{ мкм}$ с типичной частицей PbO округлой формы со сглаженной поверхностью.

Использование СЭМ в изучении адаптивных реакции растений *Malus domestica* Bork

С.М. Мотылева

ФГБНУ «Вероссийский селекционно-технологический институт садоводства и питомниководства»,
Москва, Загорьевская 4

Механизмы адаптации растений к токсичным веществам проявляются в связывании этих веществ с клеточной стенкой и внеклеточными экссудатами (1). В результате многолетнего изучения влияния экологических факторов на морфолого-биохимические параметры листовой пластинки растений *Malus domestica* Bork., произрастающих вблизи автомагистрали, выявлены признаки адаптивности, которые проявляются на тканевом и внутриклеточном уровнях. Приведены результаты сравнительных исследований вегетативных и генеративных органов растений яблони на фоновой (ФТ) и загрязненной (ЗТ) территориях.

Методом сканирующей электронной микроскопии (JEOL 6090 LA) выявлены изменения на внешних и внутренних тканях листа. На абаксиальной и адаксиальной стороне листа яблони, произрастающей на ЗТ выделяется большое количество воска, в котором депонируются частички пыли; количество устьиц увеличивается, устьица покрываются плотным восковым слоем, устьичная щель сужается.

С использованием энергодисперсионного микроанализа (ЭДС) показано, что в химический состав частичек, депонированных в толще воскового слоя, входят тяжелые металлы – свинец, цинк, медь. Методами высокоэффективной жидкостной хроматографии и ЭДС определено изменение содержания эссенциальных и токсичных элементов в плодах яблони фоновой (ФТ) и загрязненной территорий (ЗТ).

На ЗТ в яблоках снижается на 0,5–0,7 % доля кальция, кремния и хрома и возрастает на 1–2 %

доля фосфора. В условиях загрязнения в яблоках увеличивается содержание свинца в 1,5 раза, никеля в 2–5 раз, меди в 1,5 раза, по сравнению с фоновой территорией, при этом снижается доля железа с 45 до 35 %.

На стенках проводящей системы (центральной жилке листа) на поперечных срезах обнаружено множественное образование тил, размером 2–5 мкм.

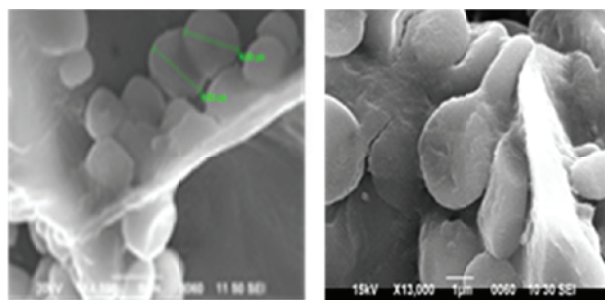


Рис. 1. Тилы на стенках центральной жилки листа яблони.

Исследования подтверждают, что растения адаптируются к условиям существования и депонируют токсичные микрочастицы в восковом слое, а токсичные вещества, проникающие в клетки депонируются в клеточных стенках в виде выпячиваний – тил.

1. J.L Hall Cellular mechanisms for heavy metal detoxification and tolerance (2002), 53, 336, 1-11.

Изучение морфологии и элементного состава алюминиевых сплавов методами СЭМ

Т.И. Муравьева, И.В. Шкалей

Институт проблем механики им. А. Ю. Ишлинского РАН, 119526, Москва, Россия
Email: muravyeva@list.ru

В последнее время для изготовления монометаллических подшипниковых узлов вместо традиционных материалов на основе дорогостоящей меди все чаще используются алюминиевые сплавы, более дешевые и обладающие сопоставимыми свойствами. Однако их состав необходимо совершенствовать, например, уменьшая содержание дорогостоящих легирующих элементов. Настоящая работа посвящена изучению сплавов с частичной заменой олова малым количеством аналогичных легкоплавких элементов. Были исследованы экспериментальные алюминиевые сплавы системы Al-Si-Cu-Sn с добавлением Bi, Pb, Cd. Их совместное количество в сплавах составляло 1-1,5%. Образцы исследовали до и после трибологических испытаний, которые проводили на трибометре Т-05 по схеме «колодка-ролик» (сплав – Ст45). Изучение структуры, топографии и элементного состава поверхности и приповерхностных слоев проводилось с использованием сканирующего электронного микроскопа FEI Quanta-650. С прибором использовалось аналитическое оборудование EDAX, включающее энергодисперсионный рентгеновский анализатор (EDS) и камеру дифракции обратноотраженных электронов (EBSD).

Электронномикроскопическое исследование исходных поверхностей образцов показало, что структура сплава представляет собой алюминиевую матрицу с различными включениями. Рентгеноспектральный анализ позволил установить, что в составе сплава имеются фазовые составляющие эвтектического кремния, небольшое количество включений Al_2Cu и легкоплавких компонентов Sn, Pb, Bi, Cd. Все фазы располагаются в матрице по границам дендритных ячеек.

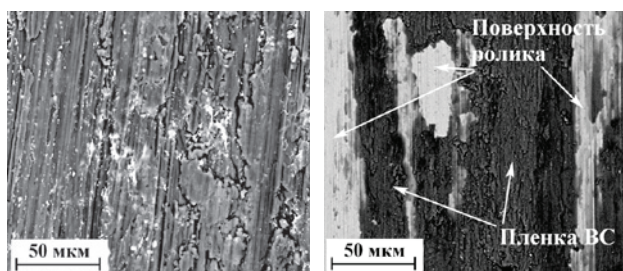


Рис. 1. СЭМ-изображение контактной пары колодка (слева) – ролик (справа) экспериментального сплава после испытаний при давлении 1 МПа

Трибологические испытания были проведены при давлениях 0,5 МПа и 1,0 МПа. На рис. 2 в качестве примера приведены СЭМ-изображения поверх-

ностей трения контактной пары после испытаний при максимальном давлении.

Рентгеноспектральный анализ контактных поверхностей позволил установить, что в результате трения в зоне контакта имеет место процесс массопереноса. Так, на поверхности колодки из сплава с минимальным содержанием легкоплавких элементов обнаружено железо. Это связано с тем, что ввиду малого количества смазывающего компонента, твердые фазовые составляющие сплава выступают в качестве абразива, провоцируя массоперенос железа со стальной поверхности контртела. В тоже время на поверхности ролика также происходит массоперенос материала колодки, приводящий к формированию пленки вторичных структур (ВС – темная фаза на СЭМ-изображении ролика). С увеличением давления неравномерно нанесенная пленка ВС утолщается что приводит к развитию макрорельефа и способствует задиру.

На рис.3 приведены результаты исследования методом ДОО сплава с минимальным содержанием легкоплавких элементов после испытаний при максимальном давлении 1,0 МПа.

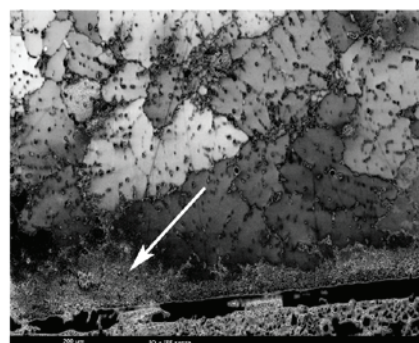


Рис. 2. Карта ДОО поверхности среза колодки после трибологических испытаний при давлении 1 МПа

Анализ картин ДОО показал, что в приповерхностной области идентифицировать зерна и определить их ориентацию не представляется возможным. Причина этого, очевидно, в сильном искажении зерен в этих областях в результате деформации в процессе трения. Полученные результаты позволили оценить толщину деформированного приповерхностного слоя, которая составляет 50 – 100 мкм.

Работа выполнена в рамках гранта Президента РФ МК-871.2018.8.

Исследование структуры слоев, полученных методом электронно-лучевой наплавки

А.А. Никулина, Т.С. Буренкова, А.Г. Тюрин, А.С. Федорино, С.С. Усачева, А.И. Волокитин,

Новосибирский государственный технический университет, г. Новосибирск, проспект К. Маркса, 20

Использование технологий наплавки связано с формированием поверхностных слоев, отличных по свойствам от основного материала. Комбинированные конструкции, сформированные с использованием технологий наплавки, могут быть востребованы в различных отраслях промышленности. Выбор метода наплавки обычно осуществляется исходя из размеров и формы изделий для обработки, а также условия обеспечения минимальной глубины проплавления основного металла и необходимой величины наплавленного слоя.

Преимущества технологии вневакуумной электронно-лучевой наплавки заключаются в высокой производительности процесса, возможности обрабатывать крупногабаритные заготовки, а также минимальным воздействием на исходную заготовку. Высокая скорость кристаллизации позволяет формировать однородную мелкодисперсную структуру в наплавленном слое [1, 2].

Целью данной работы являлось изучение структуры и химического состава слоев, сформированных вневакуумной электронно-лучевой наплавкой.

В работе анализировали слои, полученные вневакуумно-лучевой наплавкой порошковой смеси $42\text{Cr}+24\text{Ni}+2\text{Ti}$ с флюсом $24\text{CaF}_2+8\text{LiF}$ (вес %) на промышленном ускорителе электронов ЭЛВ-6 производства Института ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН на пластины из стали Э76 размерами $100\times 50\times 10$ мм. Исследования структуры и химического состава наплавленных слоев проводили с использованием растрового электронного микроскопа Carl Zeiss EVO 50 XVP с приставкой для микроанализа INCA. Оценку микротвердости проводили на твердомере Wolpert Group 402 MVD.

Дефектов типа трещин, отслоений, раковин в полученных наплавкой поверхностных слоях не зафиксировано. Можно выделить четыре зоны: наплавленный слой, зона сплавления, зона термического влияния и основного материала. Между наплавленным слоем и стальной основой наблюдается четкая граница. Структура наплавленного слоя дендритная с большим количеством частиц по границам дендритов. Средний размер включений составляет 2 мкм. Химический состав наплавленного слоя соответствует составу $\text{Fe}-0.1\text{C}-15\text{Cr}-8\text{Ni}$.

Для зоны сплавления, толщина которой составляет в среднем 35 мкм, характерен промежуточный состав по содержанию легирующих элементов (рис. 1), за счет чего в данной зоне при охлаждении происходит формирование мартенситной структуры. Также можно отметить, что для зоны сплавления

характерно отсутствие совпадения границ основного и наплаваемого материала. Зона термического влияния составляет в среднем 2 – 2,5 мм и характеризуется пластинчатым перлитным строением с незначительным увеличением размеров колоний, по сравнению с исходным состоянием.

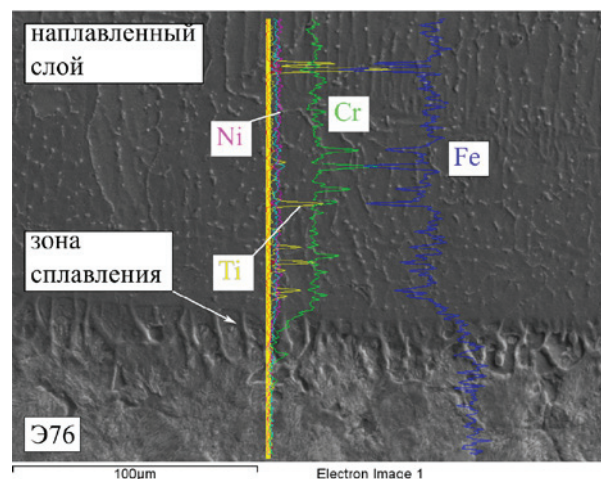


Рис. 1. Распределение химических элементов по линии, перпендикулярной наплавленному слою.

ДюрOMETрические исследования показали, что микротвердость в зоне сплавления достигает 615 HV, что связано с формированием мартенситной структуры. При этом микротвердость наплавленного слоя и зоны термического влияния в стали Э76 составляет 330 и 290 HV, соответственно.

Таким образом, в результате вневакуумной электронно-лучевой наплавки порошковой смеси $42\text{Cr}+24\text{Ni}+2\text{Ti}$ с флюсом $24\text{CaF}_2+8\text{LiF}$ (вес %) на заготовки из стали Э76 формируются качественные наплавленные слои с тонкой зоной сплавления, имеющей промежуточный химический состав и структуру мартенсита.

"Работы выполнены при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки России (Соглашение № 14.610.21.0013, идентификатор проекта RFMEFI61017X0013)".

1. М.Г. Голковский. *Закалка и наплавка релятивистским электронным пучком вне вакуума. Технологические возможности метода* – Saarbrücken: Lap Lambert Academic Publishing, 2013. 317 с.

2. С.И. Белюк, В.П. Самарцев, Н.К. Гальченко, Б.В. Дамтилон, С.Ю. Раскошный, К.А. Колесникова. *Электронно-лучевая наплавка в черной металлургии* // *Физическая мезомеханика*. 2006. Т. 9. № Спец В. С. 157-160.

Применение растровой электронной микроскопии высокого разрешения для исследования распределения наноразмерных упрочняющих частиц в композиционных материалах

В.А.Попов¹, М.Н.Ковальчук²

¹ Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», 119049 Москва, Ленинский пр., 4

² Институт проблем микроэлектроники и особочистых материалов РАН, 142432 Черноголовка, Институтская ул., 6

Металломатричные композиты (ММК) вызывают интерес в связи с тем, что они демонстрируют свойства, недостижимые в обычных материалах. Применение в ММК наноразмерных упрочняющих частиц позволит повысить качество поверхности изделий и улучшить механические свойства [1-4]. Размер упрочняющих частиц может быть чрезвычайно малым (порядка 5 нм), поэтому их исследование затруднено. В работе применили растровую электронную микроскопию высокого разрешения (растровые электронные микроскопы JEOL JSM 6700, Helios Nanolab 600i) для изучения структуры металломатричных композитов. Образцы для исследований получали при помощи сфокусированного ионного пучка. Резка ионным пучком позволяет получить сечение образца без посторонних загрязнений, что гарантирует достоверность полученных изображений.

Композиционные материалы с алюминиевой матрицей и нанодiamondными упрочняющими частицами получали с применением механического легирования. При стандартных (наиболее часто применяемых) режимах обработки получить полного раздробления агломератов нанодiamondов не удалось. Это показало исследование поперечного сечения гранулы (Рисунок 1). В структуре остаются нанодiamondаггломераты. Наличие таких аггломератов

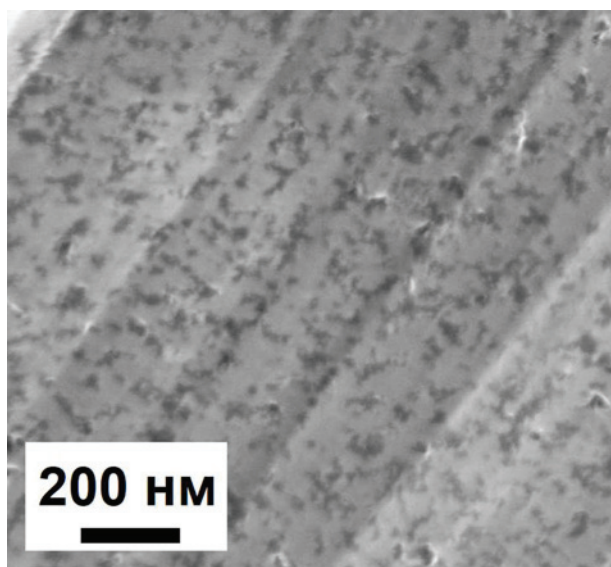


Рис. 1. Нанодiamondаггломераты нанодiamondов в алюминиевой матрице (РЭМ)

нежелательно, так как они могут снизить прочность материала. Поэтому были проведены исследования по совершенствованию способа получения компози-

тов. Для этого на последних стадиях обработки в алюминиевую матрицу добавили некоторое количество меди. Образующиеся интерметаллиды имеют различные плотности, что приводит к образованию дополнительных микронапряжений и микродеформаций вокруг нанодiamondаггломератов, а это вызывает их разрушение. В результате было получено полное разрушение аггломератов и равномерное распределение неаггломерированных нанодiamondных частиц в металлической матрице (Рисунок 2).

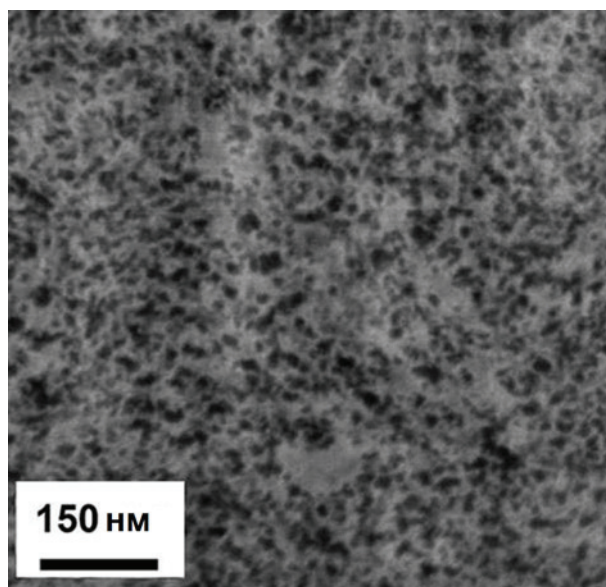


Рис. 2. Равномерное распределение неаггломерированных нанодiamondных упрочняющих частиц в металлической матрице (РЭМ)

Проведенные исследования показали возможность получения металломатричных композитов с неаггломерированными нанодiamondными упрочняющими частицами, что показано с применением растровой электронной микроскопии.

Авторы благодарны Д.Матвееву и М.Преснякову за помощь в получении изображений.

1. V.A. Popov. Surface and Interface Analysis 2018; 50 (11), 1106-1109.

2. V.A. Popov, M.Burghammer, M.Rosenthal, A.Kotov. Composites Part B, 2018, 145, 57-61.

3. V.A.Popov, E.V.Shelekhov. J. Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques, 2017, 11 (2), 322-325.

4. V. Ferreira, P. Egizabal, V. Popov, M. García de Cortázar, A. Irazustabarrena, A.V. López-Sabirón, G. Ferreira. Diamond and Related Materials, 2019, 92, 174-186.

Возможности микрокатодолюминесцентной спектроскопии РЭМ при исследовании художественных материалов

И.Ф. Кадикова¹, С.А. Малыхин², Е.Ю. Рогаткина³, Е.А. Морозова^{1,4}, И.Б. Афанасьев⁵, В.А. Юрьев⁶

¹ Государственный научно-исследовательский институт реставрации, 107014, г. Москва, ул. Гастелло, 44, стр. 1

² Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, 119991, г. Москва, Ленинский просп., 53

³ Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова РАН, 119334, г. Москва, ул. Вавилова, 34

⁴ Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, 119991, г. Москва, Ленинский просп., 31

⁵ Центр судебной экспертизы при Министерстве юстиции РФ, 109028, г. Москва, Хохловский пер., 13, стр. 2

⁶ Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, 119991, г. Москва, ул. Вавилова, 38

Метод микрокатодолюминесценции РЭМ (КЛ) активно применяется в физическом материаловедении при изучении новых материалов для электроники и фотоники, однако для исследования производений искусства, и в особенности живописи, этот метод используется крайне редко [1, 2]. В первую очередь это связано с тем, что люминесценция многих художественных пигментов, как применявшихся ранее, так и используемых в настоящее время, исследована крайне слабо, и эталонные спектры люминесценции, необходимые для спектрального анализа художественных материалов, зачастую отсутствуют. Исключение составляют лишь те немногие вещества, которые используются не только в произведениях искусства, но и в технике, такие как, например, ZnO, CdS, CdSe, CdSSe, PbO, TiO₂.

Наиболее тесно сопрягаются с проблемой исследования художественных материалов некоторые задачи криминалистики и геологии, в которых метод КЛ применяется гораздо чаще [3–5]. Результаты таких исследований могут быть полезны при изучении материалов живописи, поскольку, например, некоторые минералы, такие как азурит, ляпислазурь, различные охры и др. широко применялись в живописи старых мастеров, а кальцит, каолин (глинистые минералы), магнезит, барит и др., использовались в производстве красок с XIX века для снижения их стоимости.

В докладе представлены спектры КЛ образцов сухих пигментов различных производителей художественных материалов, широко использовавшиеся в станковой масляной живописи и иконописи в разные периоды XX века: цинковые и титановые белила, кобальт синий спектральный и желтый кадмий, а также пигментов, более характерных для старой живописи – неаполитанской желтой, египетской голубой, массикота и др. (Рис. 1). Для оценки возможностей метода при идентификации пигментов в сложных красочных системах из минеральных и органических составляющих были сняты спектры КЛ масляной краски на основе цинковых и титановых белил.

Предварительные результаты показывают, что метод КЛ в комплексе с другими аналитическими методами позволяет охарактеризовать художественные материалы на более высоком аналитическом уровне и, таким образом, повысить достоверность и точность исследования произведений живописи и решать задачи в реставрации, хранении, экспонировании и атрибуции живописных памятников. Однако для успешного использования данного метода

необходимо создать базу данных спектров люминесценции художественных материалов.

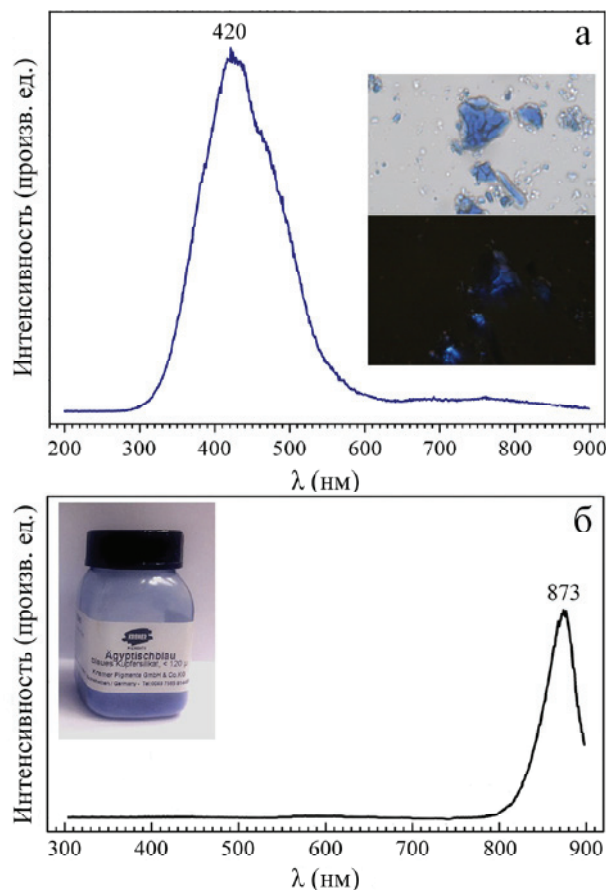


Рис. 1. Спектры КЛ пигментов: (а) кобальт синий спектральный (Co₂SiO₄·Zn₂SiO₄), фабрика художественных красок Дулевского фарфорового завода (на вставке вид в поляризационный микроскоп в параллельных и скрещенных николях); (б) египетская голубая (CaCuSi₄O₁₀), “Kremer”.

Работа выполнена при поддержке РФФИ, грант № 18-312-00145.

1. J. Fabre. Pigments et colorants de l'antiquité et du Moyen Age, Paris: CNRS Editions, 2016, 131–142.

2. I. F. Kadikova, S. A. Malyhin, E. A. Morozova et al. Technart 2019, Bruges, Belgium, 7–10 May 2019, doi: 10.13140/RG.2.2.13993.44643.

3. G. Kosche. J. Microsc., 1992, 168, 79–84.

4. W. Stoeklein, M. Franke, R. Goebel. Problems of Forensic Sciences, 2001, 47, 122–136.

5. J. Götze. Microsc. Microanal., 2012, 18, 1270–1284.

Применение методов РЭМ и РСМА для исследования структуры полимер-полимерных композитов на основе поликарбамидов

Н.В.Садовская¹, Р.С. Хатипов², С.А. Серов², С.А. Хатипов³

¹Научно-исследовательский физико-химический институт им. Л.Я. Карпова, 105064 Москва ул. Воронцово поле д.10

²ООО "НПП "Арфлон", 109450 Москва 1-ый Вишняковский проезд д. 2 стр.1

³Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова РАН, 11934 Москва ул. Вавилова д.28

Поликарбамидные эластомеры характеризуются высокой ударной прочностью, износостойкостью, устойчивостью к набуханию в углеводородах, хорошими диэлектрическими свойствами и радиационной стойкостью. Варьирование состава поликарбамидных композитов позволяет получать материалы с заданными специфическими свойствами, например с повышенной износостойкостью или дополнительной устойчивостью к химическим агрессивным средам.

В настоящей работе исследован полимер-полимерный композит на основе поликарбамида (ПК) и порошка ПТФЭ марки AR1000, полученного методом радиационно-термической полимеризации из газовой фазы. Размер частиц порошка ПТФЭ составлял 0.5–1.0 мкм. Эффективность фторполимерных добавок связана с приданием исходной полимерной матрице дополнительных преимуществ, обусловленных снижением трения и износа, увеличением гидрофобности, снижением обмерзания, увеличением олеофобности, снижением обрастания морскими организмами, снижением горючести. Представляло интерес исследовать структурные изменения в поликарбамиде, происходящие при введении фторполимерной добавки и приводящие к указанным изменениям свойств.

Полимер-полимерный твердый композит получали путем распыления жидкой смеси компонентов (диизоцианата и полиамина с фторполимерной порошковой добавкой) на подложку с использованием установки высокого давления. Время желатинизации составляло 5-10 сек, толщина нанесенного слоя – 2–3 мм. Концентрация фторполимерной добавки составляла 1 и 5 вес.%.

Морфологию композита исследовали методом РЭМ с использованием электронного микроскопа высокого разрешения с автоэмиссионным катодом JSM 7500F фирмы JEOL. Для определения областей локализации частиц наполнителя использовали РСМА-приставку к JSM 7500F (энергодисперсионный микроанализатор INCA Penta FET×3).

Взаимосвязь структуры со свойствами исследовали на примере механических и трибологических характеристик. С этой целью использовали испытательную машину Instron 3365 (США) и трибометр УМТ-3 фирмы СЕТР (США). Испытания проводили в кинематической схеме палец-диск в условиях сухого трения при контактном давлении 5 МПа и скорости скольжения диска относительно неподвижного образца 1 м/с. В качестве контртела использовали диск с шероховатостью Ra = 0.3 и твердостью HRC = 45.

Результаты и выводы

Исходные образцы ПК характеризуются довольно высокой пористостью, обусловленной технологическими причинами: возникновением пузырьков воздуха в жидкой смеси компонентов при распылении и их высокой скоростью затвердевания. Размер пор составляет 10–50 мкм (рис. 1а). Введение добавки приводит к снижению пористости. На РЭМ-изображениях это проявляется в уменьшении количества пор на единицу площади (рис. 1б). Уменьшение пористости подтверждается значительным увеличением плотности композита на 6–7%, по сравнению с исходным ПК (табл. 1). Надмолекулярная структура исходного ПК на субмикронном уровне однородна (рис. 1в). В композите частицы ПТФЭ выступают центрами структурообразования. Как видно из рис. 1г, частица ПТФЭ находится в центре сферолитоподобного образования диаметром ~10 мкм.

Снижение пористости и возможно надмолекулярной структуры ведет к существенному увеличению модуля упругости и снижению скорости изнашивания в трибосопряжении (табл. 1).

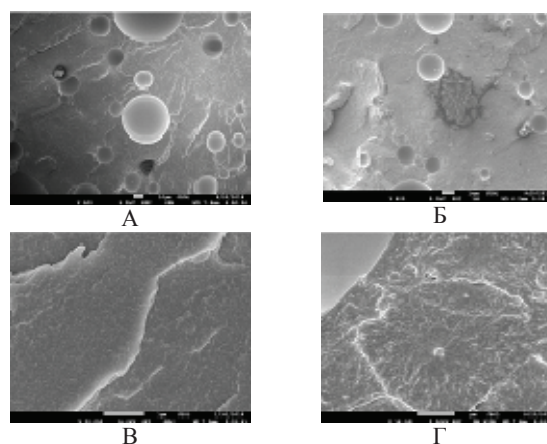


Рис. 1. РЭМ-изображения поверхностей слоев исследуемых образцов: а, в – исходный ПК; б, г – ПК с добавкой 1% порошка ПТФЭ.

Таблица 1. Механические и трибологические характеристики исследуемых образцов

Образец	Плотность, г/см ³	Модуль упругости, МПа	Скорость изнашивания, мкм/км
ПК исходный	0.929	201	16
ПК+ 1% ПТФЭ	0.993	238	9
ПК + 5% ПТФЭ	0.974	210	7

Авторы выражают благодарность Яковлеву П.П. за помощь в приготовлении образцов и Крашенинникову С.В. за проведение измерений механических характеристик.

Подготовка и характеристика поверхности подложек (100)SrLaGaO₄ для выращивания а-ориентированных сверхпроводящих пленок YBa₂Cu₃O₇

Е.А.Степанцов

*Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова, ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН,
Россия, 119333 Москва, Ленинский проспект, дом 59*

В настоящее время проводится широкий спектр исследований по выращиванию а-ориентированных пленок высоко-температурного сверхпроводника YBa₂Cu₃O₇ [1-2]. Это обусловлено их высокой перспективностью в плане применения в криогенной электронике. В тоже время качество пленок пока оставляет желать лучшего. В частности на зависимостях сопротивления от температуры в логарифмических координатах переход в сверхпроводящее состояние характеризуется двумя изгибами соответственно при 88 К и 65 К. Что делает общий переход очень широким, порядка 25 градусов.

Проведенное в настоящей работе с помощью сканирующего электронного микроскопа SEM - Zeiss Supra 60 VP - EDX исследование морфологии поверхности данных пленок показало, что на них часто встречаются посторонние включения, состоящие из группы нескольких хаотично ориентированных зерен. На рис. 1 одно из них заметно в левом верхнем углу, а второе внизу посередине. Выполненное с помощью атомно-силового микроскопа изучение особенностей рельефа поверхности химико-механически полированных коммерческих подложек SrLaGaO₄, ориентации (100), на которых данные пленки выращивались, показало, что на них наблюдается сетка локальных углублений диаметром порядка одного микрона и глубиной до 30-ти нанометров, как это продемонстрировано на рис. 2.

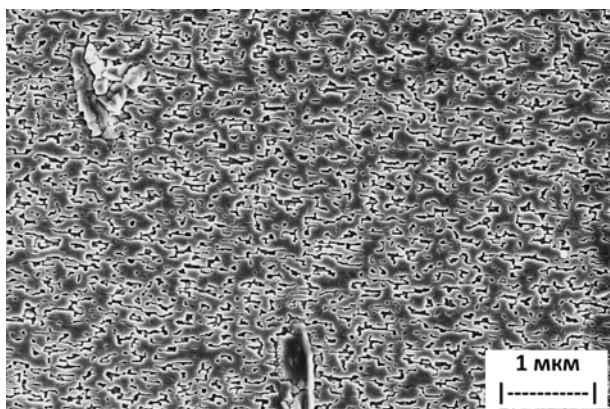


Рис. 1. Полученное с помощью сканирующего электронного микроскопа изображение поверхности пленки YBa₂Cu₃O_{7-x} а-ориентации. Исследование проведено на приборе SEM - Zeiss Supra 60 VP – EDX.

Плотность таких углублений совпадает с плотностью описанных включений в пленке.

По-видимому, на стенках данных углублений, наклоненных к поверхности подложки, ориентированной строго параллельно грани (100), в силу такого наклона происходит нарушение упорядоченного роста пленки, что и проявляется в появлении в ней посторонних включений, состоящих из хаотично ориентированных зерен.

Для устранения обнаруженных дефектов подложек они были подвергнуты ионному травлению в потоке плазмы аргона, направленном под углом в 5 градусов к поверхности, с последующим отжигом в атмосфере кислорода при 830°C в течение 3 часов для рекристаллизации радиационных дефектов в приповерхностном слое.

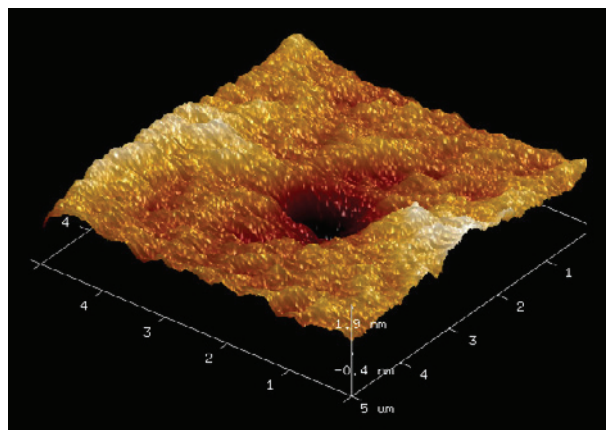


Рис.2. 3D картина локального углубления на поверхности химико-механически полированной подложки SrLaGaO₄ ориентации (100), полученная с помощью атомно-силового микроскопа.

Выращенные на обработанных таким образом подложках пленки высокотемпературного сверхпроводника YBa₂Cu₃O₇ а-ориентации посторонних включений не содержали. На зависимостях сопротивления от температуры переход в сверхпроводящее состояние содержал только один изгиб при 88 К и имел ширину всего в 3 градуса.

1. Y. Shingai, M. Mukaida, A. Ichinose, et al.. IEEE Transac. Appl. Supercond., v.15, no. 2, pp. 2935-2938, June, 2005.
2. S. Saini, M. Takamura, M. Mukaida, et al.. IEEE Transac. Appl. Supercond., v.21, no. 3, pp. 602-605, June, 2011.

О некоторых возможностях использования электронно-лучевых технологий для изучения влияния магнитоимпульсной обработки на структуру и свойства цементного камня

А.Л. Сибирев¹, М.Н. Шипко², М.А. Степович³, А.А. Вирюс⁴, М.В. Акулова⁵, А.Н. Стрельников⁵, Н.Ф. Косенко¹

¹Ивановский государственный химико-технологический университет, пр. Шереметевский, д. 7, 153000, Иваново

²Ивановский государственный энергетический университет им. В.И. Ленина, ул. Рабфаковская, д. 34, 153003, Иваново

³Калужский государственный университет им. К.Э. Циолковского, ул. Степана Разина, д. 26, 248023, Калуга

⁴Институт экспериментальной минералогии им. Академика Д.С. Коржинского РАН, ул. Академика Осипьяна, д. 4, 142432, Черноголовка Московской обл.

⁵Ивановский государственный политехнический университет, пр. Шереметевский, д. 21, 153000, Иваново

Каналирование низкоэнергетических (9 кэВ) электронов использовано для изучения процессов, протекающих при магнитоимпульсной обработке (МИО) [1] водно-цементной пасты портландцемента М500 (вода/цемент = 0,47). Некоторые результаты влияния МИО на структуру и свойства водно-цементной системы представлены на рисунке.

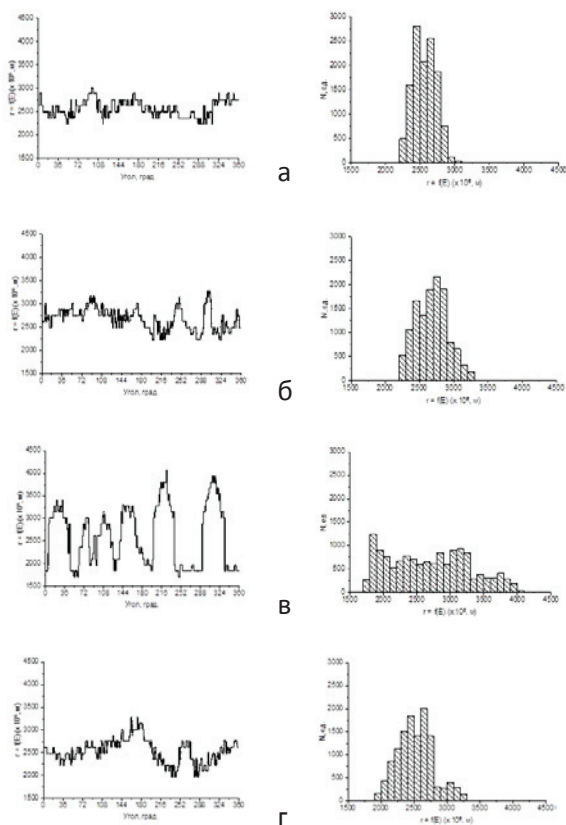


Рис. Результаты каналирования электронов через водно-цементную смесь портландцемента М500 (вода/цемент = 0,47). Слева – распределение электронов (стримеров) по углу, справа – распределение электронов по энергиям (по длине стримеров): а – исходная технологическая водопроводная вода; б – исходная водно-цементная система; в – водно-цементная система после её МИО 10 импульсами и $B = 240$ мТ; г – водно-цементная система, приготовленная на основе обработанной воды с параметрами, указанными в п. в.

Установлено, что максимальный эффект МИО достигается при действии 5-10 импульсов. Наблюдает-

ся ускорение гидратации на начальных стадиях отверждения цементного камня (в которых основную роль играет двухкальциевый силикат), что фиксируется с помощью реологических исследований цементного раствора и данными прочностных измерений после одних и двух суток выдержки песчано-цементной смеси. Прочность на сжатие образцов балочек возрастает относительно использования исходной воды (без МИО) за первые сутки до 25%, а за вторые – до 44%. Однако после выдержки образцов в парах воды в течение 28 суток обнаруженный эффект нивелируется протеканием поздних стадий гидратации цемента, в которых основную роль играет трёхкальциевый силикат. По-видимому, активированное состояние водной фазы постепенно релаксирует. Одним из способов снижения релаксации активированного состояния цементного раствора может служить повышение суммарной границы раздела фаз. Этого можно добиться, используя предварительную кавитационную обработку водно-цементной смеси. Совместное применение ротационного кавитатора и МИО обеспечило повышение прочности цементного камня на поздних стадиях отверждения. Микроскопические исследования, выполненные в растровом электронном микроскопе, показали снижение пористости, аморфности и повышение кристалличности (а, следовательно, и прочности) цементного камня.

Вывод

В результате МИО в водно-цементной смеси формируются постоянно действующие каналы облегчённого массопереноса. МИО водно-цементной смеси влияет на структуру и свойства цементного камня. Использование разработанного процесса, включающего МИО водно-цементной смеси, позволяет существенно улучшить эксплуатационные характеристики портландцемента.

Исследования проведены при частичной финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 19-03-00271), РФФИ и правительства Ивановской области (проект № 18-43-370012), а также РФФИ и правительства Калужской области (проект № 18-41-400001).

1. М.Н. Шипко, М.А. Степович, А.Л. Сибирев, Н.В. Усольцева, О.М. Масленникова, А.И. Смирнова. Известия РАН. Серия физическая, 2018, 82 (8), 1058-1062.

Растровая электронная и атомная силовая микроскопия аморфных сплавов системы Al-Fe-Ni-La, подвергнутых магнитоимпульсной обработке

М.Н. Шипко¹, Н.Д. Бахтеева², А.А. Вирюс³, Т.П. Каминская⁴, В.В. Коровушкин⁵, А.Г. Савченко⁵, М.А. Степович⁶, Е.С. Савченко⁵, Е.В. Тодорова²

¹ Ивановский государственный энергетический университет им. В.И. Ленина, ул. Рабфаковская, д. 34, 153003, Иваново

² Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Ленинский пр., д. 49, 119991, ГСП-1, Москва

³ Институт экспериментальной минералогии им. Академика Д.С. Коржинского РАН,

ул. Академика Осипьяна, д. 4, 142432, Черноголовка Московской обл.

⁴ Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова,

Ленинские горы, д. 1, строение 2, физический факультет, 119991, ГСП-1, Москва

⁵ Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Ленинский пр., д. 4, 119049, Москва

⁶ Калужский государственный университет им. К.Э. Циолковского, ул. Степана Разина, д. 26, 248023, Калуга

Исследован аморфный сплав $Al_{85}Fe_7Ni_5La_3$ в виде фольги толщиной 20 мкм, полученный методом спиннингования, до и после магнитоимпульсной обработки (МИО) [1]. Исследовались исходные образцы (до МИО) и образцы, подвергнутые воздействию 10, 20, и 30 магнитными импульсами.

Структура и элементный состав образцов изучались в растровом электронном микроскопе Tescan Vega II XMU с энергодисперсионным рентгеновским спектрометром INCAx-sight. Условия анализа всех образцов были следующими: ускоряющее напряжение равнялось 20 кВ, ток поглощенных электронов при анализе – 400 пА, размер зонда – 210 нм, рабочее расстояние – 25 мм.

Более мелкие детали поверхности сплава исследовались методом атомной силовой микроскопии (АСМ) с использованием сканирующего зондового микроскопа SMENA-A, платформа «Solver», ЗАО «НТ-МДТ», Россия, в полуконтактном и контактном режимах при комнатной температуре. Сканирование поверхности осуществлялось стандартными кремниевыми зондами (кантилеверами) NA_NC ETALON длиной от 80 до 110 мкм с резонансными частотами от 120 кГц до 235 кГц, радиусом закругления острия 10 нм и константами жесткости 3.5-12 Н/м. Полученные АСМ-изображения поверхностей обрабатывались программными средствами визуализации и анализа Image Analysis 2.1.2, встроенными в программный пакет Nova RC1.

Топологии поверхностей сплава $AlNiFeLa$ на матовой и блестящей стороне резко различаются. Блестящая сторона – гладкая и гораздо более однородная. Поэтому исследования в основном проводились на блестящей стороне сплавов. Сравнение топологии поверхности блестящей стороны исходного образца и образца после воздействия 30 импульсов показывает, что при воздействии импульсного магнитного поля поверхность становится ярко выраженной однородно структурированной – см. рис. 1 и рис. 2. Средний размер структурного элемента поверхности составляет 60 нм. Сравнение воздействия 20 импульсами и 30 импульсами на топологию поверхности сплава позволяет сделать вывод о том, что при воздействии 30 импульсов поверхность становится более сглаженной и часть пор затягивается.

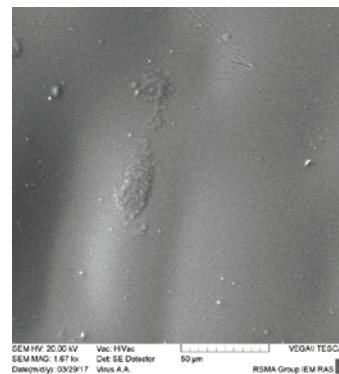


Рис. 1. Микрофотография блестящей стороны сплава, полученная в растровом электронном микроскопе, после воздействия на него 30 импульсами магнитного поля.

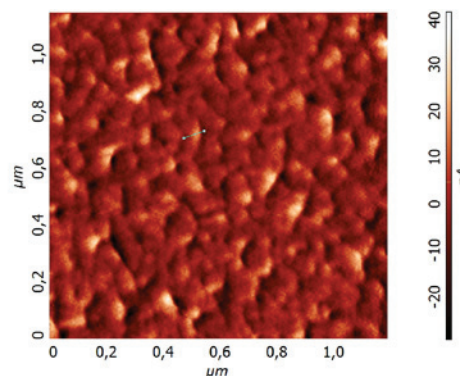


Рис. 2. Микрофотография блестящей стороны сплава, полученная в атомном силовом микроскопе, после воздействия на него 30 импульсами магнитного поля.

Исследования проведены при частичной финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 19-03-00271), РФФИ и правительства Ивановской области (проект № 18-43-370012), а также РФФИ и правительства Калужской области (проект № 18-41-400001).

1. М.Н. Шипко, М.А. Степович, Б.А. Староверов, В.Х. Костюк. Промышленные АСУ и контроллеры, 2012, 1, 2-6.

Сопоставление результатов 2D- и 3D-моделирования для оценки характеристик возбуждения рентгеновского излучения под воздействием электронного зонда

В.В. Татаринов¹, А.С. Кузаков², А.С. Макшаков¹

¹ Институт геохимии им А.П. Виноградова СО РАН, Россия, 664033, г.Иркутск, ул. Фаворского, 1А

² Иркутский филиал Института лазерной физики СО РАН, Россия, 664033, г.Иркутск, ул. Лермонтова, 130А

Начиная с 1960-х годов для моделирования процессов взаимодействия электронов с веществом получил распространение метод Монте-Карло, который позволяет проводить оценку влияния матрицы на результаты определения состава включений микронных и субмикронных размеров при рентгено-спектральном микроанализе с электронным зондом.

Среди ранних публикаций стоит отметить статью Лава, Кокса и Скотта [1] со ссылкой на отчет Кердженвена и Данкамба [2]. Модель [1] является квазиодномерной, то есть учитывает только одну пространственную координату z в глубину мишени. В работе [3] мы расширили эту модель до двумерной, это позволило качественно описать зависимость интенсивности аналитического сигнала от размера тонкодисперсных включений самородного золота в матрице сульфидного минерала. Сопоставимые результаты были получены нами и при трёхмерном моделировании [4] на базе модели [1].

Геометрия возбуждения рентгеновского излучения при электронно-зондовом микроанализе имеет аксиальную (цилиндрическую) симметрию. Соответственно, должно быть достаточно двух координат для описания картины взаимодействия электронов с веществом: радиальной координаты (расстояния от центра падающего пучка электронов) и координаты глубины в мишени. Мы провели сопоставление 2D- и 3D-модели на примере описания генерации рентгеновского излучения в образцах золота, серебра и меди при начальной энергии электронов 20 кэВ. Моделирование проводилось с использованием авторской программы [5].

Были построены функции распределения рентгеновского излучения по глубине образца $\phi(\rho z)$ для двумерного и трёхмерного случая (рис. 1-2). Функция $\phi(\rho z)$ представляет собой зависимость числа ионизаций q -уровня элемента $(\Delta N)_i$ от z . В выбранном i -м слое Δz_i число ионизаций: $(\Delta N)_i = n_i \cdot Q(U_i) \cdot \Delta s$; где $n_i = \rho \cdot N_A / A$ – число атомов в единице объёма вещества, ρ – плотность образца, N_A – число Авогадро,

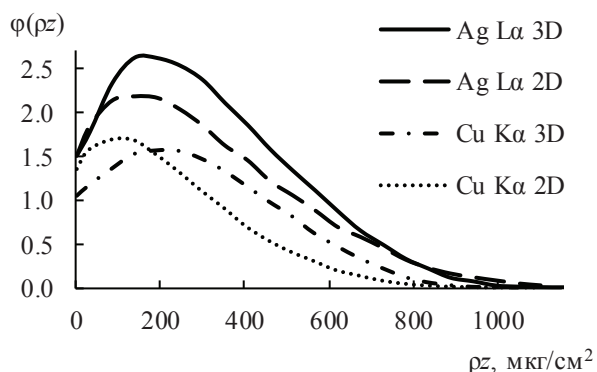


Рис. 1. Функции $\phi(\rho z)$, построенные с помощью 3D- и 2D-моделей для Cu Ka, Ag La.

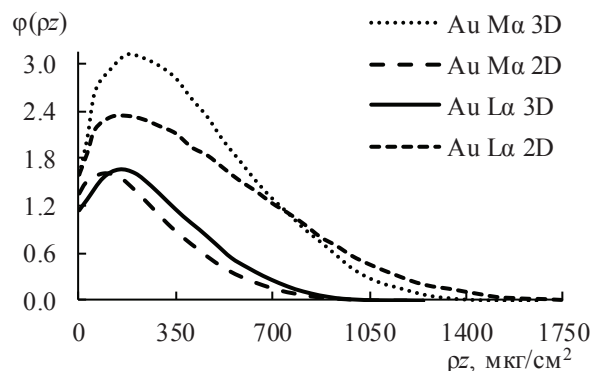


Рис. 2. Функции $\phi(\rho z)$, построенные с помощью 3D- и 2D-моделей для Au La, Au Ma.

A – атомная масса; $Q(U_i) = \text{const} \cdot \ln(U_i)/U_i$ является функцией, определяющей зависимость поперечного сечения ионизации q -уровня атома от энергии электрона, U_i – перенапряжение; Δs – пробег электрона в слое толщиной Δz .

Из рис. 2 видно, что для относительно низкой энергии Au Ma-линии расчёты по 2D- и 3D-моделям существенно отличаются. Фактор поглощения $f(\chi)$ для Au Ma по 3D-расчётам равен 0.731, в то время как по 2D-расчётам 0.627. Несмотря на то, что на рис. 1-2 все другие графики $\phi(\rho z)$ для 2D-модели также систематически занижены и имеют смещение пиков по сравнению с графиками для 3D-модели, интегрирование функций $\phi(\rho z)$ для 2D- и 3D-моделей приводит к близким значениям $f(\chi)$ и сопоставимо с значениями, рассчитанными по формуле Филибера.

Таким образом, для энергий электронов около 3 кэВ и более не наблюдается существенного отличия при моделировании распределения рентгеновского излучения по глубине образца в 2D и в 3D.

Исследования выполнены при поддержке РФФИ (проекты № 18-33-00369, 17-05-00095, 18-33-20104) и Гранта Президента РФ МК-2645.2019.5.

1. G. Love, M.G.C. Cox, V.D. Scott // J. Phys. D: Appl. Phys. 1977. V. 10. № 1. pp. 7-23.

2. L. Curgenven, P. Duncumb Simulation of electron trajectories in a solid target by a simple Monte Carlo technique, T.I. Rep. No. 303. Hinxton: Tube Investments Res.Lab., 1971.

3. В.В. Татаринов, А.Л. Финкельштейн и др. // Аналитика и контроль. 2017. Т. 21. № 4. С. 208-215.

4. А.Л. Финкельштейн, В.В. Татаринов et al. // X-Ray Spectrom. 2018. 47. № 6. pp. 423-431.

5. В.В. Татаринов, А.С. Кузаков, А.Л. Финкельштейн Св. о гос. регистрации прЭВМ № 2019614428. Программа для моделирования процессов взаимодействия электронов с веществом «Герон» / ИГХ СО РАН (RU). № 2019612941; заявл. 22.03.2019; опубл. 04.04.2019, Бюл. № 4.

Оценка пространственного разрешения рентгеноспектрального микроанализа с электронным зондом при определении элементов по линиям К- и L-серий

В.В. Татаринов¹, А.С. Кузаков², А.С. Макшаков¹

¹ Институт геохимии им А.П. Виноградова СО РАН, Россия, 664033, г.Иркутск, ул. Фаворского, 1А

² Иркутский филиал Института лазерной физики СО РАН, Россия, 664033, г.Иркутск, ул. Лермонтова, 130А

При проведении рентгеноспектрального электронно-зондового микроанализа тонкодисперсных включений микронных и субмикронных размеров часть электронного пучка может попадать не только на анализируемый объект, но и на окружающую его матрицу, что существенно искажает результаты определения состава таких включений. В таких случаях для описания распределения рентгеновского излучения недостаточно строить функцию только по глубине образца $\varphi(\rho z)$, поскольку размер подобных включений часто сопоставим с областью генерации рентгеновского излучения и необходимо также учитывать радиальное распределение, которое характеризует разрешение количественного анализа.

Стоит отметить, что латеральное распределение по оси x в двумерном случае отличается от радиального распределения в трёхмерном случае, поскольку для трёхмерной картины распределение на плоскости $x-z$ является лишь проекцией радиального распределения на эту плоскость. На рис. 1 приведены графики зависимости интенсивности рентгеновского излучения I от расстояния l до точки измерения относительно центра падающего потока электронов для Au $L\alpha$ -линии, полученные при моделировании методом Монте-Карло с помощью авторской программы [1].

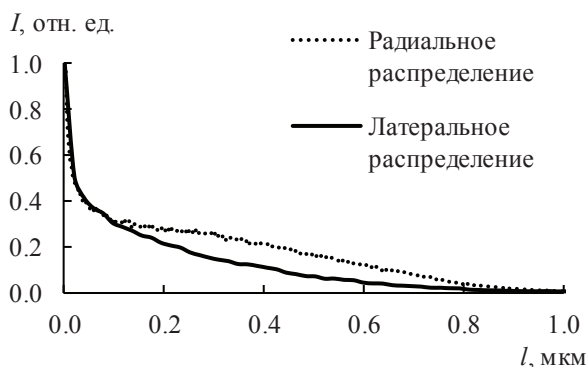


Рис. 1. Сопоставление латерального распределения и радиального распределения для Au $L\alpha$

Из рис. 1 видно, что оба типа распределений сходятся к нулевому значению I при близких значениях l , следовательно, они должны приводить к сопоставимым оценкам пространственного разрешения электронно-зондового микроанализа.

Разрешение количественного анализа может быть определено путём оценки размера области, содержащей 99% аналитического сигнала (l_{99}) [2]. Поскольку распределения на рис. 1 построены от центра падающего потока электронов, а в отрицательной области значений l кривая имеет симметричный вид, пространственное разрешение анализа может быть определено как удвоенное расстояние

l_{99} . Используя расчётные данные, полученные при моделировании методом Монте-Карло, для элементов с атомным номером Z от 11 до 34 с начальной энергией электронов $E_0=20$ кэВ для точечного зонда, мы получили аппроксимацию, позволяющую оценить разрешение количественного электронно-зондового микроанализа в зависимости от Z для элементов, которые обычно определяются по аналитическим линиям К-серии:

$$d_K = 0.00394 \cdot Z^{0.5} (E_0^{1.5} - E_q^{1.5}), \text{ мкм}; \quad (1)$$

где E_q – край поглощения.

На рис. 2 приведён график зависимости разрешения от Z для элементов, которые, как правило, определяются по линиям К-серии при $E_0=20$ кэВ. Кривая соответствует аппроксимации по формуле (1), а точки соответствуют 2D-расчётам методом Монте-Карло.

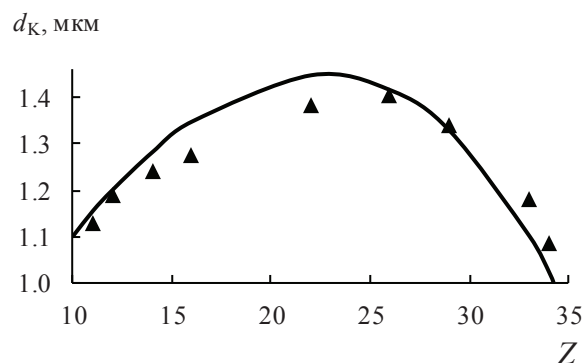


Рис. 2. Зависимость пространственного разрешения микроанализа от атомного номера элемента для аналитических линий К-серии при $E_0=20$ кэВ.

Для аналитических линий L-серии расчёты методом Монте-Карло проводились только в диапазонах Z от 44 до 50 и от 74 до 82, в которых расположены элементы, представляющие интерес при изучении минералов золоторудных месторождений. Для данных элементов также была получена аппроксимация, позволяющая оценить пространственное разрешение анализа:

$$d_L = 0.00159 \cdot Z^{0.7} (E_0^{1.5} - E_q^{1.5}), \text{ мкм}. \quad (2)$$

Исследования выполнены при поддержке РФФИ (проекты № 18-33-00369, 17-05-00095, 18-33-20104) и Гранта Президента РФ МК-2645.2019.5.

1. В.В. Татаринов, А.С. Кузаков, А.Л. Финкельштейн Св. о гос. регистрации прЭВМ № 2019614428. Программа для моделирования процессов взаимодействия электронов с веществом «Герон» / ИГХ СО РАН (RU). № 2019612941; заявл. 22.03.2019; опубл. 04.04.2019, Бюл. № 4.

2. С.Дж.Б. Рид Электронно-зондовый микроанализ: перев. с англ. Москва: Мир, 1979. 423 с.

Оптические и структурные свойства пленок Zn и ZnO

Томаев В. В.^{1,4}, Полищук В. А.^{2,3}, Вартанян Т. А.², Леонов Н. Б.², Васильев Е. А.⁴, Борисов Е. Н.⁵

¹Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет), Санкт-Петербург, Московский проспект, дом 26.

²Санкт-Петербургский университет информационных технологий, механики и оптики, Санкт-Петербург, Кронверкский пр., 49

³Санкт-Петербургский университет морского и речного флота им. адмирала С.О. Макарова, Санкт-Петербург, ул. Двинская, 5/7

⁴Санкт-Петербургский горный университет, Санкт-Петербург, Васильевский остров, 21 линия 2

⁵Санкт-Петербургский государственный университет, Петродворец, Университетский пр, д. 26
*e-mail: tvaza@mail.ru

Изучены структурные и оптические свойства пленок цинка и оксида цинка. Исходные поликристаллические пленки цинка, имеющие гексагональную морфологию поверхности, получены вакуумным термическим напылением. Поликристаллические пленки оксида цинка, имеющие нитевидную гексагональную морфологию, получены термическим окислением исходных пленок цинка в ограниченном объеме в парах олова и сухого воздуха. Пленки цинка были получены термическим испарением исходной навески металлического цинка путем нагревания в кварцевом стакане в вакууме, и его последующей конденсацией на подложки из стекла. Сплошные пленки цинка толщиной ~500 нм наносились методом вакуумного термического напыления на стеклянные подложки площадью 3×3 см² и толщиной 1 мм.

На следующем этапе с целью полного окисления пленки цинка и модифицирования поверхности исходной пленки проводили термообработку в атмосфере воздуха в негерметично закрытой емкости в присутствии порошка олова (при соотношении объема порошка к объему пленки 3:1) при температуре 350 °С в течение 120-180 мин.

Исследованы пленки исходного цинка, полученные методом термического напыления на стеклянную подложку и окисленные термообработкой в атмосфере воздуха в негерметично закрытой емкости в присутствии порошка олова. Морфология поверхности, толщина пленок и размер нанокристаллов в пленках изучены на растровом электронном микроскопе ZeissMerlin. Фазовый состав исследуемых пленок проанализирован методом рентгеновской дифрактометрии с помощью дифрактометра Rigaku «MiniFlex II». Для дальнейшей идентификации структуры окисленной термообработкой исходной пленки Zn в атмосфере воздуха в негерметично закрытой емкости в присутствии порошка олова проведены исследования методом рамановской спектроскопии с использованием установки Renishaw InVia со спектральным разрешением не хуже 1 см⁻¹. Для возбуждения использовался лазер 488 нм. Все измерения проводились при комнатной температуре. Время накопления спектра изменялось от 20 до 60 секунд. Для дальнейших исследований, связанных со структурными и оптическими особенностями структуры окисленной термообработкой исходной пленки Zn в атмосфере воздуха в негерметично закрытой емкости в присутствии порошка олова проведены исследования спектров люминесценции с использованием установки Fluorog FL3,

локальность которого не хуже 2 мкм, спектральное разрешение 0.1 нм, а диапазон регистрации составляет 200-900 нм.

По результатам работы сделаны выводы:

1. На поверхности пленок цинка у большинства кристаллов явно просматривается гексагональная структура, типичная для металлического цинка. Диапазон изменения размера отдельных монокристаллов цинка составляет 350-2000 нм.
2. Морфология поверхности окисленного цинка характеризуется наличием большого числа разориентированных одномерных кристаллов длиной 1-5 мкм и поперечным размером 100-300 нм.
3. Рентгенофазовый анализ обоих типов пленок показал в первом случае наличие исключительно фазы Zn, а во втором - ZnO.
4. В рамановских спектрах доминирует мода E_2^{high} , связанная с поперечными колебаниями в подрешетке кислорода с частотой 437 см⁻¹. Мода с частотой 332 см⁻¹ относится к разностному фону $E_2^{high} - E_2^{low}$, являющемуся результатом поперечных колебаний подрешеток Zn и O. Наблюдаемую полосу вблизи 596 см⁻¹, соответствующую продольным оптическим колебаниям E_1-LO , можно связать с присутствием межрешеточных атомов цинка или вакансий кислорода. Также на спектре наблюдается полоса, соответствующая моде при частоте 391 см⁻¹, которую можно связать с поперечными колебаниями A_1-TO .
5. В спектрах люминесценции наблюдается максимум в зеленой области спектра вблизи 580 нм. По всей видимости, он связан с дефектами, обусловленными наличием кислорода в междоузлиях. Другой, менее интенсивный максимум при 386 нм (соответствует прямому межзонному переходу) связан с экситонной рекомбинацией, относится к ближнему краевому излучению вблизи запрещенной зоны и свидетельствует о том, что исследуемый материал имеет структуру вюрцита.

Финансирование работы

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 19-02-00167. Работа ТАВ выполнена при государственной финансовой поддержке ведущих университетов Российской Федерации (субсидия 08-08) и госзадания 3.4903.2017/6.7.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов

Микроморфологические исследования каолинита в гидротермальных глинах термальных полей южной Камчатки

М.С. Чернов¹, В.Н. Соколов¹, В.В. Крупская^{1,2}, Р.А. Кузнецов¹

¹ Геологический факультет МГУ имени М.В. Ломоносова, Ленинские горы, д.1, ГСП-1, Москва, 119991

² ИГЕМ РАН, Старомонетный пер., 35, Москва, 119017

Микроморфологические исследования с помощью высокоразрешающего растрового электронного микроскопа (РЭМ) LEO 1450VP оснащенным энергодисперсионным спектрометром INCA 300, позволили выявить особенности состава и строения каолинита гидротермальных глин, формирующихся на термальных полях Южной Камчатки.

Исследования включали большой комплекс полевых и лабораторных работ. Образцы для исследований отбирались из шурфов и скважин, при послойном детальном опробовании. Минеральный состав каолиновых глин идентифицировался методом рентгеновской дифрактометрии при помощи рентгеновского дифрактометра Rigaku ULTIMA-IV. В качестве образцов использовались неориентированные препараты. Количественный минеральный анализ проводился методом Ритвельда. Микро- и наностроение образцов изучалось при естественной влажности, для их высушивания применялась методика вакуумной морозной сушки [1].

Гидротермальные глины в связи с широким распространением на термальных полях областей современного вулканизма представляют большой научный и практический интерес. В последнее десятилетие исследованием гидротермальных глин данного района занимается научная группа, включая авторов доклада [2]. Настоящая работа является результатом обобщения многолетних детальных исследований по изучению состава и строения гидротермальных глин (более чем 150 образцов), отобранных из шурфов и скважин на 15 ключевых участках термальных полей Южной Камчатки.

Анализ данных рентгеновской дифракции и микроморфологических исследований образцов гидротермальных глин показал, что размер, форма, степень окристаллизованности, дефектность структуры каолинита различаются в зависимости от условий формирования гидротермальных глин.

Каолинит, который отличается высокой степенью дефектности структуры, плохой окристаллизованностью частиц и их высокой дисперсностью, вплоть до формирования горизонтов с преобладанием наночастиц каолинита, встречается в приповерхностных горизонтах гидротермальных глин, развитых вблизи активных выходов парогидротерм. Для таких горизонтов характерен размер частиц каолинита 50-200 нм (рис. 1). С возрастанием глубины отмечается рост размера частиц каолинита и степени их окристаллизованности. Каолинит в таких горизонтах формирует микроагрегаты доменоподобной формы, образуя доменоподобную микроструктуру, с размером частиц (агрегатов) каолинита от 100 нм до 1 мкм.

Наиболее хорошо окристаллизованный каолинит встречается в разрезе гидротермальных глин в центральной части Верхне-Кошелевской термоаномалии (рис. 2), где существуют длительные стабильные условия преобразования вулканогенных пород кислым флюидом. Каолинит характеризуется крупными частицами гексагональной формы, размером от 1 до 20 мкм.

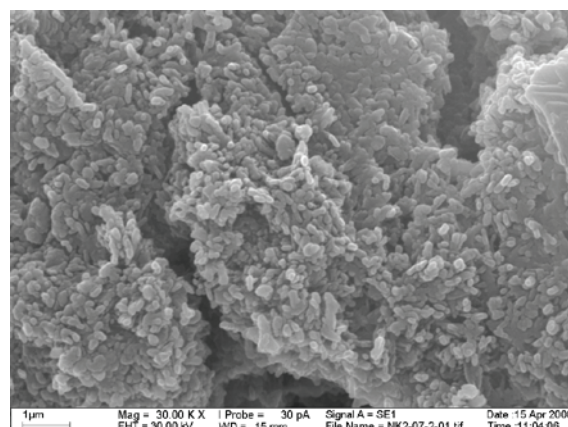


Рис. 1. Высокдисперсный плохо окристаллизованный каолинит из гидротермальных глин Нижне-Кошелевской термоаномалии.

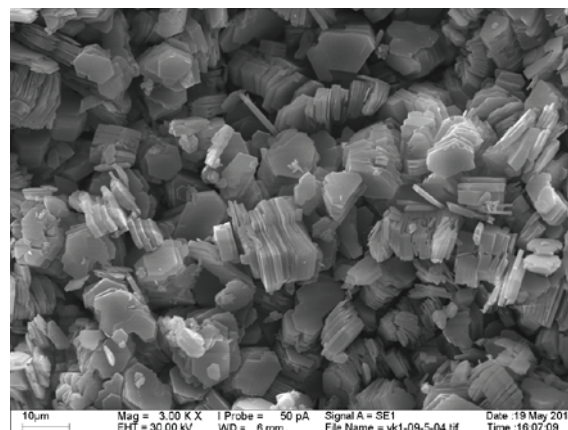


Рис. 2. Хорошо окристаллизованный каолинит из гидротермальных глин Верхне-Кошелевской термоаномалии.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант 17-05-01045а). Исследования проведены с использованием оборудования, приобретенного в рамках реализации Программы развития Московского университета.

1. Лабораторные работы по грунтоведению: учебное пособие. М.: КДУ, 2017. 654 с.
2. Рычагов С.Н., Соколов В.Н., Чернов М.С. Геохимия. 2012. № 4. С. 378-392.

Спектроскопия микрокатодолуминесценции исторического стекла

Т.В. Юрьева¹, И.Ф. Кадикова¹, С.А. Малыхин², В.А. Юрьев³

¹ Государственный научно-исследовательский институт реставрации, 107014, г. Москва, ул. Гастелло, 44, стр. 1, Россия

² Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, 119991, г. Москва, Ленинский просп., 53, Россия

³ Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, 119991, г. Москва, ул. Вавилова, 38, Россия

В настоящее время микрокристаллические включения в историческом стекле изучены слабо, а их роль в процессах долговременной коррозии и разрушении стекла только начинает осознаваться исследователями. Последнее в особенности относится к стеклу исторического бисера [1], которое вследствие особенностей технологии производства бисера обычно сильно напряжено, и скопления микрокристаллитов как источники дополнительного внутреннего напряжения часто вносят определяющий вклад в процесс его долговременной деградации [1]. Многие кристаллиты, содержащиеся в стекле [2], демонстрируют интенсивную люминесценцию в ультрафиолетовой, видимой или ближней инфракрасной областях спектра, что позволяет использовать для их исследования микрокатодолуминесценцию РЭМ (КЛ РЭМ) [1, 3]. Некоторые виды бисерного стекла также интенсивно люминесцируют и могут изучаться с помощью КЛ РЭМ. Различные области стекла в пределах одной бисерины часто люминесцируют по-разному. Так, в нестабильном сине-зеленом бисере в областях, непосредственно примыкающих к трещинам, стекло люминесцирует значительно ярче, чем вдали от трещин [1]. Спектры КЛ также часто различны в разных областях стекла в пределах одной бисерины. КЛ РЭМ также может быть с успехом применена для исследования других видов художественного и археологического стекла.

В докладе обсуждаются первые результаты исследования образцов стекла исторического бисера XIX в. и содержащихся в них микрокристаллов методом КЛ РЭМ. Представлены спектры КЛ желтого бисера и содержащихся в нем кристаллитов кубического антимоната свинца, модифицированного атомами железа ($\text{Pb}_2\text{Fe}_{0.5}\text{Sb}_{1.5}\text{O}_{6.5}$), сине-зеленого бисера и кристаллитов орторомбического KSbOSiO_4 , двухцветного бело-красного бисера и кристаллов гексагонального $\text{Ca}_2\text{Pb}_3(\text{AsO}_4)_3\text{Cl}$ (гедифана), опалового бисера и микрокристаллов кубического NaSbO_3 . Особое внимание уделено исследованию КЛ ярко-красного бисера конца XIX в., сделанного из силикатного стекла с высокой долей цинка и содержащего в качестве хромофора микрокристаллиты гексагонального CdZnSSe ($[\text{Cd}] = [\text{Zn}] = [\text{S}] = [\text{Se}]$), демонстрирующие яркую экситонную люминесценцию с максимумом при $\sim 2,03$ эВ. Отметим, что CdZnSSe был получен и исследован методом рентгеновской дифракции лишь в начале 1960-х г.г. [4]; тот факт, что данное соединение синтезировали уже в конце XIX в. при варке стекла для его коллоидного окрашивания [3] кажется удивительным. Особо подчеркнем, что стеклокристаллический композит

на основе CdZnSSe может найти применение в технике как люминесцентное стекло или красный люминофор светодиодных ламп (phosphor in glass).

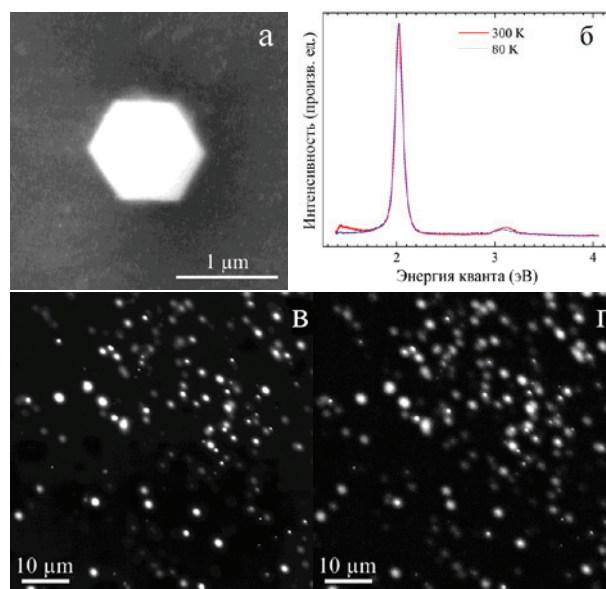


Рис. 1. (а) РЭМ-изображение (вторичные электроны) кристалла CdZnSSe в силикатном стекле; (б) спектры катодолуминесценции отдельного кристалла CdZnSSe в стекле; (в, г) карты микрокатодолуминесценции стекла, содержащего микрокристаллы CdZnSSe : (в) панхроматическое изображение, (г) изображение, полученное на длине волны 602 нм.

В докладе представлены также спектры КЛ фритты (Урарту, VIII в. до н.э.) на основе тетрасиликата кальция меди ($\text{CaCuSi}_4\text{O}_{10}$), найденной при раскопках крепости Эребуни (Ереван).

В данной работе состав стекла и кристаллов был определен методом микрорентгеноспектрального анализа (EDS). Структура кристаллитов была установлена с помощью дифракции отраженных электронов РЭМ (EBSD) и рентгеновской дифракции.

Работа поддержана грантом РФФИ № 16-18-10366.

1. T.V. Yuryeva, E.A. Morozova, I.F. Kadikova et al. J. Mater. Sci., 2018, 53, 10692–10717.

2. I.F. Kadikova, T.V. Yuryeva, E.A. Morozova et al. Technart 2019, Bruges, Belgium, 7–10 May 2019, doi: 10.13140/RG.2.2.36144.61443.

3. T.V. Yuryeva, S.A. Malykhin, A.A. Kudryavtsev et al. arXiv:1901.10764, 2019.

4. A.G. Fischer, R.J. Paff. J. Phys. Chem. Solids, 1962, 23 1479–1480.

Наноструктуризация и исследование поверхности титана

Янкин В.А.¹, Гостева Е.А.¹, Старков В.В.²

¹ Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»,
Ленинский просп., д. 4, Москва, 119049, Россия

² ФГБУН «Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов РАН»,
ул. Академика Осипьяна, д. 6, Черноголовка, Московская обл., 142432, Россия.

Титановые сплавы на сегодняшний день широко применяются во многих областях медицины, таких как, травматология, челюстно-лицевая хирургия и стоматология и др. [1]. Их используют в качестве исходного материала для изготовления имплантируемых медицинских изделий, таких как, компоненты эндопротезов крупных суставов человека, пластин для остеосинтеза, интрамедуллярных стержней (Рис. 1).

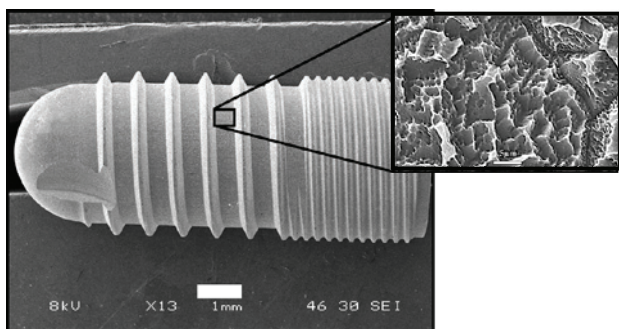


Рис. 1. СЭМ изображение дентопротеза и фрагмента его поверхности на основе ВТ 6 после травления в кипящем растворе $\text{HCl}+\text{H}_2\text{SO}_4$ в соотношении 2:1 при температуре 110°C в течение 8 мин.

Состав титановых имплантатов имеет решающее значение для адсорбции белка и прикрепления клеток. Зубные имплантаты обычно изготавливаются из технически чистого титана или титановых сплавов. Титановые сплавы ВТ 6, ВТ 1-0 и ВТ 1-00 характеризуются достаточно высоким пределом прочности: 1000, 400 и 550 МПа соответственно [2]. Сплав ВТ 6 (состав- Ti6Al4V) обладает наилучшими прочностными свойствами и, поэтому, находит более широкое практическое применение.

Процесс приживления имплантатов на основе титана напрямую зависит от свойств его поверхности [3]. В большинстве случаев, биопассивные свойства поверхностей мешают процессу заживления [4]. Для достижения высокой фиброинтеграции титановых имплантатов необходима сильно разветвленная наноструктурированная поверхность с углублениями для пространственного распределения клеток в процессе пролиферации и удаления

продуктов их жизнедеятельности. Решением данной проблемы является разработка различных способов модификации поверхности имплантатов на основе титана.

В настоящей работе представлены результаты разработки и исследования процессов наноструктуризации поверхности дентопротезов, изображенных на рис.1. Исследованы методы формирования развитой поверхности неоднородным химическим травлением (stain etching), электрохимическим травлением (anodic etching) и CVD методом осаждения пленок [5]. Сравнение изображений поверхности, полученных с помощью сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) после той, или иной обработки использовались для оптимизации режимов и условий проведения процессов структурирования. Анализ с применением методов СЭМ (JEOL JSM-6480LV) показал, что использованные методы модификации поверхности сплавов на основе Ti позволяют в широком диапазоне изменять параметры шероховатости и морфологические характеристики поверхности. Эти возможности позволяют успешно использовать ту, или иную методику наноструктурирования поверхности при создании протезов на основе титана и его сплавов.

1. Liu X, Chu P.K, Ding C, Surface modification of titanium, titanium alloys, and related materials for biomedical applications, Mater. Sci. Eng. A, (2004), 47, 49–121.

2. Albrektsson T, Branemark PI, Hansson HA, Lindstrom J, Osseointegrated titanium implants. Requirements for ensuring a long-lasting, direct bone-to-implant anchorage in man. Acta Orthop Scand (1981), 52(2), 155-170.

3. Titanium in Medicine - Materials Science, Surface Science, Engineering, Biological Responses and Medical Applications / Eds. Brunette D.M. et al., Berlin, Germany; Springer; (2001).

4. Heinrichs J, Jarmar T, Rooth M, In Vitro Bioactivity of Atomic Layer Deposited Titanium Dioxide on Titanium and Silicon Substrates, Key Engineering Materials, (2008), 361–363, 689-692.

5. Карпов В.Н, Мамонов А.М, Спектор В.С, Мона В.И, Шавырин Д.А, Материаловедческие и технологические аспекты проектирования высоконагруженных имплантатов из титановых сплавов, Титан, (2010), 3, 43-51.

Секция 4.
Сканирующая зондовая микроскопия,
зондовая нанолитография
и спектроскопия

Создание доменных структур в кристаллах $\text{Sr}_x\text{Ba}_{1-x}\text{Nb}_2\text{O}_6$ методом электронного облучения

Я.В. Боднарчук¹, Р.В. Гайнутдинов¹, Т.Р. Волк¹, Л.С. Коханчик², Е.Б. Якимов², Л. И. Ивлева³

¹Институт кристаллографии им. А.В.Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия, 119333

²ФГБУН Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, ИПТМ РАН, 142432

³Институт общей физики им. А. М. Прохорова РАН, Москва, Россия, 119991
deuten@mai.ru

Создание микро- и нанодоменных структур является актуальной задачей физики сегнетоэлектричества в связи с возможностью различных применений таких структур, в первую очередь в качестве нелинейной среды для преобразования лазерного излучения в режиме фазового квазисинхронизма (QPM). Перспективным методом создания доменных структур микроскопического масштаба является электронное облучение.

В работе представлены результаты по электронно-лучевой записи доменов в одноосном релаксорном сегнетоэлектрике $\text{Sr}_x\text{Ba}_{1-x}\text{Nb}_2\text{O}_6$ (SBN), обладающем весьма высокими значениями нелинейной восприимчивости и тем самым перспективным в качестве QPM- среды. Кроме того, SBN является удобным лабораторным объектом для исследований процессов формирования доменов при электронном облучении.

Домены создавались как в традиционной геометрии облучением полярной (Z-) поверхности, так и при облучении неполярной (X-) поверхности. Оригинальный подход к созданию доменов облучением неполярной поверхности разработан нами на основе исследований кристаллов LiNbO_3 [1] расширен в данной работе на $\text{Sr}_x\text{Ba}_{1-x}\text{Nb}_2\text{O}_6$ (SBN-61). Полученные результаты подтверждают общность разработанного подхода [1].

Запись доменов проводилась при ускоряющем напряжении U от 7 до 25 кВ при постоянном токе $I=10$ нА, в растровом электронном микроскопе JSM840A.

На Рис.1 представлены PFM изображения записанных доменов. Глубина доменов, рассчитанная методом Монте-Карло (Рис.2), составляет 200-600 нм.

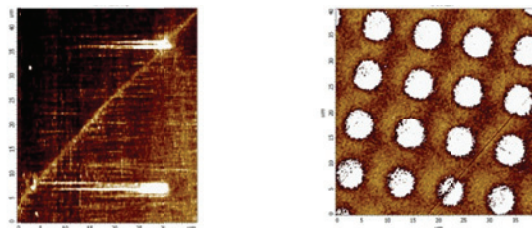


Рис. 1. PFM-изображения доменов, созданных е-лучом в кристалле SBN-0.61 на неполярной (а) и полярной (б) поверхностях; ($U = 25$ кВ, $I=10$ нА).

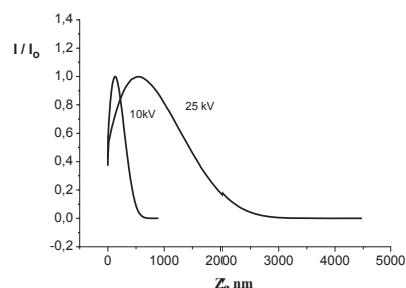


Рис. 2. Нормализованный профиль распределения энергетических потерь облучающих электронов по глубине образца, полученный в результате симуляции электронного транспорта методом Монте-Карло в кристаллах SBN при стартовых энергиях облучения 25 и 10 кэВ.

Домены характеризуются временами релаксации порядка сотен часов и могут быть обратимо термически стерты отжигом в параэлектрической фазе при $T \approx 120^\circ\text{C} > T_{\text{max}} = 81^\circ\text{C}$ (где T_{max} – температура фазового перехода).

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проекты № 16-29-11777офи-м).

1. T. R. Volk, L. S. Kokhanchik, e.a. J. Adv. Dielectrics, 8, 1830001, 2018

Особенности совмещения СЭМ-СЗМ

А.О. Голубок, О.М. Горбенко, И.Д. Сапожников, М.Л. Фельштын.

Институт аналитического приборостроения РАН, 190103, Санкт-Петербург, Рижский пр., 26

Сканирующие электронные и сканирующие зондовые микроскопы (СЭМ, СЗМ) являются одними из основных инструментов современных нанотехнологий. Очевидно, что как СЭМ, так и СЗМ имеют свои преимущества и недостатки. В частности, СЭМ, в отличие от СЗМ, имеет значительно более высокую скорость сканирования, позволяет получать изображения как с малой, так и с большой площадью кадра, а при наличии соответствующей приставки обеспечивает элементный микроанализ образца. В то же время, СЗМ обеспечивает тонкие измерения топографии не только в плоскости образца, но и в перпендикулярном направлении, а также позволяет проводить локальные измерения разнообразных физико-химических свойств поверхности, в частности, измерять недоступные для СЭМ механические характеристики. Поскольку природа СЭМ-контраста принципиально отличается от природы СЗМ-контраста, то объединение СЭМ-СЗМ [1-5] существенно расширяет информацию об исследуемом образце, извлекаемую в процессе единого эксперимента.

В докладе обсуждаются инструментальные принципы и конструктивные особенности объединения СЭМ-СЗМ в одном приборе. Рассматриваются два основных подхода к созданию системы СЭМ-СЗМ:

1. СЗМ приставка к СЭМ, когда предусмотрена простая установка и удаление СЗМ модуля, отсутствуют какие-либо существенные изменения в конструкции рабочей камеры и гониометра СЭМ, а предусматривается лишь ввод и вывод электрических сигналов через разъём, расположенный на фланце рабочей камеры СЭМ;

2. Единый модуль СЭМ-СЗМ, когда осуществляются существенные изменения в конструкции рабочей камеры или гониометра СЭМ, и простая установка и удаление СЗМ модуля не предусматриваются.

Понятно, что преимуществом первого подхода является возможность простого "upgrade" уже существующих СЭМ.

Обсуждаются конструктивные варианты СЗМ приставки к СЭМ. В качестве датчиков локального силового взаимодействия нанозонда с поверхностью образца предлагается использовать пьезо-резистивный Si кантилевер или датчик на основе пьезорезонансного камертона (Tuning fork) с заменяемой W иглой, который также может работать и в режиме измерения туннельного тока. Применение таких датчиков позволяет отказаться от оптической схемы регистрации отклонения кантилевера и, следовательно, исключает необходимость вывода оптического сигнала из рабочей камеры СЭМ и процедуру юстировки после замены зонда, что существенно упрощает конструкцию СЗМ модуля. Рассматрива-

ются особенности пьезо-инерциальных систем механического перемещения, обеспечивающие как захват взаимодействия между зондом и образцом, так и выбор места на образце для исследования, позволяющие создать компактный СЗМ модуль с достаточно высокой резонансной частотой и реализовать концепцию СЗМ приставки к СЭМ. СЗМ модуль с образцом размером $(10 \times 10 \times 5)$ мм³ устанавливается на гониометр СЭМ и обеспечивает как перемещение по вертикали на 5 мм, так и перемещение по двум ортогональным координатам в плоскости образца на 10 мм с минимальным шагом 100 нм под управлением асимметричных импульсов напряжения с резким и плавным фронтами. Реверс перемещения осуществляется путем изменения полярности управляющих импульсов. Диапазон сканирования в СЗМ режиме – (7×7) мкм². Расстояние от поверхности образца до полюсного наконечника объективной линзы – 7 мм. Реализованы следующие СЗМ режимы: полуконтактная силовая микроскопия и спектроскопия, туннельная микроскопия и спектроскопия, измерение локального потенциала (Кельвин мода), динамическая и токовая литография, манипулирование проводящими и диэлектрическими наночастицами.

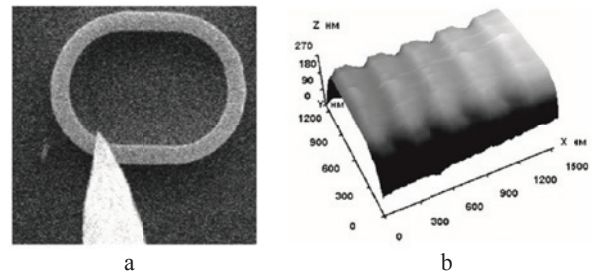


Рис.1. Пример применения СЭМ-СЗМ в едином эксперименте по наномодификации поверхности микролазера. а - СЭМ изображение поверхности микролазера, площадь кадра (12×12) мкм², видно изображение W иглы; б - СЗМ изображение фрагмента микролазера, полученное после модификации поверхности с помощью W иглы методом динамической силовой литографии, перепад рельефа на поверхности ~ 40 нм, площадь сканирования $(1,5 \times 1,2)$ мкм²

1. *A.O. Golubok, V.A. Timofeev. Ultramicroscopy, 1992, 42-44, 1558-1563.*

2. *A.V. Ermakov, E.L. Garfunkel. Review of Scientific Instruments, 1994, 65, 9, 2853-2854.*

3. *U. Stahl, C.W. Yuan, A.L. Lozanne, and M. Tortonesi. Applied Physics Letters, 1994, 65, 2878-2880,*

4. *S. Bauerdick, C. Burkhardt, R. Rudolf, W. Barth, V. Bucher, and W. Nisch. Microelectronic Engineering, 2003, 67-68, 963-969*

5. *T. Angelov, A. Ahmad, E. Guliyev. Journal of Vacuum Science & Technology, 2016, 34, 06KB01*

Диагностика алюмооксидных нанопористых мембран методом атомно-силовой микроскопии

А.Н. Кокатев, С.Г. Васильев, Н.М. Яковлева, К.В. Степанова

ФГБОУ ВО «Петрозаводский государственный университет»
185910, Россия, Республика Карелия, г. Петрозаводск, пр. Ленина, д.33

Нанопористые алюмооксидные мембраны (НПАОМ) имеют ряд преимуществ по сравнению с другими мембранными материалами (полимерными, керамическими и др.), такие как самоорганизованная пористая структура, задаваемый условиями получения размер пор, высокая удельная поверхность и аспектное соотношение, термическая и химическая стабильность, нетоксичность и биосовместимость. В настоящее время НПАОМ используются для ультраочной фильтрации, темплейт-синтеза наноматериалов (нанопроволок, нанотрубок и др.), а так же в качестве платформы для биосенсоров и исследования процессов роста клеток.

В связи с этим, важным становится вопрос контроля структуры поверхности, размерных параметров и степени готовности НПАОМ в процессе их изготовления. Такой контроль можно осуществлять не только традиционным методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ), но и методом атомно-силовой микроскопии (АСМ). Метод АСМ, обладает высоким пространственным разрешением и чувствительностью, поэтому в последнее время широко применяется для исследования структуры и топографических особенностей поверхности различных материалов в нанометровом масштабе, дополняя метод СЭМ.

Объектами исследования являлись нанопористые анодные оксиды алюминия (НПАОА), полученные одноступенчатым (20% H_2SO_4) и двухступенчатым анодированием (3% $C_2H_2O_4$) алюминия (А99, А5м). Для получения эластичных НПАОА в качестве электролита первой стадии использовался 3% $C_2H_2O_4$, а на второй - специальный многокомпонентный электролит (МКЭ), представляющего собой смесь щавелевой, лимонной и борной кислот, а также изопропилового спирта [1]. После анодирования проводилась процедура утонения барьерного слоя НПАОА в основании ячеек путем уменьшения плотности тока или напряжения анодирования, которая приводит к однородному открытию пор оксида со стороны барьерного слоя. Получение отделенных, проницаемых НПАОМ проводилось путем химического удаления оставшегося алюминия. В ряде случаев проводилось дополнительное химическое травление НПАОМ в 5% H_3PO_4 .

Контроль степени открытия пор в процессе утонения барьерного слоя и его последующего химического травления проводился методом полуконтактной АСМ на сканирующем зондовом микроскопе «Солвер-некст» (НТ-МДТ).

АСМ исследования отделенных от алюминиевой подложки НПАОА, показали, что разработанные технологии анодирования алюминия позволяют получить НПАОМ различного размера толщиной от 20 до 80 мкм и диаметром регулярных пор $d_p \sim 20$ нм

(20% H_2SO_4), 40 нм или 60 нм (3% $C_2H_2O_4$) и 100 нм (МКЭ), а процедура утонения барьерного слоя приводит к формированию проницаемой НПАОМ (рис.1) с диаметром отверстий в барьерном слое порядка (10-30) нм. Отсюда следует, что степень открытости пор со стороны барьерного слоя составляет $\sim 50\%$ для НПАОМ, полученных в 20% H_2SO_4 и 3% $C_2H_2O_4$, а для МКЭ $\sim 30\%$.

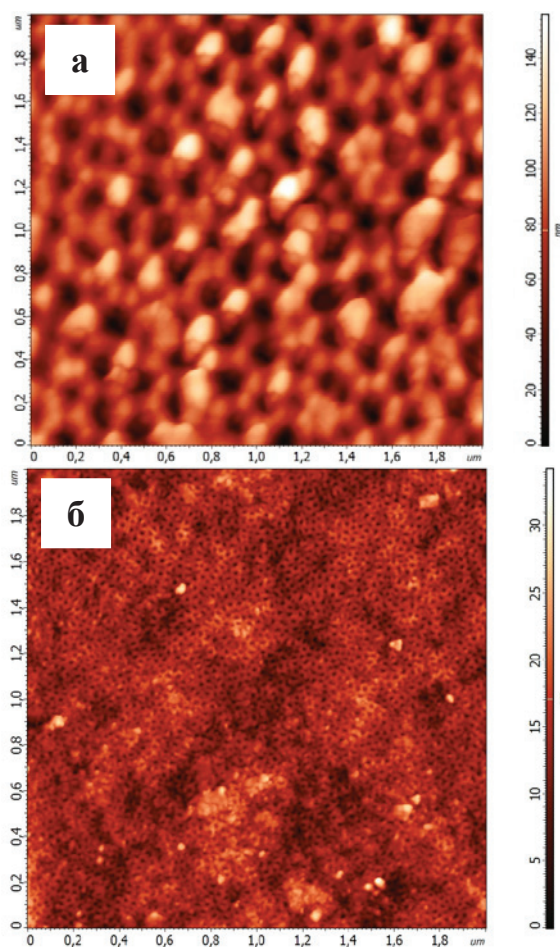


Рис. 1. АСМ-изображения поверхности пористого (а) и барьерного (б) слоев НПАОМ, сформированной двухступенчатым анодированием алюминия в 3% $C_2H_2O_4$, после утонения барьерного слоя.

Таким образом, результаты работы показывают перспективность применения метода АСМ для диагностики и анализа структуры НПАОМ в процессе их получения.

1. Патент № 2678055, 22.01.2019 «Способ получения эластичной алюмооксидной наномембраны», авт.: Васильев С.Г., Кокатев А.Н., Яковлева Н.М., Терлецкая М.А., дата приоритета 14.07.2017 г.

Сканирующая емкостная силовая микроскопия в исследовании модулированных примесью сегнетоэлектрических структур

А.Л. Толстихина

Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника РАН»,
Ленинский просп. 59, Москва 119333

Сканирующая емкостная силовая микроскопия (СЕСМ) – одна из электрических модификаций атомно-силовой микроскопии (АСМ), которая является косвенным методом измерения пространственных вариаций электрической емкости системы зонд-образец. Она позволяет получать емкостные изображения поверхности проводящих и диэлектрических образцов в нанометровом масштабе и извлекать информацию о скрытых структурах и неоднородностях в этих материалах [1,2]. Применительно к диэлектрикам круг задач для СЕСМ можно очертить как связанный с количественными измерениями толщины и статической диэлектрической проницаемости на наноуровне.

К сегнетоэлектрикам, насколько можно судить по ограниченному количеству публикаций, метод СЕСМ пока применялся редко, и потенциал его в данном плане еще не раскрыт. Возможными кандидатами в круг объектов СЕСМ могут стать неоднородные сегнетоэлектрики, в частности, легированные примесью монокристаллы. Искусственное создание дефектных зон, распределенных в объеме кристалла по определенному закону благодаря внедрению специальных примесей, качественно изменяет свойства и характер доменной структуры и во многих случаях приводит к формированию регулярной доменной структуры в процессе роста кристалла. Для эффективного управления характеристиками требуется развитие комбинированных методов исследования доменной структуры и распределения примеси в кристалле на основе АСМ.

В настоящей работе представлены результаты исследований монокристаллов триглицинсульфата с профильным распределением примеси хрома (TGS – TGS+Cr), проведенных в секторе сканирующей зондовой микроскопии ИК РАН. На примере тестовой структуры на основе чередующихся чистых (TGS) и примесных (TGS+Cr³⁺) полос продемонстрированы возможности бесконтактной СЕСМ в исследовании неоднородных сегнетоэлектриков. Рассмотрены методические аспекты визуализации пространственного распределения легирующей примеси, особенности получения емкостных изображений высокого разрешения при использовании второй (2 ω) и третьей (3 ω) гармоники детектируемого сигнала, интерпретации природы наблюдаемого контраста и оценки чувствительности метода к количеству введенной примеси хрома. Для извлечения дополнительной информации измерялись поверхностный потенциал, пьезоэлектрический отклик и топографический рельеф поверхности, а также вольт-амперные характеристики.

Показано, что СЕСМ на второй гармонике электростатического отклика является перспективным методом визуализации примесных участков поверх-

ности сегнетоэлектрика с наноразмерным пространственным разрешением, способным к выявлению очень малых величин градиента примеси (на уровне 0.02–0.08 мас%). Контраст емкостного изображения dC/dZ , полученного на второй гармонике (2 ω) формируется в областях с градиентом примеси и на доменных границах (рис.1).

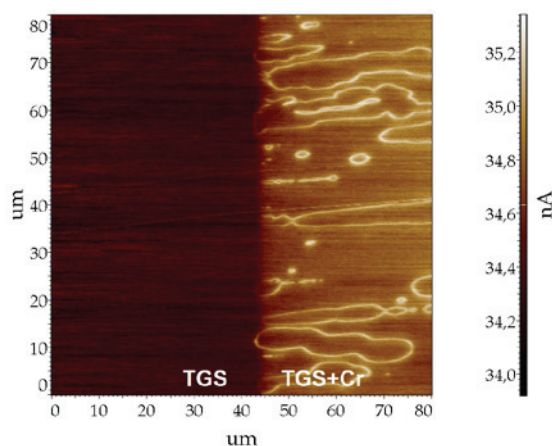


Рис. 1. Емкостное изображение сегнетоэлектрической структуры с границей между полосами TGS и TGS + Cr.

При использовании третьей гармоники (3 ω) контраст изображения дифференциальной емкости не столь отчетливый как поверхностной емкости на второй гармонике, и он формируется в областях с градиентом примеси и на самих доменах. Промежуточный серый контраст изображения dC/dU на примесных полосах может быть обусловлен электрически активным состоянием примеси Cr³⁺, входящей в решетку кристалла и дающей разницу в проводимости. Как недостаток метода следует назвать присутствие артефактов топографической природы на емкостных изображениях, от которых затруднительно избавиться и которые необходимо учитывать. Что касается практического использования, следует указать на высокую чувствительность СЕСМ к наличию примеси в кристалле, возможность наблюдать сегнетоэлектрические структуры с периодически послойным изменением концентрации примеси и градиентом концентрации вдоль длины образца вне связи с доменной структурой и изучать профили распределения концентрации носителей заряда.

1. Š. Lányi. Application of Scanning Capacitance Microscopy to Analysis at the Nanoscale. In Bhushan B., Fuchs H., Tomitori M. Applied Scanning Probe Methods VIII: Scanning Probe Microscopy Techniques (NanoScience and Technology) Springer. 2008. 377–420.

2. R.A. Oliver // Rep. Prog. Phys. 2008. 71. 076501

АСМ-исследование новых суперпротонных кристаллов $(K_{0.43}(NH_4)_{0.57})_3H(SO_4)_2$

А.Л. Толстихина, Р.В. Гайнутдинов, Е.В. Селезнева, И.П. Макарова

Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника РАН»,
Ленинский просп. 59, Москва 119333

В Институте кристаллографии впервые выращены кристаллы $(K_{0.43}(NH_4)_{0.57})_3H(SO_4)_2$, которые при комнатной температуре находятся в суперпротонной фазе [1]. Симметрия кристаллов тригональная, пространственная группа $R\bar{3}$, $Z = 3$, параметры элементарной ячейки $a = b = 5.7768(3)$, $c = 22.0983(1)$ Å [2]. Тригональная симметрия фазы обусловлена соотношением заселенности позиций К/Н и соответствующей координацией групп NH_4 , что приводит к разупорядочению позиций атомов кислорода, участвующих в водородных связях, образованию динамически разупорядоченной системы водородных связей и, как следствие, появлению высокой протонной проводимости.

Реальная структура, физические свойства и фазовые превращения новых кристаллов $(K_{0.43}(NH_4)_{0.57})_3H(SO_4)_2$ пока еще недостаточно изучены. Методом диэлектрической спектроскопии было обнаружено, что энергия активации проводимости этого кристалла изменяется в районе 10 °С [2]. Для выяснения причин наблюдаемого явления нами были исследованы локальные физические свойства кристаллов $(K_{0.43}(NH_4)_{0.57})_3H(SO_4)_2$ при понижении температуры от 23 °С до 5 °С с помощью атомно-силовой микроскопии (АСМ).

Кристаллы $(K_{0.43}(NH_4)_{0.57})_3H(SO_4)_2$ были выращены методом управляемого снижения растворимости из водных растворов $K_3H(SO_4)_2$ и $(NH_4)_3H(SO_4)_2$ при соотношении $K:NH_4$ 3 – 7 в интервале температур 30 – 40 °С. Кристаллы имеют пластинчатый габитус. На топографическом изображении поверхности (001) кристалла можно видеть характерный ступенчатый рельеф поверхности. Минимальная высота ступеней, образующихся при расколе, составляет ~0.7 нм

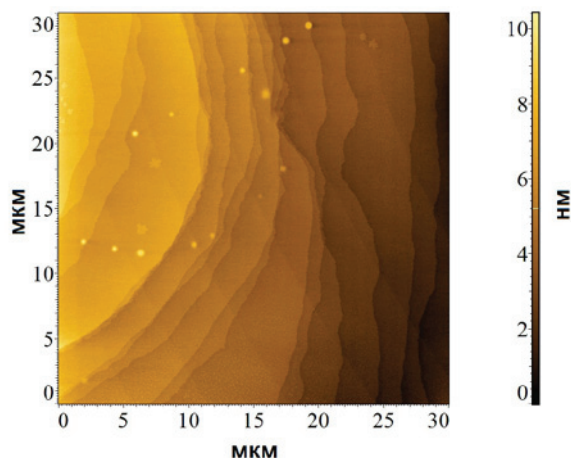


Рис. 1. Изображение микрорельефа поверхности (001) кристалла $(K_{0.43}(NH_4)_{0.57})_3H(SO_4)_2$ при 23°С. Атомно-силовая микроскопия, прерывисто-контактный режим.

Температурные измерения локальных физических свойств кристаллов проводили на атомно-силовом микроскопе NTEGRA Prima (NT-MDT Spectrum Instruments, Зеленоград) со сканирующей измерительной головкой SMENA SFC102LNTF с контроллером PB2,0 для реализации прыжковой моды и ячейкой с контролем температуры MP6LC с диапазоном поддержания температуры от -30 °С до +120 °С на воздухе. Использовали кантилеверы марки NSG01/Pt того же производителя ($f = 150$ кГц, $k = 5.1$ Н/м, радиус закругления острия 25 нм). Переменное напряжение V_{ac} на острие зонда подавалось с частотой 160 кГц и амплитудой 8 В.

Методом микроскопии пьезоэлектрического отклика (МПО) было установлено, что при $T = 23$ °С кристалл находится в парафазе. При понижении температуры до 9 °С был зафиксирован переход в сегнетоэлектрическое состояние. При изменении T от 9 °С до 5°С каких-либо структурных изменений не было замечено. На монодоменных участках исследуемого образца можно видеть небольшие домены размером около 1 мкм противоположного знака (рис. 2). При нагреве до 23 °С кристалл из сегнетофазы опять переходил в парафазу.

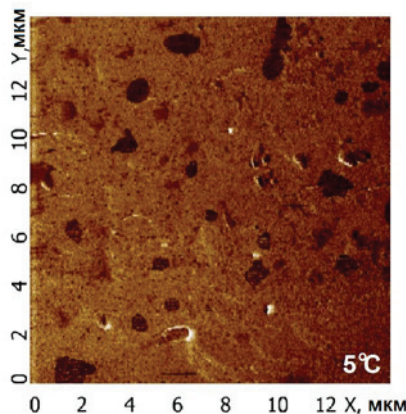


Рис. 2. Изображение поверхности (001) кристалла $(K_{0.43}(NH_4)_{0.57})_3H(SO_4)_2$ при 5°С. Микроскопия пьезоэлектрического отклика, фаза латерального пьезоотклика.

Таким образом методом МПО зарегистрирован фазовый переход (из парафазы в сегнетофазу) в кристалле $(K_{0.43}(NH_4)_{0.57})_3H(SO_4)_2$ при понижении температуры от 23 °С до 9 °С.

Авторы выражают благодарность В.В. Долбининой (ИК РАН) за образцы кристаллов, А.С. Калинину (NT-MDT Spectrum Instruments) за помощь в работе.

1. Е.В. Дмитричева, И.П. Макарова, В.В. Гребенев и др. // Кристаллография, 2015. 60. № 6. 880-886.
2. E.V. Selezneva, I.P. Makarova., I.A. Malyshkina et al. // Acta Cryst B. 2017. V. 73. P. 1105-1113.

Исследования морфологии и магнитных свойств островковых метаматериалов с применением атомно-силовой и магнитно-силовой микроскопии.

А.В. Черных¹, Д.А. Фомин¹, В.А. Березин¹, Б.А. Логинов², А.Б. Логинов³

¹ Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, 142432, Россия, Московская обл., г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна д.6.

² Национальный исследовательский университет МИЭТ, 124498 Россия, г. Москва, Зеленоград, площадь Шокина, д. 1.

³ Физический факультет Московского Государственного Университета им. М.В. Ломоносова, 119234, Россия, г. Москва ул. Ленинские Горы, д.1, стр. 2.

В настоящее время магнитные наноконтакты и туннельные структуры с протекающей через них спин-поляризованным током являются одними из интересных объектов исследования в спинтронике [1]. Спиновая инжекция током через наноконтакт или туннельный переход может привести к значительному неравновесному накоплению спина в области, непосредственно прилегающей к нему. Для изготовления таких контактов в основном используются технически сложные литографические методы [2]. Нами предложен метод создания множества контактов путем выращивания островковых пленок.

Комбинация *in situ* электрических измерений и исследований поверхности методами сканирующей электронной (СЭМ) и атомно-силовой микроскопии (АСМ) *ex situ* позволила разработать технологию выращивания неперколированных островковых пленок ферромагнитных металлов (Fe, Ni, Co) на диэлектрической подложке (сапфире, MgO) методом импульсного лазерного осаждения для создания магнитных метаматериалов на их основе. В метаматериалах металлические нанокристаллы (размером 10–200 нм) разделены тонким слоем диэлектрика, нормального металла или антиферромагнетика.

Изучено влияние температуры роста и скорости роста на морфологию и размер островков. Установлено, что в режимах с малым пересыщением: при высоких температурах 400 – 600 °С и низких частотах повторения лазерных импульсов 1 – 10 Гц наблюдается устойчивая воспроизводимая зависимость морфологии островковых пленок от условий роста, которая позволяет получать метаматериалы с заданными свойствами.

Атомно-силовая и магнитно-силовая микроскопия (МСМ) позволили исследовать морфологию и магнитное строение ферромагнитных структур, а также структур ферромагнетик/антиферромагнетик, в которых использование отжига в магнитном поле выше температуры Нееля образует однонаправленную обменную анизотропию [3]. МСМ измерения, сопровождаемые микромагнитными расчетами и магниторезистивными измерениями, позволили определить пространственное распределение намагниченности и интерпретировать магнитные состояния метаматериалов из ферромагнитных и антиферромагнитных металлов. Реальные АСМ-изображения были использованы для расчета распределения намагниченности

островков с помощью программного обеспечения ООММФ [4]. Смоделированный МСМ-контраст, полученный из этих микромагнитных расчетов, сравнивался с экспериментальными МСМ-изображениями.

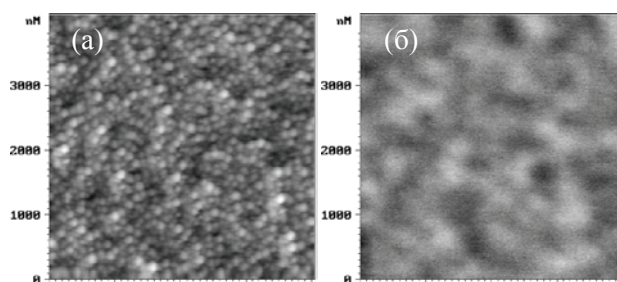


Рис. 1. АСМ (а) и МСМ (б) изображения островков Fe, покрытых пленкой NiO.

МСМ-измерения показали, что при латеральных размерах островков порядка 1 мкм они ведут себя как отдельные магнитики. В то же время островки малых размеров демонстрируют коллективные моды намагниченности. На рис.1 (а) и (б) показана морфология поверхности и МСМ контраст островков Fe, покрытых пленкой FeMn, в присутствии внешнего магнитного поля.

В пленках метаматериала в виде островков Ni, покрытых сплошной антиферромагнитной пленкой FeMn, обнаружены сильные токовые эффекты при анизотропном магнитосопротивлении. В мостиках, изготовленных из таких пленок и отожженных в магнитном поле, действующем в плоскости образца, перпендикулярной оси мостика, положение максимумов кривой анизотропного магнитосопротивления зависит от величины протекающего тока. Эта зависимость может быть объяснена влиянием магнитного поля прошедшего тока на магнитную структуру ферромагнитных никелевых островков метаматериала.

1. J. Walowski and M. Munzenberg. J. Appl. Phys, (2016), 120, 140901.
2. V. Korenivski, A. Iovan, A. Kadigrobov and R. I. Shekhter. Europhys. Lett, (2013), 104, 27011.
3. W.H. Meiklejohn. J. Appl. Phys. (1962), 33: 1328.
4. <https://math.nist.gov/oommf/>

СТМ/СТС-исследования электронной структуры нанополос графена на поверхности SiC(001)

А.Н. Чайка¹, В. Walls², O.V. Molodtsova³, H.-C. Wu^{2,4}, M.-C. Hsu⁵, T.-W. Huang⁵,
C.-R. Chang⁵, K. Zhussupbekov², I.V. Shvets², В.Ю. Аристов^{1,3}

¹ Институт физики твердого тела РАН, Московская обл., Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, д. 2, 142432, Россия

² CRANN and School of Physics, Trinity College, Dublin 2, Dublin, Ireland

³ Deutsches Elektronen-Synchrotron DESY, D-22607, Hamburg, Germany

⁴ School of Physics, Beijing Institute of Technology, Beijing, 100081, People's Republic of China

⁵ Department of Physics, National Taiwan University, Taipei 10617, Taiwan

Ультратонкие графеновые пленки толщиной в несколько атомных слоев обладают уникальными свойствами, которые представляют интерес для фундаментальных исследований и технологических применений. Упорядоченные системы нанополос графена с одним предпочтительным направлением междоменных границ и изгибом слоев вблизи них представляют особый интерес для разработки новых приборов нанoeлектроники и спинтроники на основе углерода, так как границы доменов с периодической атомной структурой могут отражать электроны в широком диапазоне энергий [1], а изгиб графеновых слоев нанометрового масштаба может приводить к появлению спин-поляризованных электронных состояний вблизи границ [2,3].

В докладе обсуждается атомная структура и электронные свойства наноструктурированного графена толщиной в несколько атомных слоев, синтезированного в сверхвысоком вакууме на тонких (1-2 мкм) монокристаллических пленках кубического карбида кремния (β -SiC), выращенных на стандартных пластинах Si(001) [4-6]. Исследования атомной структуры слоев графена на подложках β -SiC/Si(001) с использованием сканирующей туннельной микроскопии (СТМ) высокого разрешения показали возможность синтеза ультратонких пленок наноструктурированного графена с одним предпочтительным направлением междоменных границ и изгибом графенового покрытия вблизи них [5,6]. Как показано на Рис. 1, типичные радиусы закругления слоя вблизи междоменных границ находятся в диапазоне 2-5 нм. Низкотемпературные транспортные измерения показали, что создание такой системы нанополос может приводить к появлению транспортной щели порядка 1 эВ при температурах ниже 100 К [6]. Измерения магнитных свойств системы графен/ β -SiC/Si(001) показали большое положительное магнетосопротивление в параллельном магнитном поле с сильной температурной зависимостью [7]. Согласно теоретическим расчетам, выполненным для различных структур междоменных границ, транспортные и магнитные свойства графена на поверхности SiC(001), скорее всего, связаны с локализованными состояниями на границах нанодоменов. Низкотемпературные исследования методом сканирующей туннельной спектроскопии (СТС) показали существенно меньшую плотность заполненных электронных состояний и наличие энергетической щели на границах нанодоменов и в местах наибольшего изгиба графенового слоя.

Работа выполнена в рамках госзадания при поддержке РФФИ (гранты № 17-02-01139, 17-02-01291), Фонда молодых ученых Пекинского института технологических исследований и программы Erasmus.

1. O.V. Yazev, S.G. Louie. Nat. Mater., 2010, 9, 806-809.

2. P. Ruffieux, S. Wang, B. Yang et al. Nature, 2016, 531, 489-492.

3. K. Nakada, M. Fujita, G. Dresselhaus, and M.S. Dresselhaus. Phys. Rev. B, 1996, 54, 17954-17961.

4. A.N. Chaika, O.V. Molodtsova, A.A. Zakharov et al. Nano Res., 2013, 6, 562-570.

5. A.N. Chaika, O.V. Molodtsova, A.A. Zakharov et al. Nanotechnology, 2014, 25, 135605.

6. H.-C. Wu, A.N. Chaika, T.-W. Huang et al. ACS Nano, 2015, 9, 8967-8975.

7. H.-C. Wu, A.N. Chaika, M.-C. Hsu et al. Nat. Commun., 2017, 8, 14453.

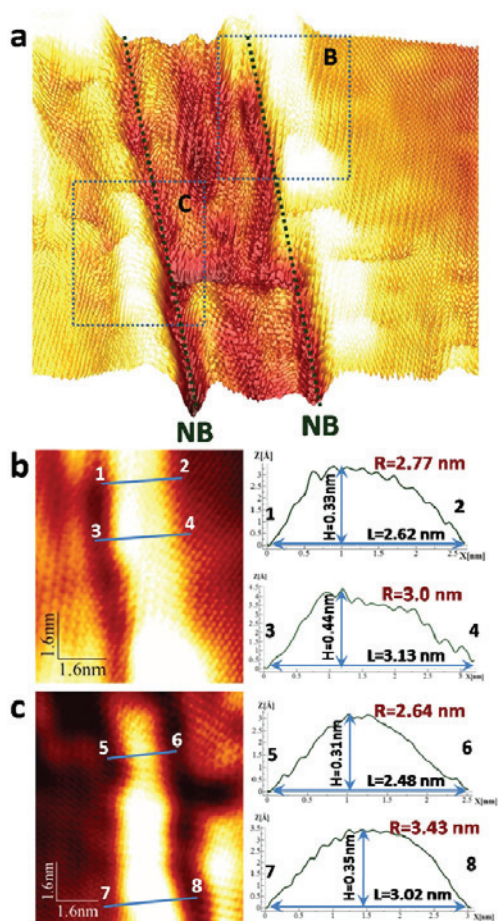


Рис. 1. (а) СТМ-изображение ($20 \times 22 \text{ nm}^2$) графена на SiC(001), содержащее две междоменные границы (NB). (b,c) СТМ-изображения границ с атомным разрешением и сечения изображений, демонстрирующие радиус закругления слоев графена (R), изогнутых вблизи границ [7].

О фрактальных структурах в пленках никеля и меди

Д.В. Иванов¹, А.С. Антонов¹, В.С. Мясниченко¹, М.С. Афанасьев², Н.Ю. Сдобняков¹

¹Тверской государственный университет, 170002 Тверь, Садовый пер., 35

²МИРЭА - Российский технологический университет, Фрязинский филиал Института радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова Российской академии наук, 141190, г. Фрязино Московской области, пл. Введенского 1

Для характеристики основного свойства фрактальных кластерных агрегатов – самоподобия их внутренней структуры, вводят в рассмотрение кластерную размерность D_c , определяемую из соотношения

$$N = (d/a)^{D_c} \quad (1)$$

Где N – число частиц в кластере (число мономеров), d – линейный размер, т.е. диаметр кластера (агрегата), a – размер частиц, из которых состоит кластер (средний размер мономера). Формула (1) отвечает частному случаю формулы [1]

$$N = \rho^* (d/a)^{D_c} \quad (2)$$

определяющей кластерную размерность D_c . Здесь ρ^* – безразмерный параметр, играющий роль приведенной плотности и называемый лакуарностью [2]. Проанализировав шероховатость поверхности с использованием программного продукта Scanning Probe Image Processor (SPIP) [3] нами были определены морфологические характеристики поверхности образца, а именно высотные параметры: среднее арифметическое из абсолютных значений отклонений профиля в пределах базовой длины S_a , среднеквадратичное отклонение S_q , сумма средних абсолютных значений высот пяти наибольших выступов профиля и глубин пяти наибольших впадин профиля в пределах базовой длины S_{10z} , поскольку именно они, в большей степени, имеют значение для изучения фрактальных свойств профиля и поверхности [4-6].

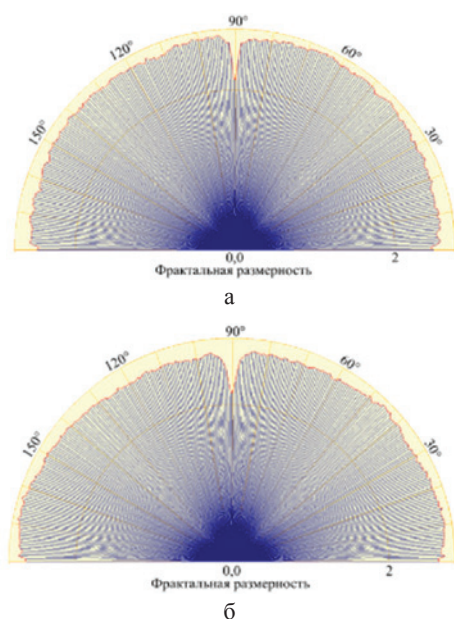


Рис. 1. Угловое распределение фрактальной размерности нанопокрывтия меди (а) и никеля (б) на слюде.

Кроме того, определено среднее значение фрактальной размерности для пленок никеля и меди на поверхности слюды в различных масштабах (см. данные Таблицы 1) и построена диаграмма углового распределения фрактальной размерности, полученная на основе анализа амплитудного спектра Фурье (см. рис. 1).

Таблица 1. Диапазон изменения морфологических характеристик пленок меди на слюде на исследованных масштабах

Граница диапазона	S_a , нм	S_q , нм	S_{10z} , нм	\bar{D}_c
минимальное значение	0,271	0,347	3,19	2,48
максимальное значение	0,381	0,475	3,42	2,61

Таблица 2. Диапазон изменения морфологических характеристик пленок никеля на слюде на исследованных масштабах

Граница диапазона	S_a , нм	S_q , нм	S_{10z} , нм	\bar{D}_c
минимальное значение	0,104	0,159	1,47	2,63
максимальное значение	0,269	0,374	0,38	2,71

Анализ данных, представленных в Таблицах 1 и 2, показывает, что наноразмерные пленки никеля образуют на поверхности слюды достаточно гладкое покрытие типа «плато», по сравнению с наноразмерными пленками меди. Аналогичный эффект наблюдался нами в [4, 7] для наноразмерных пленок золота и серебра соответственно.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (проекты №№ 18-03-00132, 18-38-00571-мол_а, 19-07-00271, 18-29-11029).

1. Е. Федер. Фракталы. М.: Мир, 1991. 260 с.
2. В.И. Ролдугин. Успехи химии, (2003), 72, 931-959.
3. <http://www.imagemet.com/WebHelp6/Default.htm>.
4. А.С. Антонов, Н.Ю. Сдобняков, Д.В. Иванов, К.Б. Подболотов. Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов, (2017), 9, 19-26.
5. А.С. Антонов. Морфологические характеристики и фрактальный анализ металлических пленок на диэлектрических поверхностях: дисс. ... канд. физ.-мат. наук. Тверь: Тверской государственный университет, 2018. 198 с.
6. А.С. Антонов, Н.Ю. Сдобняков, Д.В. Иванов и др. Химическая физика и мезоскопия, (2017), 3, 473-486.
7. А.С. Антонов, Д.В. Иванов, Н.Ю. Сдобняков, В.В. Кулагин. Мониторинг. Наука и технологии, (2016), 3 (28), 50-54.

Исследование селен- и серебросодержащих биоактивных наносистем методом АСМ

С.В. Валуева, М.Э. Вылегжанина

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт высокомолекулярных соединений РАН Санкт-Петербург, 199004, Большой пр. В.О., 31

Металлические наночастицы (НЧ) перспективны в биоаналитической электрохимии и биомедицине. Так, например, для НЧ нуль-валентного серебра (Ag^0) характерны сильно выраженные антимикробные свойства, причем степень антибактериального эффекта в значительной мере определяется размерами и формой НЧ [1]. В клинической медицине показана эффективность использования НЧ селена в нуль-валентной форме (Se^0) в комбинации с известными противоопухолевыми веществами [2]. Ввиду того, что биоактивные наносистемы (БН) обладают синергизмом свойств исходных компонентов, были синтезированы и изучены БН на основе НЧ Se^0 и Ag^0 и биосовместимых полимерных стабилизаторов (БПС) – Зостерина, метилцеллюлозы (МЦ) [3] и сополимера (СП) 2-деокси-2-метакриламидо-D-глюкозы и N,N-диметиламиноэтилметакрилата. Целью работы являлось определение морфологических и размерных характеристик селен- и серебросодержащих БН методами атомно-силовой (АСМ) и просвечивающей электронной (ПЭМ) микроскопии при массовом соотношении ν Se^0 :БПС и Ag^0 :БПС равном 0.1. Синтез НЧ Se^0 осуществлялся в результате реакции между селенистой и аскорбиновой кислотами в присутствии БПС: $\text{H}_2\text{SeO}_3 + 2\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6 \rightarrow \text{Se}^0 + 3\text{H}_2\text{O} + 2\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_6$ (рН 3.4–3.8); НЧ Ag^0 получали в результате реакции между нитратом серебра и боргидридом натрия: $\text{AgNO}_3 + \text{NaBH}_4 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Ag}^0 + \text{NaNO}_3 + \text{B(OH)}_3 + \text{H}_2 \uparrow$ (рН 10.6–10.8). В результате этих реакций были получены гидрофобные НЧ Se^0 (стабилизация НЧ Se^0 происходит преимущественно за счет взаимодействий НЧ с гидрофобными фрагментами БПС, т.е. реализуется стерический механизм стабилизации) и относительно гидрофильные НЧ Ag^0 (для серебросодержащих БН, которые в щелочной области рН заряжены, реализуется электростерический механизм стабилизации). Учитывая, что чем сильнее взаимодействие поверхностных атомов с адсорбированными на НЧ макромолекулами, тем меньше размер частиц, при котором образуется устойчивая в растворе система, были сопоставлены величины размерных характеристик ($R_{\text{АСМ}}$ и $R_{\text{ПЭМ}}$) для селен- и серебросодержащих БН. Анализ данных по размерным параметрам показал, что серебросодержащие БН имеют меньшие значения $R_{\text{АСМ}}$, чем селенсодержащие БН, что обусловлено большей степенью гидрофобности НЧ Se^0 по сравнению с НЧ Ag^0 (таблица 1). Важно так же отметить, что независимо от природы НЧ, более крупные наноструктуры (таблица 1) наблюдаются при использовании в качестве БПС СП, который имеет большую степень гидрофобности. Аналогичная тенденция наблюдается и для селен- и серебросодержащих нанокластеров (параметр $R_{\text{ПЭМ}}$).

Таблица 1. Размерные параметры ($R_{\text{АСМ}}$) для селен- и серебросодержащих БН, определенные методом АСМ.

БН	$R_{\text{АСМ}}$, нм
СП/ Se^0	100-130
СП/ Ag^0	65-85
Зостерин/ Se^0	70-80
Зостерин/ Ag^0	50-65
МЦ/ Se^0	80-100
МЦ/ Ag^0	60-80

Методом АСМ так же показано, что селенсодержащие наноструктуры для всех БПС имеют сферическую морфологию, а для серебросодержащих наноструктур тип морфологии зависит от природы выбранного БПС: для БН СП/ Ag^0 и МЦ/ Ag^0 наблюдается морфология сферы, а для БН Зостерин/ Ag^0 характерна морфология «гребнеобразных тяжей», «наполненных» сферическими наноструктурами (рис. 1).

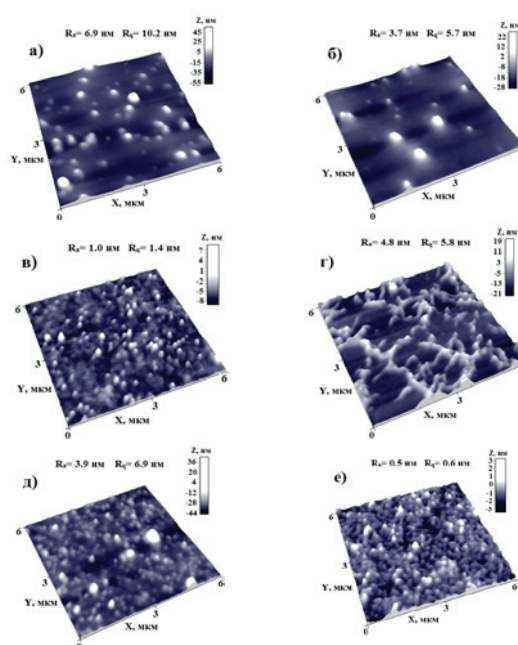


Рис. 1. АСМ-изображения поверхности пленок, полученных из водных растворов БН ($\nu=0.1$): СП/ Se^0 (а); СП/ Ag^0 (б); Зостерин/ Se^0 (в); Зостерин/ Ag^0 (г); МЦ/ Se^0 (д) и МЦ/ Ag^0 (е).

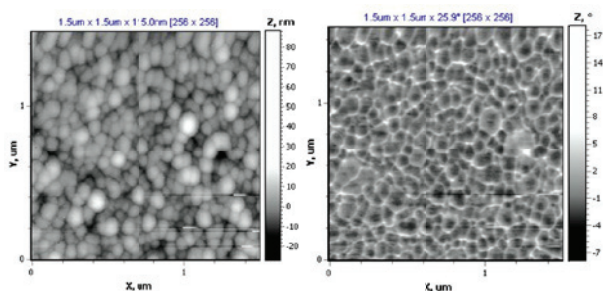
1. С.В. Валуева, М.Э. Вылегжанина, Т.Е. Суханова. Журн. физ. химии, 2018, 92(2), 298–305.
2. S.V. Valueva. Sciences of Europe, 2018, 1(32), 46-50.
3. С.В. Валуева, Л.Н. Боровикова, А.А. Кутин, А.В. Плющенко. Журн. физ. химии, 2019, 93(2), 269-277.

Морфологические особенности композиционных полиимидных пленок для первапорационных мембран

Г.Н. Губанова, М.Э. Вылегжанина

Институт высокомолекулярных соединений РАН, Санкт-Петербург, Большой пр. В.О., 199004

Органо-неорганические нанокомпозиты принадлежат к сравнительно новому классу высокотехнологичных полимеров, представляющих большой интерес как для академических исследований, так и для практического использования. Эффективным модификатором полимерных матриц наряду с наиболее часто используемыми углеродными наночастицами являются гидросиликатные наночастицы различной структуры и морфологии. Введение тубулярных гидросиликатных наночастиц-нанотрубок (НТ) состава $Mg_3Si_2O_5(OH)_4$ в матрицы термостойких полиамидов (ПАИ) привело к существенному повышению механических, термических и транспортных свойств материалов, предназначенных для первапорационных мембран [1]. В данной работе методом термогравиметрии показано, что хризотилловые НТ снижают скорость выделения остаточного растворителя и сдвигает начало выделения летучих продуктов в сторону более высоких температур. При этом сами НТ распределяются в блоке ПАИ матрицы без выхода на поверхность композиционной пленки, если их содержание не превышает 2 вес.%. Последнее обстоятельство позволило выявить подлинную глобулярную морфологию поверхности ПАИ на основе дикарбоксибензилфталимида с диаминобензойной кислотой (Рис. 1а), что не было возможным при высокой скорости выделения растворителя. Средний размер зерен-доменов составляет 25 нм. В режиме фазового контраста (Рис. 1б) выявлено также наличие остаточного растворителя, помимо молекулярных доменов ПАИ.

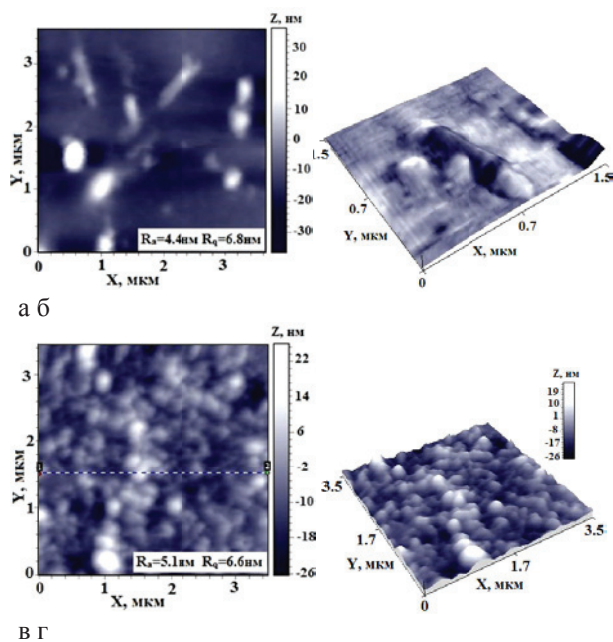


а б

Рис. 1. АСМ изображение свободной поверхности композиционной пленки ПАИ-НТ с 2% НТ: а - топография, б - фазовый контраст.

Известно, что характер распределения наночастиц в блоке полимерной матрицы существенно влияет на свойства композиционных наноматериалов. В данной работе исследовали также влияние термической модификации НТ $Mg_3Si_2O_5(OH)_4$ в условиях высоких температур, на структурно-морфологические свойства нанокомпозитов на ос-

нове ПАИ. Для допирования ПАИ помимо нативных использовались также гидросиликатные НТ, высушенные в токе инертного газа при комнатной температуре и обработанные термически при $400^\circ C$, что привело к снижению концентрации гидроксидов на поверхности НТ по сравнению с исходными НТ и позволило увеличить содержание НТ в композите до 5 вес%. На дифрактограммах данных композитов регистрируется только аморфное гало без рефлексов, характерных для хризотилловых НТ, что косвенно подтверждает равномерное распределение НТ в полимерной матрице и отсутствие значимых ассоциатов НТ. АСМ исследования подтвердили сохранение морфологических особенностей ПАИ, отсутствие термообработанных НТ на свободной поверхности композиционной пленки (Рис. 2 в, г). Выход единичных фрагментов НТ обнаружен методом АСМ на поверхности, прилегающей к стеклянной подложке (Рис. 1а, б).



в г

Рис. 2. АСМ изображение топографии (а, в) и 3D-изображения (б, г) свободной поверхности (в, г) и поверхности к стеклу композиционной пленки ПАИ-НТ с 5% НТ.

1. G.N. Gubanova, S.V. Kononova, S.V. Bronnikov, T.E.Sukhanova, E.N.Korytkova, D.Timpu, M.Cristea, V. Harabagiu. J. of Macromol. Sci., Part B., 2014, 53, 555-567.

Исследование влияния деформации на резистивные свойства углеродных нанотрубок методами атомно-силовой микроскопии

А.В. Гурьянов, М.В. Ильина, О.И. Ильин, О.А. Агеев

Южный Федеральный Университет, Институт Нанотехнологий, Электроники и Приборостроения
347922, Таганрог, Россия

Снижение энергопотребления запоминающих устройств мобильной электроники является одной из основных проблем в области формирования устройств хранения информации. Одним из известных решений является создание энергонезависимой памяти, что требует использования новых материалов и создания новых принципов работы устройств. Перспективным материалом являются углеродные нанотрубки (УНТ), проявляющие флексо- и пьезоэлектрические свойства [1]. Благодаря этим свойствам у УНТ можно наблюдать мемристорный эффект – переход УНТ из низкоомного состояния в высокоомное под действием внешнего электрического поля [2]. Данный эффект можно использовать для формирования энергонезависимого запоминающего устройства на основе углеродных нанотрубок.

Целью данной работы является экспериментальное исследование влияния деформации УНТ на их резистивные свойства методами атомно-силовой спектроскопии.

В качестве исследуемого образца использовался массив вертикально ориентированных углеродных нанотрубок (ВОУНТ), выращенный методом PECVD на TiN подложке. Параметры исследуемых нанотрубок определялись с помощью растрового электронного микроскопа Nova Nanolab 600 и составили: диаметр 43 ± 7 нм, длина 1400 ± 200 нм, плотность 128 мкм^{-2} .

Исследование проводилось методами атомно-силовой микроскопии (АСМ) с использованием зондовой нанолaborатории INTEGRA (NT-MDT, Россия). Предварительное сканирование массива приводило к образованию пучков ВОУНТ под действием сил Ван-дер-Ваальса, что являлось источником исходной механической деформации в нанотрубках. Вольтамперные характеристики (ВАХ) измерялись методом токовой спектроскопии АСМ при приложении внешнего напряжения 3В между зондом АСМ и пучком ВОУНТ. Исследование влияния деформации на резистивные свойства УНТ проводилось при значениях силы прижима АСМ зонда к пучку ВОУНТ 1,75; 3,25 и 6,25 нН. ВАХ, полученные при данных значениях силы прижима зонда к пучку ВОУНТ, представлены на Рисунке 1.

Анализ полученных результатов показал, что соотношение сопротивлений высокоомного и низкоомного состояний (RHR/RLR) при силе 1,75 нН составляло 9, при силе 3,25 нН RHR/RLR = 11, при силе 6,25 нН RHR/RLR = 28. Таким образом, при увеличе-

нии силы прижима наблюдалось увеличение соотношения RHR/RLR = 11, что связано с увеличением величины деформации нанотрубок и, как следствие, увеличением внутреннего электрического поля [1].

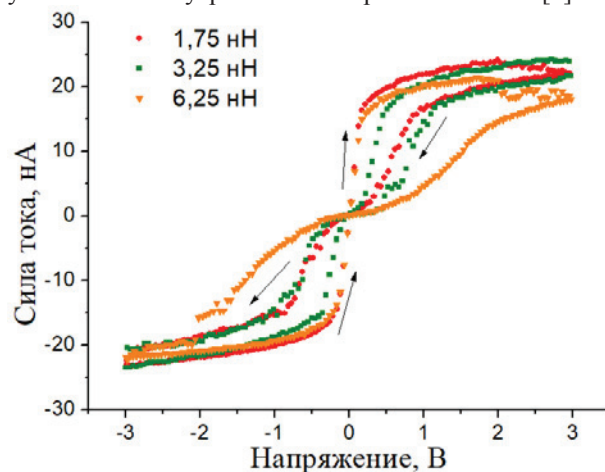


Рис. 1. Вольтамперные характеристики пучка ВОУНТ, полученные при напряжении 3В и давлении зонда АСМ на пучок 1,75; 3,25; 6,25 нН.

Таким образом, в данной работе было проведено экспериментальное исследование влияния деформации УНТ на их резистивные свойства методами атомно-силовой спектроскопии. Было показано, что с увеличением деформации УНТ возрастает отношение сопротивлений УНТ между высокоомным и низкоомными состояниями.

Полученные результаты могут быть использованы для создания энергонезависимых запоминающих устройств на основе вертикально ориентированных углеродных нанотрубок. Результаты получены с использованием оборудования Научно-Образовательного Центра и Центра Коллективного Пользования «Нанотехнологии» Южного федерального университета.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 16-29-14023 офи_м) и внутренне-го гранта ЮФУ (№ ВнГр-07/2017-26).

1. M.V. Il'ina, O.I. Il'in, Yu.F. Blinov, V.A. Smirnov, A.S. Kolomiitsev, A.A. Fedotov, B.G. Konoplev and O.A. Ageev. *J. Carbon*, 2017, 123, 514–524.

2. M.V. Il'ina, O.I. Il'in, Y.F. Blinov, A.A. Konshin, B.G. Konoplev, O.A. Ageev. *J. Materials*, 2018, 11, 638

Влияние отжига на структуру нанотрубчатого оксида титана

А.Н. Кокатев¹, К.В. Степанова¹, Н.М. Яковлева¹, Х. Петтерсен²

¹ФГБОУ ВО «Петрозаводский государственный университет» г. Петрозаводск, Россия, 185910, пр. Ленина, 33

²Университет г. Хальмитад, Швеция

Нанотрубчатый анодный оксид титана (НТАОТ) вызывает большой интерес не только благодаря уникальному самоорганизованному строению с потенциальной возможностью управления размерными параметрами (прежде всего, длиной и диаметром нанотрубок), но и широкому спектру применений, в частности, в газовых сенсорах, солнечных элементах и фотокаталитических устройствах [1,2].

Термообработка нанотрубчатых анодных оксидов титана на воздухе, приводит к образованию анатаза или рутила (кристаллических модификаций диоксида титана) в зависимости от температуры отжига [3]. Сравнительным исследованием влияния термообработки на воздухе и в вакууме (до 10^{-4} мм.рт.ст.) на структуру и фазовый состав НТАОТ было выявлено, что в ходе отжига на воздухе при 1093 К ($t=30$ мин) поверхность образца изменяет цвет с светлокоричневого на голубовато-серый, а после вакуумного (10^{-4} мм рт.ст.) отжига образцы приобретали черный цвет [3]. В ходе изучения влияния отжига в вакууме на структуру АОТ, полученных в органическом фторсодержащем электролите на основе $C_2O_2H_6$ с добавлением NH_4F , определены условия, при которых происходит преобразование нанотрубчатой структуры АОТ в совокупность наночастиц анатаза с размерами не превышающих 500 нм [3].

Целью данной работы являлось изучение влияния отжига в вакууме на структуру нанотрубчатых анодных оксидов титана, сформированных в органическом фторсодержащем электролите с использованием метода атомно-силовой микроскопии (АСМ).

Объектами исследования являлись анодные оксидные пленки (АОП), полученные анодированием механически полированного титана марки ВТ-1.0. Образцы анодировались при комнатной температуре в электролите $C_2O_2H_6 + 0.25\% NH_4F$ при напряжении $U_a = 60$ В в течение 6 часов. В процессе роста оксидной пленки регистрировались зависимости $j_a(t)$ с помощью электронного самописца ЭРБИЙ-7115, сопряженного с компьютером. Морфология поверхности АОП исследовалась методом АСМ на СЗМ «Солвер некст» в полуконтактном режиме с применением высококоразрешающих зондов марки NSG10 DLC. Область сканирования изменялась от 2 до 100 μm^2 . Качественная обработка и количественный анализ АСМ изображений проводился с помощью программного обеспечения Image analysis P9.

АСМ исследования показали, что при анодировании титана ($U_a=60$ В, $t=6$ ч) во фторсодержащем безводном электролите формируется трубчатая структура оксида, характеризующаяся следующими размерными параметрами: внешний диаметр трубок $d_{\text{вн.}} = (60-100)$ нм, внутренний — $d_{\text{вн.}} = (50-70)$ нм, толщина стенок — $l_{\text{ст.}} = (16 \pm 5)$ нм. Необходимо отметить также наличие дефектного слоя на поверхности нанотрубчатого слоя, присутствие которого характерно

для анодирования Ti в безводных органических электролитах [3]. При изучении мезоструктуры отделенных от подложки АОТ со стороны барьерного слоя установлено, что размеры ячеек составляют — $D_{\text{яч.}} = (70-120)$ нм.

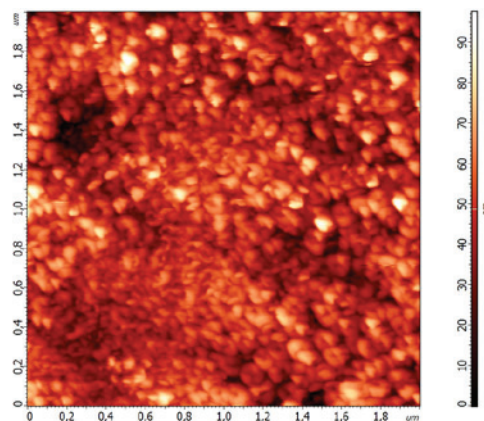


Рис.1. АСМ изображение поверхности трубчатого слоя НТАОТ после отжига в вакууме.

На следующем этапе работы для выявления влияния термического воздействия на структуру анодированных в безводном фторсодержащем электролите образцов титана был выполнен отжиг сформированных НТАОТ в вакууме (10^{-4} мм рт.ст.) при $T=1093$ К в течение 30 мин. После отжига наблюдалось изменение цвета образцов от светлокоричневого до черного. Оценка толщины термообработанного оксида показала, что она практически не изменилась: $\delta = (14.9 \pm 0.7)$ μm . Из АСМ-изображений поверхности трубчатого слоя отожженного анодного TiO_2 . (рис. 1) можно сделать вывод, что в результате вакуумного отжига НТАОТ наблюдается сохранение нанотрубчатого строения и размерных параметров трубок. Однако, наблюдаются участки, где поверхность образца становится крайне неоднородной, фиксируются скопления наночастиц (зерен) размером (80 ± 10) нм. Данные области, по всей видимости, представляют собой остатки дефектного поверхностного слоя, претерпевшего кристаллизацию в результате отжига.

Таким образом, впервые с применением метода АСМ показано, что в результате вакуумного отжига НТАОТ наблюдается сохранение нанотрубчатого строения анодного оксида титана, сформированного в органическом электролите в течение 6 часов.

1. J.M. Macak, H. Tsuchiya, A. Ghicov, K. Yasuda, R. Hahn, S. Bauer, P. Schmuki, Solid State and Materials Science, (2007), 11, 3–18.

2. Н.М. Яковлева, А.Н. Кокатев, К.В. Степанова, А.Н. Яковлев, Е.А. Чупахина, А.М. Шульга, С.Г. Васильев, Конденсированные среды и межфазные границы, (2016), 18 (1). 6–27.

Криохимический синтез и исследование морфологии поверхности полимерных нанокомпозитов ППК–PbS, ППК–CdS и ППК–S

Е.П. Криничная¹, О.П. Иванова¹, С.А. Завьялов², Т.С. Журавлева¹

¹ ФГБУН Институт биохимической физики им. Н.М. Эмануэля РАН, 119334, г. Москва, Россия, Косыгина 4

² ФГБУН Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», 123182, Москва, пл. Академика Курчатова, 1

Методом твердофазного криохимического синтеза были получены тонкопленочные полимерные нанокомпозиты на основе матрицы из поли-*n*-ксилилена (ППК) и наночастиц сульфида свинца, сульфида кадмия и серы на кремниевых подложках и изучено влияние концентрации наночастиц, введенных в полимерную матрицу, на морфологию и структуру приповерхностного слоя пленок.

Нанокомпозитные поли-*n*-ксилиленовые пленки ППК–PbS, ППК–CdS и ППК–S (толщиной ~0.5 мкм) синтезировали совместной конденсацией паров мономера (*n*-ксилилена) и паров PbS, CdS и S на охлаждаемые кремниевые подложки (77К) с последующей полимеризацией соконденсата при разогреве до комнатной температуры в специальной вакуумной аппаратуре, описанной в [1]. Пары PbS, CdS и S получали с использованием термического испарения, а пары мономера – пиролизом [2,2]парациклофана при температуре 600⁰ С. Концентрация наночастиц PbS и CdS в композитных пленках составляла 2 ÷ 50 об. %.

Морфологию поверхности нанокомпозитных пленок ППК–PbS, ППК–CdS и ППК–S исследовали методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) на сканирующем микроскопе СММ-2000 (Россия) в контактном режиме сканирования с использованием зонда из нитрида кремния марки MSCT-AUHW фирмы VEECO (США). Обработку АСМ-данных проводили в программе Scan Master, прилагаемой к микроскопу. На АСМ изображениях пленок ППК–PbS, ППК–CdS и ППК–S (Рис. 1) наблюдается глобулярная морфология. Из анализа АСМ-изображений следует, что с увеличением процентного содержания наночастиц наполнителя происходит изменение структуры поверхности (меняется размер глобул матрицы, Rq и характер распределения глобул матрицы по размерам).

Наблюдаемые изменения рельефа поверхности в АСМ-изображениях полимерных нанокомпозитов ППК–PbS, ППК–CdS и ППК–S коррелируют с изменениями в ИК-спектрах, ранее представленными нами в работе [3]. В области 500 ÷ 1000 см⁻¹ наблюдался сдвиг полосы внеплоскостных деформационных колебаний С-Н связей ароматического кольца и изменение интенсивностей характеристических полос матрицы ППК для всех образцов с увеличением концентрации наполнителя. ИК-спектры нанокомпозитов ППК–PbS, ППК–CdS и ППК–S указывают на изменения, происходящие в матрице, и появление новых соединений, обусловленных присутствием наночастиц.

Таким образом, в результате проведенных исследований нанокомпозитных пленок ППК–PbS, ППК–

CdS и ППК–S изучена топография, получены данные о величине среднеквадратичной шероховатости поверхности (Rq), размере глобул и характере их распределения по поверхности пленок, выявлены особенности морфологических и структурных изменений поверхности от концентрации наночастиц, которые свидетельствуют о перестройке полимерной матрицы нанокомпозитов ППК–PbS, ППК–CdS и ППК–S. Показано, что введение наночастиц PbS, CdS и S в полимерную матрицу ППК вызывает значительные изменения в морфологии поверхности, что свидетельствует о появлении упорядоченности в структуре поли-*n*-ксилиленовых пленок при их синтезе. Обсуждается механизм полимеризации и процесса формирования наноструктурированных пленок ППК–PbS, ППК–CdS и ППК–S.

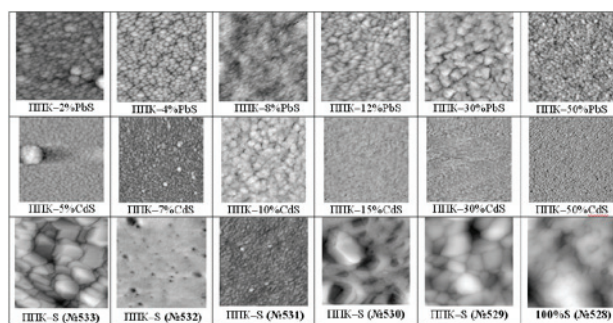


Рис. 1. Изображения АСМ (СММ-2000) полимерных нанокомпозитов ППК–PbS, ППК–CdS и ППК–S, полученных криохимическим синтезом на кремниевых подложках (концентрация указана в об. %). Содержание серы уменьшалось с увеличением порядкового номера: $C_{528} > C_{529} > C_{530} > C_{531} > C_{532} > C_{533}$. Область сканирования 5x5 мкм.

Полученные результаты представляют интерес для целенаправленного модифицирования поверхности тонкопленочных нанокомпозитов ППК–PbS, ППК–CdS и ППК–S и дальнейшего исследования их структурных и оптических свойств.

1. Е.П. Криничная, О.П. Иванова, С.А. Завьялов, Е.И. Григорьев, Т.С. Журавлева. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2012, 1, 28-36.

2. Т.С. Журавлева, О.П. Иванова, Е.П. Криничная, И.А. Мисуркин, С.В. Титов, С.А. Завьялов, Е.И. Григорьев. // Химическая Физика, 2011, 30 (8), 75-82.

3. О.П. Иванова, Е.П. Криничная, П.В. Морозов, А.А. Пирязев, С.А. Завьялов, Т.С. Журавлева. // XXX Симпозиум «Современная химическая физика», г. Туапсе, Сборник тезисов, 2018, 199.

Исследование поверхности наноструктурированных пленок дисульфида молибдена, интеркалированного органическими и неорганическими соединениями

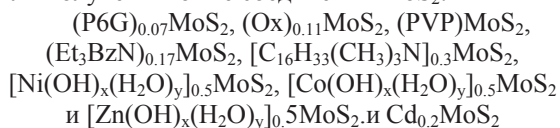
Е.П. Криничная¹, О.П. Иванова¹, А.С. Голубь², Н.Д. Лененко², Т.С. Журавлева¹

¹ ФГБУН Институт биохимической физики им. Н.М. Эмануэля РАН, 119334, г. Москва, Косыгина, 4

² ФГБУН Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова РАН, 119991, г. Москва, ул. Вавилова, 28

Наноструктурированные гетерослоистые соединения на основе дисульфида молибдена представляют интерес для создания высокоэффективных устройств в области нанoeлектроники и электрокатализа. Ранее в [1,2] нами были изучены структурные, спектральные и фотоэлектрические свойства наноструктурированных пленок неинтеркалированного MoS₂.

В настоящей работе было проведено исследование морфологии и структуры поверхности тонких нанокондитных пленок на основе интеркалированного дисульфида молибдена. Для синтеза гетерослоистых соединений MoS₂ использовали монослоевое диспергирование [3]. В результате совместной упаковки из жидкой среды отрицательно заряженных монослоев MoS₂ и гостевых слоев органических катионов (родамин R6G, оксазин 1, поливинилпирролидон, триэтилбензиламмоний, гексадецилтриметиламмоний), гидроксокомплексов Co, Ni, Zn и CdS были получены новые соединения MoS₂:



Сформировавшиеся частицы нанодисперсного материала выделяли, промывали, суспендировали в ацетонитриле и наносили на подложки из кварца в виде пленок методом послойного полива. Толщина пленок составляла 0.30 ÷ 0.52 мкм. Методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) исследована морфология и особенности структуры рельефа поверхности пленок интеркалированного MoS₂ на сканирующем микроскопе СММ-2000 (Россия) в контактном режиме сканирования с использованием зонда из нитрида кремния марки MSCT-AUNW фирмы VEECO (США). На микрофотографиях (Рис. 1) показаны АСМ-изображения поверхности изученных пленок MoS₂, на которых видны достаточно плотные «упаковки» ступенчато-слоистых структур, произвольно ориентированных по отношению к плоскости подложки. Расположенные на поверхности структурные элементы – нанокристаллиты – имеют четкую огранку и отличаются друг от друга размерами. В зависимости от природы интеркалата (гостевого слоя) наблюдается неоднородность структурных изменений поверхности, которую можно объяснить зависимостью особенностей процесса образования поликристаллических структур при формировании пленки на подложке. Поверхности пленок MoS₂, [Ni(OH)_x(H₂O)_y]_{0.5}MoS₂, [Co(OH)_x(H₂O)_y]_{0.5}MoS₂ и [Zn(OH)_x(H₂O)_y]_{0.5}MoS₂ (Рис. 1, верхний ряд) имеют более развитый микрорельеф поверхности по сравнению с пленками MoS₂, в которых в качестве гостевых слоев использовались органические катионы

(Рис. 1, нижний ряд): (P6G)_{0.07}MoS₂, (Ox)_{0.11}MoS₂, (PVP)MoS₂, (Et₃BzN)_{0.17}MoS₂ и [C₁₆H₃₃(CH₃)₃N]_{0.3}MoS₂. Следует отметить, что в отличие от неинтеркалированного MoS₂ на поверхности пленок [Ni(OH)_x(H₂O)_y]_{0.5}MoS₂, [Co(OH)_x(H₂O)_y]_{0.5}MoS₂ и [Zn(OH)_x(H₂O)_y]_{0.5}MoS₂ наблюдается укрупнение частиц из нанокристаллических образований. На основании АСМ данных были проведены расчеты с помощью специальной программы Scan Master, позволившие получить и проанализировать распределение наблюдаемых на поверхности нанокристаллитов по размерам и оценить величину среднеквадратичной шероховатости в изученных соединениях интеркалированного MoS₂. Как следует из полученных экспериментальных данных, механизм формирования нанокристаллических пленок в целом аналогичен предложенному нами ранее для пленок неинтеркалированного MoS₂ [1].

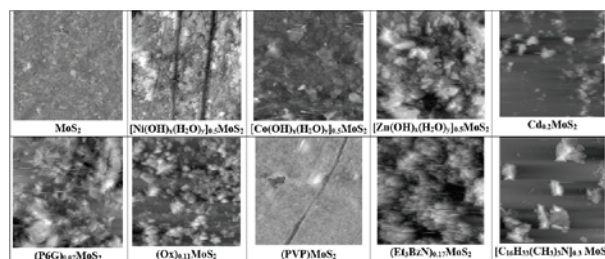


Рис. 1. Изображения АСМ (СММ-2000) нанокристаллических пленок интеркалированного MoS₂ (толщина 0.3 ÷ 0.5 мкм), полученных методом монослоевого диспергирования на подложках из оптического кварца [3]. Область сканирования 14x14 мкм.

Таким образом, в результате проведенных исследований новых нанокристаллических пленок интеркалированного MoS₂ выявлены закономерности их сборки, а также изменение морфологии поверхности (степень кристалличности) в зависимости от природы интеркалата, что дает возможность направленно модифицировать характеристики поверхности. Показано, что элементами структурной организации поверхности пленок интеркалированного MoS₂ являются нанокристаллиты.

Результаты, представленные в данной работе, представляют интерес для синтеза и изучения новых органо-неорганических наноматериалов на основе MoS₂.

1. Е.П. Криничная, О.П. Иванова, Т.С. Журавлева, Н.Д. Лененко, А.С. Голубь, Ю.Н. Новиков. Российские нанотехнологии, 2010, 5, №3–4, 24–28.

2. Т.С. Журавлева, Е.П. Криничная, О.П. Иванова, И.В. Клименко, А.С. Голубь, Н.Д. Лененко, И.А. Мисуркин, С.В. Титов. Thin Solid Films, 2012, 520, 3125–3130.

3. А.С. Голубь, Я.В. Зубавичус, Ю.Л. Словохотов, Ю.Н. Новиков. Успехи химии, 2003, 72, 2, 138.

Особенности морфологии и структуры тонких пленок кремния

А.В. Новак^{1,2}, В.Р. Новак³, Д.И. Смирнов¹, А.В. Румянцев¹

¹ Национальный исследовательский университет «МИЭТ», г. Зеленоград, Россия

² АО «Ангстрем», г. Зеленоград, Россия

³ ИТ-МДТ, г. Зеленоград, Россия

Тонкие пленки кремния (a-Si, poly-Si и HSG-Si), получаемые на основе метода химического осаждения из газовой фазы (CVD) широко используются в микроэлектронике, в том числе в различных трехмерных полупроводниковых структурах, например для вертикальных транзисторов (V-NAND flash-память) [1], щелевых конденсаторов для DRAM-памяти [2-4].

Известно, что неоднородность толщины, шероховатость поверхности и структура осажденных слоев кремния оказывает существенное влияние на электрофизические характеристики приборов, особенно с уменьшением толщины слоев, обусловленной необходимостью миниатюризации тонкопленочных устройств. Ранее изучению морфологии и структуры пленок кремния было посвящено довольно значительное количество работ, однако в основном изучались довольно «толстые» пленки, имеющие толщины более 50-100 нм [4].

В данной работе изучается морфология и структура тонких пленок кремния, имеющих среднюю толщину d менее 50 нм, полученных методом химического парового осаждения при низком давлении (LPCVD) при температурах осаждения T_d , соответственно $\approx 550^\circ\text{C}$ и $\approx 580^\circ\text{C}$.

Найдено, что при толщинах менее 40 нм, LPCVD пленки Si, осаждаемые при $T_d \approx 550^\circ\text{C}$, при которой обычно получают пленки аморфного Si, происходит образование пленок, имеющих морфологию и структуру характерную для пленок HSG-Si, которые получают при T_d около 580°C . На Рис.1а,б показаны АСМ-изображения для пленки Si толщиной ≈ 20 нм, осажденной при 550°C и пленки HSG-Si толщиной $d \approx 30$ нм, полученной при $T_d \approx 580^\circ\text{C}$. Параметры шероховатости поверхности пленки Si, $d \approx 20$ нм, осажденной при 550°C (среднеквадратичная шероховатость $S_q \approx 11.4$ нм, максимальная высота рельефа $S_z \approx 55$ нм, корреляционная длина $S_{al} \approx 21$ нм) практически совпадают с аналогичными параметрами для HSG-Si пленок с толщинами 30-40 нм [3]. Дифрактограммы этих двух образцов практически идентичны, везде наблюдается широкий пик Si(311) от наноразмерных кристаллитов кремния. Зерна, из которых образована HSG-Si пленка, преимущественно имеют ориентацию (311).

Найдено, что пленки Si, осаждаемые при $T_d \approx 550^\circ\text{C}$, при толщинах более 40 нм являются

аморфными и имеют гладкую поверхность. На Рис.1в показано АСМ-изображение пленки кремния, осажденной при 550°C с толщиной 40 нм имеющей небольшую шероховатость поверхности ($S_q \approx 1.2$ нм, $S_z \approx 11$ нм). Измерение данного образца на дифрактометре и просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) показало, что структура пленки является в основном аморфной.

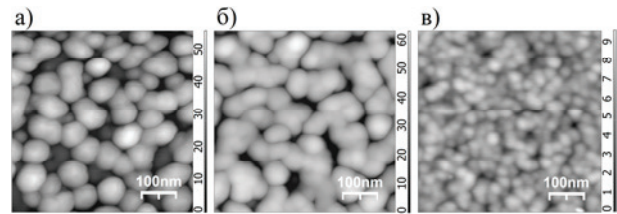


Рис. 1. АСМ-изображения: а) пленки Si, осажденной при 550°C и средней толщиной $d \approx 20$ нм; б) HSG-Si, осажденной при 580°C и $d \approx 30$ нм; в) пленки, осажденной при 550°C и $d \approx 40$ нм.

Найдено, что при получении LPCVD пленок кремния при температуре осаждения 550°C для толщин 40 нм и более происходит образование аморфных пленок, имеющих сравнительно гладкую поверхность, а для толщин менее 40 нм происходит образование поликристаллических пленок, а именно HSG-Si (поликристаллической пленки с полусферическими зернами), с большой шероховатостью поверхности.

Найдено, что в процессе LPCVD формирования пленок кремния температурный интервал, в котором происходит образование зернообразных пленок HSG-Si, смещается в сторону более низких температур с уменьшением средней толщины пленки и, соответственно, с уменьшением материала, из которого происходит рост зерен.

1. Bo Wang, Bin Gao, Huaqiang Wu, He Qian. Microelectronic Engineering, 2018, 192, 66-69.

2. H.J. Yang, S. K. Hee, J. K. Seong. Materials Science in Semiconductor Processing, 2002, 5, 497-503.

3. А.В. Новак, В.Р. Новак. Письма в ЖТФ, 2014, том 40, выпуск 13, 18-26.

4. А.В. Новак, В.Р. Новак, Д.И. Смирнов. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2017, 10, 18-25.

Параметры локального оксидирования зондовыми методами слоистого полупроводникового кристалла GaSe.

Р. А. Ибрагимов, А. А. Сафарзаде

Национальная Академия Авиации Азербайджан НИИ ТАКП, AZ1045 Азербайджан, Баку Мардаканский пр. 30.

Проведены исследования по созданию локальных оксидных наноструктур (ОНС) на поверхности кристаллов слоистого полупроводника GaSe методом «атомно-силовой микроскопии+ ток». Как известно, слоистый полупроводниковый кристалл GaSe является хрупким, и обладает малой скоростью естественного окисления. Первый из указанных факторов воспрепятствует использованию этих кристаллов в микроэлектронике, а второй способствует для использования его в процессе локального анодного окисления (ЛАО) методами зондовой микроскопии с целью создания на поверхности наноксидных элементов (НОЭ).

Относительная влажность (R_H) является одним из основных параметров процесса ЛАО определяющим концентрацию молекул воды в воздухе. Повышение относительной влажности привело к увеличению толщины плёнки диоксида галлия (Ga_2O_3), что связано с увеличением концентрации молекул воды в атмосфере. При нормальных условиях процесс ЛАО происходит из паров воды, адсорбированных на поверхности подложки. При увеличении R_H высота h окисленных полос ВДВ-поверхности возросла примерно на 60%, что вызвано тем, что при увеличении R_H водяной мостик под зондом атомно-силового микроскопа вытягивается больше, увеличивая его высотную характеристику. Такая зависимость может быть использована для создания более рельефных рисунков (рис.1).

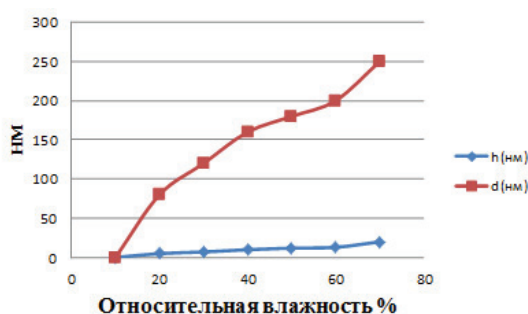


Рис. 1. Зависимости геометрических размеров ОНС латерального- d (квадраты) и высоты h (ромбики) от относительной влажности воздуха R_H для ВДВ-поверхности беспримесного GaSe

ЛАО изучалось при различной влажности (R_H) окружающего воздуха. Эксперименты проводились на поверхности размером $5 \times 5 \text{ мкм}^2$ при скорости сканирования $V_{ox} \approx 3 \text{ мкм/с}$ и напряжении зонд-плёнка $V \approx -5 \text{ В}$. Влажность изменялась от значений $R_H \approx 20\%$ до $R_H \approx 70\%$. Было обнаружено, что при относительной влажности воздуха менее 20% окисление не происходит. При увеличении влажности размеры оксидных полос увеличивались

(рис.1). Все это свидетельствует о целесообразности увеличения влажности воздуха для получения большего параметра высоты h окисной плёнки и для реализации ЛАО с регулируемой разрешающей способностью. Ещё один интересный полученный результат - при особо высокой относительной влажности (>70%) получены удлинённые формы структуры оксида (см. рис.2).

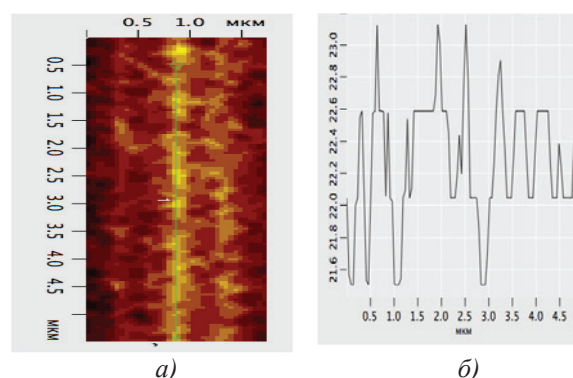


Рис. 2. Двухформенные конструкции оксида Ga_2O_3 полученных при высоких значениях относительной влажности R_H : а) - 2D изображение наращенного ЛАО; б) - профилограмма наращенного НОЭ вдоль зеленой линии 1 из рис.2а)

В условиях средней относительной влажности (30% ... 50%), были получены оксидные структуры простой куполообразной формой похожие на структуры “гауссово” профиля. Это, видимо, обусловлено ионной диффузией через приповерхностный слой влаги после того как насыщается пространственный заряд и происходит наращивание роста оксида в области сердцевины потока ионов под зондом. Ионный поток отклоняется пространственным зарядом, но может мигрировать горизонтально через слой приповерхностных вод, который больше для более высокой влажности. Двухформенные НОЭ получены, из-за более сильного вытягивания наконечником зонда атомно-силового микроскопа мениска воды при увеличении влажности. Происходит большая смачиваемость поверхности и игла имеет возможность вытягивать каплю воды на более отдалённое расстояние от оксидируемой поверхности, под действием того же приложенного напряжения. Конечно двухформенность оксидных элементов, как видно из рис. 2, не постоянная конфигурация оксидных элементов при повышенной влажности. Это объясняется наличием множества факторов влияющих на параметры процесса локального оксидирования методами зондовой микроскопии и в большей степени влиянием уровня влажности.

О механизмах формирования фрактальных структур в металлических пленках на диэлектрических подложках

Н.Ю. Сдобняков¹, Д.В. Иванов¹, А.С. Антонов¹, В.С. Мясниченко¹, М.С. Афанасьев², С.С. Богданов¹

¹Тверской государственный университет, 170002 Тверь, Садовый пер., 35

²МИРЭА - Российский технологический университет, Фрязинский филиал Института радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова Российской академии наук, 141190, г. Фрязино Московской области, пл. Введенского 1

Согласно [1, 2] предлагается считать, что параметр фрактальной размерности может и должен использоваться в качестве эффективной характеристики развитости микро- и наноструктуры шероховатой поверхности, а величина фрактальной размерности эквивалентно заменяет целый комплекс амплитудных и шаговых характеристик шероховатости поверхности. Известно, что существуют два основных механизма роста пленок: образование изолированных трехмерных островков (механизм Фольмера-Вебера) и послыйный рост. В последнем механизме часто выделяют две моды: двухмерный рост слоя (механизм Франка и ван-дер-Мерве) и рост тонкого слоя с последующим появлением на нем трехмерных зародышей (механизм Странского-Крыстанова). Комбинируя методики подготовки наноразмерных пленок, внешние факторы (температура подложки, внешнее давление, наличие последующей химической обработки и т.д.) можно создать технологию «выращивания» структур с заданной морфологией поверхности, а также структур, обладающих определенными физическими свойствами, в частности проводимостью. Важной особенностью является факт воспроизводимости результатов в зафиксированных условиях (метод подготовки пленки, внешние факторы, выбранный металл) и наличия специфических особенностей при описании фрактальных свойств наноразмерных пленок.

В нашей работе исследования проводились на нанотехнологическом комплексе «УМКА-02G». Пленки из никеля и меди формировались на подложке из слюды методом электронно-лучевого напыления на установке A700QE/DI12000. Величина вакуума в процессе напыления составляла 10^{-6} мбар. Скорость напыления $2,0 \pm 0,2 \text{ \AA}/\text{с}$. Размер подложки 40×40 мм. Толщина получаемых пленок 65 нм с погрешностью ± 2 нм. Температура подложки в процессе напыления $70 \text{ }^\circ\text{C}$. В камере установлены шесть ИК-нагревателей, которые перед началом напыления нагревают подложки для улучшения адгезионных свойств поверхности. Также в камере установлен кварцевый осциллятор, который в режиме реального времени контролирует скорость напыления с ангстремной точностью.

Для исследования морфологических и фрактальных характеристик металлических пленок в качестве подложек мы использовали ювенильную поверхность слюды. Ювенильная поверхность слюды создает одинаковые условия для всей поверхности наноразмерной металлической пленки в части появления активных центров формирования фрактальных структур. Вместе с тем не вызывает сомнений, что механизм образования фрактальных структур, в

том числе, механизм ассоциации будет существенно зависеть от состояния поверхности диэлектрической подложки: морфологии рельефа (шероховатость поверхности, наличия дефектов), а также ее температуры или скорости ее изменения.

Анализ типологии шероховатости поверхности с использованием программного продукта Scanning Probe Image Processor [3], определение морфологических характеристик поверхности образца, а именно высотных параметров позволяет предположить, что образование пленок с фрактальной структурой осуществляется не классическим способом эпитаксиального роста и гетерогенной нуклеации (см. рис. 1). При этом в [4] было отмечено при моделировании эпитаксиального роста субмикронных островковых пленок характерно проявление механизма Фольмера-Вебера.

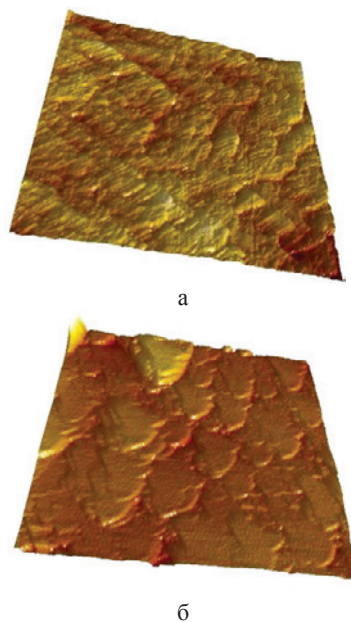


Рис. 1. 3D изображение нанопокрyтия пленки меди $498 \times 498 \text{ нм}^2$ (а) и никеля $636 \times 636 \text{ нм}^2$ (б).

Работа выполнена при поддержке РФФИ (проекты №№ 18-03-00132, 18-38-00571-мол_а, 19-07-00271, 18-29-11029).

1. Г.С. Иванов, Ю.В. Брылкин. Геометрия и графика, (2016), 4, 4-11.
2. Ю.В. Брылкин, А.Л. Кусов, А.В. Флоров. Известия Кабардино-Балкарского государственного университета, (2014), IV, 86-89.
3. <http://www.imagemet.com/WebHelp6/Default.htm>
4. А.Г. Бембель, В.М. Самсонов, М.Ю. Пушкарь // Известия РАН. Серия Физическая, (2009), 73, 1182-1184.

Методы зондовой микроскопии в изучении морфологии и магнитных свойств нанопроволок

Д.А. Черкасов¹, Д.А. Бизяев³, Д.В. Панов^{2,1}, И.М. Долуденко^{2,1},
Д.Л. Загорский¹, А.А. Бухараев³, А.В. Анкудинов⁴

¹ ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Ленинский проспект 59, 119333

² Национальный исследовательский университет «Высшая школа экономики», Москва, Мясницкая 20, 101000

³ Казанский физико-технический институт им. Е.К. Завойского ФИЦ КазНЦ РАН, Казань, сибирский тракт 10/7, 420029

⁴ Физико-технический институт им. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Политехническая 26, 194021

Металлические нанопроволоки (НП) из металлов группы железа являются перспективными магнитными материалами. Они представляют, как научный (особенности магнетизма в наноразмерных системах), так и практический интерес (создание микромагнитных устройств, сенсоров и т.п.). Известны несколько способов изучения их магнитного состояния. Классическая магнитометрия дает основные магнитные параметры (прежде всего, через оценку петель гистерезиса) интегрально, для образца из массива нанопроволок. Мёсбауэровская спектроскопия (для железосодержащих материалов) также характеризует магнитное состояние совокупности НП (через оценку поля на ядре) Третий метод - магнитно-силовая микроскопия (МСМ) позволяет оценить состояние намагниченности на локальном уровне, как ансамбля (взаимодействующих между собой или нет) НП, так и единичной НП. В настоящей работе массивы НП были получены методом матричного синтеза на основе трековых мембран. Использовались мембраны на основе пленки из ПЭТФ толщиной в 10 мкм, с диаметром пор 50 – 200 нм и с поверхностной плотностью 10^7 - 10^8 см⁻².

Методы оптической и электронной микроскопии были использованы как для аттестации исходной матрицы, так и для оценки полученных массивов НП. Метод МСМ применялся в работе для решения нескольких задач.

Исследование поверхности матрицы с ансамблем НП внутри неё. В этом случае оценивалось состояние намагниченности “торцов” единичных НП при включенном и выключенном внешнем магнитном поле. Было показано, что при выключенном внешнем магнитном поле направление намагниченности соседних НП различно. Приложение внешнего поля (перпендикулярно плоскости матрицы и соответственно, вдоль оси НП) приводит к частичному перемагничиванию НП. В обоих случаях очевидно влияние НП друг на друга. (среднее расстояние между НП не превышало 1 мкм).

На следующем этапе были отработаны методы выделения единичных НП и фиксации их в “горизонтальном” состоянии на поверхности держателя (рис. 1). В этом случае получение “лежачих” НП проводилось в несколько этапов: сначала матрица удалялась, а НП отделялись от подложки для получения суспензии. Далее НП выделялись, и переносились на поверхность полимера. На последнем этапе полимер с “лежачими” НП покрывался тонким слоем меди для

предотвращения окисления отдельных НП. МСМ отдельных НП в горизонтальном положении показала, что намагниченность НП лежит в основном вдоль НП (рис. 2). Приложение внешнего магнитного поля величиной 16 мТл способно перемагнитить НП.

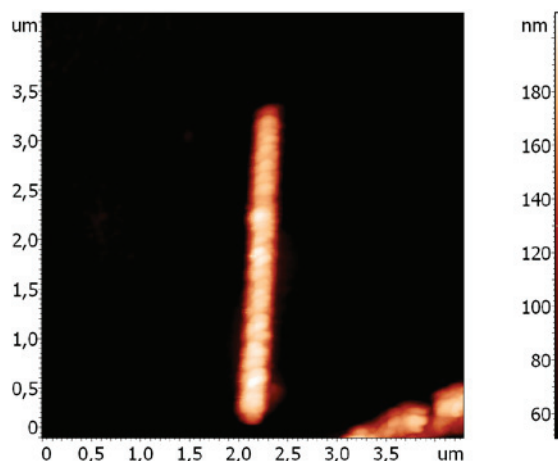


Рис. 1. АСМ изображение отдельной гетероструктурной НП диаметром 100 нм.

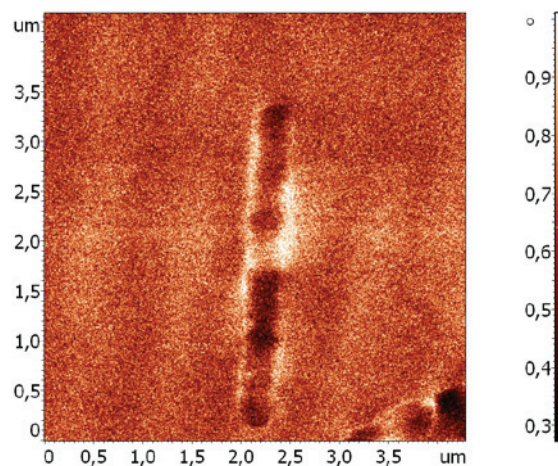


Рис. 2. МСМ изображение гетероструктурной НП диаметром 100 нм.

Часть работ по синтезу и СЭМ выполнялись при поддержке гранта РФФИ (проект № 16-29-11763 офи-м). Часть работ по синтезу (предварительного исследования) выполнены в рамках Госзадания ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН

Магнитная силовая микроскопия тонких плёнок пермаллоя при помощи «двухрезонансного» пьезоэлектрического датчика силы.

А.П. Черкун¹

¹ Институт спектроскопии Российской академии наук (ИСАН)
108840 г. Москва, г.Троицк ул. Физическая, 5

Магнитная силовая микроскопия (МСМ) подразумевает измерение магнитных сил масштаба 10 пН и меньше, которые действуют на магнитный зонд. "Классическая" МСМ основывается на измерении колебательных параметров миниатюрной балки (кантилевера), на конце которой закреплён зонд. Измеряется лишь переменная компонента силы, которая связана с колебаниями зонда. Для этого применяется прецизионная интерференционная лазерно-оптическая оснастка [1]. Предельная чувствительность к силе определяется шумовым порогом:

$$S = \sqrt{4K_B T \gamma \sqrt{B}}, \quad (1)$$

где γ – эффективный коэффициент вязкости для колебаний кантилевера; T – температура; K_B – постоянная Больцмана; B – частотная полоса пропускания сигнала силы от зонда до выхода всего тракта измерительной системы. "На воздухе", чем меньше размер кантилевера, тем меньше коэффициент γ , тем меньше порог чувствительности.

Как альтернативу сложной лазерно-оптической оснастке мы испытали для целей МСМ пьезоэлектрический датчик силы Рис. 1, где сигнал силы сразу преобразуется в электрический сигнал. Камертонный кварцевый резонатор 1 (камертон) оборудован механическим "маложумящим" усилителем, состоящим из резонансной консоли 3 с микропрутком 4. Собственная резонансная частота консоли с микропрутком близка резонансной частоте камертона. После клеевого соединения плеча камертона с резонансной консолью при помощи кварцевого поводка 2 возникает единый осциллятор, где амплитуда колебаний зонда 5 превосходит в M раз амплитуду колебаний плеча 1 камертона.

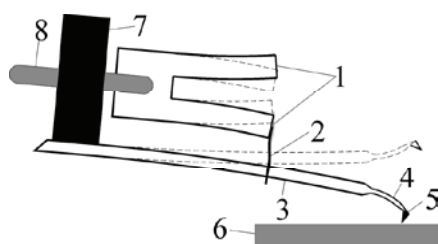


Рис. 1. Пьезоэлектрический датчик силы. 1 – плечи камертона; 2 – кварцевый поводок; 3 – резонансная консоль; 4 – микропруток; 5 – зонд; 6 – образец; 7 – остаток корпуса камертона; 8 – электроды камертона.

В эксперименте [2] было показано, что во столько же раз сила, действующая на зонд, увеличивается в теле резонансной консоли и передаётся через поводок 2 на плечо 1. Микропруток заданного размера вытравливается в плавиковой кислоте на конце стандартного оптоволоконна, составляющего тело резонансной консоли. Удаётся получить усиление M в

диапазоне 20÷40. Оказалось, что предельная чувствительность датчика Рис. 1 задаётся такой же формулой (1). При этом эффективный коэффициент вязкости γ определяется теми частями единого осциллятора, у которых наибольшая амплитуда колебаний. Этими частями являются микропруток 4 с зондом 5, у которых масштабы размеров соответствуют размерам стандартных кантилеверов, поэтому при работе "на воздухе" датчик Рис. 1 оказывается эквивалентной заменой "классической" лазерно-оптической конструкции.

С помощью датчика Рис. 1 была проведена МСМ ультратонких плёнок пермаллоя $Ni_{79}Fe_{21}$ толщиной 1.5 и 3 нм. В обоих обнаружены доменные структуры, при этом "плёнка" толщиной 1.5 нм состоит из отдельных наностроек масштаба $d=10$ нм, которые ещё не слились друг с другом [3]. В исследуемых структурах наблюдалась не только "упругая" компонента магнитной силы, но и "вязкая", Рис. 2.

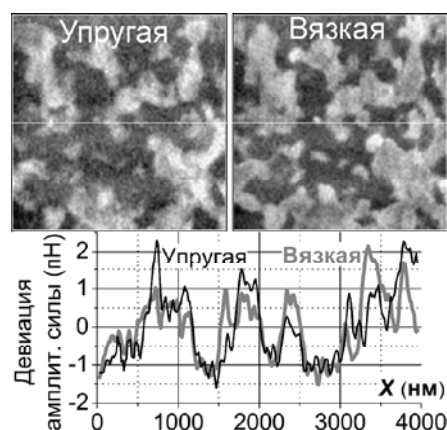


Рис. 2. МСМ картины "упругой" и "вязкой" компонент магнитной силы на участке 4x4 мкм² наностроек "плёнки" пермаллоя "толщиной" 1.5 нм. Внизу графики сил вдоль двух (белых) строк из верхних кадров.

На Рис. 2 видно, что силовой шум меньше 1 пН, при этом строка 256 пиксел проходила за 1.25 сек. Следует отметить, что для появления ярко выраженных МСМ картин, как на Рис. 2, образцы требовалось, во-первых, намагнитить в поле $H \sim 60000$ А/м, во-вторых, сканирование проводить в присутствии внешнего поля, причём из узкого диапазона $H=800 \div 3000$ А/м.

1. T. Albrecht, P. Grütter, D. Horne, D. Rugar. J. Appl. Phys., (1991), 69, 668–673.
2. A.P. Cherkun, D.V. Serebryakov, S.K. Sekatskii, I.V. Morozov, V.S. Letokhov. Rev. Sci. Instrum., (2006), 77, 033703.
3. A.P. Boltaev, F.A. Pudonin, I.A. Sherstnev, D.A. Egorov. J. Exp. Theor. Phys., (2017), 125, 465–468.

Использование различных методов микроскопии при исследовании морозостойких резин

О.О. Щербакова¹, Д.Л. Загорский¹, В.А. Лапицкая²

¹ Институт проблем механики им. А.Ю. Ишлунского РАН, 119526, Москва, Россия

² Институт тепло- и массообмена имени А.В. Лыкова НАН Беларуси, 220072 Минск, Беларусь

Email: shcherbakovao@mail.ru

Исследован новый тип эластомера - эпихлоргидриновый каучук (ЭПХГ), модифицированный наполнителем из углеродных нанотрубок (УНТ). Такой материал должен обладать комбинацией требуемых для уплотнительных резин механических и трибологических свойств в сочетании с высокой морозостойкостью. Изучались исходный материал (ЭПХГ без наполнителя) и образцы с добавлением 1% УНТ и 10% УНТ. Проведены трибологические испытания (машина трения UMT-2), имитирующие условия эксплуатации (в том числе – и при низких температурах). Поверхность образцов изучалась до и после трибоиспытаний на микроскопе FEI Quanta 650 (U=25 кВ, с анализатором EDAX), в режиме низкого вакуума. Отметим, что во всех экспериментах использовались два детектора - вторичных и обратноотраженных электронов и проводилось сравнение полученных результатов, причём изображение в обратноотражённых давало больший объём информации.

Для оценки изменений, происходящих в глубине образца после трибоиспытаний, были приготовлены срезы, которые исследовались методами РЭМ и СЗМ. (Зондовая микроскопия проводилась на атомно-силовом микроскопе Dimension FastScan (Bruker, США), который при изучении топографии работал в режиме тэйпинга, а также использовался для оценки упругих и адгезионных свойств).

Полученные для образца с 1% УНТ результаты представлены на Рис.1. Видно, что исходная поверхность достаточно гладкая, а после испытаний становится более развитой. При этом поверхность образца с 1% УНТ изменяется в меньшей степени.

Добавление 1% УНТ к ЭПХГ кардинально меняет микроструктуру образца –она состоит из однородных зерен диаметром 100 нм (рис.1-в) и у поверхности, и в глубине материала. Отличие приповерхностного слоя в том, что под действием деформации образуются крупные блоки из этих зерен (размером от 1 мкм до десятков мкм -рис.1-в), обладающие повышенными значениями модуля упругости (рис.1-г), распределенные в объеме равномерно. Сводные данные по результатам СЗМ для двух образцов – по модулю упругости и силам адгезии в различных областях поверхности срезов приведены в Табл.1.

Таблица 1. Значения модуля упругости и силы адгезии среза поверхности образцов

Модуль упругости E, МПа		
Образец	У поверхности трения	В глубине
Без УНТ	6	33
1 % УНТ	80	45
Адгезия, нН		
Образец	У поверхности трения	В глубине
Без УНТ	88	115
1 % УНТ	45	55

Видно, что добавление 1%УНТ приводит к благоприятным изменениям – увеличению значения модуля упругости и снижению различий его величин на поверхности и в объёме.

Силы адгезии обоих образцов в приповерхностном слое заметно ниже, чем в глубине материала, что может объясняться некоторым уплотнением приповерхностного слоя при деформации.

Таким образом, показано, что добавление УНТ в малых количествах (1%) приводит к стабилизации эластомера по составу и свойствам. Предварительные результаты исследования третьего образца показали, что увеличение количества УНТ (10%) не приводит к дальнейшему улучшению свойств.

Работа выполнена при частичной поддержке РФФИ 19-08-00615 (проведение электронномикроскопических исследований) и Государственного Задания № Госрегистрации АААА-А17-117021310379-5 (проведение исследований с использованием зондовой микроскопии).

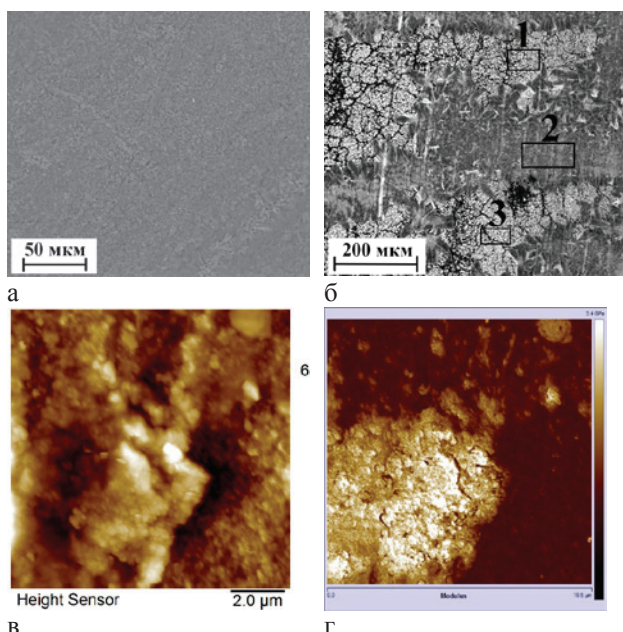


Рис.1. Сверху – СЭМ-изображение поверхности: а - исходная, б - после трибоиспытаний; снизу СЭМ-изображения приповерхностной области среза: в - топография, г - модуль упругости.

Исследование структуры и механических характеристик Li-ионопроводящей керамики $\text{Li}_{3x}\text{La}_{2/3-x}\text{TiO}_3$ методами сканирующей электронной и зондовой микроскопии.

О.Б. Щербина, Г.Б. Куншина, В.В. Ефремов

Федеральный исследовательский центр «Кольский научный центр РАН» Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И.В. Тананаева (ИХТРЭМС КНЦ РАН)
184209, Мурманская область, г. Апатиты, Академгородок, д. 26а., Россия

Твердые растворы на основе титаната лития-лантана $\text{Li}_{3x}\text{La}_{2/3-x}\text{TiO}_3$ ($0.21 \leq x \leq 0.50$) со структурой дефектного перовскита перспективны в качестве компонентов литиевых источников тока и в качестве сепаратора литий-воздушных аккумуляторов. Для исследования микроструктуры керамик титаната лития лантана $\text{Li}_{3x}\text{La}_{2/3-x}\text{TiO}_3$ (LLT) с высокой ионной проводимостью, синтезированных цитратным золь-гель методом [1], использованы сканирующий электронный микроскоп SEM LEO 420 и программа Scan Master для статистической обработки объектов изображения. Упругие и механические свойства керамик изучались контактным методом с помощью зондового микроскопа - нанотвердомера «NANOS-KAN» [2].

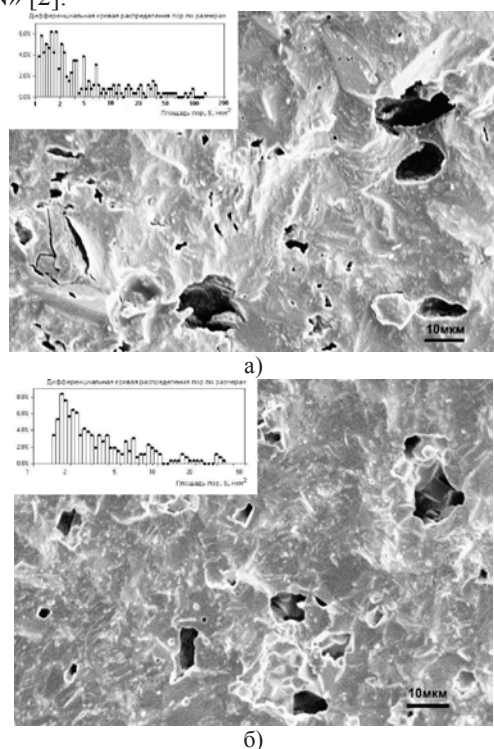


Рис. 1. Микроструктура керамики $\text{Li}_{0.33}\text{La}_{0.56}\text{TiO}_3$, полученной при различных температурах спекания: а)-1200°C, б)- 1300°C.

При анализе микроструктур керамики LLT с помощью программы Scan Master в качестве критерия оценки была выбрана площадь пор (рис.1 вкладки). При температуре спекания 1200°C в керамике $\text{Li}_{0.33}\text{La}_{0.56}\text{TiO}_3$, формируется достаточно однородная микроструктура без выраженных границ между зернами. В образцах присутствуют поры сложной формы, что указывает на незавершенный процесс образования закрытых пор. При дальнейшем повышении температуры спекания до 1300°C

пористость керамики уменьшается, упрощается форма пор, их объем и количество. Однако, происходит перераспределение пор по размерам, что хорошо демонстрируют вкладки рис. 1а, б. Средний размер пор в керамике LLT, полученной при 1300°C увеличивается за счет коалесценции. Этот факт дает право предположить, что дальнейшее повышение температуры при прочих равных условиях не обеспечит существенного снижения пористости керамики LLT за счет «внутреннего» спекания.

Результаты исследования микротвердости (H) керамик $\text{Li}_{0.33}\text{La}_{0.56}\text{TiO}_3$ методом сравнительной склерометрии и модуля Юнга (E), определяемого по кривым подвода кантилевера, представлены в таблице 1. Для уменьшения стандартной ошибки данных полученные значения микротвердости усреднялись по нескольким измерениям. Полученные результаты позволили оценить критический коэффициент интенсивности напряжений первого рода K_{IC} . Трещиностойкость K_{IC} определялась в соответствии с моделью Anstis et al [3] по формуле:

$$K_{ic} = 0,016 \left(\frac{E}{H} \right)^{\frac{1}{2}} \frac{P}{c^{\frac{3}{2}}}, \quad (1)$$

где P - прикладываемая нагрузка, E - модуль Юнга, H - микротвердость, c - среднее расстояние от центра отпечатка до конца трещины.

Таблица 1. Микротвердость и модуль Юнга керамики $\text{Li}_{0.33}\text{La}_{0.56}\text{TiO}_3$

Температура спекания, T, °C	Микротвердость H, ГПа	Модуль Юнга, E, ГПа	Трещиностойкость, K_{IC} , МПа м ^{0,5}
1200	6.02±1.1	110.7±3	1.01±0.2
1300	7.03±0.74	118.7± 4.3	1.12±0.15

Увеличение температуры спекания керамики состава $\text{Li}_{0.33}\text{La}_{0.56}\text{TiO}_3$ до 1300°C приводит, в целом, к улучшению ее прочностных характеристик (см. табл. 1).

Установлена зависимость прочностных характеристик (модуля Юнга) и микротвердости от особенностей микроструктуры и температуры спекания керамики $\text{Li}_{0.33}\text{La}_{0.56}\text{TiO}_3$. Проведена оценка критического коэффициента интенсивности напряжений первого рода K_{IC} .

1. Г. Б. Куншина, В. В. Ефремов, Э. П. Локишин. Электрохимия, 2015, том 51, № 6, с. 630–635

2. С.С Усеинов., В.В Соловьев, К.В. Гоголинский, А.С Усеинов., Н.А Львова. Наноиндустрия. Научно-технический журнал. 2010, 2, 30 – 35.

3. Anstis G.R., Chantikul P., Lawn B.R. and Marshall D.B. J. Am. Ceram. Soc. 1981; 64(9):533 – 538.

Секция 5.
Электронная и ионная литографии
и спектроскопия

Surface modification on $\text{MoO}_{2+x}/\text{Mo}(110)$ induced by a local electric potential

K. Walshe¹, S.I. Bozhko^{1,2}, N. Tulina², B. Walls¹, O. Lubben¹, B.E. Murphy¹, V. Bozhko², I.V. Shvets¹

¹ *School of Physics and Centre for Research on Adaptive Nanostructures and Nanodevices (CRANN), Trinity College Dublin, Dublin 2, Ireland*

² *Institute of Solid State Physics, Russian Academy of Sciences, Chernogolovka, Moscow District 142432, Russia*

Annealing a single crystalline $\text{Mo}(110)$ sample in an oxygen partial pressure results in the formation of a thin film of MoO_2 forming at the surface [1]. Oxidising the $\text{MoO}_2/\text{Mo}(110)$ sample at room temperature results in the formation of an oxygen-rich $\text{MoO}_{2+x}/\text{Mo}(110)$ surface. The additional oxygen takes the form of adatoms on top of the O-Mo-O tri-layer row structure. Applying a single voltage pulse (positive sample bias) with the STM tip can lead to a number of oxygen adatoms being removed from the surface at once, as seen in Fig. 1 (a). This method has been used to “write” on the $\text{MoO}_{2+x}/\text{Mo}(110)$ surface [2].

In this work [3] we identify the mechanism behind the removal of adatoms from the MoO_{2+x} surface when the tip is pulsed outside of the tunneling regime. Experimental observations, such as the bias polarity dependence of adatom removal and the observation of an intermediate state, indicate that the adatom penetrates the surface oxide layer. Through the comparison of finite element method simulations with various experimental relationships, the electric field is concluded to be the sole contributor to adatom penetration into the surface oxide layer. The

energetic barrier to this process is estimated to be approximately 0.45eV in magnitude. Furthermore, the resolution of this phenomenon is on the atomic scale: individual adatoms can undergo surface penetration whilst their nearest neighbour adatoms, separated by 5Å, are unaffected, Fig. 1 (b,c).

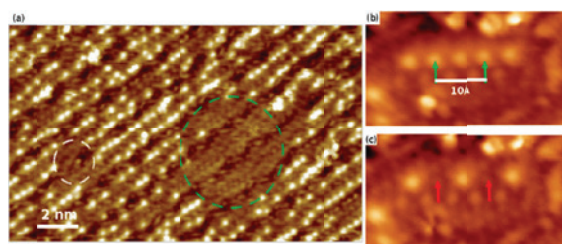


Fig. 1: (a) White circle indicates region free of adatoms following a pulse of 1V. Green circle indicates a pulse of V. (b) Line of oxygen adatoms before individual pulses are applied to adatoms pointed to by green arrows. (c) Image following pulses, displaying adatom removal.

1. Radican K. *et al.* Phys. Rev B **75** (2007)
2. Krasnikov, S. A. *et al.* Nano Res **6**, 929-937 (2013)
3. Bozhko *et al.* Scientific Reports **9** : 6216 (2019)

Ионная литография полимерных слоев, ориентирующих жидкокристаллические метаповерхности

В.В. Артемов¹, А.А. Ежов^{1,2}, Р.В. Гайнутдинов¹, Д.Н. Хмеленин¹, М.В. Горкунов¹

1- Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН
119333 Москва Ленинский проспект, 59

2- Физический факультет МГУ им. МВ Ломоносова 119991, Москва, ГСП-1, Ленинские горы, д. 1, стр. 2

Оптические метаповерхности, как одна из разновидностей метаматериалов демонстрируют интересные физические свойства. Им посвящено большое количество публикаций, там есть и теоретические расчеты, и эксперименты [1].

Одной из методик создания таких поверхностей является ионная литография. Сканирующие двулучевые приборы очень широко распространены в настоящее время, программное обеспечение позволяет легко управлять ионным зондом. Кинетическое травление ионами галлия позволяет создавать искомый рельеф на поверхности [2].

Самоорганизация жидкокристаллических метаповерхностей происходит и на поверхностях, облученных без изменения топографии [3]. В этом случае задача ионного пучка – модификация химических и физических свойств поверхности. Достигнутые результаты по ориентации жидких кристаллов не дают ответ на вопрос о механизме этого процесса. В настоящей работе исследуется механизм работы ориентирующей поверхности (рис.1), с помощью метода высокой разрешающей электронной микроскопии и атомно-силовой микроскопии. Работа состояла из двух этапов: в начале, с помощью имеющего цифрового шаблона создавалась ионным пучком периодическая структура. На втором этапе также с помощью сфокусированного пучка приготавливался локальный тонкий срез для просвечивающей электронной микроскопии в месте периодической структуры (рис.1). На рис. 2 показан результат воздействия ионного пучка: слой натертого полиимида разрывается, есть изменения и в прозрачном проводящем контакте ИТО.

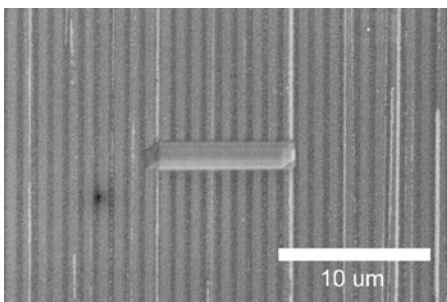


Рис. 1. РЭМ – изображение поверхности натертого ориентирующего полиимида после облучения ионами галлия, в центре наблюдается платиновый прямоугольник, напыленный с помощью газинжекционной системы для подготовки образца для изучения в просвечивающем электронном микроскопе.

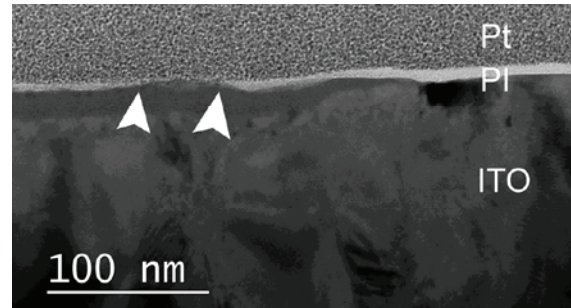


Рис. 2. ПЭМ – изображение поперечного среза ориентирующего слоя. Белыми стрелками обозначена область воздействия ионами галлия (ИТО – слой оксида олова-индия, PI – слой натертого полиимида, Pt- технологический слой платины).

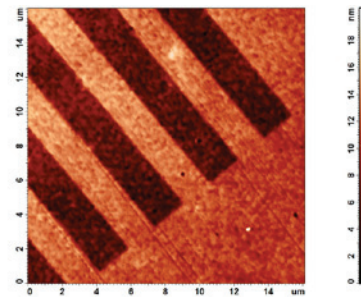


Рис. 3. АСМ – изображение поверхности натертого ориентирующего полиимида после облучения ионами галлия. В областях, облученных галлием, наблюдаются перепад высоты около 10 нм.

Также производилась диагностика облученной поверхности методом атомно-силовой микроскопии (рис.3).

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН в части «проведения исследований методами атомно-силовой микроскопии», Российского научного фонда (проект № 18-12-00361) в части «исследования методами электронной микроскопии и сфокусированного ионного пучка».

1. S. B. Glybovski, S. A. Tretyakov, P. A. Belov, Y. S. Kivshar, and C. R. Simovski, “Metasurfaces: From microwaves to visible,” *Phys. Reports* 634, 1–72 (2016).

2. Vin-Cent Su, Cheng Hung Chu, Greg Sun, Din Ping Tsai. *Advances in optical metasurfaces: fabrication and applications* [Invited]. *Optics express* 26 (10), 13152

3. Irina V Kasyanova, Maxim V Gorkunov, Vladimir V Artemov, Artur R Geivandov, Alena V Mamonova, Serguei P Palto. *Liquid crystal metasurfaces on micropatterned polymer substrates*. *Optics express* 26 (16), 20258-20269

Формирование микро- и наноструктур методом фокусированного ионного пучка

Н.И. Боргардт, А.В. Румянцев

Национальный исследовательский университет «МИЭТ»
124498, г. Москва, г. Зеленоград, площадь Шокина, дом 1

Метод фокусированного ионного пучка (ФИП) является одним из основных инструментов современных технологий. Помимо традиционных применений для анализа материалов он используется для прототипирования устройств и наноструктурирования поверхности [1]. Получение рельефа поверхности требуемой формы с помощью ФИП часто достигается ресурсозатратным методом проб и ошибок. В настоящей работе рассмотрены подходы, позволяющие предсказывать форму поверхности, которая формируется при воздействии ионным пучком.

Сложность моделирования формы структур, получаемых методом ФИП, определяется достигаемым отношением их глубины к ширине (аспектным отношением). Для структур с низким аспектным отношением, менее приблизительно 0.5, глубина обычно пропорциональна дозе ионов. В случае структур с аспектным отношением более 0.5, условно называемым высоким, пропорциональная зависимость между глубиной и дозой нарушается, и важную роль начинают играть угловая зависимость коэффициента распыления и эффект переосаждения распыленных атомов на поверхность образца.

Типичным примером структур, формируемых методом ФИП, являются прямоугольные углубления с волнообразной поверхностью дна, форма которой зависит от шага пучка. Одним из их практических применений является создание дифракционных решеток для высокоэнергетичных электронов [2].

На Рис. 1 представлены изображения поперечных сечений прямоугольных углублений, полученные методом растровой электронной микроскопии (РЭМ). При их формировании использовались следующие параметры процесса: время остановки $t_d=0.1$ мс, ток

пучка $I=2.5$ нА, шаг пучка вдоль оси y $b=67$ нм, а варьируемые значения шага пучка a вдоль оси x и числа проходов M приведены на Рис. 1. Плотность потока ионов пучка представлялась в виде суммы двух гауссовых функций [3] со стандартными отклонениями $\sigma_1=84$ нм, $\sigma_2=260$ нм и весовым множителем $w=0.015$, определяющим вклад второй из этих функций.

Если глубина создаваемых структур достаточно мала и реализуется низкое аспектное отношение (Рис. 1а, б), то их форма изменяется по синусоидальному закону и может быть описана простыми аналитическими выражениями [3].

По мере увеличения глубины структуры ее форма становится более сложной (Рис. 1в, г), и для предсказания рельефа необходимо компьютерное моделирование. При таком моделировании скорость движения поверхности определяется потоками падающих ионов и распыленных атомов, а для описания эволюции поверхности используется высокоэффективный метод функций уровня [4].

На Рис. 1в представлен результат моделирования, при котором учитывалась угловая зависимость коэффициента распыления. Из Рис. 1в видно, что такой подход позволяет качественно описать характер формируемого ионным пучком рельефа, а использование метода функций уровня дает возможность моделировать форму поверхности дна углубления в окрестности образующихся острых углов. При дополнительном учете эффекта переосаждения вычисленная форма рельефа поверхности несколько сглаживается (Рис.1г) и количественно согласуется с экспериментально полученным профилем.

Таким образом, на примере моделирования формирования прямоугольных углублений продемонстрированы подходы для предсказания формы структур с низким и высоким аспектным отношением. Прослежено влияние эффектов, проявляющихся с ростом аспектного отношения структур, на форму их рельефа.

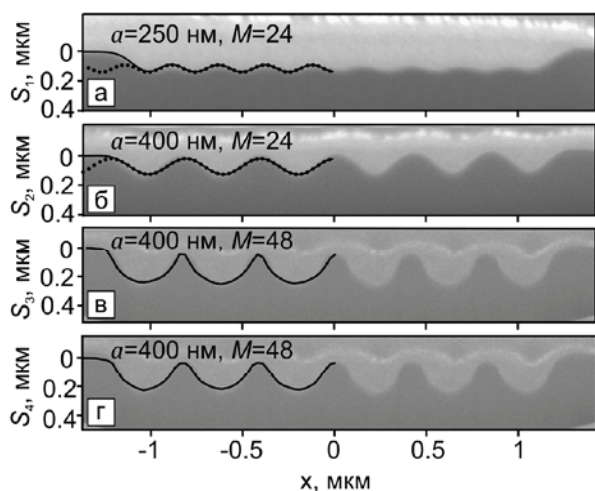


Рис. 1. РЭМ-изображения поперечных сечений тестовых структур с варьируемым шагом пучка и числом проходов. Пунктирной линией показана форма профиля, получаемая с использованием аналитических выражений.

1. Bruchhaus, L. et al. Comparison of technologies for nano device prototyping with a special focus on ion beams: A review // Appl. Phys. Rev. – 2017. – V. 4. – №. 1. – P. 011302.

2. Harvey T. R. et al. Efficient diffractive phase optics for electrons // New J. Phys. – 2014. – V. 16. – №. 9. – P. 093039.

3. Borgardt N. I., Rumyantsev A. V. Prediction of surface topography due to finite pixel spacing in FIB milling of rectangular boxes and trenches // J. of Vac. Sci. Technol. B – 2016. – T. 34. – №. 6. – С. 061803.

4. Боргардт, Н.И., Волков Р. Л., Румянцев А. В., Чаплыгин Ю.А. Моделирование распыления материалов фокусированным ионным пучком // Письма в ЖТФ. – 2015. – Т. 41, вып. 12. – С. 97–104.

Субмикронные неорганические маски для создания сверхпроводящих наноструктур с джозефсоновскими переходами

В.Л. Гуртовой^{1,2}, С.Б. Изъюров², И.Н. Храпач², О.В. Астафьев^{2,3}

¹ Институт проблем технологии микроэлектроники РАН, 142432 Черноголовка, Россия

² Московский физико-технический институт, 141700 Долгопрудный, Россия

³ Royal Holloway University of London, Egham, Surrey TW20 0EX, UK

Для создания сверхпроводящих наноструктур с джозефсоновскими переходами (СКВИДы, квантовые биты, параметрические усилители, метаструктуры итд) используют стандартную технологическую операцию - двухугловое напыление алюминия через двухслойные нависающие маски из органического электронного резиста с промежуточным окислением поверхности алюминия для создания нестехиометричного диэлектрика AlO_x туннельных переходов $Al-AlO_x-Al$. Данная технология имеет существенные недостатки, обусловленные остатками органических материалов на поверхности подложки [1], выделением газообразной органики в процессе напыления металла и получения туннельного диэлектрика, что приводит к формированию двухуровневых состояний с распределенным энергетическим спектром, приводящим к повышенным шумам в устройствах, а также уменьшению времени когеренции кубитов [2]. Данные недостатки предполагается исправить использованием неорганических двухслойных масок [3], позволяющих существенно повысить чистоту подложки, а также проводить напыление металлов при температуре до $500^\circ C$ с целью получения монокристаллических джозефсоновских переходов сверхпроводящих кубитов с повышенным временем когеренции.

В качестве материалов неорганической маски использовался германий и ниобий. По верхнему слою маски - ниобию проводилась электронная литография для формирования отверстий в этом слое при помощи плазменного (SF_6) травления. Далее, через эти отверстия в водном растворе перекиси водорода (H_2O_2) травился нижний жертвенный слой германий и формировалась нависающая маска (Рис. 1). Затем методом двухуглового напыления были получены одиночные переходы и СКВИД-структуры с площадью джозефсоновских переходов $200 \times 500 \text{ nm}^2$. На завершающей стадии проводилось удаление маски lift-off-процессом поддерживающего слоя германия в растворе H_2O_2 , оставляя структуры на подложке Si (Рис. 2) для последующих измере-

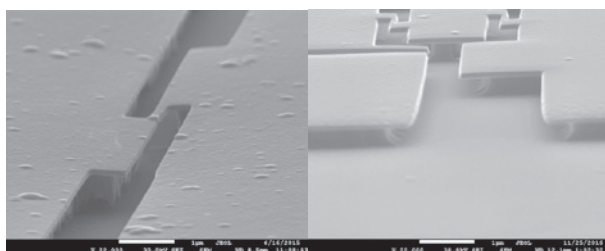


Рис. 1. Нависающие ниобиевые маски на жертвенном слое германия: а) одиночный переход, б) СКВИД-структура.

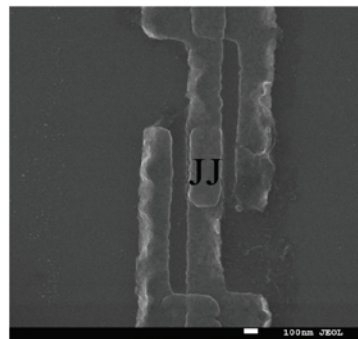


Рис. 2. Одиночный переход $200 \times 500 \text{ nm}^2$ в СКВИД-структуре после удаления неорганической маски.

ний низкотемпературного электронного транспорта. Отладка данной технологии проводилась при комнатной температуре на подложках кремния.

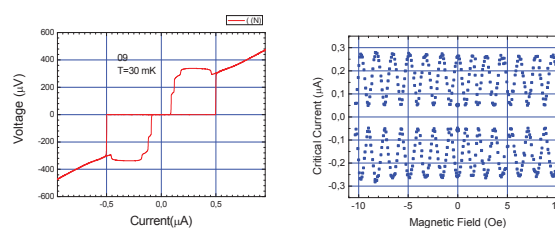


Рис. 3. а) вольт-амперная характеристика, б) осцилляции критического тока в магнитном поле СКВИД-структуры при $T=30 \text{ mK}$

На Рис. 3 представлена вольт-амперная характеристика (ВАХ) и осцилляции критического тока с периодом равным кванту потока рабочих СКВИД-структур при $T=30 \text{ mK}$. ВАХ структур подтверждает высокое качество джозефсоновских переходов.

В работе была развита воспроизводимая технология формирования джозефсоновских переходов с минимальными размерами $\sim 100 \text{ nm}$. Данная технология имеет существенный потенциал формирования сверхпроводящих кубитов с высоким временем когеренции. Предполагается в дальнейшем использование подложек сапфира разных срезов и нагрева подложек для получения монокристаллических структур $Al-Al_2O_3-Al$ и частично монокристаллических $Nb-AlO_x-Nb$.

1. I. M. Pop, T. Fournier, T. Crozes, F. Lecocq, I. Matei, B. Panmetier, O. Buisson, W. Guichard. J. Vac. Sci. Technol. B, 2012, 30, 010607-010611.

2. J.M. Martinis, K.B. Cooper, R. McDermott et al. Phys. Rev. Lett., 2005, 95, 210503.

3. P.B. Welander, V. Bolkhovskiy, T.J. Weir, M.A. Gouker, W.D. Oliver. arXiv:1203.6007.

Ионная литография: сравнение поглощенной энергии и скорости травления резиста с электронной литографией

Я.Л. Шабельникова¹, С.И. Зайцев¹, А.А. Свинцов¹

¹ Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

Существенной особенностью метода ионной литографии, в котором производится засветка чувствительного материала – резиста, – пучком частиц с последующим его проявлением, является то, что поглощенная энергия сильно неоднородна по глубине. Из-за чего уже нельзя, как в электронной литографии, считать, что скорость травления резиста определяется степенной зависимостью от дозы экспонирования. Вместо этого следует прибегнуть к более точной модели, в которой скорость травления V в данной точке связана с объемной плотностью поглощенной в ней энергии ε

$$\frac{V}{V_0} = \left(\frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} \right)^\gamma, \quad (1)$$

и γ – контраст резиста. В случае равномерного экспонирования большой площади резиста объемная плотность поглощенной энергии зависит только от глубины z и связана с дозой экспонирования D как

$$\varepsilon(z) = \frac{D}{Z} E_b \varepsilon_{zp}(z), \quad (2)$$

где Z заряд частицы, E_b энергия пучка, а $\varepsilon_{zp}(z)$ – доля энергии, поглощенная в слое на глубине z .

Модель (1)-(2) позволяет в явном виде получить зависимость глубины протравки резиста h от дозы облучения

$$h = F^{-1} \left[\left(\frac{D}{D^*} \right)^\gamma F(h_0) \right] \quad (3)$$

как решение дифференциального уравнения

$$\int_0^T dt = \int_0^h \frac{dz}{V} = \frac{1}{V_0} \int_0^h \left(\frac{\varepsilon_0}{\varepsilon} \right)^\gamma dz \quad (4)$$

с граничным условием

$$h(D = D^*) = h_0, \quad (5)$$

которое отражает определение чувствительности – глубина протравки при дозе, равной чувствительности D^* , равна толщине резиста h_0 . Здесь T время проявления и

$$F(h) = \int_0^h \frac{dz}{\varepsilon_{zp}^\gamma(z)}. \quad (6)$$

Использование граничного условия (5) позволяет выразить коэффициент пропорциональности в (1) и получить связь между скоростью травления и объемной плотностью поглощенной энергии

$$V(z) = \frac{F(h_0)}{T} \left(\frac{Z}{D^* E_b} \right)^\gamma \varepsilon^\gamma(z). \quad (7)$$

Выражения (2) и (7) были использованы для сравнения характерных значений плотности поглощенной энергии и скорости травления резиста в ионной и электронной литографии. На рис.1 приведены результаты сравнения этих величин для случая, когда

доза экспонирования равна чувствительности. В проведенных ранее экспериментах [1], когда при одинаковых условиях нанесения и проявления резист ПММА ($h_0 \sim 50$ нм, $T \sim 5$ с) экспонировался ионами Ga^+ и электронами с энергией 30 кэВ, определенные значения чувствительности составили $150 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ для электронов и $0.15 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ для ионов.

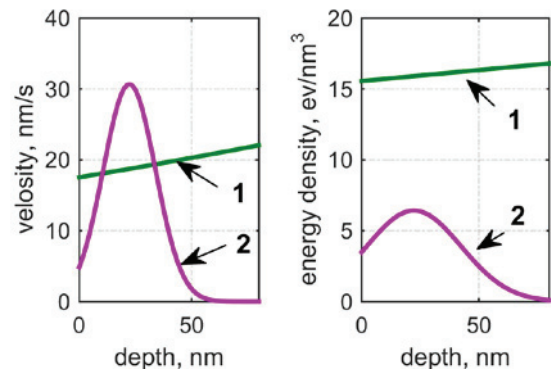


Рис. 1. Зависимость плотности поглощенной энергии (справа) и скорости травления резиста (слева) от глубины при экспонировании электронным (1) и ионным (2) пучками.

Для описания распределения по глубине энергии ионного пучка было использовано эмпирическое выражение [2], а для электронов – программа, описанная в [3].

На рисунке 1 значения плотности поглощенной энергии ионов и электронов имеют один порядок величины, и им соответствуют скорости травления резиста одного порядка. Из этого можно заключить, что именно величина поглощенной энергии в элементе объема резиста определяет (через число разорванных связей и остаточную молекулярную массу), скорость его растворения. При этом оказывается, что сам механизм потерь энергии, – принципиально разный для электронов (ионизация атомов резиста) и ионов (выбивание атомов из полимерных цепочек), – ключевой роли не играет.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ 18-07-01402-а.

1. S.I. Zaitsev, N. Gusseinov, M. Gabdullin, Ya.L. Shabelnikova. 26th Int. Symp. Nanostructures: Physics and Technology, Minsk, Belarus, 2018, 130.

2. С.И. Зайцев, Я.Л. Шабельникова, Н. Гуссейнов, М. Габдуллин. Рабочее совещание Рентгеновская оптика, Черноголовка, 2018, 78.

3. В. Н. Павлов, В. Я. Панченко, М. А. Поликарпов и др. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2013, 9, 46-49.

Локализация роста углеродных нанотрубок методом фокусированных ионных пучков

О.И. Ильин¹, Н.Н. Рудык¹, М.В. Ильина¹, А.В. Гурьянов, А.А. Федотов¹

¹ Южный федеральный университет, Институт нанотехнологий, электроники и приборостроения
347922, г. Таганрог, ул. Шевченко, д. 2, корп. Е

Углеродные нанотрубки (УНТ) являются перспективным материалом для создания новых устройств углеродной наноэлектроники [1]. Однако для приборного применения необходимо формировать одиночные УНТ и массивы на их основе, в соответствии с топологией устройства.

Для локального формирования УНТ в заданном месте подложки необходимо применение литографических методов, позволяющих создавать и позиционировать каталитические центры (КЦ) роста УНТ с размерами менее 50 нм. Наиболее перспективным методом литографии с пространственным разрешением менее 50 нм является электронно-лучевой литографии (ЭЛЛ). Основными недостатками, сдерживающими применение данного метода литографии, являются: дороговизна, сложность оборудования и обслуживания, относительно низкая производительность, связанная с наличием операций обработки резиста. Кроме того, свойства резистов накладывают ограничения на проведение высокотемпературных процессов.

Перспективным методом, позволяющим обрабатывать поверхность подложки с нанометровым разрешением является метод фокусированных ионных пучков (ФИП) [2]. Однако прямое влияние высокоэнергетического пучка ионов на каталитический слой вызывает радиационные дефекты и частичное легирование поверхности ионами. В связи с этим, для упорядоченного формирования КЦ и выращивания на них УНТ необходимо разрабатывать методики, исключаящие прямое взаимодействие между ФИП и катализатором во избежание “отравления” Ni.

Целью работы является разработка и исследование методики локализации роста углеродных нанотрубок с применением технологии фокусированных ионных пучков.

В экспериментальных исследованиях в качестве подложек использовались образцы Si(100), размером 1x1 см, на поверхности которых формировались пленки ZnO методом импульсного лазерного осаждения (ИЛО) на установке ИЛО комплекса НАНОФАБ НТК-9.

Результаты исследования показали, что получена нанокристаллическая пленка ZnO толщиной 60 нм, размером зерен 40±5 нм, с шероховатостью поверхности 3 нм.

Образцы с пленкой ZnO подвергались травлению методом ФИП в растровом электронном микроскопе (РЭМ) Nova Nanolab 600 (FEI, Нидерланды). Проводилось формирование литографического рисунка по заданному графическому шаблону, методом локального ионно-лучевого травления на толщину пленки

ZnO. После травления образец возвращался в модуль ИЛО, для нанесения пленки Ni толщиной 15 нм.

После этого проводилась взрывная литография путем обработки структуры Ni/ZnO/Si в 40%-ом водном растворе аммиака в течении 20 секунд при температуре 45 °С. В результате, путем удаления жертвенного слоя ZnO, на поверхности образца были сформированы Ni КЦ диаметром ~35 нм (рис.1 а), а также локальные каталитические области заданной геометрии. На сформированных КЦ проводилось выращивание УНТ (рис. 1 б).

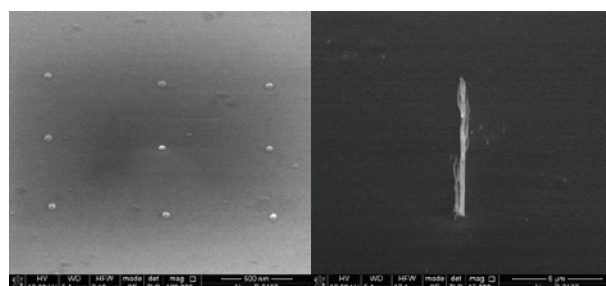


Рис. 1. РЭМ-изображения:
а – массив Ni КЦ; б – одиночная УНТ.

В результате показано, что метод ИЛО позволяет создавать пленки жертвенного слоя ZnO с необходимыми физико-химическими и морфологическими свойствами. Прецизионное управление толщиной, шероховатостью, структурой и адгезией жертвенного слоя позволяет создавать тонкие пленки материала, удовлетворяющие требованиям для создания одиночных УНТ и массивов на их основе. Использование травителя, не агрессивного по отношению к Ni (NH₄OH), позволяет применять разработанную методику для формирования каталитических областей на подложках со сложной топологией, критичных к воздействию химически агрессивных сред. В результате выполненной работы показана перспективность применения метода ФИП при создании каталитических центров, пригодными для роста одиночных УНТ.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект №18-32-00652) и внутреннего гранта Южного федерального университета (проект ВнГр-07/2017-26).

1. M.V. Il'ina, O.I. Ili'in, Y.F. Blinov, A.A. Konshin, B.G. Konoplev, O.A. Ageev. Materials (Basel), 2018, 638, 1–10.
2. I.N. Kots, A.S. Kolomiitsev, S.A. Lisitsyn, V.V. Polyakova, V.S. Klimin, O.A. Ageev. Russian Microelectronics, 2019, 48, 72-79.

FIB-стимулированное переосаждение

А.А. Иржак^{1,2}, В. Ло²

¹ ИИТМ РАН, 241432, МО г. Черноголовка, ул. Ак. Осипяна, 6

² НИТУ МИСиС, 119049 Москва, Ленинский пр-т, 4

Фокусированный ионный пучок (ФИП), позволяет не только исследовать поверхность и внутреннее строение материалов, но и с высокой точностью обрабатывать – травить, наносить слои, создавать подвешенные структуры. Методами ФИП был создан новый класс микромеханических устройств на основе композитов сплавов с ЭПФ, рекордных по миниатюрности для манипулирования реальными микрообъектами различной природы [1].

При воздействии фокусированным ионным пучком на поверхность твердых тел при локальном ионном травлении, проявляются такие паразитные эффекты как имплантация, распыление и переосаждение. В [1] впервые предложено использование ФИП для намеренной аморфизации с целью создания функциональных аморфно-кристаллических композитов.

Данная работа посвящена исследованию процессов ионно-стимулированного осаждения.

Эксперимент по осаждению распыленного материала выполнен таким образом. В фольге металла толщиной 4 мкм фокусированным ионным пучком было вытравлено отверстие прямоугольной формы шириной $X_0 = 0,5$ мкм (рис. 1, а). Далее с одной из длинных сторон отверстия (верхняя сторона на рис.1) производили послойное распыление материала в режиме удаления слоев, перпендикулярных поверхности образца. При этом часть распыленного материала осаждалась на противоположную грань (нижняя сторона на рис.1) отверстия.

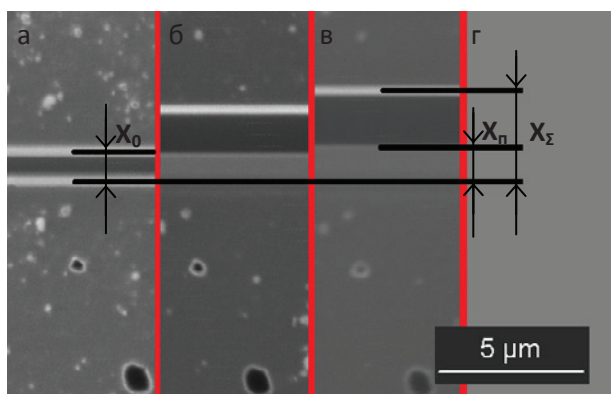


Рис. 1. Оценка толщин распыленного и переосажденного слоев.

Изображения на рис. 1 получены из одного места и демонстрируют начальное отверстие (а), промежуточное травление (б) и конечное состояние образца (в).

График зависимости толщины переосажденного слоя X_n от толщины растравленного X_p ($X_p = X_z - X_0$) слоя представлен на рис. 2. В интервале толщин $X_p = 0 - 2$ мкм зависимость имеет линейный характер, толщина осажденного слоя составляет $\sim 0,6$ от толщины растравленного.

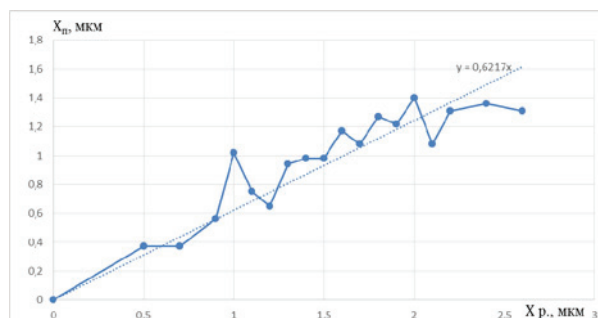


Рис. 2. График зависимости толщины переосажденного слоя X_n от толщины распыленного слоя X_p .

По достижении толщины растравленного слоя 2 мкм, график начинает отклоняться от линейной зависимости.

Это явление может быть объяснено исходя из следующих соображений. Толщина X_n переосажденного слоя будет в основном зависеть от количества растравленного материала и от расстояния от источника (X_0 на рис. 1 а и X_z на рис. 1 б). При увеличении расстояния количество осаждающегося материала будет уменьшаться.

Количество распыленного материала, вылетевшего из точечного источника О (рис. 3) можно описать полусферой. Количество переосажденного материала на единицу площади (хорда А-Б и А'-Б') будет пропорционально площади сектора полусферы (длине дуги А-Б и А'-Б').

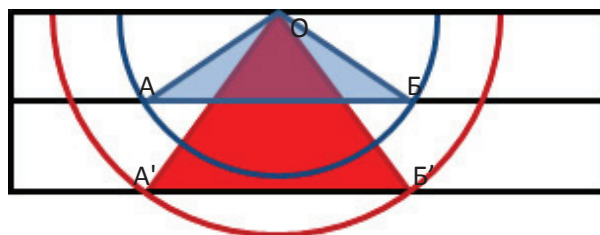


Рис. 3. Схема расчета количества переосажденного материала при распылении из точечного источника

1. Афонина В.С., Коледов В.В., Шавров В.Г. и др. Радиоэлектроника, (2015), №7.

Развитие методов электронно-лучевой литографии для создания периодических рентгеновских дифракционных решеток с эффектом «блеска»

М.А. Князев, Свинцов А.А.

Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН,
г. Черноголовка, Московская обл., Россия

Электронно-лучевая литография (ЭЛЛ) является одним из методов, используемых при создании рентгенооптических элементов. Зачастую размеры таких элементов могут составлять миллиметры или даже сантиметры. Однако, в ЭЛЛ при больших полях экспонирования на краях фокусировка луча зачастую ухудшается, что существенно сказывается на качестве литографии. Чтобы этого избежать, экспонирование осуществляется с переездами. Переезды производятся с помощью столика установленного в литографе. В промышленных и полупромышленных литографах обычно для переездов используются «лазерные столы», обеспечивающие высокую точность стыковки различных полей экспонирования. Однако в лабораторных литографах, зачастую, для перемещения образца используются стандартные механические столики без лазерных интерферометров. Точность переезда таких столов - нескольких микрон, что для многих задач неприемлемо.

В работе [1] предложен метод стыковки полей экспонирования с помощью «маркерных знаков», которые часто используются, когда необходимо совместить несколько последовательных литографий. Однако, его недостатком является то, что структура должна находиться внутри «маркерных знаков». В работе [2] данный метод получил дальнейшее развитие. В итоге метод состоит из следующих этапов. С помощью фотолитографии создаются периодические «маркерные знаки». Затем осуществляется ЭЛЛ с переездами и совмещением. В результате после проявления элементы могут быть расположены поверх «маркерных знаков». Для удаления «маркерных знаков» необходимо, чтобы они были созданы из материала, который можно было бы удалить жидким травлением через проявленные в электронном резисте области. При этом ни подложка, ни сам резист не должны пострадать. В итоге материалом для маркерных знаков был выбран Al, который удалялся в слабом (0.02%) растворе КОН.

При создании многослойной структуры, помимо совмещения при переездах столика, необходимо совмещение между слоями. Таким образом, когда на большой площади создается структура с использованием метода [2], маркерные знаки, созданные с помощью фотолитографии, вытравливаются, и элементов необходимых для совмещения следующего слоя нет. Создание новых «маркерных знаков» вместе с первым слоем (и состоящих из такого же самого материала) может решить эту проблему.

Однако, их невозможно удалить, не повредив структуру первого слоя. Возможным решением является встраивание этих «маркерных знаков» в итоговую структуру. Таким образом, при создании первого слоя многослойной дифракционной решетки для рентгеновского излучения используются переезды, стыковка полей производится по «маркерным знакам», созданным с помощью фотолитографии. Одновременно с этим создаются и «новые маркерные знаки» (Рис.1). Совмещение при создании следующих слоев осуществляется уже по новым «маркерным знакам», которые становятся частью создаваемой многослойной структуры.

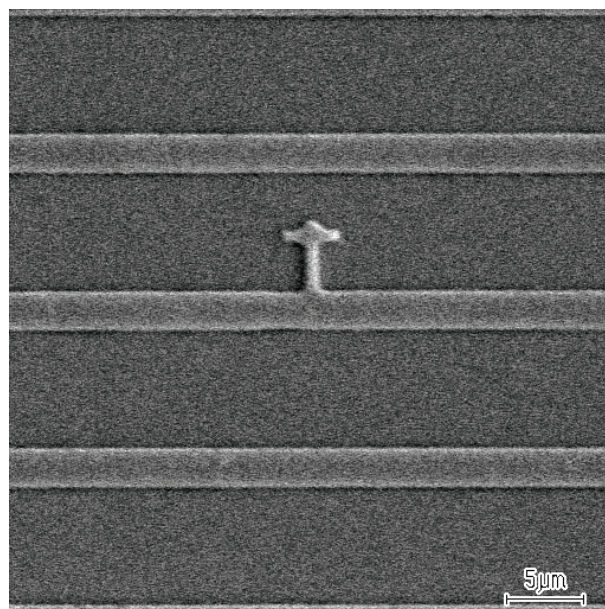


Рис. 1. РЭМ изображение части первого слоя многослойной дифракционной решетки для рентгеновского излучения с маркерным знаком.

Предложенный метод, позволяет существенно повысить точность стыковки полей экспонирования в ЭЛЛ при использовании механического столика, а также обеспечить достаточно точное совмещение слоев многослойных структур.

Исследование выполнено за счет гранта РФФИ (проект № 17-02-00738)

1. М. А. Князев, А. А. Свинцов, Р. Р. Фахртдинов. Поверхность, 2018, 10, 26-29.

2. М. А. Князев, А. А. Свинцов, Р. Р. Фахртдинов, Д.В. Рошупкин. Рентгеновская оптика 2018, 2018, 116-117.

Использование кодов Баркера для повышения точности совмещения и сшивки полей экспонирования в электронно-лучевой литографии

В.В. Казьмирук, А.А. Подкопаев, Т.Н. Савицкая

¹ *Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов Российской академии наук, г. Черноголовка, Московская область, ул. Академика Осипьяна, д. 6, 142432 Россия*

На сегодняшний день электронно-лучевая литография (ЭЛЛ) используется в полупроводниковой промышленности и в научных исследованиях [1].

Важной задачей в технологии ЭЛЛ является нахождение способа прецизионного совмещения экспонируемых топологических элементов с имеющимся на пластине топологическим рисунком. Точность совмещения зависит во многом от параметров метки совмещения.

Предлагается заменить стандартную метку на подложке рядом полос выстроенных на основе псевдослучайной двоичной последовательности.

Сигнал, полученный от метки после сканирования на больших скоростях, затем взаимно коррелируется с сохраненной в памяти эталонной копией распознаваемой метки (либо аппаратными средствами, либо программно).

С помощью этого метода метки могут быть распознаны с высокой точностью, даже при сильном зашумлении, когда отношение сигнал-шум становится менее 0,25 [2].

Необходимо получить такую метку, чтобы ее собственный вклад в общую автокорреляцию всего детектируемого сигнала был небольшим. Кроме того, автокорреляционная функция должна быть резко остроконечной в точке точного совмещения, и должна резко падать до малых значений в точках, удаленных от пика. На практике это требование не удовлетворяется хорошо ни простыми метками, состоящими из пары граней, ни периодическими.

Предлагаемая метка основана на непериодической бинарной последовательности, которая была описана Баркером [3].

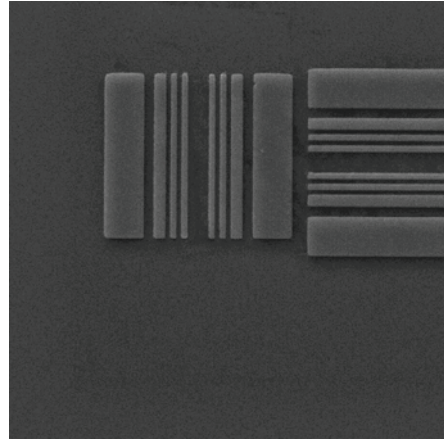


Рис. 1. Метки совмещения, содержащие код Баркера

1. *H. Alves, P. Nahmanna, K.-H. Kliema. E-Beam direct write alignment strategies for the next generation node, SPIE Vol. 6921, 69210I (2008)*

2. *D. M. Holburn, G. A. C. Jones, and H. Ahmed. A pattern recognition technique using sequences of marks for registration in electron beam lithography. J. Vac. Sci. Technol. 19, 1229 (1981)*

3. *U. Weidenmueller, H. Alves, B. B. Icard. Schnabel New alignment marks for improved measurement maturity. Proc. of SPIE Vol. 6792, 679211, (2008)*

Оптимизация метода функций уровня для моделирования микро- и наноструктур, формируемых методом фокусированного ионного пучка

А.В. Румянцев, Н.И. Боргардт

Национальный исследовательский университет «МИЭТ»
124498, г. Москва, г. Зеленоград, площадь Шокина, дом 1

Метод функций уровня [1] является одним из часто используемых подходов для моделирования эволюции поверхности при проведении технологических процессов микроэлектроники. Суть метода состоит в решении дифференциального уравнения движения для вспомогательной функции $\varphi(x,y,z,t)$, нулевой уровень которой задает изучаемую поверхность. Введение функции $\varphi(x,y,z,t)$ связано с существенным увеличением объема используемой оперативной памяти, что является одним из недостатков данного метода. В работе представлены подходы для оптимизации процесса моделирования распыления материала методом фокусированного ионного пучка (ФИП), в котором пучок высокоэнергетических ионов галлия перемещается по подложке, локально воздействуя на образец в точках остановки.

Особенность метода ФИП заключается в последовательном характере воздействия на образец: на расстояниях, превышающих несколько диаметров пучка, поверхность практически не затрагивается. Для моделирования при этом удобно ввести две расчетные сетки: G_1 и G_2 (Рис. 1а,б). G_1 используется непосредственно для численного решения уравнений движения методом конечных разностей, а G_2 – для хранения результатов и последующей визуализации. Применение сетки G_1 позволяет избежать ресурсозатратных вычислений в областях, где влиянием пучка можно пренебречь.

Сетка G_1 формируется при каждой остановке пучка в точке шаблона распыления на основе соответствующих значений G_2 . Ее размер в латеральных направлениях приблизительно равен 10 стандартным отклонениям пучка. Результат моделирования затем повторно записывается в сетку G_2 . Для оптимизации использования вычислительных ресурсов, сетка G_2 является нерегулярной: в нее записываются только точки находящиеся в узкой полосе шириной около 10 интервалов пространственной дискретизации вдоль оси z от интересующей поверхности, как показано на Рис.1б. Такой подход был впервые предложен в [2] и позволяет существенно снизить требуемый объем оперативной памяти.

С помощью оптимизированного метода моделирования была рассчитана структура прямоугольного углубления с параметрами процесса: время остановки пучка $t_d=255$ мкс, ток пучка $I=40$ пА, шаг пучка в двух перпендикулярных направлениях $a=b=10$ нм, стандартное отклонение пучка $\sigma=10$ нм, размер шаблона сканирования $N_x \times N_y=75 \times 25$ точек.

Структура формировалась за один проход пучка по маршруту, схематично показанному на Рис 1а. Углубление имеет характерную форму: при движении вдоль оси x глубина сначала возрастает практически линейно, достигая затем постоянного значения. Наклон вызван возрастанием коэффициента распыления при увеличении угла падения ионов. Постоянное значение глубины достигается, когда удаление материала происходит при угле падения, соответствующем максимальному коэффициенту распыления. Подобная форма углубления ранее экспериментально формировалась в [3] и ее моделирование было бы практически труднореализуемо без использования представленных усовершенствований.

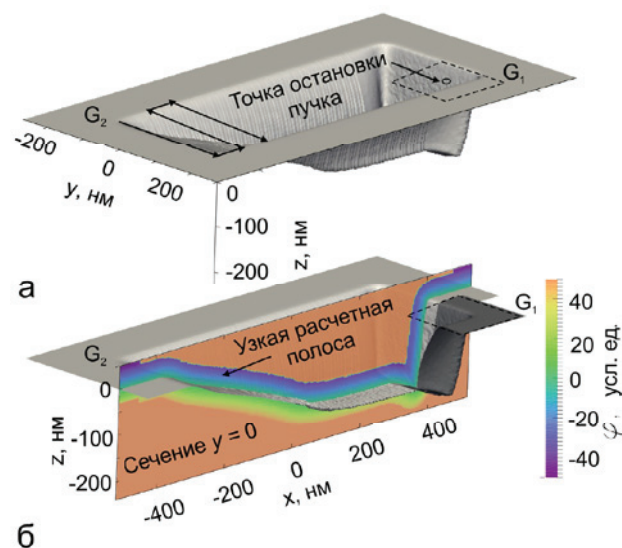


Рис. 1. Трехмерное изображение полученной при моделировании структуры (а) с наложенным сечением функции $\varphi(x,y,z,t)$ плоскостью $y=0$ (б).

Таким образом, предложенные усовершенствования позволяют повысить скорость моделирования микроструктур, создаваемых методом ФИП, а также существенно увеличить доступные для моделирования размеры таких структур.

1. J. A. Sethian Level set methods and fast marching methods. – Cambridge university press, 1999. – Vol. 3.
2. J. A. Sethian PNAS. 1996, 93, 1591-1595.
3. P. M. Nellen, R. Brönnimann. Meas. Sci. Technol., 2006, 17, 943.

Расчет миниатюрной формирующей линзы высоковольтного электронного литографа

В.В. Казьмирук, И.Г. Курганов, А.А. Подкопаев, Т.Н. Савицкая

¹ Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов Российской академии наук, г. Черноголовка, Московская область, ул. Академика Осипяна, д. 6, 142432 Россия

В работе рассмотрена миниатюрная линза для многоколонного электронного литографа [1].

Задача компоновки нескольких электронно-оптических систем на ограниченной площади, определяемой например геометрией и размером фотошаблона, ставит вопрос об оптимальном проектировании электронных линз, при котором исключается насыщение магнитопровода и, в то же самое время, обеспечиваются приемлемые абберационные характеристики ЭОС.

Расчеты проводились с помощью программного пакета EOD [2]. На рисунке 1 показана геометрия линзы с наложенной картой распределения магнитной индукции в магнитопроводе линзы. Диаметр линзы – 64 мм, что позволяет расположить до 4 ЭОС над стандартным фотошаблоном. В любой точке магнитопровода индукция не превышает 1.8 Тл, что на 20% меньше индукции насыщения технически чистого железа.

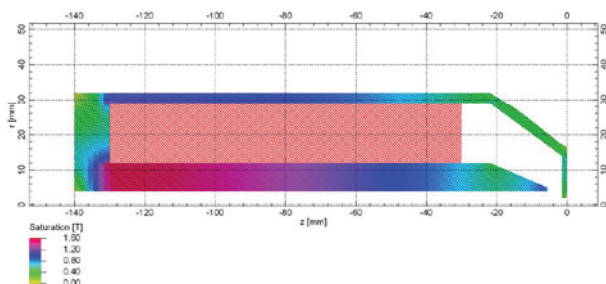


Рис. 1. Вариант геометрии линзы

Осевые абберации рассчитывались для различных значений зазора магнитопровода и диаметра канала. На рисунке 2 показана зависимость коэффици-

циента сферической абберации линзы (рис. 1) от диаметра канала и величины зазора.

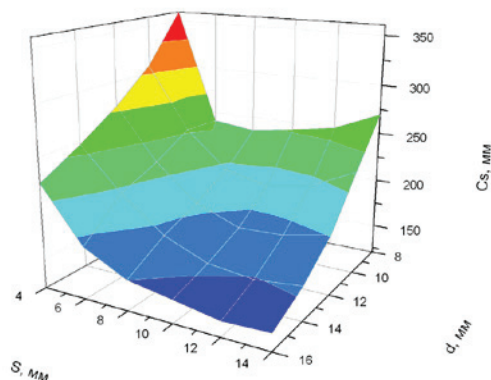


Рис. 2. Зависимость коэффициента сферической абберации (C_s) от диаметра канала (d) и зазора (S)

Рассмотрены также свойства линзы с радиальным зазором. Полученные результаты подтверждают возможность использования миниатюрных электронных линз в электронных литографах и РЭМ с пучком энергии 50 кэВ.

1. В.В. Казьмирук, И.Г. Курганов, Т.Н. Савицкая и др. Высоковольтный многоколонный электронный литограф. 2-й международный форум "Техноюнити - ЭЛТМ 2017", 54.
2. B. Lencová, J. Zlámal. A new program for the design of electron microscopes. Physics Procedia, 2008, vol. 1, 315-324.

Измерение размера пучка в электронной литографии

С.И. Зайцев¹, М.А. Князев¹, А.А.Свинцов¹

¹ *Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН
142432, МО, Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, 6*

Размер пучка электронного микроскопа характеризует разрешение устройства. Точное определение минимального размера пучка достаточно сложная задача. Кроме анализа данных изображения необходимо также иметь контрастный тестовый образец. Нас, однако, интересует другой класс задач, когда нужно за доли секунды оценить размер пучка. Например, для текущей настройке микроскопа, или если наоборот требуется расфокусировать пучок до заданного размера для последующей литографии. В качестве тестового объекта может выступать случайная пылинка на подложке, или маркерный знак. Объект может быть очень неконтрастным, а накопление сигнала нежелательным из-за дополнительного экспонирования резиста. В результате отношение сигнал-шум может быть очень низким.

В работе представлен метод автоматической оценки размера пучка электронов на основе изображения в растровом электронном микроскопе (РЭМ). Метод заключается в анализе различных сечений изображения и нахождении длины “размытия” перепадов яркости, - расстояния D перепада сигнала на $1/3$ высоты между точками минимума и максимума яркости. Наборы параллельных сечений делаются в четырех направлениях: вдоль осей X , Y и под ± 45 градусов к оси X (направления XY и YX). Для каждого направления строится гистограмма $N(D)$ число найденных перепадов в зависимости от D . Из гистограммы $N(D)$ выбирается точка $D=D_m$ ближайшего к нулю максимума гистограммы, которая и считается длиной размытия в заданном направлении D_x , D_y , D_{xy} , или D_{yx} . В качестве оценки размера пучка берется параметр $A=(D_x^2+D_y^2+D_{xy}^2+D_{yx}^2)^{1/2}$. Если считать распределение плотности тока $I(x,y)$ в пучке гауссовым $I(x,y)\sim\exp(-(x^2+y^2)/a^2)$, то длина перепада на $1/3$ (от $1/3$ до $2/3$) высоты для размытия точечного изображения (свертка $I(x,y)$ с δ функцией) равен приблизительно $0.61a$, а для ступенчатой функции – $0.41a$. Сложность расчета заключается в отборе экстремумов яркости при наличии сильного шума. Метод реализован в программно аппаратном комплексе Nanomaker (<http://www.nanomaker.com/>)

Пример работы метода показан на рисунках 1,2. Оба изображения размером 4×4 мкм получены с помощью РЭМ JSM-840. Подложка – кремний. Ускоряющее напряжение 15кВ. Рабочий отрезок – 8мм. На Рис.1 приведено изображение случайной пылинки на свободной поверхности Si, а на Рис.2 изображение случайной пылинки на Si под слоем ПММА резиста, толщиной около 0.6мкм. В первом случае рассчитанный размер пучка $A_1=106$ нм, а во втором – $A_2=142$ нм. Разница $(A_2^2-A_1^2)^{1/2}=94$ нм

вполне соответствует дополнительному рассеянию 15кВ пучка при прохождении через пленку резиста.

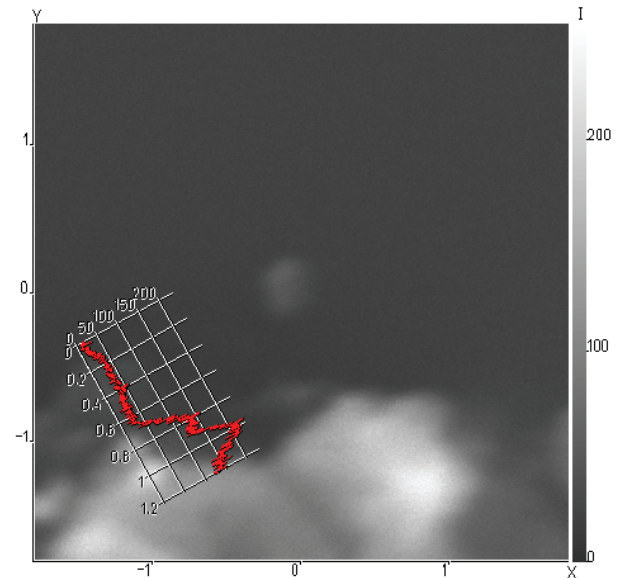


Рис. 1. Изображение случайной пылинки на поверхности Si и распределение интенсивности в сечении. Размер изображения 4×4 мкм. Рассчитанный размер пучка $A=106$ нм.

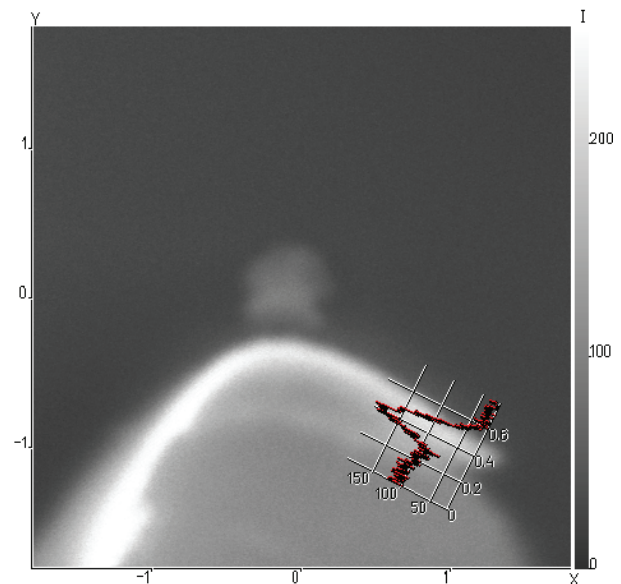


Рис. 2. Изображение случайной пылинки на поверхности Si под слоем ПММА резиста, толщиной около 0.6мкм, и распределение интенсивности в сечении. Размер изображения 4×4 мкм. Рассчитанный размер пучка $A=142$ нм.

Секция 6.

Электронно - лучевые технологии:
создание микро- и наноструктур,
3D печать, электронно-лучевая сварка,
электронно-лучевая плавка

Зависимость показателя твёрдости плёнок золота и меди от условий получения

С.А.Шарко¹, Е.Н.Галенко²

¹ ГО "НПЦ НАН Беларуси по материаловедению"
Республика Беларусь, 220072, г. Минск, ул. П. Бровки, 19

² УО "МГТУ им. И.П. Шамякина"
Республика Беларусь, Гомельская обл., 247760, г. Мозырь, ул. Студенческая, 28

Тонкоплёночные материалы представляют большой научный и практический интерес. Они характеризуются минимальным объемом и, соответственно, низким расходом материала. Комбинируя материалы подложки и плёнки, а также применяя многослойные плёнки и рельефные литографии, можно получать разнообразные устройства от элементов микроэлектроники до датчиков и детекторов.

В данной работе методом ионно-лучевого напыления были получены тонкие плёнки золота и меди. Данный метод был выбран по причине своей эффективности, поскольку обеспечивает низкое давление, ограниченное только быстротой откачки. Также в процессе напыления отсутствует электрическое поле в области подложки, что позволяет наносить плёнки на диэлектрические материалы.

Распыление мишени проводилось атомами аргона с энергией 1,2 кэВ. Очистка и травление происходило при основном напряжении $U_{осн} = 345$ В и ускоряющим $U_{уск} = 600$ В. Напыление соответственно при $U_{осн} = 600$ В и $U_{уск} = 1200$ В.

В результате были получены 7 плёночных образцов с различными режимами:

- 1) золото толщиной 40 нм на подложке из монокристаллического кремния (очистка 120 с, нанесение 240 с с вращением подложки);
- 2) золото толщиной 60 нм на подложке из монокристаллического кремния (очистка 120 с, нанесение 300 с без вращения подложки);
- 3) золото толщиной 40 нм на подложке из монокристаллического кремния (очистка 120 с, нанесение 60 с, распыление 60 секунд, нанесение 240 с с вращением подложки).
- 4) медь толщиной 50 нм на подложке из стекла со временем нанесения 300 с;
- 5) медь толщиной 50 нм на подложке из кремния со временем нанесения 300 с;
- 6) медь толщиной 100 нм на подложке из стекла со временем нанесения 600 с;
- 7) медь толщиной 100 нм на подложке из кремния со временем нанесения 600 с.

Полученные образцы исследовались на твёрдость методом царапания с применением грифельного карандаша. Для испытания использовался комплект карандашей различной твёрдости от 3В до 3Н, где 3В соответствует самому низкому значению твёрдости. Степень повреждения оценивалась с помощью оптического микроскопа с десятикратным увеличением.

В результате были получены фотографии (рис. 1) следов, оставленных грифелем, твёрдость которых соответствует началу появления глубоких, явно заметных зазубрин, царапин и выкрашивания до подложки.

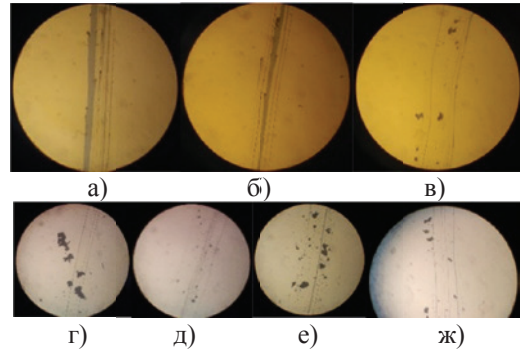


Рис. 1. Фотографии образцов: а – № 1 Au на mono-Si, грифель твёрдости 1В; б – № 2 Au на mono-Si, грифель твёрдости 3В; в – № 3 Au на mono-Si, грифель твёрдости НВ; г – № 4 Cu на стекле (300 с), грифель твёрдости НВ; д – № 6 Cu на стекле (600 с), грифель твёрдости В; е – № 5 Cu на Si (300 с), грифель твёрдости В; ж – № 7 Cu на Si (600 с), грифель твёрдости 2В

Анализ полученных данных для образцов представлен в таблице (табл. 1)

Таблица. 1. Твёрдость образцов плёнок золота и меди

№ образца	Твёрдость образцов						
	золото			медь			
	1	2	3	4	5	6	7
	2В	3В	В	В	2В	2В	3В

Для золота самая высокая твёрдость, и, соответственно, прочность [1] наблюдалась у образца под номером 3, который помимо очистки, подвергался травлению и повторному нанесению плёнки с одновременным вращением подложки. Самый низкий показатель твёрдости у образца № 1, который получен без вращения подложки и кроме предварительной очистки не подвергался травлению.

Таким образом, технология получения плёнок золота, включающая дополнительное травление тонкого слоя и повторное нанесение, повышает качество получаемой плёнки. При этом отсутствие вращения подложки приводит к неоднородности напыления плёнки, что отрицательно сказывается на качестве самой плёнки. С уменьшением толщины плёнок меди их твёрдость и, соответственно, прочность повышается [1].

1. Хасс Г., Тун Р.Э. Физика тонких пленок. Современное состояние исследований и технические применения / Г. Хасс, Р.Э. Тун, перевод с английского под ред. канд. физ.-мат. наук В.Б. Сандомирского - Москва: Мир, 1968. - 331 с..

Применение 3D фемтосекундной лазерной литографии для технологических процессов в микроэлектронике и для технологии метаматериалов

А.В. Ковальчук¹, Е.А. Полушкин¹, А.А. Деменев², С.Ю. Шаповал¹

¹ *Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, 142432, Черноголовка, Московская обл., ул. Академика Осипьяна, д.6*

² *Институт физики твёрдого тела РАН, 142432, Черноголовка, Московская обл., ул. Академика Осипьяна, д.2*

Микропринтер “Photonic Professional GT” фирмы “Nanoscribe” позволяет проводить процессы 3D литографии. Минимальный размер создаваемых объектов – 30 нанометров. В основе экспонирования фоторезиста заложен механизм двухфотонной активации [1]. Плотность квантов, необходимая для экспонирования, реализуется вблизи центра области фокусировки пучка фемтосекундного лазера. Лазер работает на длине волны 780 нм. При экспонировании фоторезиста на заданной глубине полностью исключается экспонирование верхнего слоя фоторезиста, через который проходит пучок лазера. Рабочая область обеспечивается характеристиками пьезоэлектрического манипулятора и составляет 300 мк × 300 мк × 300 мк. Точность позиционирования 5 нм. Для мультиплицирования микроструктур используется механический манипулятор, позволяющий работать на площади 100 мм × 100 мм.

“Photonic Professional GT” позволяет выполнять проекты в области микроэлектроники с интегрированной оптикой, биомедицинской инженерии, микромеханических приборов, дифракционной оптики, фибер-оптики, микрооптических резонаторов, голографических оптических элементов, фотонных кристаллов, метаматериалов и рентгеновской оптики.

На Рис. 1 представлена, выполненная на микропринтере, трубчатая структура с постоянной площадью промежутков между основаниями цилиндров.

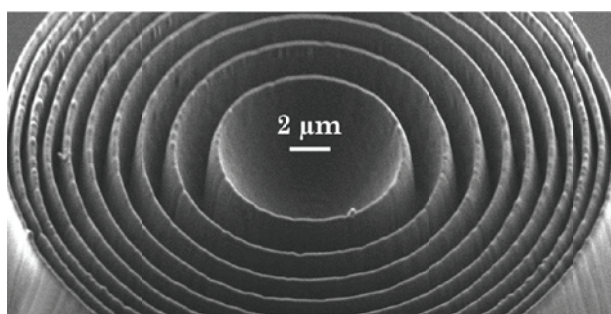


Рис. 1. Структура из коаксиальных цилиндров

В данной работе мы применили “Photonic Professional GT” для изготовления фазовой спиральной пластинки. Эта пластинка предназначена для фазовой модуляции $F(\rho, \varphi)$ как функции вдоль радиуса ρ и функции от полярного угла φ в сечении пучка света. После прохождения через такую пластинку создаётся вихревой пучок фотонов с расчётной проекцией орбитального углового момента импульса (ОУМ). Вихревой пучок фотонов распространяется в направлении падающего пучка. Геометрические параметры фазовой пластинки рассчитываются на длину волны λ_0 и заданный ОУМ. При послыном

экспонировании от подложки структура фазовой пластинки получается ступенчатой формы, как это представлено на Рис. 2.

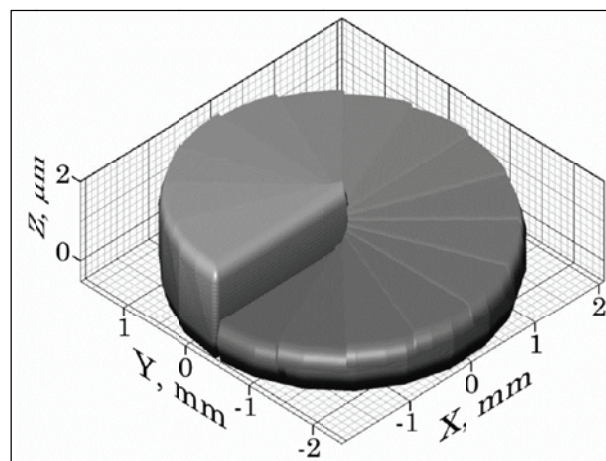


Рис. 2. Внешний вид фазовой пластики. Края структуры выглядят закруглёнными из-за сильного увеличения масштаба по координатной оси Z

Для тестирования фазовой пластинки исследовалось оптическое поле интерферирующих когерентных лазерных пучков одинаковой интенсивности и радиуса, с противоположными проекциями ОУМ. Результаты тестирования представлены на Рис. 3.

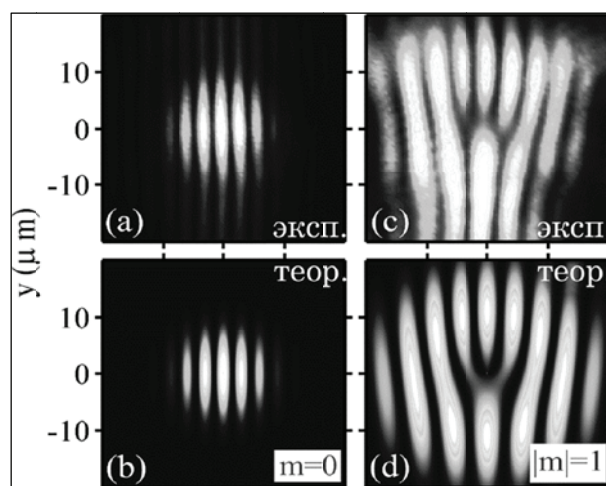


Рис. 3. Экспериментально полученные и рассчитанные пространственные распределения интенсивностей для не модулированного пучка $m = 0$ (a,b) и для пучка с модулем проекции орбитального углового момента $|m| = 1$ (c,d).

1. G.Witzgall et al., Opt. Lett., (1998), 23, 1745.

Локальный отжиг e-пучком, ПЭМ и in situ исследования точек кристаллизации, формируемых в аморфных плёнках

В.Ю. Колосов

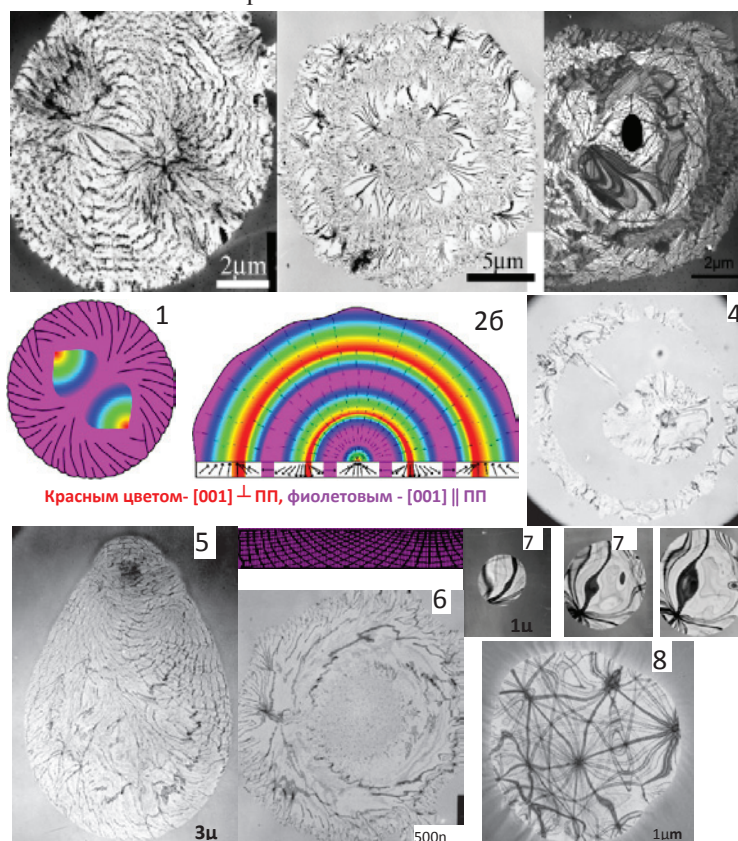
Уральский федеральный университет, 620000, Екатеринбург, пр. Ленина 51

Электронный пучок в колонке ПЭМ можно использовать в качестве удобного тонкого инструмента для локального нагрева пленки, инициирующего переходы аморфная фаза – кристалл (в т. ч. многократные, обратимые – подобные элементам памяти РСМs), рост кристаллов, перекристаллизацию и т.д. Интенсивность электронного пучка можно менять в широком диапазоне, изменяя токи конденсоров и диафрагмы, фокусировку, сходимость пучка, сканирование. Представлены превращения, инициированные и исследованные в основном in situ в ПЭМ, преимущественно с применением метода изгибных экстинкционных контуров для анализа ориентации решетки [1]. В отдельных случаях привлекалась ВРЭМ, и комбинацией АСМ-ПЭМ. Исследуется сложная зональная структура, ориентациях решетки, текстуре и влиянии толщины пленки для круглых, закристаллизованных пятен (масштабов мкм) и их центрах. Пятна взрывной и радиальной / тангенциальной сферолитной кристаллизации, текстур и/или трансротационных кристаллов [2] формировались электронным пучком в различных ПЭМ (5-200Кv) в тонких (10-100 нм) аморфных плёнках различной химической природы (материалы на основе группы VI и Ge, оксиды, и некоторые другие вещества), производимые различными методами (тепловым, электронно-лучевым и лазерным испарением, твердотельный аморфизацией). Несколько типов пятен кристаллизации с характерными особенностями и различиями

показаны на **Рис. 1-8**. Кристаллы самых сложных структур в конечном итоге приобретают азимутальные сферолито-подобные регулярные разориентировки решётки, осложненные внутренним изгибом плоскостей решетки (transrotation) вокруг осей, лежащих в плоскости пленки (ПП), **Рис. 1-3**: **Рис.1a** (гексагональной Se, скорость роста ~ 1 мкм / с) - соответствует закономерному искажению, наиболее заметному вокруг 2 полюсов (где $[001] \perp$ ПП) с зародышевой областью между ними ($[001] \parallel$ ПП); **Рис. 2a** (α -Fe₂O₃) - чередующиеся круговые монокристаллические ($[001] \perp$ ПП) нечетные зоны и мелкозернистые ($[001] \parallel$ ПП) четные зоны; **Рис.3** (Te и Cu-Te) – 2х-фазные перемежающиеся зоны: нечетные зоны - Te (с сильными градиентами кристаллографической разориентировки ~ 200°/ мкм), четные зоны - Cu-Te фазы (с малыми градиентами ~ 10°/ мкм), **Рис. 1 б, 2 б** - цветные схемы решетки ориентаций (для $[001]$ гексагональной структуры) в соответствующих кристаллов (**Рис. 1a, 2a**). Изученные чередующиеся зоны могут отличаться по ориентации решетки (**Рис. 2a, б**), фазам материала (**Рис. 3-4**), несовершенству решетки (**Рис. 2 а, б**). Динамические (**Рис. 7 а-в**), некруговые (**Рис.6, 8**) особенности также анализируются.

1. I. E. Bolotov, V. Yu. Kolosov, Phys. Stat. Sol. (a) (1982), 69, N1, 85-96

2. V. Yu. Kolosov, A. R. Thölen, Acta Mater. (2000), 48, 1829-1840



Электронно-лучевая запись периодических доменных структур в оптических волноводах на ниобате лития для реализации квази-синхронного преобразования лазерного излучения

Л.С.Коханчик¹, С.М.Шандаров², Т.Р. Волк³

¹ Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН
г. Черноголовка, Московская обл, ул. Академика Осипьяна, 6, 142432

² Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники, г. Томск, пр. Ленина, 40, 634050

³ Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, ФНИЦ «Кристаллография и Фотоника»
г. Москва, Ленинский пр., 59, 119333

Переполяризация и управляемое формирование доменов в сегнетоэлектрических материалах под действием поля зарядов, внедряемых сфокусированным электронным лучом, относится к области, имеющей научное и прикладное значение благодаря возможностям использования доменных структур с заданной конфигурацией для различных применений.

В нелинейной интегральной оптике сегнетоэлектрические кристаллы ниобата лития (LN) с оптическими волноводами являются базовым материалом. В оптических схемах, использующих волноводные моды с максимальной компонентой светового поля, параллельной поверхности, предпочтительным является использование неполярных (X и Y) срезов ниобата лития. В исследованиях по электронно-лучевой (ЭЛ) записи доменов на неполярных срезах LN была установлена зависимость характеристик формирующихся доменов от условий облучения [1,2]. Домен, зарождающийся в точке облучения, растет вдоль полярного направления в тонком поверхностном слое. Глубины T_d растущих доменов связаны с величиной используемого при ЭЛ записи ускоряющего напряжения U . Согласно экспериментально установленной зависимости, в интервале U от 5 до 25 кВ величина T_d может быть задана от (200-250) нм до (4-5) мкм, что соответствует используемым толщинам (D) волноводов.

В докладе представлены результаты по исследованию возможности формирования ЭЛ методом периодических структур в планарных оптических волноводах на LN (He-LiNbO_3 и Ti-LiNbO_3) и исследованию особенностей записанных периодических доменных структур, связанных с типом волноводного слоя.

В планарных He-LiNbO_3 волноводах проанализированы экспозиционные зависимости длин доменов $L_d(t_{\text{ит}})$ [3]. Показано, что линейность $L_d(t_{\text{ит}})$ выполняется при условии $T_d < D$. Установлена клинообразная форма доменов. Угол клина определяется соотношением T_d/L_d . При $T_d > D$ линейность $L_d(t_{\text{ит}})$ нарушается из-за влияния интерфейса волновод/подложка, искажается форма доменов.

В волноводах Ti-LiNbO_3 , полученных в результате высокотемпературной диффузии титана ($D=1,75$ мкм [4]), определялось влияние концентрации Ti (C_{Ti}), меняющейся по глубине, на $L_d(t_{\text{ит}})$, а также на планарные размеры, качество и результирующую форму периодических доменных решеток (рис.1). Показано, что вблизи поверхности в зоне ЭЛ записи происходят радикальные изменения в записи до-

менных решеток, связанные с увеличением проводимости волноводного слоя Ti-LiNbO_3 .

Методом микроскопии ГВГ проанализировано качество нелинейного преобразования спектральных характеристик лазерного излучения на периодических структурах расположенных на разной глубине волновода. Решетки, записанные в пределах волноводного слоя и в области перекрытия полей мод TE_0 для λ_1 и λ_2 показали более высокую эффективность нелинейного преобразования. Если решетки были записаны глубже, когда $T_d > D$, перекрытия мод не происходило, и эффективность нелинейного преобразования снижалась. На периодической доменной решетке с пространственным периодом 6.50 мкм, записанной при ускоряющем напряжении $U=10$ кВ было выявлено наиболее близкое к квазисинхронному преобразованию излучения на длине волны 1053 нм во вторую гармонику для волноводного процесса $\text{TE}_0 \rightarrow \text{TE}_1$.

Проведенный нами анализ выявил основные закономерности ЭЛ записи доменов в волноводах на неполярных срезах LN, связанные с особенностями волноводных слоев. Полученные результаты свидетельствуют о возможности «подгонки» глубины записываемой доменной структуры к глубине локализации светового поля взаимодействующих мод [4].

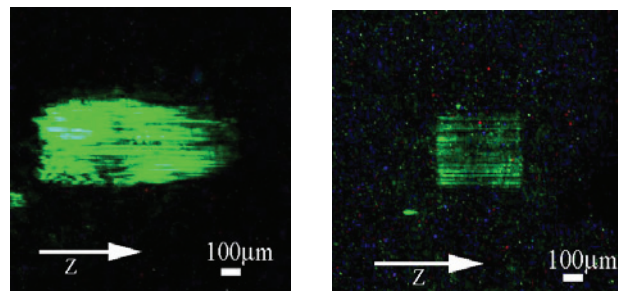


Рис.1. Форма планарных доменных решеток, записанных по одной схеме облучений на разной глубине волновода Ti-LiNbO_3 . Микроскопия ГВГ на просвет.

1. L. S. Kokhanchik, R. V. Gainutdinov, S. D. Lavrov, T. R. Volk, J.Appl.Phys.(2015), 118, 72001-5
2. T.R. Volk, L.S. Kokhanchik, R.V. Gainutdinov et al. J.Adv.Diel.(2018) 8, 1830001-8.
3. T.R. Volk, L.S. Kokhanchik, R.V. Gainutdinov et al., Ferroelectrics, (2016) 500, 129-140
4. С.М.Шандаров, Л.С.Коханчик, Т.Р.Волк, Е.Н. Савченков, М.В.Бородин.КЭ,(2018) 48,761-766

Влияние СВЧ облучения на электрические характеристики плёнок меди и золота

Е.Н.Галенко¹, С.А.Шарко²

¹ УО "МГПУ им. И.П. Шамякина"

Республика Беларусь, Гомельская обл., 247760, г. Мозырь, ул. Студенческая, 28

² ГО "НПЦ НАН Беларуси по материаловедению"

Республика Беларусь, 220072, г. Минск, ул. П. Бровки, 19

Ионы оказывают различное воздействие на облучаемый материал, которое во многом определяется как природой самого материала и типом ионов, так и режимами облучения (интенсивностью, длительностью). Немаловажным является также и то, что ионы могут вступать в химическую реакцию с бомбардируемым веществом.

В данной работе было проведено исследование влияния ионного облучения на образцы нанометровых плёнок меди и золота с помощью установки сверхвысокочастотного (СВЧ) разряда. Вакуум не хуже 10^{-3} Торр в рабочей камере обеспечивался применением форвакуумного насоса НВПР-16. СВЧ излучение мощностью 360 Вт генерировалось в виде импульсов при помощи магнетрона и приводило к ионизации молекул воздуха, содержащегося в СВЧ реакторе с исследуемыми образцами.

Образцы плёнок меди и золота получены методом ионно-лучевого напыления, обеспечивающим высокое качество за счёт низкого давления в камере и отсутствия электрических полей в области подложки.

Были исследованы четыре плёночных образца с различными режимами нанесения:

1) золото толщиной 60 нм на подложке из монокристаллического кремния (очистка 120 с, нанесение 300 с без вращения подложки);

2) золото толщиной 60 нм на подложке из монокристаллического кремния (очистка 120 с, нанесение 60 с, распыление 60 с, нанесение 300 с с вращением подложки);

3) золото толщиной 12 нм на подложке из монокристаллического кремния (очистка 120 с, нанесение 60 с, распыление 60 с, нанесение 60 с с вращением подложки);

4) медь толщиной 50 нм на подложке из стекла со временем нанесения 300 с.

Для избирательного воздействия облучения на пленочные образцы на их поверхности поочередно создавались открытые участки. После облучения проводилось измерение удельного сопротивления плёнок четырёхзондовым методом на базе ИУС-3. По удельному сопротивлению плёнок можно судить о их качестве.

На рисунке 1 показан внешний вид плёнки меди, на котором хорошо различаются три характерных участка. Первый участок (справа налево) не подвергался облучению и имеет удельное сопротивление 5 Ом-см. Второй участок со значением удельного сопротивления 7 Ом-см соответствует применению одного СВЧ импульса; наконец, третий участок, имею-

щий удельное сопротивление 300 Ом-см, подвергался воздействию двух импульсов.

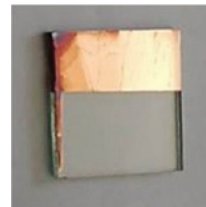


Рис. 1. Фотография образца меди, подвергнутого СВЧ облучению

На рисунке 2 представлены графики зависимости удельного сопротивления плёнки золота от количества СВЧ импульсов.

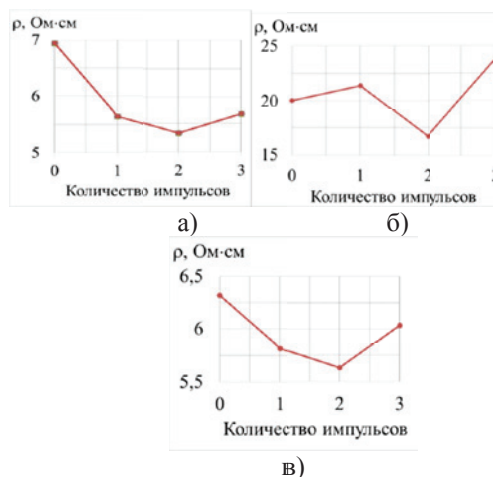


Рис. 2. Зависимости удельного сопротивления плёнок золота от количества импульсов СВЧ разряда: а – образец 1; б – образец 2; в – образец 3

Удельное сопротивление исследуемых образцов при воздействии первых двух импульсов уменьшается, что можно объяснить термическим уплотнением плёнок. Однако воздействие третьего дополнительного импульса приводит к возрастанию сопротивления. В случае плёнки меди это свидетельствует о появлении слоя оксида под действием СВЧ-разряда [1]. Воздействие же третьего импульса на плёнку золота повышает её сопротивление за счёт частичного травливания плёнки и фрагментарного выкрашивания поверхности.

1. Аброян И.А., Андронов А.Н., Титов А.И. Физические основы электронной и ионной технологии / И.А. Аброян, А.Н. Андронов, А. И. Титов: Учеб. пособие для спец. электронной техники вузов. – М.: Высш. шк., 1984. – 320 с.

Микроструктура и свойства сплава Ti-6Al-4V, полученного по технологии СЭЛП

Л.Е. Афанасьева

Тверской государственной технической университет, 170026, Тверь, наб.Аф. Никитина, 22

Применение аддитивных технологий при изготовлении изделий из сплавов титана позволяет минимизировать ряд нерешенных проблем традиционной металлургии, таких как неоднородность химического состава и свойств, наличие металлургических дефектов в слитках; большие припуски на механическую обработку; высокая стоимость технологических процессов [1-4].

Технология селективного электронно-лучевого плавления (СЭЛП) основана на избирательном плавлении слоя порошка в вакууме электронным лучом. Образцы для исследований были получены на установке Argam A2 путем послойного плавления порошка состава Ti-6Al-4V со средним диаметром частиц 60...100 мкм. Часть образцов после синтеза подвергали старению в муфельной печи при 500 °С в течение 2 ч. В настоящей работе проведено комплексное исследование микроструктуры, фазового состава, свойств полученных образцов.

Сплав состава Ti-6Al-4V относится к ($\alpha+\beta$)-титановым сплавам. При синтезе образцов происходит плавление порошка и последующая высокоскоростная кристаллизация со скоростью до 10^5 К/с. По данным работ [1, 2], в интервале температур от ~1900 до ~700 °С происходит охлаждение сплава с очень высокими скоростями, затем идет выдержка в течение времени изготовления детали, т.к. при синтезе образца температура в камере около 700 °С. После того, как процесс синтеза завершится, сплав медленно охлаждается.

При первичной кристаллизации β -фаза имеет столбчатую морфологию. Направление роста зерна совпадает с направлением синтеза детали, происходит рост β -титана на зернах предыдущего слоя. Температура β -перехода 995 ± 20 °С [1]. Следовательно, при изготовлении изделия создаются условия для формирования неравновесной α' -фазы. На рис. 1 представлены изображения микроструктуры синтезированных образцов. Сплав обладает высокой дисперсностью α' - и β -фаз, формируется видманштеттовая структура пластин α' -мартенсита с тонкими прослойками β -фазы.

При старении в пластинах α -фазы выделяется β -фаза размером до 0,3 мкм. Распад мартенсита осуществляется по схеме $\alpha' \rightarrow \alpha + \beta$.

Технология СЭЛП формирует в сплаве Ti-6Al-4V дисперсную структуру с низким уровнем пористости и высокой плотностью $4,491\pm 0,025$ г/см³.

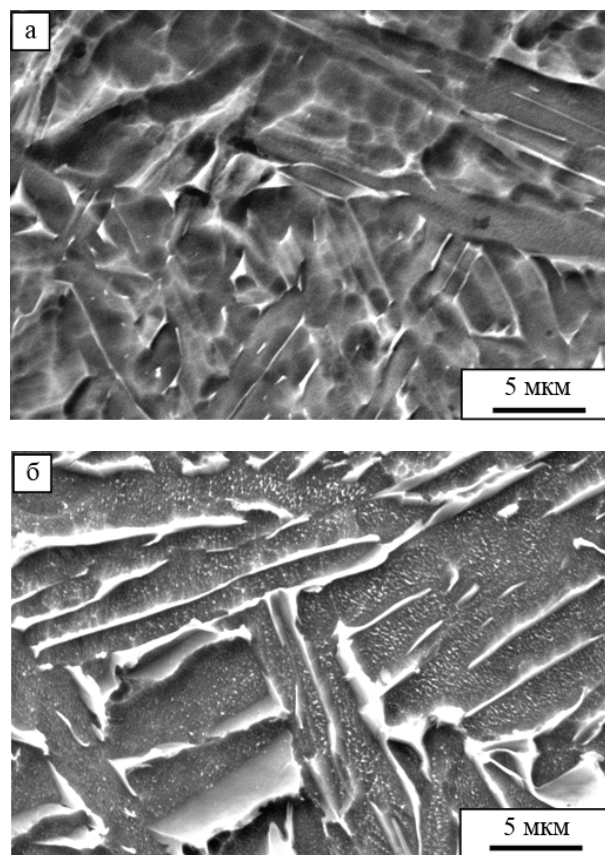


Рис. 1. РЭМ – изображение микроструктуры сплава Ti-6Al-4V, полученного: а – по технологии СЭЛП; б – по технологии СЭЛП и последующего старения

1. Safdar A., Wei L.-Y., Snis A., Lai Z. Evaluation of microstructural development in electron beam melted Ti-6Al-4V // Materials characterization. 2012. V. 65. P. 8 – 15.

2. Al-Bermani SS, Blackmore ML, Zhang W, Todd I. The origin of microstructural diversity, texture, and mechanical properties in electron beam melted Ti-6Al-4V // Metall Mater Trans A 2010. 41A. P. 3422.

3. Соколов Ю.А., Афанасьева Л.Е., Барабонова И.А., Новоселова М.В., Гречишкин Р.М. Микроструктура и свойства сплава Ti-6Al-4V, полученного по технологии послойного электронно-лучевого синтеза // Металловедение и термическая обработка металлов. 2015. № 6 (720). С. 45–50.

4. Афанасьева Л.Е. Закономерности формирования структуры сплава Ti-6Al-4V при послойном электронно-лучевом плавлении и горячем изостатическом прессовании // Вопросы материаловедения. 2017. № 3 (91). С. 27–34.

Синтез ZnO и AlN на SiO₂/Si, предварительно экспонированном электронами

А.В. Зотов, Д.М. Седловец, М.А. Князев, М.В. Еставфьева

Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, г. Черноголовка Московской обл., ул. Ак. Осипьяна, д. 6

Развитие методов электронной литографии привело к возрастанию интереса в области взаимодействия электронного пучка с диэлектрическими материалами, в особенности SiO₂/Si. В основном, в результате такого взаимодействия происходит физическая реструктуризация оксида или инжекция электрического заряда в диэлектрический слой [1]. Первое явление активно используют для селективного травления SiO₂ [2]. Второе может вызывать нежелательные явления пробоя или утечки тока, поэтому его активно изучают [3,4], а также прилагают усилия по предотвращению или уменьшению аккумуляции заряда [5].

Недавно [6] мы показали возможность использовать избирательно облученный электронами SiO₂/Si в качестве подложек для селективного синтеза графеноподобных пленок. В настоящей работе методика предварительного облучения подложек была протестирована для синтеза различных полупроводниковых соединений (ZnO, AlN).

Облучение подложек электронами с энергией 5 кэВ проводили на РЭМ JEOL JSM 840 под управлением программного комплекса Nanomaker. Экспонирование электронным пучком осуществляли при токе 1 нА, доза экспонирования равнялась 1000 мкКл/см².

ZnO получали в дузонном кварцевом CVD реакторе при температуре 670°C в течении 30 минут. В соответствии с методикой, описанной в [7], гранулированный цинк, помещенный в первой зоне, испарялся, его пары смешивались с потоком кислорода, и продукт реакции осаждался на подложках, расположенных во второй зоне.

AlN синтезировали при атмосферном давлении в течение 30 минут. В трехзонном кварцевом реакторе [8] хлорид алюминия разлагали при температуре 330°C, далее пары аммиака реагировали с разогретым до 500°C металлическим алюминием, и пленка AlN осаждалась на подложки при температуре около 1000°C

Было показано, что предложенная методика управляемого синтеза на экспонированных электронами подложках распространяется не только на углеродные пленки, но также и на другие полупроводниковые материалы – ZnO (рис. 1) и AlN: на изображении, полученном с помощью РЭМ, видно,

что материал на экспонированных и неэкспонированных участках осаждался с разной скоростью (наблюдается контраст).

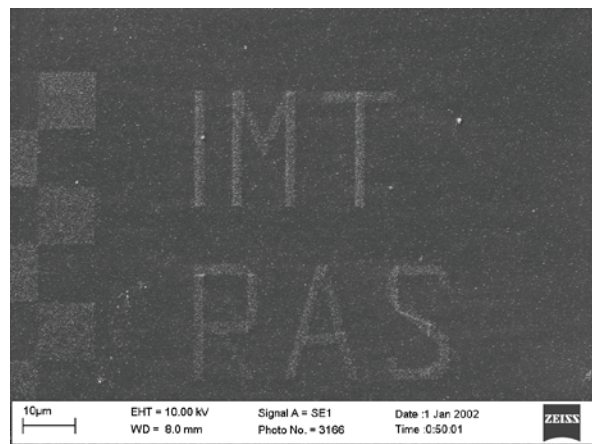


Рис. 1. РЭМ-изображение плёнки оксида цинка, полученной методом газофазного синтеза. Надпись на предварительно экспонированном электронами SiO₂/Si.

Таким образом, в работе предложен универсальный способ проведения газофазного синтеза на предварительно облученных диэлектрических подложках. В перспективе такой подход может привести к созданию новой высокотехнологичной методики управляемого CVD-синтеза.

- [1]. J. Barnes, A. Hoole, M. Murrell, M. Welland, A. Broers, etc. Appl. Phys. Lett., 1995, 11, 1538-1540.
- [2]. P. Allen, D. Griffiths, Z. Radzinsk, P. Russell. J. Vac. Sci & Tech. A: Vac., Surf. and Films, 1992, 4, 965-969.
- [3]. J. Cazaux. J. Appl. Phys., 1986, 5, 1418-1430.
- [4]. Y. Mizuhara, J. Kato, T. Nagatomi, Y. Takai, M. Inoue. J. Appl. Phys., 2002, 10, 6128-6133.
- [5]. M. Touzin, D. Goeriot, C. Guerret-Picour, D. Juve, D. Troheux, H.-J. Fitting. J. Appl. Phys., 2006, 11, 114110.
- [6]. M. Knyazev, D. Sedlovets, O. Trofimov, A. Redkin. Mat. Res. Bull., 2017, 86, 322-326.
- [7]. A. N. Red'kin, M. V. Ryzhova, E. E. Yakimov, D. V. Roshchupkin. Inorg. Mat., 2015, 12, 1293-1298.
- [8]. A.N.Redkin, E.E.Yakimov, D.V.Roshchupkin, V.I.Korepanov. Thin Solid Films, 2019, in press.

Прямая электронно-лучевая запись доменов в сегнетоэлектрических кристаллах $\text{Sr}_x\text{Ba}_{1-x}\text{Nb}_2\text{O}_6$ ($x=0,61$)

Л.С.Коханчик¹, Я.В.Боднарчук², Т.Р.Волк², Е.Б. Якимов¹

¹ Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН
6, ул. Академика Осипьяна г. Черноголовка, Московская обл, 142432, Россия

² Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, ФНИЦ «Кристаллография и Фотоника»
59, Ленинский пр., г.Москва, 119333, Россия

Формирование сегнетоэлектрических доменных структур с заданными характеристиками является важной практической задачей в области сегнетоэлектричества. В последние десятилетия доменная инженерия получила широкое распространение в связи с большим потенциалом использования создаваемых структур для различных практических применений. Метод электронно-лучевой (ЭЛ) записи доменов является одним из методов доменной инженерии в сегнетоэлектриках. При ЭЛ записи переключающее спонтанную поляризацию электрическое поле формирует заряд электронов, аккумулированный в поверхностном слое облучаемого сегнетоэлектрика. Особенность создания и регулирование величины переключающего электрического поля требует, в том числе, учета специфики зарядки облучаемого материала.

В данной работе мы сообщаем об исследовании процесса прямой ЭЛ записи доменов в сегнетоэлектрике $\text{Sr}_x\text{Ba}_{1-x}\text{Nb}_2\text{O}_6$ ($x=0,61$; SBN). Кристаллы SBN характеризуются высокими значениями нелинейной восприимчивости и, в сочетании с доменными структурами, могут быть использованы для нелинейно-оптических преобразований [1]. Первые попытки прямой ЭЛ записи доменов в SBN [2] показали, что, несмотря на сравнительно низкие коэрцитивные поля ($E_c \sim (1-2) \cdot 10^3$ В/см), для формирования доменов требуются значительно более «жесткие» условия облучения, чем в LiNbO_3 и LiTaO_3 ($E_c \sim (2.1 \cdot 10^5)$ В/см). Отметим, что кристаллы SBN принадлежат к классу сегнетоэлектриков релаксорного типа. Кроме того, электропроводность SBN выше электропроводности LiNbO_3 и LiTaO_3 конгруэнтного состава на несколько порядков [3]. Все эти особенности предполагают трудности процесса записи доменов электронным лучом в SBN [4].

Исследовались кристаллы SBN конгруэнтного состава выращенные модифицированным методом Степанова [5]. Работа по ЭЛ записи доменов проводилась на растровом электронном микроскопе JSM-840A; использовалась программа NanoMaker, позволяющая управлять дозами облучения и перемещением электронного луча. В экспериментах использовался диапазон ускоряющих напряжений РЭМ от 7 до 25 кВ. Варьировались, также, ток электронного луча и длительность облучения. Визуализация записанных электронным лучом доменов осуществлялась несколькими способами. Методом PFM в АСМ микроскопе. Методом конфокальной ГВГ микроскопии на отражение. Кроме того, участки с записью доменов визуализировались в виде потенциального контраста при низком ускоряющем напряжении в РЭМ.

Облучались полярные (001) (с-) и неполярные (010) полированные поверхности образцов SBN без каких-либо дополнительных покрытий, противоположная сторона образцов заземлялась. Поиск возможностей реализации прямой записи устойчивых доменов проводился на образцах охлажденных из параэлектрического состояния ($T > T_c$). Образцы, охлажденные при нулевом электрическом поле (ZFC), и образцы, охлажденные в электрическом поле (FC), имели разные исходные доменные структуры.

Найдены условия прямой ЭЛ записи доменов в SBN. Полученные результаты демонстрируют особую специфику этого процесса, по сравнению с традиционными методами формирования доменов внешним полем. Домены, сформированные электронным лучом, несмотря на релаксорную природу SBN, были достаточно устойчивы во времени. По сравнению с ЭЛ записью доменов в высокоомных сегнетоэлектрических материалах (LiNbO_3 , LiTaO_3) кинетика формирования доменов была более медленной и разной для ориентаций образцов (001) и (010). Кроме того, кинетика и форма доменов, а также их стабильность были различными для образцов ZFC и FC, обладающих исходными доменными структурами поли- и уни-полярного типа, соответственно. Наблюдаемые особенности процесса ЭЛ записи объясняются достаточно высокой проводимостью кристаллов SBN, и особой релаксорной природой этого сегнетоэлектрического материала.

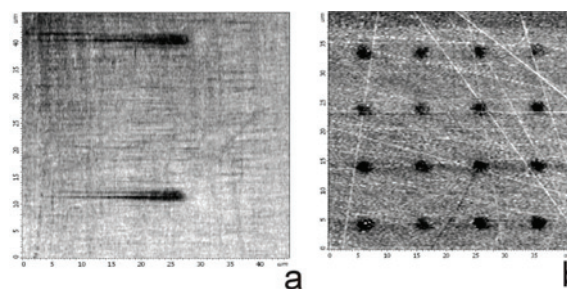


Рис. 1. PFM изображения доменов, записанных электронным лучом в SBN при $U=25$ кВ: а) неполярная поверхность (010), ZFC образец; б) поверхность (001), FC образец.

1. Ю.С. Кузьминов. Сегнетоэлектрические кристаллы для управления лазерным излучением. М. Наука.1982.
2. T.R.Volk, R.G.Gainutdinov, Ya.V.Bodnarchuk et al., *Ferroelectrics*, (2013) 442, 63-73.
3. Л.И.Ивлева, Н.С.Козлова, Е.В.Забелина. Кристаллография, (2007) 52, 344-347.
4. L. S. Kokhanchik, Ya. V. Bodnarchuk, and T. R. Volk, *J Applied Physics*, (2017) 122, 104105-6.
5. Л.И.Ивлева, Н.В.Богодаев, В.В.Осико, Н.М.Полозков, *Opt.Mater.*, (1995) 4, 168-172.

Формирование однородных по толщине кремниво-германиевых структур методом молекулярно-лучевой эпитаксии

Д.А. Павлов¹, Е.С. Кочугова¹, Н.О. Кривулин¹

¹ Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, 603950, Россия, г. Нижний Новгород, проспект Гагарина, 23

В настоящее время структуры на основе кремния и германия находятся в числе наиболее перспективных материалов современной твердотельной электроники. Они активно применяются для изготовления различных приборов, которые обладают низким уровнем шумов, высоким быстродействием и низкой себестоимостью. Стоит отметить, что такие структуры являются совместимыми с кремниевой технологией, а так же то, что по техническим характеристикам, приборы на $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$ значительно превосходят аналогичные приборы на основе Si, а по отдельным - даже на GaAs [1].

Особый интерес вызывают псевдоморфные напряженные кремний - германиевые наноструктуры, что обусловлено возможностью управлять широким спектром физических свойств композиционных слоев структуры изменением величины деформации и соотношением толщин контактирующих полупроводников [2].

Однако на получение напряженных кремний - германиевых структур влияют не только правильно подобранные параметры кристаллических решеток, коэффициенты термического расширения, параметры выращиваемой структуры в процессе роста, но и конструктивные составляющие установки для молекулярно - лучевой эпитаксии (МЛЭ).

Так, например, в большинстве реализаций метода МЛЭ источник германия является, как правило, точечным источником, в связи с чем, возникает проблема, связанная с получением однородных по толщине германиевых слоев на больших подложках. В нашем случае данная проблема решается следующим образом: располагая вдоль графитового стержня длиной 10 см несколько точечных источников Ge, мы линеаризуем его (Рис. 1).

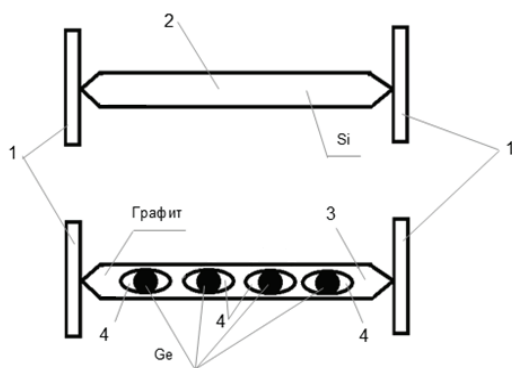


Рис. 1. Резистивный испарительный блок для вакуумной эпитаксии кремний - германиевых структур. Цифрами обозначены следующие элементы: 1- токопроводящие стержни; 2 - кремниевый брусок; 3 - графитовый брусок; 4 - выемки под расплав германия [3].

Так же была обнаружена зависимость толщины пленки германия от расстояния между источником и подложкой (Рис. 2), на которой видно, что с увеличением количества выемок для расплава германия вдоль графитового стержня германиевый слой становится равномерным по толщине [4].

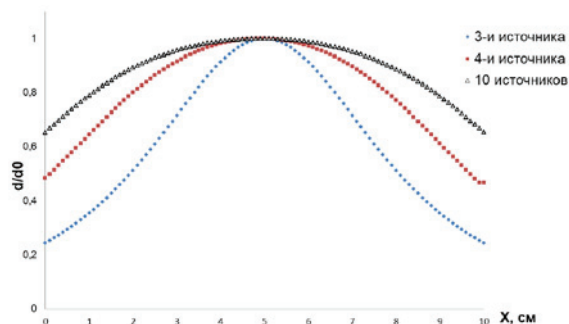


Рис. 2. Профиль распределения толщины пленки в зависимости от расстояния между образцом и источником.

Однако при экспериментальных исследованиях выяснилось, что на распределение толщины пленок кремния и германия так же влияет и конструкция нагреваемого держателя подложки. В рамках данной работы было разработано несколько оптимальных вариаций таких конструкций и получены серии образцов для отработки технологии формирования $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$ гетероструктур.

Пользуясь данной методикой, можно получать однородные по толщине кремний-германиевые структуры на больших подложках. Варьирование параметрами роста (скорость роста, давление, состав и тд) кремния и германия позволяет снизить ресурсные затраты на подготовку технологического оборудования.

1. С.Б. Ластовский, Л.И. Мурин, Ю.В. Богатырев, Ф.П. Корицунов, Н.В. Абросимов. Влияние облучения быстрыми электронами и последующего термического отжига на параметра n+-р структур на основе $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x:\text{B}$ // Известия Национальной академии наук Беларуси. Серия физико-математических наук. - 2013. - № 3. - С. 96-100.

2. А.Н. Власов. Особенности электронных и кинетических свойств анизотропных и кластерных полупроводниковых структур: дис. ... канд. физ.-мат. наук: 01.04.10 / Липецкий государственный педагогический университет – Липецк, 2014. – 166 с.

3. Патент РФ №180030; Н.О.Кривулин, Д.А.Павлов. Резистивный испаритель для вакуумной эпитаксии кремний-германиевых структур.

4. Т.И. Данилина, К.И. Смирнова. Процессы микро- и нанотехнологии. – Томск: Изд-во Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники, 2004. – 257 с.

Управление током электронно-лучевой сварки посредством регулирования мощности лазерного подогрева катода

М.Ю.Косачев, Э.А.Купер, В.В. Репков, Ю.И. Семенов, А.А. Старостенко, А.С. Цыганов

Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера Сибирского отделения Российской академии наук,
630090, Россия, г. Новосибирск, проспект Академика Лаврентьева, 11

Источники электронного пучка широко применяются в процессах термической обработки материалов для синтеза тугоплавких композитов и соединений, получения nano порошков, реактивного нанесения защитных покрытий, электронно-лучевой сварки и в аддитивных технологиях. Поэтому актуален вопрос совершенствования источников электронного пучка.

Источники пучка электронов для электронно-лучевых технологий предполагают наличие достаточно сложной и мощной электроники под потенциалом катода (60 – 120 кВ) Это, во-первых, усложняет схему катодного узла и, во-вторых, требует тщательной защиты при пробоях. В работе рассматривается схема управления током пушки посредством лазерного подогрева катода. Луч лазера разогревает катод и обеспечивает необходимую эмиссию. Модуляция тока пушки осуществляется изменением температуры катода с помощью регулирования мощности лазерного подогрева. При таком методе электроника под потенциалом катода отсутствует.

Однако, быстродействие пушки ограничено тепловой инерцией катода. В работе исследовались частотные свойства катодного узла. Исследовались два катода: танталовый катод и катод из гексабори-

да лантана. Описание лазерного подогрева катода представлено в [1].

Цель доклада – продемонстрировать техническую возможность стабилизации и управления током источника пучка электронов модуляцией мощности лазерного подогревателя.

Таким образом, представленный метод стабилизации и управления током источника пучка электронов может быть применён для формирования электронного пучка, применимого в электронно-лучевых технологиях.

Катод из гексаборида лантана требует для своей работы более чистого вакуума чем прямокальный металлический. Для удовлетворения этому условию возможно применение поворота электронного пучка на 90°, который описан в [2].

1. *О.Н. Алякринский, К.В. Губин, М.Ю. Косачев, Э.А. Купер, П.В. Логачев, А.М.Медведев, В.К. Овчар, В.В. Репков, Ю.И. Семенов, М.М. Сизов, А.А. Старостенко, М.Г. Федотов, А.С. Цыганов*, Научное приборостроение, 2018, 28, № 4, 8-14.
2. *О.Н. Алякринский, М.А. Батазова, М.Ю. Косачев, Э.А. Купер, П.В. Логачев, А.М.Медведев, В.В. Репков, Ю.И. Семенов, М.М. Сизов, А.А. Старостенко, А.С. Цыганов*, Научное приборостроение, 2019, 29, № 1, 26-32.

Создание упорядоченных дисков Ge на поверхности SiO₂

Д.Е. Уткин^{1,2}, А.А. Шкляев^{1,2}

¹ Институт физики полупроводников им. А.В.Ржанова, Новосибирск, 630090, пр. Ак. Лаврентьева, 13

² Новосибирский государственный университет, Новосибирск, 630090, ул. Пирогова, 2

В настоящее время активно исследуются возможности управления светом (рассеянием и/или отражением электромагнитного излучения) с помощью специально созданных и особым образом расположенных диэлектрических частиц размером порядка длины волны λ падающего излучения. Возникающие в таких системах электрические и магнитные резонансы составляют основу механизма управления распределением интенсивности света. Одним из способов повышения эффективности управления является применение материалов, обладающих высоким показателем преломления (n), поскольку в таком случае основные потери энергии связаны с естественным затуханием колебаний, а не с джоулевыми потерями как, например, в случае плазмонных резонансов вызванных металлическими частицами [1]. Массивы упорядоченных германиевых (Ge) дисков размером порядка λ/n , синтезированных на поверхности плёнки диоксида кремния (SiO₂) являются примером таких систем, где в условиях резонансов Ми возможно управление магнитной и электрической модами рассеянного излучения. Преимущество Ge перед обычно используемым в подобных структурах кремнием заключается в большем значении n для видимой и инфракрасной областей спектра.

Для получения упорядоченных дисков Ge на поверхности подложки Si, покрытой плёнкой SiO₂ толщиной около 5 нм, нами методом центрифугирования наносилась плёнка резиста (PMMA-950K A4) толщиной около 180 нм. Затем проводилось экспонирование плёнки резиста методом электронной литографии острогофокусированным пучком электронов с помощью установки фирмы RAITH при найденных экспериментальным путем оптимальных параметрах облучения: ускоряющее напряжение – 20 кВ, апертура – 10 мкм, ток пучка 0,043 нА и доза облучения ≈ 180 мкКл/см.² [2]. Файлы записи, передаваемые в генератор изображений установки, создавались с учетом влияния внутреннего и внешнего эффектов близости возникающих при облучении образца пучком электронов вследствие рассеяния последних в материале подложки и приводящих к рассогласованию переданного и формирующегося (скрытого) изображения в плёнке резиста. Проявление скрытого изображения (вскрытие окон) проводилось в стандартном для такого типа резиста проявителе (раствор метилизобутилкетона с изопропиловым спиртом в пропорциях 1:3) при комнатной температуре в течение 30 сек. Для остановки процесса дальнейшего растворения резиста образец сразу же помещался в изопропиловый спирт на 30 сек, после чего проводилась его сушка струёй сжатого воздуха. В результате чего была создана маска из резиста, через которую на поверхность плёнки SiO₂ подложки проводилось осаждение Ge в условиях сверхвысокого вакуума ($\sim 10^{-8}$ Па) в камере установки

фирмы Omicron. Далее проводился процесс взрывной литографии в диметилформамиде в ультразвуковой ванне, то есть проводился так называемый процесс lift-off. В результате, на поверхности плёнки SiO₂ получались массивы упорядоченных дисков Ge с заданными геометрическими параметрами.

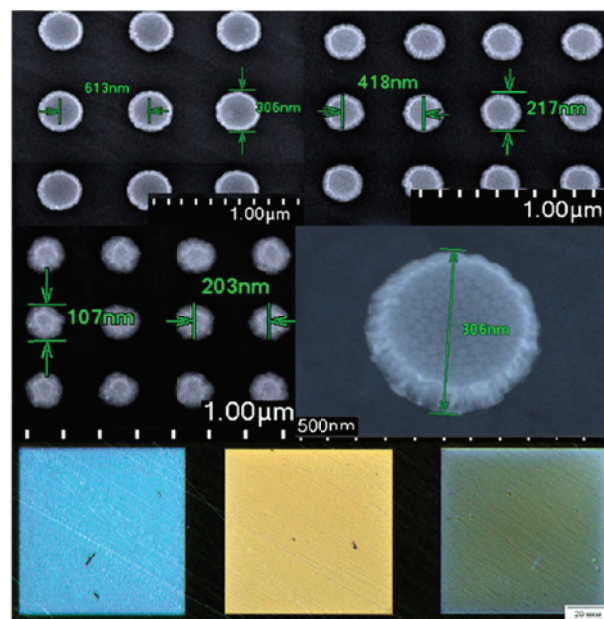


Рис. 1. СЭМ и ОМ изображения участков трёх массивов Ge дисков, диаметром 300, 200, 100 нм, толщиной 120 нм, и соответствующие им оптические изображения.

Диагностика полученных структур проводилась с помощью СЭМ (Hitachi SU 8020) и ОМ (Olympus BX35M) в режиме светлого поля. Результаты диагностики показаны на (Рис. 1). Наблюдаемый в оптический микроскоп цветовой эффект (голубой, жёлтый и сине-зеленый окрас массивов) при рассеянии белого света (светодиодной лампы осветителя микроскопа) на дисках Ge связан с возбуждением в них электрических и магнитных резонансов, а также эффектов интерференции и зависит, в частности, от их диаметра и расстояния между ними.

Разработанная методика позволит получать плотно упакованные диски Ge заданного размера от 100 нм с расстоянием между ними менее 100 нм. Получение близко расположенных массивов обеспечит возможность изучения коллективных эффектов взаимодействия мод рассеянного резонансного излучения и его воздействия на оптоэлектронные свойства подложки.

Работа выполнена при поддержке РФФ (№ 19-72-30023).

1. Denis G. Baranov et al. J. Optica, Vol. 4, Issue 7, pp. 814-825 (2017).

2. Utkin D.E. et. al, Journal of Physics: Conference Series Vol. 917(6). p. 062030 (2017).

Формирование автоэмиссионных нанокатодов методом фокусированных ионных пучков

Н.А. Шандыба¹, И.В. Панченко¹, А.С. Коломийцев¹, С.А. Лисицын²

¹ Южный федеральный университет, Россия, г. Ростов-на-Дону, ул. Большая Садовая, 105/42, 344006

² ГАОУ АО ДО РИТ, отдел Кванториум, Россия, г. Астрахань, ул. Анри Барбюса, д. 7

Одним из перспективных направлений развития современной электроники является разработка элементов вакуумной автоэмиссионной наноэлектроники, обладающих высоким быстродействием, помехозащищенностью и низким энергопотреблением. Применение традиционных технологических процессов не позволяет добиться высокой точности, воспроизводимости и разрешающей способности при создании наноразмерных структур, тогда как применение метода фокусированных ионных пучков (ФИП) дает возможность достичь требуемых размеров структур и использовать преимущества возникающих в низкоразмерных системах физических эффектов. Метод ФИП позволяет в условиях высокого вакуума производить технологические операции локального ионно-лучевого травления и ионно-стимулированного осаждения материалов из газовой фазы без необходимости применения резистов, масок и химических травителей [1].

В настоящей работе экспериментальные исследования процессов формирования элементов автоэмиссионной наноэлектроники проводились с использованием растрового электронного микроскопа Nova NanoLab 600 (FEI Company), оснащенного системой ФИП. В качестве подложки была использована структура кремний – оксид кремния (750 нм) – пленка алюминия (30 нм).

В работе экспериментально установлено, что определяющим параметром при формировании элементов вакуумной автоэмиссионной наноэлектроники методом ионно-стимулированного осаждения из газовой фазы, является ток фокусированного ионного пучка. В ходе эксперимента было установлено, что основным фактором, определяющим кинетику ионно-стимулированного осаждения С и W является коэффициент адсорбции газов-носителей, осаждаемого материала на исследуемой подложке.

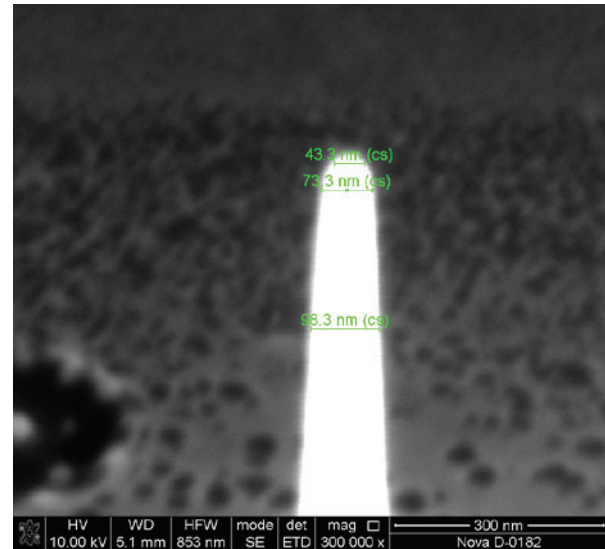


Рис. 1. Автоэмиссионный W катод, сформированный методом локального ионно-стимулированного осаждения из газовой фазы.

Установлено, что для формирования автоэмиссионных катодов минимального диаметра (Рис. 1.) целесообразно использовать малые значения тока ФИП (1-10 пА), при этом высотой катода можно управлять за счет общего времени процесса. Показано, что применение метода ионно-стимулированного осаждения позволяет формировать острия катодов с диаметром острия порядка 40-45 нм.

Работа выполнена в рамках Гранта Президента Российской Федерации для государственной поддержки молодых российских ученых - кандидатов наук (Проект № МК-1811.2019.8).

1. А.С. Коломийцев, С.А. Лисицын, О.А. Агеев. Взаимодействие излучений с твердым телом, (2017), 333-334.

Секция 7.
Новые материалы
для микроэлектроники

Структура и фотоэлектрические свойства гипердопированных металлами слоёв кремния

Р.И. Баталов¹, Р.М. Баязитов¹, И.А. Файзрахманов¹, Н.М. Лядов¹, Р.И. Хайбуллин¹, А.И. Гумаров²

¹ Казанский физико-технический институт им. Е.К. Завойского, Федеральный исследовательский центр «Казанский научный центр РАН», 420029, Казань, Сибирский тракт, 10/7

² Казанский федеральный университет, 420008, Казань, Кремлевская, 18

В последние годы отмечается значительный интерес к проблеме сильного легирования (гипердопирования) монокристаллического кремния (Si) примесями халькогенидов (S, Se, Te) или переходных металлов (Ti, Ni, Co, Au, Ag) с целью формирования в его запрещенной зоне примесных зон [1,2]. Такие зоны позволяют осуществить поглощение в кремнии низкоэнергетичных ($E < E_g = 1.1$ эВ) фотонов и, как следствие этого, расширить спектральный диапазон и величину фоточувствительности фотодиодов и солнечных элементов на его основе. При этом для формирования примесной зоны и осуществления Моттовского перехода изолятор-металл требуются концентрации примесей свыше 5×10^{19} см⁻³, что невозможно реализовать с использованием равновесных методов введения указанных примесей, обладающих низкой растворимостью в кремнии (как правило, 10^{16} - 10^{17} см⁻³). К настоящему времени наиболее распространенными методами создания гипердопированных слоев кремния являются высокодозная ионная имплантация в сочетании с последующим импульсным (лазерным или ламповым) отжигом или лазерное легирование из осажденной пленки.

В данной работе гипердопированные примесями металлов (Fe, Ti) тонкие слои кремния были получены путем распыления в вакуумной камере соответствующих металлических мишеней сильным пучком ионов ксенона (Xe^+) с энергией $E = 1$ кэВ и плотностью ионного тока $j = 100$ - 150 мкА/см². Распыляемые атомы металлов осаждались на поверхность p-Si подложки и внедрялись в нее бомбардировкой тем же пучком ионов Xe^+ (метод имплантации атомов отдачи). Для исследования структуры и состава приповерхностных слоев Si применялись методы сканирующей электронной микроскопии (СЭМ), просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), вторичной ионной масс-спектрометрии (ВИМС), рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС). Магнитные свойства гипердопированных примесью Fe слоев Si исследовались методом вибрационной магнитометрии. Также были изучены тип и величина проводимости

слоев, их вольт-амперные характеристики и фотоотклик.

Исследование морфологии поверхности облученных слоев Si методом СЭМ показало, что при наклонном падении ионного пучка Xe^+ поверхность Si становится текстурированной и обладает пониженным отражением в УФ-области вследствие ее интенсивного ионного распыления. При облучении Si под углом близким к нормали изменение морфологии поверхности незначительно. Результаты измерений глубинных профилей внедренных примесей металлов методом ВИМС показали их накопление около 10^{22} см⁻³. При этом измерения методом РФЭС не регистрировали образования силицидов, примеси металлов находились в элементарном состоянии.

Исследования методом ПЭМ показали образование тонкого (менее 10 нм) нанокристаллического слоя, содержащего наночастицы Si и Fe с размерами 5-20 нм. Такой слой проявлял ферромагнитное поведение при гелиевой температуре ($T \sim 10$ К) и суперпарамагнитное – при комнатной температуре.

Для обоих типов примесей (Fe, Ti) наблюдалась инверсия типа проводимости в легированном слое (p→n), обусловленная их донорным поведением. ВАХ образцов подтверждали образование p-n переходов. Измерения фотоотклика при 300 К показали наличие интенсивного сигнала ΔU в области длин волн $\lambda = 500$ - 1200 нм при малых напряжениях обратного смещения (1-2 В). В случае легирования примесью Ti образец демонстрировал значительное превышение величины фототоклика в указанном диапазоне по сравнению с типовым кремниевым фотодиодом (ФД-27К). Предложенный метод характеризуется простотой и дешевизной технологического оборудования и не использует дополнительных термообработок.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ и Правительства РФ №18-48-160011.

1. W. Yang, J. Mathews, J.S. Williams. Mater. Sci. Semicond. Proc., 2017, 62, 103–114.
2. J.M. Warrender. Appl. Phys. Rev., 2016, 3, 031104.

Получение методом электроимпульсного плазменного спекания и исследование свойств нового функционального наноматериала, содержащего наночастицы Si в матрице SiO₂

М.В. Дорохин, М.В. Веды, П.Б. Дёмина, Ю.М. Кузнецов, И.В. Ерофеева,
М.С. Болдин, Е.А. Ланцев, А.А. Попов, А.В. Боряков

Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, 603950, г. Нижний Новгород, просп. Гагарина 23/3

Массив наноструктурированных частиц кремния, встроенных в матрицу SiO₂ является предметом интенсивных исследований в течение последних двух десятилетий [1–3]. Основная мотивация указанных исследований - изготовление кремниевых излучателей света, использующих эффект размерного квантования для преодоления ограничения для излучательной рекомбинации в непрямозонном полупроводнике.

Известно несколько методов изготовления нанокристаллов Si. На ранних этапах исследования по данной тематике для изготовления нанокристаллов Si в SiO₂ использовались ионная имплантация Si⁺ в матрицу SiO₂ с последующим термическим отжигом [1]. Позже была показана возможность формирования сверхрешёток SiO₂/SiO или Si/SiO₂ методами электронно-лучевого испарения или магнетронного распыления [2]. Послеростовый термический отжиг таких слоёв также приводил к формированию Si наночастиц в матрице SiO₂. Можно также упомянуть методы химического осаждения слоёв SiO_x с последующим термическим отжигом [3].

В настоящей работе сообщается о результатах изготовления объемного материала, состоящий из нанокластеров Si в матрице SiO₂. Материал изготовлен методом электроимпульсного плазменного спекания (ЭИПС) с использованием нанопорошка окисленного кремния. Работа посвящена исследованию структурных свойств, элементного состава и фотолюминесценции сформированных структур, а также исследованию электрических характеристик.

Сканирующая электронная микроскопия, оснащенная блоком анализа состава и рентгеноструктурный анализ, позволили нам показать, что спеченные образцы представляют собой массив нанокластеров Si внутри оболочки оксида кремния.

В процессе формирования структур исходный порошок, состоящий из наночастиц окисленного кремния (размерами порядка 30 нм), помещался в графитовую пресс-форму и подвергался электроимпульсному плазменному спеканию на установке DR SINTER SPS-625. В процессе спекания порошок подвергался одновременному воздействию разогрева с постоянной скоростью и давления сжатия. Максимальная температура разогрева составила 1020 °С, давление пресса – 70 МПа. Полученные спеченные образцы извлекались из пресс-формы и разрезались на пластинки с размерами 10×5×3 мм. На рис.1 представлены фотография сформированного образца и изображение поверхности, полученное на сканирующем электронном микроскопе Jeol JSM-IT300LV. Видно, что образец состоит из спеченных частиц с размерами около 30 нм.

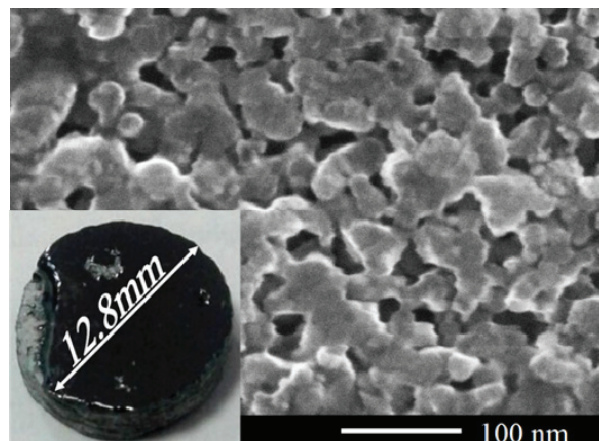


Рис. 1. Изображение поверхности сформированной структуры, полученное на сканирующем электронном микроскопе.

Электрические измерения показали, что образцы обладают относительно высоким электрическим сопротивлением при комнатной температуре (~ 100 Ом*м). Измерения фотолюминесценции (ФЛ) выполнены при комнатной температуре, образцы облучались полупроводниковым лазером с длиной волны 445 нм. Зарегистрированные спектры ФЛ лежат в области энергий от <0,6 до 1,1 эВ.

Обычно фотолюминесценция наночастиц Si/SiO₂ регистрируется в видимом и/или ближнем ИК диапазоне (выше 1 эВ) и объясняется или наличием дефектов в оксидной оболочке, или излучательной рекомбинацией экситонов в кремнии. Полученная нами ФЛ в области 0,6–1,1 эВ связывается с дефектами в Si матрице, люминесценция от которых может быть зарегистрирована при 300 К в указанном выше диапазоне энергий [4]. Термический отжиг структур приводит к снижению концентрации дефектов и сопутствующему гашению люминесценции, связанной с дефектами. Для отожженной структуры спектр ФЛ излучения соответствует межзонной излучательной рекомбинации в Si.

Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (грант 17-79-20173).

1. C. Gravalidis, S. Logothetidis, N. Hatziaras, et al. Appl. Surf. Sci., 2006, 253, 385-388.

2. X. X. Wang, J. G. Zhang, L. Ding, et al. Phys. Rev. B: Condens. Matter Mater. Phys., 2005, 72, 195313.

3. T.P. Chen, Y. Liu, M.S. Tse, et al. Phys. Rev. B: Condens. Matter Mater. Phys., 2003, 68, 153301.

4. Y.Q. Wang, T. Li, W. S. Liang, et al. Nanotechnology, 2009, 20, 315704.

Разработка многоколонного электронного литографа для производства шаблонов КМОП СБИС с технологической нормой 65 нм

В.В. Казьмирук, И.Г. Курганов, А.А. Подкопаев, Т.Н. Савицкая

*Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН
Россия, Московская обл., г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, д. 6*

В работе рассматривается модификация многоколонного электронного литографа [1], предназначенная для производства шаблонов с технологической нормой 65 нм.

Электронно-оптическая система литографа состоит из 4-х миниатюрных высоковольтных (50 кВ) колонн диаметром 64 мм. Колонны расположены над шаблоном (рис.1) таким образом, что каждая из них экспонирует рабочий участок 64 x 52 мм.

Объединение колонн в единый малогабаритный модуль потребовало нестандартных конструктивных и схемотехнических решений. В частности, потребовалось разработать единый источник высокого напряжения с отдельной регулировкой смещения и тока накала каждого катода.

Так же особое внимание было уделено температурной стабилизации линз и колонны в целом.

Расчеты ЭОС проводились с помощью программного пакета EOD [2].

При изготовлении структур по технологии 65 нм и менее для экспонирования каждого критического слоя используются 2 маски: фазовая и контурная, которые содержат мелкие элементы размером 50-60 нм. Маски для технологий 90 нм и более представляют собой увеличенную в 4 раза копию структуры.

Исходя из этого, для технологий 65 нм диаметр пучка был выбран в диапазоне 20 – 30 нм, при токе пучка 200 – 300 нА. Для технологий 90 нм предполагается увеличить диаметр пучка до 60 -90 нм при соответствующем увеличении тока пучка до 500 - 600 нА.

Для работы с большими токами требуется обеспечить высокую скорость развертки, для чего был разработан генератор изображения с тактовой частотой 800 МГц.

Литограф может использоваться как непосредственно в технологической линейке при производстве КМОП СБИС, так и в подразделениях R&D, центрах коллективного пользования и т.п. для про-

тотипирования, мелкосерийного и серийного производства структур.

Основные технические характеристики:

Ускоряющее напряжение, кВ	30–50
Количество колонн	4
Ток пучка, нА	300
Диаметр пучка, нм при токе 300 нА	30
Тактовая частота генератора изображения, МГц	800
Размер поля экспонирования, без перемещения стола, мкм	200x200
Размер рабочего поля шаблона, мм	128x104
Время экспонирования шаблона, час	1,4÷2,3

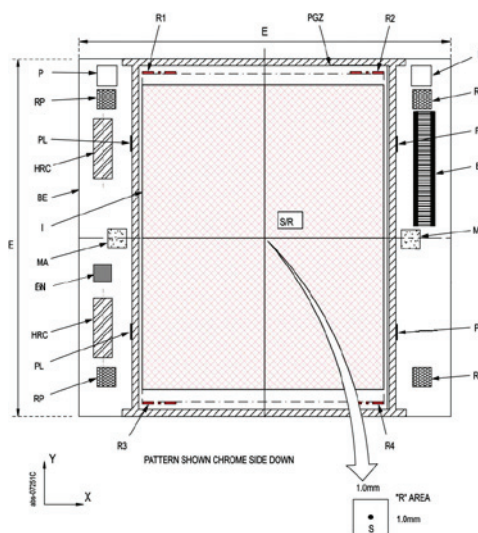


Рис. 1. Эскиз фотошаблона

1. В.В. Казьмирук, И.Г. Курганов, Т.Н. Савицкая и др. Высоковольтный многоколонный электронный литограф. 2-й международный форум "Технонити - ЭЛТМ 2017", 54.
2. B. Lencová, J. Zlámal. A new program for the design of electron microscopes. Physics Procedia, 2008, vol. 1, 315-324.

Структура и свойства турбостратного мультислойного графена, синтезированного на пленках железа

О.В. Кононенко, В.Н. Матвеев, В.И. Левашов, И.И. Ходос, О.В. Трофимов

Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов Российской академии наук, 142432, ул. Академика Осипьяна, д. 6, Черноголовка, Россия

Благодаря зависящим от угла уникальным свойствам турбостратный бислойный графен привлекает к себе в последнее время большое внимание. Новые электронные и оптические свойства, отсутствующие в однослойном графене, возникают в бислойном графене при повороте слоев относительно друг друга. Это, например, такие свойства как возникновение сингулярностей ван Хова и сильное усиление (в десятки раз) при определенных углах разворота интенсивности рамановского пика G.

Недавно Могерой с соавторами [1-3] была впервые продемонстрирована возможность синтеза многослойного турбостратного графена на никелевой фольге с помощью модифицированного CVD метода. Турбостратный графен демонстрировал спектры комбинационного рассеяния, характерные для монослойного графена, несмотря на большую толщину пленки (до 200 нм). Кроме этого, в пленках обнаружены полосы оптического поглощения и другие интересные свойства.

Для синтеза турбостратного графена мы использовали метод химического парофазного осаждения низкого давления с однократным напуском ацетилена [4]. Пленки железа толщиной 120 нм, осажденные методом импульсного лазерного напыления, использовали в качестве катализатора. Структура и свойства турбостратного графена исследовались с помощью спектроскопии комбинационного рассеяния света (микроскоп SENTERRA Bruker) и просвечивающей микроскопии высокого разрешения (просвечивающий электронный микроскоп JEM-2100). Толщина пленок контролировалась с помощью сканирующего атомно-силового зондового микроскопа. Картирование пленок графена, выращенных на пленках железа, показало, что спектры комбинационного рассеяния (КР) содержат четкие пики G (1583 cm^{-1}) и 2D (2700 cm^{-1}), подтверждающие наличие графена на поверхности железной пленки. Несмотря на то, что толщина пленок была 5-15 нм, КР спектры демонстрировали признаки, характерные для монослойного графена (симметричные 2D пики с шириной на полувысоте $25\text{-}30\text{ cm}^{-1}$ и отношением интенсивностей пиков 2D к G равным 2-6) (рис.1). Однако на многих спектрах между пиками D и G присутствуют пики небольшой интенсивности (R), являющиеся признаком графена с развернутыми относительно друг друга слоями (рис.1, вставка) [5].

При исследовании в просвечивающем электронном микроскопе, в пленках наблюдались структуры Муара, вызванные поворотом слоев относительно друг друга (рис.2). Период структур Муара в разных областях пленки был разным, что связано, по-видимому, с изменением углов разворота слоев графена.

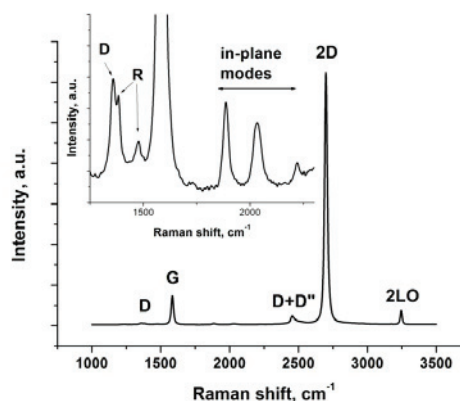


Рис. 1. Типичный КР спектр, полученный с пленок графена, выращенных на пленках железного катализатора. На вставке показана увеличенная область спектра, содержащая пики R, связанные с разворотом графеновых слоев относительно друг друга.

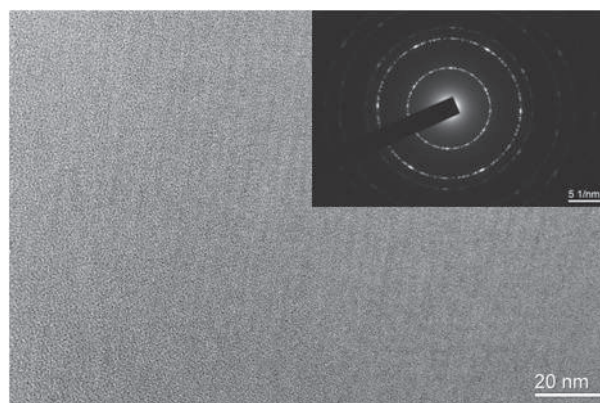


Рис. 1. Изображение в ПЭМ и микродифракция, полученные с пленки графена.

Работа частично поддержана Российским фондом фундаментальных исследований (грант 16-29-06306).

1. U. Mogera, R. Dhanya, R. Pujar, C. Narayana and G.U. Kulkarni, *J. Phys. Chem. Lett.*, 2015, 6, 4437.
2. U. Mogera, N. Kurra, D. Radhakrishnan, C. Narayana, and G.U. Kulkarni, *Carbon*, 2014, 78, 384.
3. U. Mogera, S. Walia, B. Banmur, M. Gedda, and G.U. Kulkarni, *J. Phys. Chem. C*, 2017, 121, 13938.
4. O.V. Kononenko, V.N. Matveev, D.P. Field, D.V. Matveev, S.I. Bozhko, D.V. Roshchupkin, E.E. Vdovin, A.N. Baranov, *Nanosystems: Physics, Chemistry, Mathematics.*, 2014, 5, 117.
5. A. Niilisk, J. Kozlova, H. Alles, J. Aarik, V. Sammelselg, *Carbon*, 2016, 98, 658-665.

RE-TM микропровода с бистабильным переключением

О.В. Коплак, Р.Б. Моргунов

Институт проблем химической физики РАН, Черноголовка, Россия 142432

Ферромагнитные микропровода являются квази-одномерными объектами, в которых специфика движения доменных стенок определяется конкуренцией поля размагничивания и внутрикристаллической анизотропией. Многообещающей областью использования ферромагнитных микропроводов является создание магнито-чувствительных композитных сред [1]. Микроразмерные структуры, где полимерная матрица выступает в качестве диэлектрической среды, а микропровода в качестве чувствительных элементов, демонстрируют превосходные характеристики магнитного импеданса.

Среди функциональных требований, выдвигаемых к ферромагнитным микропроводам можно выделить геометрические размеры (10–50 μm в диаметре), малую коэрцитивную силу ($\sim 10\text{--}100$ Э) и наличие магнитной бистабильности, которая обуславливает прямоугольность петли магнитного гистерезиса. Методом экстракции висящей капли были созданы микропровода, соответствующие приведенным требованиям [2]. Поверхность образцов исследовали методами атомно-силовой (АСМ), магнито-силовой (МСМ) и сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Микропровода имели правильную цилиндрическую форму с низкой дефектностью и относительно гладкой поверхностью (Рис. 1 вставка). Параметр шероховатости составлял $\sim 1,2$ нм. Сканирование того же участка магнитным кантилевером в режиме МСМ показал наличие областей обратной намагниченности на поверхности микропровода. Рентгеноспектральным и энергодисперсионным методами подтверждено наличие двухфазного состава микропровода. По спектрам рентгеновской дифракции установлено содержание аморфной $\text{Dy}_{6,3}\text{Fe}_{50,9}\text{Co}_{28,6}\text{B}_{6,8}$ фазы (48%) и микрокристаллической $\alpha\text{-Fe}$ (52%). Исследование торца микропровода при сканировании от поверхности к центру микропровода (Рис. 1 вставка) подтвердило разделение фазы ядра $\alpha\text{-Fe}$ и редкоземельной оболочки.

Одиночные микропровода, ориентированные вдоль внешнего магнитного поля, демонстрируют прямоугольную петлю гистерезиса (Рис. 1) с коэрцитивной силой 105 Э и отношением намагниченности насыщения M_S к остаточной намагниченности M_R : $Q = 1 - M_R/M_S = 0.93$. Небольшая величина поля переключения, более характерна для микропроводов на основе железа, чем для редкоземельных магнитов, что косвенно подтверждает наличие ядра из магнитомягкой фазы $\alpha\text{-Fe}$. Определена главная ось намагниченности, которая лежит вдоль оси микропровода. Определены условия магнитного переключения (магнитная бистабильность), которые обеспечива-

ются положительным значением константы магнитострикции и длиной микропровода, превышающей удвоенный размер области концевых замыкающих доменов. Проведено сравнение магнитных свойств одиночных и хаотичных ансамблей микропроводов разной длины 0.5–20 мм. Определены поля размагничивания и их вклад в разрушение однодоменной структуры микропровода и форму петли гистерезиса.

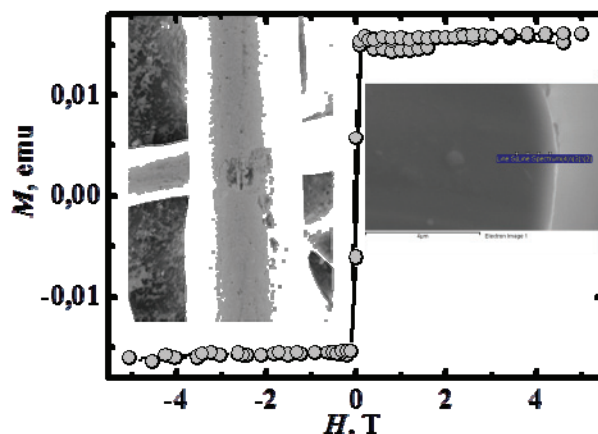


Рис. 1. Петли магнитного гистерезиса микропровода длиной 0.6 мм ориентированного параллельно магнитному полю $\theta = 0^\circ$. На вставке слева – СЭМ – изображения длинной стороны микропровода (120 x 160 мкм), на вставке справа – торец микропровода (5 x 8 мкм).

С помощью магнитооптического эффекта Керра были получены локальные ($\varnothing \sim 5$ мкм) петли магнитного гистерезиса на различных участках микропровода. На концах микропровода была обнаружена несимметричная петля гистерезиса, обусловленная обменным смещением. Асимметричность петли может быть связана с наведенной анизотропией и со сдвигом петли гистерезиса по намагничивающему полю при контакте ферромагнитного и антиферромагнитного материалов. В центре микропровода петли были симметричными, что подтверждает наличие концевых доменов и однодоменного ядра с аморфной оболочкой в исследуемых образцах.

Авторы благодарны Королеву Д.В. за предоставленные образцы микропроводов и Дремовой Н.Н. за помощь с получением СЭМ-изображений.

1. H.-X. Peng, F. Qin, M.-H. Phan, Ferromagnetic Microwire Composites, Springer: Switzerland, 2016. - 245 p.

2. В.П.Пискорский, Д.В.Королев, Р.А.Валеев, Р.Б.Моргунов, Е.И. Куницына, Физика и инженерия постоянных магнитов, М.: ВИАМ, 2018. – 392 с.

Создание спин-инжекторного источника терагерцового излучения на основе массива нанопроволок из ферромагнитных металлов.

А.С. Шаталов¹, Д.А. Черкасов¹, Д.Л. Загорский¹, А.Э. Муслимов¹, В.М. Каневский¹, С.Г. Чигарев².

¹ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН Ленинский проспект 59

²Институт радиотехники и электроники им. В.А.Котельникова РАН Моховая ул., 11, стр. 7

В данной работе была исследована возможность испускания массивами нанопроволок излучения не тепловой составляющей, а именно ТГц диапазона. Данная работа основана на предположении о возможности испускания электромагнитных волн ТГц частоты спин-инжекторным методом. Принцип действия так называемых спин-инжекторных основан на релаксации электронов, переходящих от одного магнитного материала к другому [1]. При движении электронов перпендикулярно плоскости слоёв в одном из слоев (инжекторе) происходит упорядочение спина по направлению вектора намагниченности этого слоя. После преодоления раздела двух металлов электроны оказываются в среде другой намагниченности, что приводит к изменению их энергии при сохранении спинового состояния. Таким образом, часть электронов переходит в энергетически возбужденное состояние, что становится причиной излучения электромагнитных колебаний ТГц диапазона

Образцы нанопроволок из двух различных металлов были получены путём электрохимического заполнения трековых мембран [2]. К особенностям данной работы можно отнести, то что массивы НП получены двухвановым методом что позволяет получать гетероструктуру из относительно чистых металлов (до 98-99% содержания осаждаемого металла в слое) полученная гетероструктура в матрице покрывалась с двух сторон металлом, однако с одной из сторон толщина металла не превышала 70 нм (полупрозрачный слой для ТГц излучения) с него и детектировались электромагнитные излучения. Растровая электронная микроскопия полученных НП представлена на рис. 1.

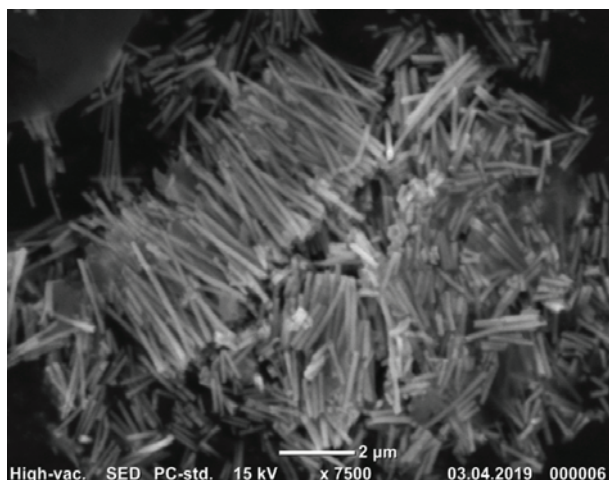


Рис.1 РЭМ-изображение полученного массива «двухчастных» нанопроволок

Спектры излучения, возникающего при пропускании тока через полученные образцы, исследовались на Спектральном анализаторе фирмы БРУКЕР «Вертекс 80 в», результаты представлены на рис.2.

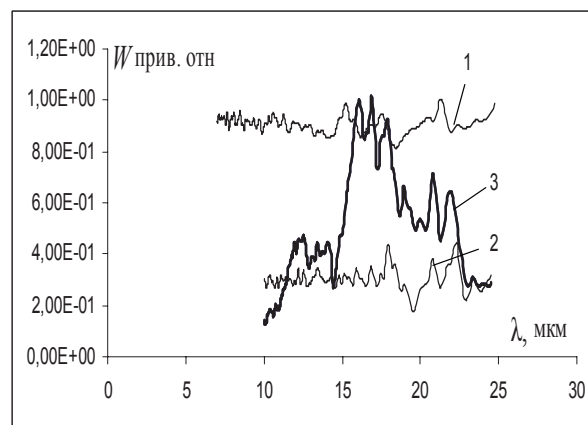


Рис.2. Спектр сигнала излучателя с магнитными переходами на базе нанопроволок при протекании через него токов различной величины. Кривая 1 – приведенный спектр глобара, кривая 2 – 30 мА, 3 – 82 мА. приведенные спектры излучателя при соответствующем значении тока.

Из рисунка видно, что основная генерация приходится на промежуток длин волн от 10 до 15 мкм. Также представлено сравнение их с приведённым спектром Глобара для непосредственной иллюстрации поведения теплового излучения в данном диапазоне длин волн. Полученные спектры могут свидетельствовать о возникновении излучения ТГц частоты, имеющего нетепловую природу.

Благодарность:

Часть работ по синтезу и СЭМ выполнялись при поддержке гранта РФФИ (проект № 16-29-11763 офи-м). Часть работ по синтезу (предварительного исследования) выполнены в рамках Госзадания ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН

Список литературы

1. Ю.В.Гуляев, П.Е.Зильберман, Э.М.Эпштейн, Р. Дж.Элиот. Инжекция спинов током в магнитных переходах металл-металл// РЭ, 2003, т.48, №9, с.1030 – 1044.
2. К.В.Фролов, Д.Л. Загорский, И.С.Любутин, В.В.Коротков, С.А.Бедин, С.Н.Сульянов, В.В.Артемов, Б.В.Мчедлишвили. Синтез, фазовый состав и магнитные свойства нанопроволок железа, полученных в порах полимерных трековых мембран. // Письма в ЖЭТФ, 2014, т. 99, вып. 10, с. 656 – 663

Исследование влияния напряженного состояния микропроводов при их деформации *in situ* на магнитную доменную структуру

О.И. Аксенов¹, А.С. Аронин^{1,2}

¹ ИФТТ РАН, г. Черноголовка, Московская обл., ул. Академика Осипьяна д.2, 142432

² НИТУ «МИСиС», г. Москва, Ленинский проспект д. 4, 119049

В данной работе проводились исследования эволюции магнитной структуры микропроводов при изменении величины магнитоstriction, фазового состава и внутренних напряжений. Исследовались аморфные провода с положительной магнитоstriction на основе Fe. С помощью различного вида термообработки в проводах производилось уменьшение внутренних напряжений и осуществлялась контролируемая кристаллизация, приводившая к изменению фазового состава и уменьшению магнитоstriction. Доменная структура исходных и отожженных микропроводов исследовалась с помощью магнитооптического метода индикаторных пленок (рис. 1). Изменение фазового состава микропроводов контролировалось с помощью рентгеноструктурного анализа. Оценка размера доменов образцов производилась с помощью построения Фурье-образов доменного контраста магнитооптических изображений. Также осуществлялось изучение изменения магнитных гистерезисных свойств микропроводов при их растяжении *in situ*.

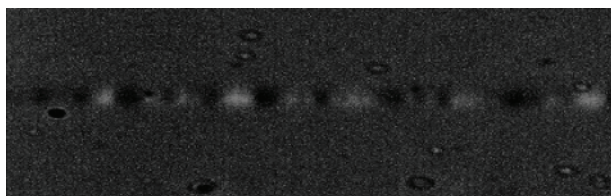


Рис. 1. Магнитооптическое изображение доменной структуры аморфного микропровода состава $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ после релаксационного отжига при температуре $270\text{ }^{\circ}\text{C}$ 1 ч.

Установлено, что релаксация внутренних напряжений в аморфной фазе посредством отжига приводит к увеличению среднего размера поверхностных доменов, что связано с уменьшением константы магнитоупругой анизотропии.

Образование нанокристаллической структуры приводит к существенному увеличению среднего размера поверхностных доменов (до 15 мкм). Кроме того, это может приводить к возникновению областей без доменного контраста на МОИП-изображениях. Предполагается, что наблюдаемое изменение доменной структуры вызвано уменьшением константы магнитоstriction при образовании наноструктуры.

По мере роста растягивающих напряжений в микропроводах происходит повышение коэрцитивной силы.

Размер поверхностных доменов не зависит от прикладываемых растягивающих напряжений.

Уменьшение среднего уровня внутренних напряжений приводит к уменьшению коэрцитивной силы микропровода.

Уменьшение среднего уровня внутренних напряжений приводит к более резкой зависимости коэрцитивной силы от растягивающих напряжений.

Работа выполнена в рамках госзадания ИФТТ РАН при частичном финансировании РФФИ (проект 18-32-00251).

1. O.I. Aksenov, G.E. Abrosimova, A.S. Aronin, N.N. Orlova, M.N. Churyukanova, V.A. Zhukova, A.P. Zhukov, *Journal of Applied Physics*, (2017), 122, 235103.
2. M. Churyukanova, S. Kaloshkin, E. Shuvaeva, A. Stepashkin, M. Zhdanova, A. Aronin, O. Aksenov, P. Arakelov, V. Zhukova, A. Zhukov, *Journal of Alloys and Compounds*, (2018), 748, 199-205.
3. N. N. Orlova, A. S. Aronin, S. I. Bozhko, Yu. P. Kabanov, and V. S. Gornakov, *Journal of Applied Physics*, (2012), 111, 073906-1 – 073906-7.
4. N. N. Orlova, V. S. Gornakov, and A. S. Aronin, *Journal of Applied Physics*, (2017), 121, 205108-1 – 205108-6.

Формирование сверхструктуры в эпитаксиальных пленках $\text{TlIn}_{1-x}\text{Sn}_x\text{S}_2$

М.М. Панахов¹, Н.Ф. Гахраманов¹, Э.Ш. Алекперов¹, А.М. Назаров², С.С. Фарзалиев²

¹ Бакинский государственный университет. AZ1148 Азербайджан, Баку, ул. акад. З. Халилова -23

² Институт физики НАНА. AZ1143 Азербайджан, Баку, пр. Г. Джавида -131

Введением в полупроводник TlInS_2 атомов Sn в виде примеси можно достичь довольно высокой концентрации свободных носителей заряда [1–3]. Нами исследовалось влияние примеси Sn на структуру эпитаксиальных пленок TlInS_2 , полученных в установке ВУП-5 методом термического испарения в вакууме 3×10^{-5} Па на целлулоидных и монокристаллических подложках NaCl, KCl, KJ при температуре 230–323К, которая контролировалась медь-константановой термопарой. Полученные пленки находились в углеродной капсуле толщиной 2-3 нм во избежание окисления и испарения при термообработке. Распределение состава конденсата по координатам на плоскости конденсации определяли с помощью известной в кристаллографии [4] формулы

$$q = \frac{Q}{4\pi h^2} \frac{1}{(1 + \alpha)^{3/2}}$$

Пользуясь установкой электронографа исследованы возможности существования фазовых переходов из одной модификации в другую и образования сверхструктур, соразмерных с другой фазой.

Исследуемые тонкие пленки $\text{TlIn}_{1-x}\text{Sn}_x\text{S}_2$ ($x=0.02 \div 0.09$), полученные на подложках при температуре $\sim 215\text{K}$, находились в аморфном состоянии и имели однородную мелкозернистую структуру с размером зерен 3.5 – 4.0 нм. На электронограмме от аморфной пленки $\text{TlIn}_{1-x}\text{Sn}_x\text{S}_2$ зарегистрированы два диффузных максимума со значениями $S=4\pi \sin\theta/\lambda$ (где λ – длина волны электрона, а θ – угол Брэгга), равными 27.34; 38.26 nm^{-1} . Хранение аморфных пленок в вакууме 10^{-2} Па, при комнатной температуре в течение 3-х месяцев привело к снижению температуры кристаллизации на $\sim 20\text{K}$.

Термообработка аморфных пленок толщиной 30нм при температуре 388К в течение 20 мин. с последующим охлаждением до комнатной температуры в вакууме со скоростью 5 К/мин приводила к образованию поликристаллического твердого раствора $\text{TlIn}_{0.93}\text{Sn}_{0.07}\text{S}_2$ с увеличенными до 5% параметрами элементарных ячеек тетрагональной сингонии. Продолжая термообработку пленок, состоящих из дезориентированных кристалликов, при температуре $T=488\text{K}$ продолжительностью 30 минут наблюдаем фазовый переход с образованием совершенной текстурированной пленки. При осаждении веществ на подложки монокристалла KJ, подогретые до 468К, наблюдался эпитаксиальный рост пленок. После термообработки полученных эпитаксиальных пленок на подложках KJ при температуре $T=508\text{K}$ продолжительностью 10 минут с последующим охлаждением до комнатной температуры со скоростью 21 К/мин наблюдалось формирование пленок сверхструктурной фазы $\text{TlIn}_{0.93}\text{Sn}_{0.07}\text{S}_2$, которая обладала утроенными по отношению к исходной фазе

периодами решетки: $a=3a_0=2.197\text{nm}$; $c=3c_0=7.618\text{nm}$. С помощью закона погасания рефлексов электронограммы, полученные от сверхструктурных монокристаллических пленок $\text{TlIn}_{1-x}\text{Sn}_x\text{S}_2$, индцировались в тетрагональной сингонии с пр. гр. I4/mcm. Повышение температуры подложки до 490К и снижение скорости осаждения конденсатов до минимума привели к повышению совершенства структуры эпитаксиальных пленок. Элементарная ячейка сверхструктурной фазы сопрягалась с тремя ячейками подложки KJ. Несоответствия сопрягающихся сеток решеток подложка – пленка составили $\sim 3.5\%$. Ориентационные соотношения при эпитаксиальном росте исследуемых пленок можно выразить следующим образом: (100) $\text{TlIn}_{1-x}\text{Sn}_x\text{S}_2 // (001)$ KJ, как указано на рисунке.

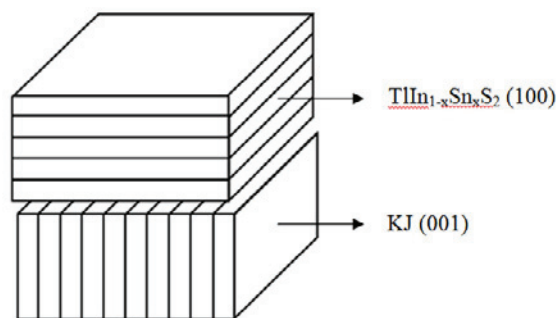


Рис. Схема расположения подложки и пленки.

Отметим, что возможные отклонения состава TlInS_2 от стехиометрии, значительная концентрация примесей, склонность к окислению и всевозможным нарушениям структуры решетки, а также политипия обуславливают трудности в интерпретации результатов. Анализ полученных данных показал, что взаимодействие тройного соединения с примесными атомами Sn приводит к образованию твердых растворов замещения и формированию сверхструктуры. Опираясь на представления, изложенные в [1, 5], мы считаем, что атомы Sn образующие твердые растворы замещения, располагаются в узлах кристаллической решетки.

1. В.И. Васильев, Г.С. Гагис, В.И. Кучинский, В.Г. Данильченко. ФТП, 2015, 49, 984-988.

2. А.М. Пашаев, Т.Д. Джафаров. Физические основы наноэлектроники. Баку, 2014, 87 с.

3. А.М. Филачев, И.И. Таубкин, М.А. Трищенко. Твердотельная фотоэлектроника. М.: Физматкнига, 2012, 363 с.

4. А.С. Авиллов. Прецизионная электронография. Дис. док. физ.-мат. наук: 01.04.18. Москва, 1999. 274с.

5. Г.Б. Абдуллаев, Т.Д. Джафаров. Атомная диффузия в полупроводниковых структурах. М.: Атомиздат. 1980, 280 с.

Исследование дефектов структур GaAs/Ge/Si методом наведенного тока в РЭМ

П.С. Вергелес¹, А.В. Рыков², М.Ф. Аристова¹, А.В. Здоровейшев², В.А. Ковальский¹,
М.В. Дорохин², В.Г. Шенгуров², С.А. Денисов²

¹ Институт проблем технологии микроэлектроники РАН, ул. Академика Осипяна, д. 6, г. Черноголовка, 142432.

² ННГУ им. Н.И. Лобачевского, пр. Гагарина, 23, корп.3, Нижний Новгород, 603950.

Кремниевые подложки остаются востребованными как основа гибридных приборов оптоэлектроники. В данной работе используются виртуальные подложки - подложки Si с буферным слоем Ge. Для снижения плотности проникающих дислокаций, которые возникают из-за рассогласования параметров решеток GaAs и Ge, используются так называемые дислокационные фильтры, представляющих из себя наборы упруго напряженных слоев. Для выращивания приборных структур часто встречаются дислокационные фильтры на основе квантовых ям InGaAs/GaAs [1]. Как альтернатива предлагались слои AlGaAs/GaAs, выращенные методом молекулярно-лучевой эпитаксии [2], упруго компенсированные сверхрешетки (на текстурированных Si подложках) [3], а также слои с квантовыми точками InAs/GaAs [4]. В данной работе сравниваются структуры, выращенные на подложках Ge/Si(100) с отклонением 4° к $\langle 110 \rangle$, с различными дислокационными фильтрами.

На подложках Si с буфером Ge (1 мкм) была выращена структура АЗВ5 методом МОС-гидридной эпитаксии. После затравочных слоев выращивались слои, легированные до концентрации 10^{17} см^{-3} : GaAs:Si (300 нм), дислокационные фильтры (200 нм) и GaAs:Si (1000 нм). Дислокационные фильтры представляли собой следующие слои, выращенные в цикле с 5 повторами: структура А – 10 нм InGaAs / 30 нм GaAs; В – 10 нм InAlAs / 30 нм GaAs; С – 10 нм InGaAs / 10 нм GaAs / 10 нм GaAsP / 10 нм GaAs; структура D была вариантом структуры В с циклическим отжигом до роста дислокационных фильтров; D(0) – вариант структуры D, выращенный на подложке Si (100) $\pm 0,5^\circ$. После роста исследовались фотолюминесценция структур. Для измерения методом наведенного тока (НТ) на поверхности структур формировались Al контакты методом термического испарения в вакууме, а затем сформированы меза-структуры диаметром 0,5 мм.

На Рис.1 представлена микрофотография структуры D(0), полученная в режиме НТ. Точечные дефекты в основном связаны с проникающими дислокациями, тогда как замкнутые кривые – с антифазными доменами, что характерно для структур АЗВ5, выращенных на подложках Si(100) без дополнительного отклонения. На всех остальных структурах антифазные границы не наблюдались.

В Таблице представлены результаты измерения P_{ED} - плотности электрически активных дефектов, рассчитанной по изображениям в режиме НТ по полю 20×20 мкм при разных ускоряющих напряжениях U (для структуры D(0) - 100×100 мкм). При ускоряющем напряжении в 5 кВ сбор сигнала про-

изводится с приповерхностной области, в то время как при 35 кВ глубина сбора сигнала - около 1 мкм.

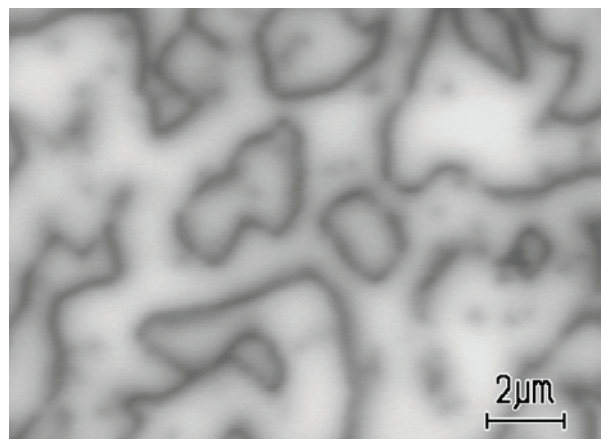


Рис. 1. Микрофотография образца D при U=35 кВ.

№	$P_{ED}, \text{ см}^{-2}$ (U=5 кВ)	$P_{ED}, \text{ см}^{-2}$ (U=35 кВ)
A	$1,4 \cdot 10^8$	$2,5 \cdot 10^8$
B	$1,2 \cdot 10^8$	$2,5 \cdot 10^8$
C	$1,5 \cdot 10^8$	$3 \cdot 10^8$
D	$8 \cdot 10^7$	$9 \cdot 10^7$
D(0)	-	$1,6 \cdot 10^7$

Было выявлено незначительное преимущество фильтров InAlAs/GaAs. Циклический отжиг оказал благотворное влияние - как на плотность дефектов, так и на интенсивность люминесценции.

На подложке Si (100) $\pm 0,5^\circ$ с помощью дислокационного фильтра InAlAs/GaAs и циклического отжига удалось достигнуть плотности электрически активных дефектов $1,6 \cdot 10^7 \text{ см}^{-2}$ (структура D(0)). Для U=5В не удалось достоверно установить P_{ED} из-за низкого контраста дефектов на фоне антифазных границ. Ранее в подобных структурах удавалось получить плотность дефектов на порядок выше: $1 \div 2 \cdot 10^8 \text{ см}^{-2}$ [5].

Работа проводилась при поддержке РФФИ, проекта № 18-32-00636 мол_а (МОСГФЭ, ФЛ). Работы, проведенные в ИПТМ РАН (исследования НТ), выполнены в рамках государственного задания № 075-00475-19-00.

1. D. Jung, et al., Appl.Phys.Lett., 2017, 111, 122107.
2. M. Tang, et al. Optics Express, 2014, 22(10), 11528.
3. L. Megalini, et al. Materials 2018, 11, 337.
4. H. Hu, et al. Appl. Phys. A, 2016, 122, 588.
5. A V Rykov, M V Dorokhin, P S Vergeles et al., Journal of Physics: Conf. Series, 2018, 1124, 022037

Метод канонических корреляций в диагностике фазового состава тонких пленок оксида церия на кремнии по оже-спектрам

В.Г. Бешенков, А.Г. Знаменский, В.А. Марченко, В.И. Николайчик

Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН,
г. Черноголовка, 142432, Московская обл., Россия

Кубический диоксид церия CeO_2 представляет значительный интерес как буферный слой на Si для дальнейшего эпитаксиального наращивания ферро- и сегнетоэлектрических пленок, а также как вспомогательный слой на кремнии в мемристорных гетероструктурах с малым разбросом электрических параметров. При этом требуется высокое структурное совершенство слоев, достижение которого осложняется протеканием химических реакций на границе раздела с Si при высоких температурах роста [1]. Целью настоящей работы было исследование фазового состава системы CeO_2/Si по оже-спектрам, полученным при ионном профилировании, в условиях смешения вкладов основных и новых, возникающих на границе раздела, фаз.

Тонкие пленки оксида церия на кремнии были получены по двухстадийной схеме ВЧ-магнетронного распыления керамической мишени CeO_2 . Кремниевые подложки ориентации (100) и (111) с естественным оксидом на поверхности нагревались пропусканием электрического тока до 750°C . На начальном восстановительном этапе мишень распылялась в аргоне при давлении $P_{\text{Ar}}=2,5 \cdot 10^{-3}$ mbar в течение нескольких секунд. Доращивание пленок осуществляли в смеси аргона и кислорода при соотношениях их парциальных давлений $P_{\text{Ar}}/P_{\text{O}_2}=2,5 \cdot 10^{-3}/5 \cdot 10^{-4}$ или $P_{\text{Ar}}/P_{\text{O}_2}=2,5 \cdot 10^{-3}/2 \cdot 10^{-2}$ mbar в течение нескольких минут и нескольких десятков минут.

Ионное профилирование системы CeO_2/Si осуществлялось на оже-электронном спектрометре JAMP-10S (Jeol). В указанных режимах напыления были получены образцы с выраженным силицидным слоем (Рис.1, распределение интенсивности оже-линии Ce MNN с определенного момента времени ионного распыления превышает распределение интенсивности оже-линии O KLL). Метод дифракции быстрых электронов на отражение, реализованный на электронографе ЭР-100, показывал, что пленки росли эпитаксиально, но с атомарно-шероховатой поверхностью.

Метод канонических корреляций [2] позволяет находить максимальные корреляционные связи между двумя группами исходных спектров. Эта зависимость определяется при помощи новых аргументов – канонических величин, вычисленных как линейные комбинации исходных признаков.

Положение точек, которыми отображаются группы спектров по отношению к началу координат (Рис. 2), может быть использовано для идентификации фаз и построения профилей их распределения на границе раздела.

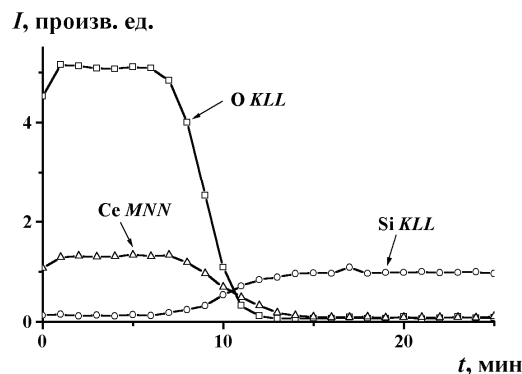


Рис. 1. Профили распределения интенсивностей оже-линий O KLL, Ce MNN и Si KLL в зависимости от времени ионного распыления для системы CeO_2/Si .

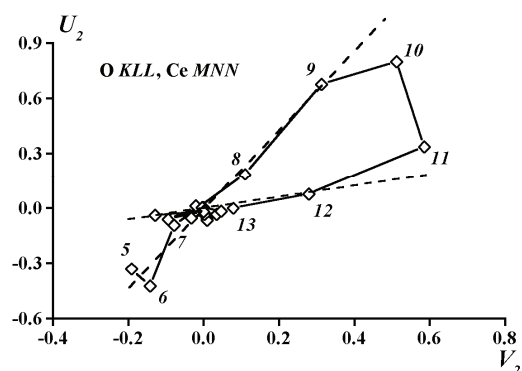


Рис. 2. Корреляционный график, представляющий группы спектров O KLL и Ce MNN в виде точек на плоскости вторых канонических величин (цифрами указано время распыления).

Метод канонических корреляций очевидно более предпочтителен по сравнению с методом главных компонент [2] при энергетическом сдвиге оже-спектров на границах раздела.

Строя корреляционные графики можно показать, что срыв эпитаксии в пленках обусловлен наличием остаточного оксида кремния на поверхности Si, что наблюдается при пониженной температуре роста или недостаточной продолжительности восстановительного этапа.

1. Бешенков В.Г., Знаменский А.Г., Марченко В.А. Поверхность, 2008, № 9, 31-34.
2. Справочник по прикладной статистике. Т. 2. / Ред. Э. Лойд и др., М.: Финансы и статистика, 1990, 526 с.

Определение состояния поверхности полиэфирэфиркетона после обработки ионными и атомными пучками по РФЭС спектрам C1s методом главных компонент в двойственной постановке

В.Г. Бешенков¹, С.М. Пестов²

¹ Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН,
г. Черноголовка, 142432, Московская обл., Россия

² Институт тонких химических технологий имени М.В. Ломоносова МИРЭА - Российский технологический университет,
г. Москва, 119571, пр. Вернадского, 86

Сфера использования полиэфирэфиркетона (ПЭЭК) распространяется на такие области, как микроэлектроника, биотехнологии, производство специализированной техники. ПЭЭК является биосовместимым, схожим по эластичности с костью, рентгенопрозрачным материалом. Однако ПЭЭК инертен и поэтому плохо интегрируется в организм человека. В настоящее время усилия направлены на повышение биологической активности ПЭЭК путем модификации его поверхности пучками ускоренных ионов или нейтральных атомов [1].

Цель настоящего исследования состояла в определении состояния поверхности ПЭЭК после обработки ионными и атомными пучками по РФЭС спектрам C1s. Необходимо было определить число новых пиков и их энергетическое положение в условиях заметного перекрытия этих пиков с уже имеющимися, в том числе для пиков малой интенсивности. Для интерпретации изменений в РФЭС спектрах C1s (Рис. 1), возникающих при модификации поверхности ПЭЭК, предложен метод главных компонент в двойственной постановке [2].

Получены двойственные графики представления спектров и спектральных интенсивностей C1s в виде точек в пространстве главных компонент (Рис. 2). Дано описание двойственных графиков, принципов их построения, характерных картин распределения точек. Выявленные в двойственных графиках особенности распределения спектральных интенсивностей (пики), рассматриваемые одновременно со спектрами (направление перемещения точек), использованы для построения модели структуры РФЭС спектров при их разложении на составляющие. Показано, что при обработке ионными и атомными пучками поверхности ПЭЭК, в РФЭС спектрах появляются пики 288.3 и 285.5 эВ, характеризующие наличие карбоксильных функциональных групп и алифатического углерода в модифицированном приповерхностном слое.

Рассматривая положение точек, которыми отображаются спектры 1-5 по отношению к началу координат, оценим степень модификации поверхности пластика (Рис. 2). Видим, что обработка ПЭЭК методом ANAB является более щадящей по сравнению с обработкой пучком ионов в течение продолжительного времени 30 и 60 мин: точка 5 расположена внутри сектора, ограниченного направлениями на 1-2 и 3-4 точки. Если принять положение точек 3 и 4 как соответствующее максимуму модификации поверхности пластика, то обработка методом ANAB (спектр 5) составляет примерно 40 % максимально достигаемой.

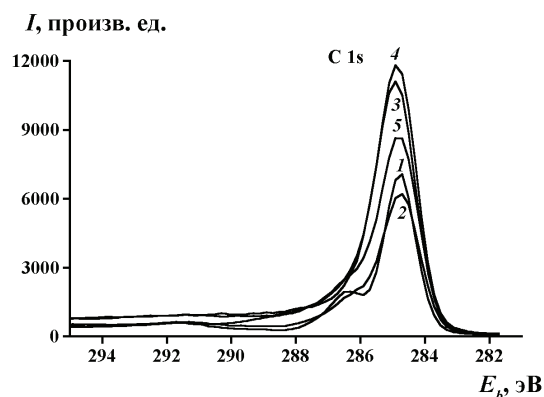


Рис. 1. РФЭС спектры C1s не обработанной (1) и обработанной (2-5 – обработка пучками ионов аргона в течение 10, 30, 60 мин и нейтральных атомов ANAB) поверхности ПЭЭК.

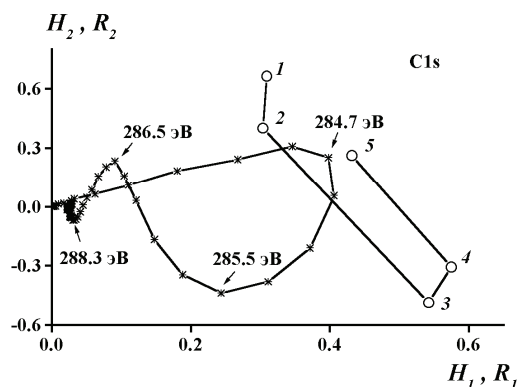


Рис. 2. Двойственный график, представляющий РФЭС спектры C1s и их спектральные интенсивности как проекции на плоскость первой и второй главных компонент (указаны энергии связи и номера спектров в последовательности спектров).

Работа была поддержана Министерством высшего образования и науки (идентификатор проекта: RFMEFI57417X0136. Соглашение 14.574.21.0136).

1. J. Khoury, M. Maxwell, R.E. Cherian et al. J. Biomed. Mater. Res., Part B, 2015, 105B, 534–543. DOI: 10.1002/jbm.b.33570
2. Справочник по прикладной статистике. Т. 2. / Ред. Э. Лойд и др., М.: Финансы и статистика, 1990, 526 с.

Никелевые контакты с низким переходным сопротивлением

Е.И. Бубликов^{1*}; В.И. Кулинич²; В.В. Рыбалко³

¹Донской государственный технический университет, г. Ростов на Дону, Россия

²Южнороссийский государственный политехнический университет(НПИ),
им. М.И. Платова, г. Новочеркасск, Россия

³Российский новый университет, г. Москва, Россия
*antonovs-rostov@mail.ru

Создание материалов, обладающих комплексом новых свойств, является актуальной задачей. Использование никелевых покрытий в контактных элементах слаботочной техники, возможно за счет изменения проводимости оксидных слоев на поверхности контактов при включении в процессе электролиза в осадок атомов углерода [1]. Целенаправленное изменение электрофизических, механических и некоторых других важных эксплуатационных характеристик никелевых покрытий можно осуществить за счет формирования определенной структуры осадков в процессе кристаллообразования. Важным фактором, оказывающим влияние на структуру, размеры кристаллов и их ориентацию является условия электролиза и состав электролита при формировании никелевых покрытий на чужеродной подложке.

Методами просвечивающей, растровой электронной и атомно-силовой микроскопии были проведены исследования процессов электрокристаллизации никеля из электролитов никелирования. следующих составов, г/л: $NiSO_4 \cdot 7H_2O$ – 20, винная кислота – 10 (раствор № 1); $NiSO_4 \cdot 7H_2O$ – 200, глицерин – 4, винная кислота – 10 (раствор № 2); $NiSO_4 \cdot 7H_2O$ – 200, $NiCl_2 \cdot 6H_2O$ – 20, $NaSO_4 \cdot 6H_2O$ – 30, $MgSO_4 \cdot 6H_2O$ – 25, H_3BO_3 ·30 (электролит Уоттса) (раствор № 3). Покрытия из растворов № 1, 2 обладают низким переходным сопротивлением (4÷6 мОм), №3 – высоким переходным сопротивлением (≥ 20 мОм).

Процесс зарождения твердой фазы в условиях химической адсорбции на электроде органических веществ и постоянного заполнения растущего фронта молекулами поверхностно активных веществ (ПАВ) также можно рассматривать, как электрокристаллизацию на индифферентной подложке. Блокирование органическими молекулами активных центров, приводит к уменьшению их числа, что изменяет локальные условия формирования морфологии осадка, необходимой для улучшения контактных свойств. Как следует из полученных микрофотографий, формирование структуры осадков в начальный период электрокристаллизации из электролита 1 осуществляется путем обра-

зования и роста двух типов зерен, различающихся размерами и формой. Срастание зерен в сплошные слои происходит при указанном режиме к концу первой минуты электролиза. Диаметр зерен изменяется в пределах от 0,5 до 3 мкм, причем пространство между крупными зернами полностью заполняется мелкими, в результате чего покрытие является малопористым. В покрытиях для электрических контактов такая особенность строения осадков помимо обеспечения хороших антикоррозионных свойств играет существенную роль в улучшении условий контактирования поверхностей. В покрытиях для электрических контактов такая особенность строения осадков помимо обеспечения хороших антикоррозионных свойств играет существенную роль в улучшении условий контактирования поверхностей за счет увеличения площади контактного пятна.

Образование монокристаллических скелетных структур на поверхности зерен создает достаточный механический контакт и в совокупности с улучшением проводимости пленки и уменьшением ее толщины обеспечивает низкое переходное сопротивление никелевых покрытий при малых нагрузках на контакт.

На основе сравнения результатов электронно-микроскопических, АСМ и электронно-дифракционных измерений поверхности никелевых покрытий, полученных из электролитов с органическими компонентами, установлено изменение структуры зерна, приводящее к уменьшению переходного сопротивления контактов.

В результате исследований выявлены существенные различия морфологии поверхности и проводимости оксидной пленки в зависимости от состава электролита и условий электролиза.

Изменение условий кристаллизации позволяет использовать такие покрытия в слаботочных контактах вместо покрытий из серебра и его сплавов.

1. Bublikov E.I., Shcherbakova E.E., Kulnich V.I. Journal of Surface Investigation: X-Ray, Synchrotron and Neutron Techniques. 2016. T. 10. № 5. С. 969-976.

Синтез и микроскопия тонких пленок со структурой шпинели на сапфировых подложках

А.В. Бутащин, А.Э. Муслимов, А.Ш. Асваров, Л.А. Задорожная, А.С. Лавриков, В.М. Каневский

ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, 119333, Москва, Ленинский проспект, д. 59

В последнее время возрос интерес к исследованию пленок ферритов кобальта и никеля в связи с обнаружением уникальных магнитных свойств в деформированном состоянии. Так можно получить экстремально высокое значение коэрцитивного поля и конфигурацию «легкая ось» в напряженных нестехиометрических пленках CoFe_2O_4 ориентации (311) [1].

В данной работе на сапфировые пластины ориентации $R(10\bar{1}2)$ наносили суспензию кристаллитов ZnO субмикронных размеров в ацетоне, высушивали и отжигали на воздухе в трубчатой печи при температуре 1200°C . По данным электронной и зондовой микроскопии, рентгеновской и электронной дифракции на поверхности сапфировых пластин образовались тонкие ориентированные пленки цинковой шпинели ZnAl_2O_4 , решетку которых связывают с решеткой подложки следующие эпитаксиальные соотношения:

$$\begin{aligned} (311)\text{ZnAl}_2\text{O}_4 \parallel (10\bar{1}2)\text{Al}_2\text{O}_3; \\ \langle 332 \rangle \text{ZnAl}_2\text{O}_4 \parallel \langle 11\bar{2}0 \rangle \text{Al}_2\text{O}_3; \\ \langle 110 \rangle \text{ZnAl}_2\text{O}_4 \parallel \langle 10\bar{1}1 \rangle \text{Al}_2\text{O}_3. \end{aligned}$$

Полученные пленки ZnAl_2O_4 с ориентацией плоскостью (311) параллельно плоскости R сапфировой подложки предполагается использовать для получения магнитных пленок NiFe_2O_4 и CoFe_2O_4 ориентации (311) с намагниченностью типа «легкая ось» вдоль направления $\langle 311 \rangle$.

Также исследованы магнитные свойства пленок ферритов, деформационные напряжения в которых изменялись подбором кристаллографической ориентации (А и С) подложек сапфира. Были получены пленки ферритов никеля и кобальта испытывающие

деформацию сжатия, в которых наблюдались при комнатной температуре коэрцитивные поля величины 32,5 и 65 мТ, соответственно (рис.1а,б).

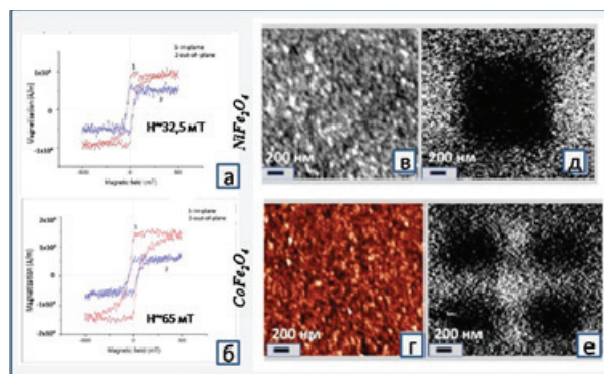


Рис. 1. Кривые магнитного гистерезиса слоя NiFe_2O_4 (а) и CoFe_2O_4 (б) на С-сапфире в геометрии out-of-plane и in-plane. Формирование магнитных доменов в этих пленках: NiFe_2O_4 (в,д) и CoFe_2O_4 (г,е) с использованием инструментов магнитно-силовой микроскопии.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН в части синтеза микро и нанокристаллов оксида цинка и РФФИ (грант № 18-02-00515 а) в части синтеза пленок со структурой шпинели и их характеристизации

S. Sagar E., L. Xiaoxi., Y. Yukiko., L. Sean., M. Akimitsu, Scientific Reports, 2016, 6, 30074.

Функционализация пористого кремния наночастицами различного типа

В.Л. Кошевой¹, А.О.Белорус², А.С. Леньшин³

¹ Санкт-Петербургский горный университет,
199106, Санкт-Петербург, Васильевский остров, 21 линия д.2;

² Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ»,
197376, Россия, Санкт-Петербург, ул. Профессора Попова, дом 5

³ Воронежский государственный университет,
394018, Россия, г. Воронеж, Университетская площадь, 1

В настоящее время активно ведутся исследования многофункциональных композитных материалов на основе полупроводниковых матриц. В качестве основы для данных структур выступают пористые подложки различного типа (Si, GaP, GaAs и т.д.) с осажденными активными микрочастицами. В процессе функционализации на поверхности пористого кремния могут быть нанесены различного рода наноматериалы (в том числе серебро, золото, индий, цинк и т.д.). Данные структуры могут применяться в качестве элементов фотодетекторов, солнечных батарей, медицинских микроустройств (имплантов) с антимикробным эффектом, а также при создании электрохимических сенсоров [1-3].

Благодаря тому, что в процессе электрохимического травления с помощью выбора технологических параметров (время травления, ток анодирования, состав электролита, тип монокристаллической пластины) возможно в широком диапазоне варьировать получаемые характеристики пористого кремния (форма, размеры, структура пор, физико-химические свойства поверхности и т.д.) в качестве подложки был выбран пористый кремний. Для создания активных матриц использовался метод электрохимического травления в водных растворах плавиковой кислоты.

В данной работе были проведены исследования возможности внедрения наночастиц различного типа в пористый кремний. Методом электрохимического осаждения на поверхность пористой матрицы были нанесены наночастицы оксида цинка с последующим отжигом. Так же с помощью метода центрифугирования были нанесены наночастицы серебра на пористые образцы. Синтезированные частицы с помощью метода электро-термодиффузии под действие электрического и термического воздействия закреплялись в пористой матрице. Стоит отметить, что образцы при данном технологическом процессе подвергались низкотемпературному отжигу, что в свою очередь обеспечивает модификацию

морфологии и физических характеристик исследуемых структур.

Для исследования данных композитных структур был использован растровый-электронный микроскоп TESCAN MIRA3 с EDX приставкой. Данный метод позволил определить особенности морфологии структур пористых матриц, а также произвести качественный элементный анализ до и после процессов функционализации.

По данным растровой электронной микроскопии и EDX анализа можно говорить о том, что в процессе электро-термодиффузии наночастицы серебра и оксида цинка проникают в поры на глубину порядка 10-15 мкм и активно пассивируют пористую поверхность.

Исследование выполнено при поддержке РФФИ в рамках научного проекта 19-32-50038 мол_нр «Исследование морфологических, физико-химических и оптических свойств матриц на основе пор-Si в зависимости от методов их формирования и функционализации».

1. N.V. Permiakov; L.B. Matyushkin; A.O. Belorus; V.L. Koshevoi Investigation of a program-controlled process of impregnation of porous semiconductors with silver nanoparticles to create an electrical contact // Young Researchers in Electrical and Electronic Engineering (EIConRus), IEEE Conference of Russian, 2018 Pages: 539 – 543, DOI: 10.1109/EIConRus.2018.8317154, ISBN: 978-1-5386-4340-2

2. Л.Б. Матюшкин Технология и оборудование для получения коллоидных квантовых точек CSPBX3 (X = CL, BR, I), CDSE/ZNS, плазмонных наночастиц AG/SiO2 и гибридных структур на их основе / [текст] Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук / Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет "ЛЭТИ" им. В.И. Ульянова (Ленина). Санкт-Петербург, 2018

3. A.O. Belorus; A.I. Pastukhov; A.M. Vasyukov; V.A. Moshnikov; I.M. Pleshanov "Formation of ZnO Nanoparticles Using Electrochemical Deposition Technique for Applications in Sensorics and Biomedicine" / 2019 IEEE Conference of Russian Young Researchers in Electrical and Electronic Engineering (EIConRus), DOI: 10.1109/EIConRus.2019.8657149

Использование метода масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой и лазерной абляцией в технологии получения легированной самарием шихты танталата лития

С.М. Маслобоева, И.Р. Елизарова

Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья им. И. В. Тананаева – обособленное подразделение
Федерального государственного бюджетного учреждения науки Федерального исследовательского центра
«Кольский научный центр Российской академии наук»
184209, Апатиты, Мурманская область, Академгородок, 26а, Россия

Задача получения однородных монокристаллов высокого оптического качества и керамики с модифицированными свойствами на основе танталата лития является актуальной. Легирование этих материалов различными примесями позволяет использовать их для новых приложений, что, в свою очередь, требует разработки аналитических подходов к исследованию состава и однородности шихты $\text{LiTaO}_3:\text{Me}$ ($\text{Me} = \text{Mg}, \text{Zn}, \text{B}, \text{Sm}, \text{Dy}$ и др.)

В данной работе рассмотрены возможности и особенности применения метода масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой и лазерной абляцией в исследовании микрогомогенности образцов шихты $\text{LiTaO}_3:\text{Sm}$ с одновременным определением концентрации легирующей примеси.

Шихта с концентрацией $[\text{Sm}] = 0.1 \div 1.5$ мас. % синтезирована цитратным способом [1], основанном на термической обработке литий, тантал, самарий содержащих цитратных прекурсоров.

Исследования образцов проводили на приборе ELAN-9000 DRC-е Perkin Elmer, США; локальный отбор пробы с поверхности образца $\text{LiTaO}_3:\text{Sm}$ производили с применением установки лазерного пробоотбора UP-266 MACRO (New Wave Research, США). Излучение Nd:YAG в ультрафиолетовом диапазоне длины волны.

Для обеспечения стабильности измерения аналитического отклика взаимосвязанного комплекса, состоящего из лазерного испарителя и масс-спектрометра определены оптимальные условия лазерного вскрытия стандартного силикатного образца (стекла) SRM NIST 612, используемого нами для градуирования и количественного локального анализа.

Выбран диаметр лазерного пучка и его мощность для задания энергии излучения при анализе. Установлено, что изменение частоты следования лазерных импульсов не оказывает влияния на энергию лазера, подаваемую на образец.

Исследование кратеров (рис. 1), образованных в результате лазерной абляции, показало, что увеличение количества лазерных импульсов не приводит к нарушению цилиндричности кратеров и не искажает их диаметр (100 мкм). На основе измерений, проведенных с использованием микроскопа Leica DM2500 P, определено, что кратеры сформированы со средним значением диаметра 105 ± 2.97 мкм (СКО = 1.72).

Установлено, что дисперсия воспроизводимости интенсивности аналитического сигнала, определенная из величины относительного стандартного отклонения, не зависит от скорости и шага сканиро-

вания; была не более, чем при анализе химически однородного стандарта SRM NIST 612; не более, чем дисперсия результатов анализа стекол и шлифов геологических образцов при ЛА МС-ИСП.

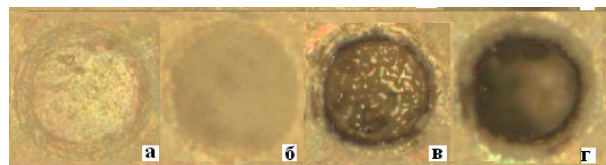


Рис. 1. Кратеры после лазерной абляции таблетированного без связующего образца $\text{LiTaO}_3:0.1$ мас. % Sm. а – единственный импульс, б – 10, в – 50, г – 1000 импульсов. Мощность и частота следования импульсов, соответственно, 60% и 5 Гц, диаметр лазерного пучка 100 мкм.

Статистическая обработка результатов измерений аналитических сигналов Sm (рис. 2) свидетельствует, что среднеквадратичное отклонение S_r (%) для шихты $\text{LiTaO}_3:\text{Sm}$ составляет 4-7. Полученные значения не превышают погрешности данного метода анализа (до 10%). Совокупность этих признаков подтверждает химическую однородность исследуемых образцов $\text{LiTaO}_3:\text{Sm}$ по макропримеси.

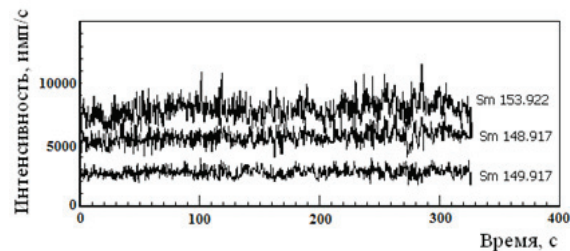


Рис. 2. Изменение интенсивности аналитического сигнала изотопов Sm при пошаговой лазерной абляции (шаг 7-9 мкм) по поверхности таблетированного без связующего образца $\text{LiTaO}_3:0.1$ мас.% Sm. Диаметр лазерного пучка 100 мкм, частота следования импульсов 5 Гц, мощность лазерного импульса 60%.

Метод ЛА МС-ИСП показал высокую прецизионность (степень близости результатов анализа, полученных независимыми методами в конкретных регламентированных условиях) с рентгенофлуоресцентным методом, результаты анализа соответствовали заданным значениям концентрации самария.

Показано, что в процессе анализа порошковых образцов матричный эффект не наблюдается.

1. С.М. Маслобоева, М.Н. Палатников, Л.Г. Арутюнян, Д.В. Иваненко. Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов, 2016, №8, 239-246.

Гексаалюминат лантана-магния – новый подложечный материал

А.В. Буташин, А.Э. Муслимов, А.Ш. Асваров, В.М. Каневский

ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, 119333, Москва, Ленинский проспект, д. 59

Методами атомно-силовой микроскопии изучены особенности строения (0001) сколов монокристаллов $\text{LaMgAl}_{11}\text{O}_{19}$ - гексаалюмината лантана-магния [1], демонстрирующих совершенную спайность. По данным АСМ поверхность свежего (0001) скола монокристаллов отличалась чрезвычайно низкой шероховатостью ($R_z < 0.05$ нм), что характерно для чистых атомно-гладких граней кристаллов безступеней. Отжиг скола монокристалла $\text{LaMgAl}_{11}\text{O}_{19}$ на воздухе при 1200°C привел к рекристаллизации и значительным морфологическим изменениям поверхности: образовались плоские треугольные или гексагональные призмы со строго параллельными сторонами с размерами в плоскости (0001) до 0.5 мкм и различной высотой – 0.7 и 1.8 нм (рис. 1).

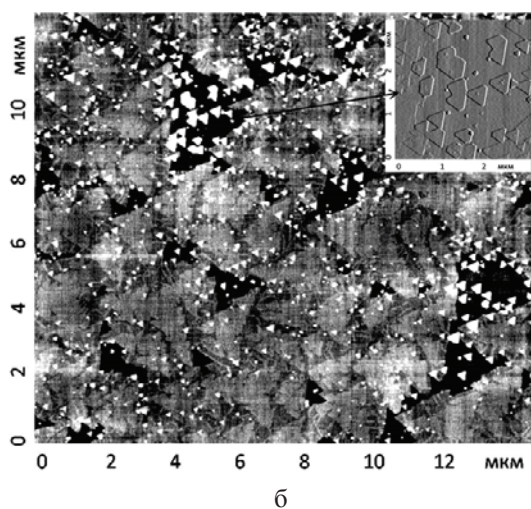
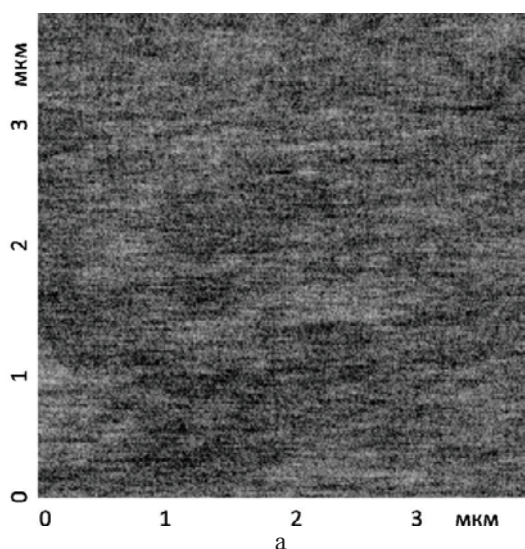


Рис. 1. АСМ-изображение поверхности (0001) скола кристалла $\text{LaMgAl}_{11}\text{O}_{19}$: свежий скол (а); после отжига на воздухе при температуре 1200°C (б).

Методом магнетронного распыления на свежие (0001) сколы монокристалла $\text{LaMgAl}_{11}\text{O}_{19}$ нанесены эпитаксиальная пленка ZnO высокой степени совершенства и ориентированная кристаллическая пленка $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$, что свидетельствует о перспективности гексаалюмината лантана-магния как подложечного материала в эпитаксиальных технологиях создания элементов опто- и микроэлектроники, радиотехники. Характеризация строения пленок проведена методами электронной и зондовой микроскопии, рентгеновской и электронной дифракции. Сравнительные данные кристаллических решеток подложки и пленок даны в Таблице:

Состав/ структурный тип	Пр. гр.	a, нм	c, нм
$\text{LaMgAl}_{11}\text{O}_{19}$ / магнетоплюмбит	$R\bar{6}_3/mmc$	0.5581	2.198
$\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ / магнетоплюмбит	$R\bar{6}_3/mmc$	0.5888	2.3189
AlN / вюрцит	$R\bar{6}_3mc$	0.3112	0.4982
ZnO / вюрцит	$R\bar{6}_3mc$	0.3249	0.5204

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН в части синтеза и характеризации пленок ZnO и РФФИ (грант № 18-02-00515 а) в части синтеза и характеризации пленок $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$.

1. Х.С. Багдасаров, Л.М. Дорожкин, Л.А. Ермакова и др. // Квантовая электроника, 1983, 10, 1645-1651.

Исследование люминесценции оксифторидных стекол для применения их в качестве чувствительного элемента датчика искры

И.М. Плешанов¹, А.О. Белорус², А.А. Васильченко², А.М. Урядышева³ Д.С. Агафонова²

¹ Университет ИТМО, Кронверкский пр., 49, Санкт-Петербург, 197101

² СПб ГЭТУ «ЛЭТИ», ул. Профессора Попова, 5, Санкт-Петербург, 197022

³ Рыбинский государственный авиационный технический университет, ул. Пушкина, 53, Рыбинск, 152934

В промышленности, технике, на транспорте существует большая потребность в датчиках аварийных ситуаций. Одной из причин возникновения аварий может быть искрение различных конструкций. Используя датчики электрической дуги и фотоприемники активные элементы которого чувствительны к электромагнитным полям, и соединительные электрические провода размещаются в зонах с наибольшим электромагнитным воздействием, можно получать зачастую неверную или ложную информацию. Оптическое волокно обладает массой преимуществ. Одно из важных для нас является невосприимчивость к электромагнитным полям. Это дает волоконно-оптическим датчикам более широкие способы их применения. Кроме того, волоконно-оптические датчики отвечают таким требованиям, как высокая надежность, долговечность, стабильность, малые размеры, вес, энергопотребление, совместимость с микроэлектронными устройствами при низкой сложности обработки информации, при изготовлении и низкой стоимости.

Основным элементом оптоволоконного датчика электрической дуги и искры являются люминесцентные волокна, которые служат для преобразования излучения искры. Изначально с помощью фокусирующей линзы излучение искры попадает на люминесцентное волокно, заставляя оптоволоконно люминесцировать, преобразовывая излучение в другой диапазон. Далее преобразованное излучение попадает на кварцевое волокно и передается на кремниевый фотодиод. Для использования простых и дешевых кремниевых фотодиодов, требуется преобразовать излучение искры или электрической дуги в подходящий для этого диода диапазон излучения.

В данной работе исследовались два оксифторидных стекла с молекулярными кластерами серебра, одно из которых было допировано ионами самария. Длина волны возбуждения 400 нм. Данные стекла возбуждались излучением от полупроводникового лазера, далее излучение попадало на спектрометр AvaSpec-2048. На рисунке 1 представлены спектры люминесценции данных стекол.

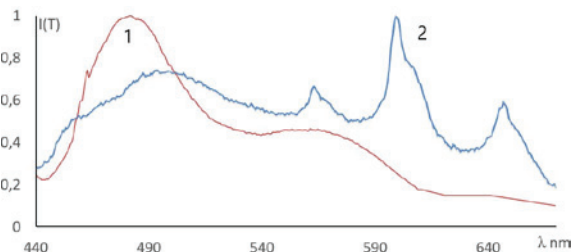


Рис. 1. Спектр люминесценции оксифторидного стекла с молекулярными кластерами серебра (1) оксифторидного стекла с молекулярными кластерами серебра и ионами самария (2)

Спектр люминесценции под номером 1 содержит два пика на длине волны 480 нм и 570 нм, появления которых обусловлено наличием кластеров серебра. Спектр представленный под номером 2 содержит четыре пика на длине волны 500 нм, 570 нм, 610 нм и 650 нм, первый и второй из которых вызван наличием кластеров серебра, третий и четвертый ионов самария.

В рамках данной работы были исследованы два стекла, для применения их в датчик искры и электрической дуги. Был произведен спектральный анализ двух образцов. Из проделанной работы можно сделать вывод, что данные стекла применимы для датчиков искры и электрической дуги. Проанализировав спектры люминесценции можно сделать вывод, что наибольшей чувствительностью обладает оксифторидное стекло с молекулярными кластерами и ионами самария.

1. Dubrovin V. D., Ignatiev A. I., Nikonov N. V., Sidorov A. I., Shakhverdov T. A., Agafonova D. S. Luminescence of silver molecular clusters in photo-thermo-refractive glasses // *Optical Materials*. – 2014. – V. 36. – №. 4. – P. 753-759.

2. И.М. Плешанов, А.О. Белорус, Д.С. Агафонова Исследование чувствительных элементов на основе оксифторидных стекол с молекулярными кластерами серебра// *Научные исследования и разработки*. – 2015. – P. 55-58.

Низкотемпературное формирование пленок силицидов платины на поверхности поли-Si

К.В. Чиж¹, Л.В. Арапкина¹, Д.Б. Ставровский^{1,2}, В.П. Дубков¹, С.А. Миронов¹, В.М. Сенков²,
И.В. Пиршин², П.И. Гайдук³, В.А. Юрьев¹

¹ Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, 119991, г. Москва, ул. Вавилова, 38, Россия

² Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, 119991, г. Москва, Ленинский просп., 53, Россия

³ Белорусский государственный университет, 220030, г. Минск, просп. Независимости, 4, Белоруссия

Силициды платины широко применяются в микроэлектронике для производства диодов Шоттки, в инфракрасной технике в детекторах ИК излучения, для изготовления зондов атомно-силовых микроскопов, в качестве дорожек при изготовлении микросхем и т.д. Наше исследование направлено на детальное изучение процессов образования пленок силицидов Pt на поверхности поли-Si при низких температурах термообработки до 550°C.

Формирование силицидов Pt проводилось методом равновесной термической обработки в среде Ag. На подложки типа c-Si/SiO₂/Si₃N₄/поли-Si наносилась пленка Pt толщиной (20 – 22) нм в установке магнетронного распыления при стандартных технологических режимах [1 – 3]. Далее проводилась термообработка длительностью от 30 мин. до 8 ч. в реакторе со стабилизацией температуры не хуже, чем ± 1 %, при стабильном потоке Ag в 60 ± 10 л/мин. при температурах от 120 до 550°C.

Образцы были исследованы методами ИК Фурье-спектроскопии, рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии и рентгенофазового анализа.

Было установлено, что в образцах Pt/поли-Si, термообработанных при температурах до 300°C в течение 30 мин., силициды платины не определяются методом рентгенофазового анализа. В этих образцах методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии была обнаружена смесь различных силицидов (Pt₃Si, Pt₂Si и PtSi). В результате отжига при температурах 320 – 480°C в течение 30 мин. образуется в основном PtSi (Рис. 1). Вследствие отжига при 230°C в течение ~8 ч. вся нанесенная платина переходит в Pt₂Si, а при 185°C в течение ~8 ч. часть Pt переходит в Pt₂Si, а часть остается свободной. После удаления чистой платины с образцов, отожженных при 185°C в течение ~8 ч., в их рентгеновских дифрактограммах остается слабый рефлекс Pt₃Si, что согласуется с результатами, полученными ранее с помощью рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии [2, 4]. Согласно этим данным, после химического удаления слоя Pt, нанесенной на поли-

Si при комнатной температуре, на его поверхности остаются слои Pt₂Si толщиной ~ 5,5 нм и Pt₃Si толщиной ~ 2,5 нм [2, 4], причем слой Pt₂Si формируется в процессе магнетронного напыления Pt [2, 3].

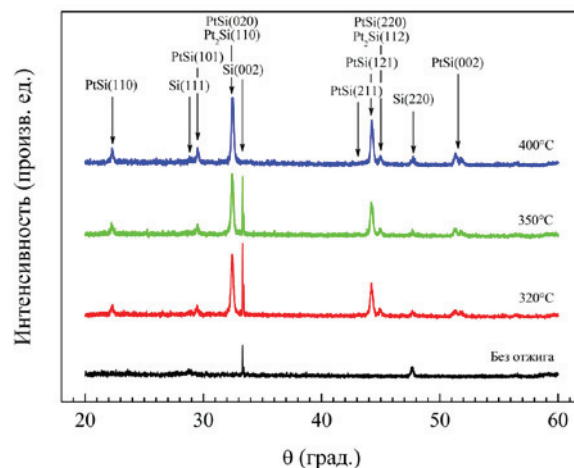


Рис. 1. Рентгеновские дифрактограммы образцов поли-Si после нанесения слоя Pt толщиной 20 – 22 нм, отжига в потоке Ag при температурах 400, 350 и 320°C и травления остаточной Pt; для сравнения приведена дифрактограмма образца, не прошедшего термообработку.

Работа поддержана РФФИ, грант № 18-52-00033.

1. V.A. Yuryev, K.V. Chizh, V.A. Chapnin, V.P. Kalinushkin. Proc. SPIE, 9519, 2015, 95190K.

2. M.S. Storozhevyykh, V.P. Dubkov, L.V. Arapkina, K.V. Chizh, S.A. Mironov, V.A. Chapnin, V.A. Yuryev. Proc. SPIE, 2017, 10248, 102480O.

3. V.A. Yuryev, K.V. Chizh, V.A. Chapnin, S.A. Mironov, V.P. Dubkov, O.V. Uvarov, V.P. Kalinushkin, V.M. Senkov, O.Y. Nalivaiko, A.G. Novikau, P.I. Gaiduk, J. Appl. Phys., 2015, 117, 204502.

4. S.A. Mironov, V.P. Dubkov, K.V. Chizh, V.A. Yuryev, J. Phys.: Conf. Ser., 2017, 816, 012011.

Секция 8.
Характеризация материалов
и структур методами
рентгеновской микроскопии

Рентгеновские дифракционные методы для исследований материалов и структур микро- и нанoeлектроники

Д.В. Рошупкин, Д.В. Иржак

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов Российской академии наук, 142432 Московская область, г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, д. 6

Современные методы рентгеновской диагностики, включая методы рентгеновской микроскопии, рефлектометрии и дифрактометрии, позволяют исследовать в режиме реального времени материалы и элементную компонентную базу микро и нанoeлектроники [1]. Рентгеновские методы позволяют визуализировать дефекты кристаллической структуры, распределение элементного состава и структурных факторов, исследовать волновые процессы в твердых телах (распространение акустических фононов, плазмонов и поляронов).

Метод рентгеновской рефлектометрии позволяет исследовать как поверхность материалов (шероховатость, толщина нарушенного слоя), так и структуру многослойных тонкопленочных покрытий. На рис. 1 представлена кривая отражения многослойной тонкопленочной структуры $\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Ta}/\text{Ta}_2\text{O}_5$, сформированной на поверхности подложки Si. В данном случае метод рентгеновской рефлектометрии позволяет определять толщины и плотности слоев, шероховатости интерфейсов и подложки, толщины нарушенного слоя подложки.

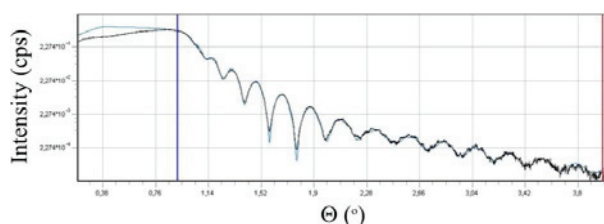


Рис. 1. Дифракция рентгеновского излучения на тонкопленочной структуре: подложка Si/SiO₂/Si₃N₄/Ta/Ta₂O₅.

Метод рентгеновской топографии в условиях брэгговской дифракции позволяет визуализировать дефекты кристаллической решетки. На рис. 2 представлена рентгеновская топограмма кристалла LiNbO₃, в котором в процессе роста в условиях модуляции температуры сформирована периодическая доменная структура.

Метод рентгеновской дифрактометрии позволяет исследовать совершенство кристаллической структуры, многослойные и эпитаксиальные структуры. Более того использование источников синхротронного излучения 3-го поколения и выше в условиях пространственно-временной когерентности рентгеновских пучков позволяет визуализировать и исследовать волновые процессы в твердых телах в режиме реального времени. Например, на рис. 3 представлено изображение поверхностной акустической волны (ПАВ), распространяющейся в структуре пьезоэлектрической пленки ZnO/Si, полученное на источнике синхротронного излучения ESRF при использовании эффекта Тальбота, когда на расстоянии

Тальбота в условиях дифракции когерентного синхротронного излучения на строго периодической структуре (например, ПАВ) наблюдается изображение периодической структуры.

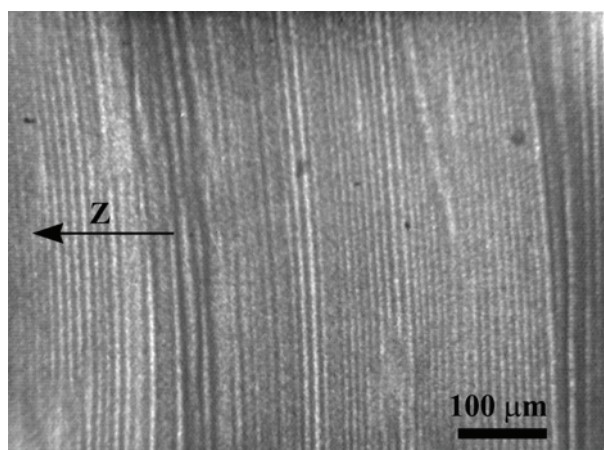


Рис. 2. Рентгеновская топограмма доменной структуры в кристалле LiNbO₃, допированном Gd.

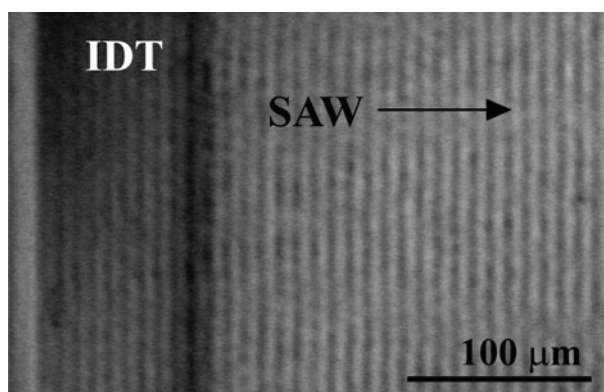


Рис. 3. Изображение ПАВ, распространяющейся в структуре ZnO/Si.

Также следует отметить, что использование методов рентгеновской спектроскопии позволяет исследовать наноматериалы. Так на источнике СИ BESSY метод EXAFS спектроскопии был использован для исследования пленок графена и оксида графена.

Метод рентгеновской микрофлуоресцентной микроскопии с использованием сфокусированных рентгеновских пучков является важным методом для исследования монокристаллических материалов.

1. A. Erko, M. Idir, T. Krist, and A.G. Michette, Modern Developments in X-Ray and Neutron Optics, Springer Berlin Heidelberg New York (2008) 634.

Совместная обработка и представление данных разнотипных измерений в задаче исследования микроструктур: этапы, методы, решения

М.В. Чукалина^{1,2}

¹ Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН
119333 Москва, Ленинский проспект, дом 59, Россия

² Институт проблем передачи информации им. А.А. Харкевича РАН
127051 Москва, Большой Каретный переулок, д. 19, Россия

Изучение или моделирование динамики поведения микроструктуры в тех или иных условиях эксплуатации требует информации о характеристиках структуры с высоким - (суб) микрометровым – пространственным разрешением в дополнение к средней (объемной) информации, такой, например, как прочность или пористость. Различные микрозондовые методы или методы с позиционно-чувствительной регистрацией сигнала могут использоваться для получения информации такого рода, а их комбинация дает возможность, как изучения отдельных свойств, так и возможность рассчитать требуемые интегральные (объемные) параметры или характеристики.

Для совместной обработки результатов исследования микроструктуры несколькими методами, следует разделять принципиально разные случаи, например, проводятся ли исследования без снятия образца с держателя или образец перемещают из одной установки в другую без процедуры его снятия, и пр. В зависимости от ответа на такого рода вопросы определяется последовательность шагов совместной обработки, цель которой – сформировать единое мультиспектральное изображение и предъявить его исследователю/технологу в таком виде, чтобы максимальное количество деталей изображения, наблюдаемых в каждом отдельном эксперименте, было представлено на финальном мультиспектральном изображении [1]. В идеале, не должна быть потеряна ни одна деталь. Тогда, выбирая область интересов на финальном изображении, исследователь/технолог переходит к стеку результатов, полученных каждым из методов для выбранной области. Это сократит время работы с данными разных методов для принятия решения о качестве изучаемой структуры.

В докладе обоснован выбор четырех основных этапов решения поставленной задачи: приведение к критическому пространственному разрешению, решение обратной задачи для каждого из методов измерения, сопоставление изображений и мультиспектральная визуализация. В докладе рассматриваются как примеры 2D изображений (результат сканирующей электронной и рентгеновской микроскопии), так и рентгеновские томографические методы, где результат реконструкции есть описание морфологической структуры объема, т.е. речь идет о 3D изображениях. Связь методов аппаратной [2] и классической томографии демонстрирует возможность повышения пространственного разрешения при изучении микроструктур. Для этих томографических методов сформулирована постановка обратной задачи.

Связь решения обратной задачи с пространственным разрешением обсуждается.

Пример сопоставления изображений, полученных методами измерения тока, наведенного рентгеновским (ХВИС) и лазерным (ЛВИС) пучками с использованием проективного преобразования, представлен на рис. 1 [3]. Совмещение изображений, полученных разными методами, необходимо для построения финального изображения.

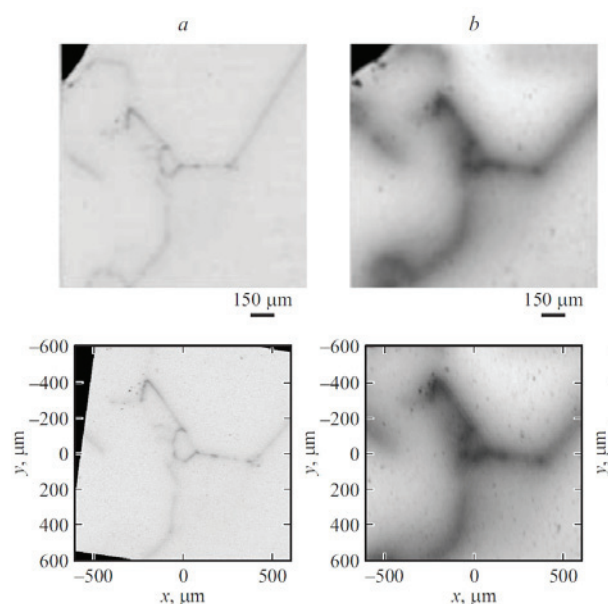


Рис.1. Пример совмещения изображений, полученных методами EBIC и LBIC.

Применение метода Ди Зенно, сохраняющего контрастные детали [4], выбрано в качестве инструмента для визуализации мультиспектрального изображения и обсуждается в докладе.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ (проекты № 17-29-03492 и № 19-01-00790).

1. M. Chukalina, D. Nikolaev, A. Somogyi, G. Schaefer. Book of Proceedings. 22th European Conference on Modelling and Simulation, Nicosia, Cyprus (2008)234-236.
2. M. Chukalina, S. Zaitsev, A. Simionovici, C.J. Vanegas. Spectrochimica Acta. Part B.6-7, 62 (2007) 544-548.
3. Я.Л. Шабельникова, Е.Б. Якимов, Д.П. Николаев, М.В. Чукалина. Физика и техника полупроводников т. 49, вып. 6 (2015) 758-763.
4. V. Sokolov, D. Nikolaev, S. Karpenko, G. Schaefer. International Symposium on Visual Computing (2010) 173-180.

Авторский указатель

А			
Агафонова Д.С.	165	Бубликов Е.И.	160
Агеев О.А.	107	Буренкова Т.С.	81
Акберова Э.М.	61	Бурмистров А.А.	30
Аксенов О.И.	155	Буташин А.В.	164, 161
Акулова М.В.	86	Бухараев А.А.	114
Алекперов Э.Ш.	156	Быков А.С.	57
Александров П.Л.	64		
Андрухович И.М.	62	В	
Анкудинов А.В.	114	Валуева С.В.	105
Антонова Н.М.	63	Варганян Т.А.	90
Антонов А.С.	104, 113	Васильева В.И.	61
Арапкина Л.В.	166	Васильев Е.А.	90
Аристова М.Ф.	157	Васильев С.Г.	99
Аристов В.Ю.	103	Васильченко А.А.	165
Аронин А.С.	155	Ведь М.В.	150
Артемов В.В.	122	Вергелес П.С.	157, 27, 17
Артёмов В.В.	38	Вершинина Е.В.	49
Асваров А.Ш.	164, 161	Вирюс А.А.	86, 87
Астафьев О.В.	124	Волков В.Т.	47
Афанасьева Л.Е.	140	Волк Т.Р.	97, 138, 142
Афанасьев И.Б.	83	Волокитин А.И.	81
Афанасьев М.С.	104, 113	Вылегжанина М.Э.	105, 106
Б		Г	
Байдусь Н.В.	52	Гайдук П.И.	166
Барайшук С.М.	32	Гайнутдинов Р.В.	97, 101, 122
Баталов Р.И.	149	Галенко Е.Н.	139, 135
Бахтеева Н.Д.	87	Гасенкова И.В.	62
Баязитов Р.М.	149	Гахраманов Н.Ф.	156
Бедин С.А.	38	Голубок А.О.	98
Белецкий В.В.	66	Голубь А.С.	110
Белов А.И.	20	Горбенко О.М.	98
Белоногов Е.К.	44	Горкунов М.В.	122
Белорус А.О.	58, 162, 165	Гостева Е.А.	58, 93
Березин В.А.	102	Грабов В.М.	24
Бешенков В.Г.	159, 158	Градова М.А.	64
Бизяев Д.А.	114	Градов О.В.	64
Богданов С.С.	113	Гременок В.Ф.	32, 23
Боднарчук Я.В.	97, 142	Губанова Г.Н.	106
Болдин М.С.	150	Гумаров А.И.	149
Болотова П.В.	57	Гуртовой В.Г.	23
Боргардт Н.И.	46, 51, 41, 50, 123, 130	Гуртовой В.Л.	124
Борисов Е.Н.	90	Гурьянов А.В.	107, 126
Боряков А.В.	150	Гусев Н.С.	43
		Гусев С.А.	37, 43

Д			
Деменев А.А.	136	Изьюров С.Б.	124
Демидов Е.В.	24	Ильина М.В.	107, 126
Денисов Б.Н.	28	Ильина Т.С.	30
Денисов С.А.	157, 52	Ильин О.И.	107, 126
Долуденко И.М.	38, 114	Иржак А.А.	127
Дорохин М.В.	157, 150	Иржак Д.В.	169
Дремова Н.Н.	25	К	
Дубков В.П.	166	Кабачков Е.Н.	25
Дыбов В.А.	44	Кадикова И.Ф.	67, 83, 92
Дюков В.Г.	78	Казаков И.П.	51
Дёмина П.Б.	150	Казьмирук В.В.	68, 75, 129, 131, 151
Е		Каминская Т.П.	87
Ежов А.А.	122	Каневский В.М.	164, 161, 154, 38
Елизарова И.Р.	163	Канныкин С.В.	44
Елисеева Н.Ю.	54	Каримова О.В.	77
Еременко В.Г.	18	Касумов А.Ю.	47
Ерофеева И.В.	150	Касумов Ю.А.	47
Еставфьева М.В.	141	Кийко В.М.	69, 70, 71, 72
Ефремов В.В.	117	Киселев Д.А.	30
Ж		Кнотько А.В.	73
Желтякова И.С.	74	Князев М.А.	132, 141, 19, 26, 128
Жигалина О.М.	38	Ковальский В.А.	157
Журавлева Т.С.	109, 110	Ковальчук А.В.	136, 19
З		Ковальчук М.Н.	49, 82
Завьялов С.А.	109	Ковешников С.В.	19, 26
Загорский Д.Л.	154, 38, 114, 116	Коденцев С.И.	19
Задорожная Л.А.	161	Кокатев А.Н.	99, 108
Зайцев С.И.	132, 125	Коломийцев А.С.	146
Здоровейщев А.В.	157	Колосов В.Ю.	137, 54
Зеер Г.М.	66	Колот В.В.	66
Зеленкова Е.Г.	66	Комаров В.А.	24
Землякова Н.В.	45	Кононенко О.В.	152
Зилова О.С.	30	Конюхов М.В.	57
Зиненко В.И.	30	Коплак О.В.	153
Знаменский А.Г.	158	Коржов В.П.	74, 72
Зотов А.В.	141	Коржов Ю.А.	19
Зыбина Ю.С.	46	Коровушкин В.В.	87
Зыков А.В.	50	Королев Д.С.	20
И		Косачев М.Ю.	144
Ибрагимов Р.А.	112	Косенко Н.Ф.	86
Иванова О.П.	109, 110	Костылев Д.В.	61
Иванов Д.В.	104, 113	Коханчик Л.С.	97, 142
Иванов И.М.	38	Кочугова Е.С.	143, 53
Ивлева Л.И.	97	Кошевой В.Л.	162
Иевлев В.М.	44	Кривулин Н.О.	143, 53
		Криничная Е.П.	109, 110

Крупская В.В.	91	Мележик А.В.	25
Крюков Р.Н.	52	Милович Ф.О.	48
Кудрявцев А.А.	67	Миронов С.А.	166
Кузаков А.С.	88, 89	Михайлов А.Н.	20
Кузнецов Р.А.	91	Михеев Н.Н.	59
Кузнецов Ю.М.	150	Мишкин В.П.	28
Кузьмичева Г.М.	40	Моргунов Р.Б.	153
Кукин В.Н.	51	Морозова Е.А.	83
Куланчиков Ю.О.	27	Мотылева С.М.	79
Кулебякин А.В.	48	Муравьева Т.И.	80
Куликаускас В.С.	30	Муртазин Р.И.	53
Кулинич В.И.	160	Муслимов А.Э	154
Куманькин Д.С.	28	Муслимов А.Э.	164, 161
Куншина Г.Б.	117	Мясниченко В.С.	104, 113
Купер Э.А.	144		
Курганов И.Г.	68, 75, 131, 151	Н	
Курицина И.Е.	48	Назаренко А.В.	34
Курлов В.Н.	72	Назаров А.М.	156
Кязумов М.Г.	39	Нефедьев С.В.	19
		Николаев С.В.	66
Л		Николайчик В.И.	40, 158
Лавриков А.С.	161	Никольская А.А.	20
Ланцев Е.А.	150	Никулина А.А.	81
Лапицкая В.А.	116	Нищев К.Н.	28
Ларионов Ю.В.	76	Новак А.В.	111
Левашов В.И.	152	Новак В.Р.	111
Ледяева О.Н.	66	Новиков Г.Ф.	23
Лененко Н.Д.	110	Новохатская Н.И.	69
Леньшин А.С.	162	Нурбакиева Э.Р.	57
Леонов Н.Б.	90		
Лисицын С.А.	146	О	
Лобзова Р.В.	77	Озерин Ю.В.	76
Логинов А.Б.	102	Орлов В.И.	33, 29, 17
Логинов Б.А.	102		
Ломакин М.В.	78	П	
Ло В.	127	Павлов Д.А.	143, 53, 52
Лукашова М.В.	67	Палагушкин А.Н.	30
Лысков Н.В.	25	Панахов М.М.	156
Лютова Е.Н.	28	Панов Д.В.	114
Лядов Н.М.	149	Панченко И.В.	146
		Пестов С.М.	159
М		Петлицкая Т.В.	23
Магазина Л.О.	77	Петров П.С.	28
Макарова И.П.	101	Петров Ю.В.	37
Макшаков А.С.	88, 89	Петтерссен Х.	108
Малыхин С.А.	83, 92	Пиршин И.В.	166
Мардонова Р.	73	Плешанов И.М.	165
Марченко В.А.	158	Подгорный Д.А.	57
Маслобоева С.М.	163	Подкопаев А.А.	68, 129, 131, 151
Матвеев В.Н.	152	Полищук В.А.	60, 90

Полушкин Е.А.	136	Старков В.В.	58, 93
Попов А.А.	150	Старостенко А.А.	144
Попов В.А.	49, 82	Стебельков В.А.	78
Привезенцев В.В.	30	Степанова К.В.	99, 108
Приходько А.С.	46, 41	Степанцов Е.А.	85
Пузанова А.С.	63	Степович М.А.	86, 87
Р		Стрельников А.Н.	86
Рабенок Е.В.	23	Суворова Е.И.	42
Ракитин В.В.	23	Сумец М.П.	44
Ратновская А.В.	64	Суслов А.В.	24
Репков В.В.	144	Суслов М.В.	24
Рогаткина Е.Ю.	83	Сушков А.А.	53, 52
Рогачев С.О.	45	Т	
Россов А.С.	19	Татаринов В.В.	88, 89
Рощупкин Д.В.	169	Татарский Д.А.	37, 43
Рудич Н.В.	50	Терещенко А.Н.	20, 30
Рудык Н.Н.	126	Тетельбаум Д.И.	20
Румянцев А.В.	123, 130, 111	Тимаева О.И.	40
Рустамова Л.В.	39	Титов А.Н.	54
Рыбалко В.В.	160	Ткачев А.Г.	25
Рыков А.В.	157, 52	Тодорова Е.В.	87
С		Толстихина А.Л.	100, 101
Савицкая Т.Н.	68, 75, 129, 131, 151	Томаев В.В.	60, 90
Савченко А.Г.	87	Трофимов О.В.	152
Савченко Е.С.	87	Тюрин А.Г.	81
Садовская Н.В.	84	У	
Сазонов В.А.	51	Урядышева А.М.	165
Сапожников И.Д.	98	Усачева С.С.	81
Сапожников М.В.	43	Усламина М.А.	28
Саталина А.В.	78	Уткин Д.Е.	145
Сафарзаде А.А.	112	Ушаков С.Н.	28
Свинцов А.А.	132, 125, 128	Ф	
Сдобняков Н.Ю.	104, 113	Файзрахманов И.А.	149
Седловец Д.М.	58, 141, 26	Фарзалиев С.С.	156
Селезнева Е.В.	101	Федорино А.С.	81
Семенов Ю.И.	144	Федотов А.А.	126
Сенков В.М.	166	Феклисова О.В.	33, 29
Сериков Д.В.	44	Фельштын М.Л.	98
Серов С.А.	84	Фомин Л.А.	102
Сибирев А.Л.	86	Х	
Сидорова Н.В.	48	Хайбуллин Р.И.	149
Ситников А.В.	44	Хатипов Р.С.	84
Смирнов Д.И.	111	Хатипов С.А.	84
Соколов В.Н.	91	Хаустова Е.Ю.	63
Соколов Л.В.	31	Хвостунков К.А.	72
Солтанович О.А.	29, 19, 26	Хмеленин Д.Н.	38, 122
Ставровский Д.Б.	166		
Станчик А.В.	32		

Ходос И.И.	49, 40, 47, 152
Хорошева М.А.	20
Храпач И.Н.	124

Ц

Цыганов А.С.	144
--------------	-----

Ч

Чайка А.Н.	103
Чалков В.Ю.	52
Черкасов Д.А.	154, 114
Черкун А.П.	115
Чернов М.С.	91
Черных А.В.	102
Чигарев С.Г.	154
Чиж К.В.	166
Чувилин А.Л.	37, 43
Чукалина М.В.	170

Ш

Шабельникова Я.Л.	125
Шандаров С.М.	138
Шандыба Н.А.	146
Шаповал С.Ю.	136, 19
Шарко С.А.	139, 135
Шаталов А.С.	154
Шелег А.У.	23
Шенгуров В.Г.	157, 52
Шипко М.Н.	86, 87
Шитова Е.С.	57
Шкалей И.В.	80
Шкляев А.А.	145
Шульга Н.Ю.	48
Шульга Ю.М.	25

Щ

Щербакова О.О.	116
Щербаков К.А.	57
Щербина О.Б.	117

Ю

Юрасов Ю.И.	34
Юрьева Т.В.	67, 92
Юрьев В.А.	67, 166, 83, 92
Юшков А.А.	54

Я

Якимов Е.Б.	97, 21, 22, 33, 142, 27, 29, 17
Якимов Е.Е.	22
Яковлева Н.М.	99, 108
Янкин В.А.	93
Ярыкин Н.А.	29
Яцык И.В.	48
Коханчик Л.С.	138

A-Z

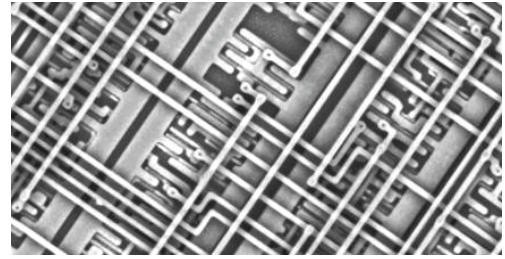
Akcaу N.	65
Bozhko S.I.	121
Bozhko V.	121
Calarco R.	46
Chang C.-R.	103
Gremenok V.F.	65
Heilmann M.	41
Hsu M.-C.	103
Huang T.-W.	103
Ivanoy V.A.	65
Lopes J.M.J.	41
Lubben O.	121
Molodtsova O.V.	103
Murphy B.E.	121
Özçelik S.	65
Pyatlitski A.N.	65
Shvets I.V.	103, 121
Tulina N.	121
Walls B.	103, 121
Walshe K.	121
Wu H.-C.	103
Zallo E.	46
Zaretskaya E.P.	65
Zhussupbekov K.	103



НИИМЭ
НИИ МОЛЕКУЛЯРНОЙ
ЭЛЕКТРОНИКИ

АО «НИИМЭ»

Россия, 124460, Москва, Зеленоград,
1-й Западный проезд, 12/1
www.niime.ru



Исследование, создание и внедрение передовых технологии проектирования и производства СБИС следующих поколений

- процессы переноса изображения
- формирование многоуровневой разводки
- анализ систем с металлическим затвором и high-к диэлектриком
- исследование и моделирование MONOS и FRAM
- исследование и моделирование МЭМС и интеграции SiP



Разработка технологий, операционных систем и продуктов

- RFID, микропроцессоры для приложений с высокими требованиями к безопасности, операционные системы



Международная кооперация и сотрудничество



Сотрудничество с институтами РАН



Конференция с международным участием
«Электронно-лучевые технологии»

КЭЛТ - 2019

