

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДИКИ УСКОРИТЕЛЬНОГО КОМПЛЕКСА HVEE-500

В.С. Черныш, А.П. Евсеев, Ю.В. Балакшин, А.Д. Шпорин,
Д.К. Миннебаев, А.В. Назаров, А.А. Шемухин
*Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова,
Ленинские горы 1, Москва, Россия, chernysh@phys.msu.ru*

Представлено описание возможностей экспериментального комплекса HVEE-500 НИИЯФ МГУ, позволяющего проводить направленное модифицирование и исследования поверхностей и тонких пленок. Ускорительный комплекс оснащен четырьмя экспериментальными трактами, которые позволяют создавать, модифицировать и исследовать объекты нанометрового масштаба за счет эффектов распыления мишени, имплантации ионов, обратного рассеяния. Представлены описание и технические параметры экспериментальных трактов, в том числе предназначенного для проведения *in situ* ионной имплантации и спектрометрии Резерфордского обратного рассеяния. Показаны возможности комплекса в задачах инженерии дефектов за счет облучения ионами благородных газов в наноструктурированных материалах на примере углеродных нанотрубок и пористого кремния.

Ключевые слова: ионная имплантация; резерфордское обратное рассеяние; модификация и анализ поверхности.

THE EXPERIMENTAL TECHNIQUES OF ACCELERATOR-BASED FACILITY HVEE-500

Vladimir Chernysh, Alexander Evseev, Yuri Balakshin, Artyom Shporin,
Damir Minnebaev, Anton Nazarov, Andrey Shemukhin
Lomonosov Moscow State University, Leninskie gory 1, Moscow, Russia, chernysh@phys.msu.ru

A description of the capabilities of the experimental complex HVEE-500 of the Institute of Nuclear Physics of the Moscow State University, which makes it possible to carry out directed modification and study of surfaces and thin films, is presented. The accelerating complex is equipped with four experimental beamlines that allow one to create, modify and study nanoscale objects due to the effects of target sputtering, ion implantation, and backscattering ion detection. The description and technical parameters of experimental channels, including those intended for *in situ* implantation and Rutherford backscattering spectrometry, are presented. Special features of the facility are listed, such as the ability to obtain ions in a wide range of masses (up to 250 amu), high stability of the ion source and high voltage supply, target temperature regimes and several others, the prospects of their implementation in upcoming investigations are mentioned. The advantages of using ion-beam techniques are discussed in comparison to other methods of thin films investigation and modification of nanomaterials. The capabilities of the accelerator complex in the problems of engineering defects in nanostructured materials are shown, based on experiments with carbon nanotubes and porous silicon. It was demonstrated, that the structure and physical properties (wettability, paramagnetism) depend strongly on irradiation fluence with noble gases ions.

Keywords: ion implantation; Rutherford backscattering; surface modification and analysis.

Введение

Уменьшение характерных размеров компонент электронной базы создает задачи, связанные с улучшением, измерением, созданием и оценкой свойств наноматериалов. Многие методики исследования имеют ряд недостатков, а именно, некоторые из них несут разрушающий характер, другие имеют недостаточное разре-

шение распределения элементов по глубине, что усложняет работу над этими элементами. Методики направленного модифицирования наноматериалов, связанные с химическим воздействием, зачастую оставляют побочные включения, а также оказываются крайне чувствительными к параметрам эксперимента, что затрудняет воспроизводимость результатов.

Ионно-пучковые методики модифицирования и исследования материалов призваны решить данные проблемы. С их помощью можно определить структуры и толщины слоев в многослойных покрытиях, процессы взаимодействия в данных слоях, определить элементный состав покрытий и модифицированных твердых тел, так же возможно изучать профили распределения по глубине примесных или имплантированных атомов, что дает преимущество над остальными методами. Использование ускоренных ионов дает возможность вводить любые требуемые химические элементы или создавать дефекты структуры и получать концентрации примесей и распределения, представляющие особый интерес.

Например, спектрометрия резерфордовского обратного рассеяния (RBS) позволяет изучать рост оксидных пленок на нержавеющей стали [1] и рост пленок GaN на кремнии при разработке экологически чистых источников энергии [2]. Так же при помощи RBS активно изучают возможные дефекты при разработке материалов для оболочек ядерных реакторов [3], транзисторы с высокой электронной подвижностью [4], твердотельные лазеры [5], метод активно применяется в археологии [6]. Кроме того, для определения стехиометрического состава не требуется использование эталонных образцов, поскольку сечения рассеяния для различных элементов хорошо известны и доступны. Именно поэтому ионно-пучковые методы исследования считаются абсолютными.

В данной работе дано описание возможностей уникального комплекса на базе ускорителя тяжелых ионов с энергиями до 500 кэВ, созданного в лаборатории ионно-пучковых нанотехнологий НИИЯФ МГУ (<http://ionlab.sinp.msu.ru/>), приведены результаты использования ионно-пучковых методик в работе с наноструктурированными материалами.

Результаты и их обсуждение

Ускорительный комплекс (рис. 1) осна-

щен четырьмя экспериментальными трактами, которые позволяют создавать, модифицировать и исследовать объекты нанометрового масштаба за счет эффектов распыления мишени, имплантации ионов, обратного рассеяния. Отличительными особенностями установки являются возможность получения ионов с энергией до 500 кэВ для однозарядных ионов, широкий диапазон ускоряемых масс (от 1 до 250 а.е.м.), высокая стабильность источника высокого напряжения, малая расходимость и малый разброс по энергиям пучка ионов, хорошо отсепарированный пучок вплоть до изотопов, возможный диаметр легируемых пластин до 150мм, регулирование температуры подложки от температуры жидкого азота до 800°C.

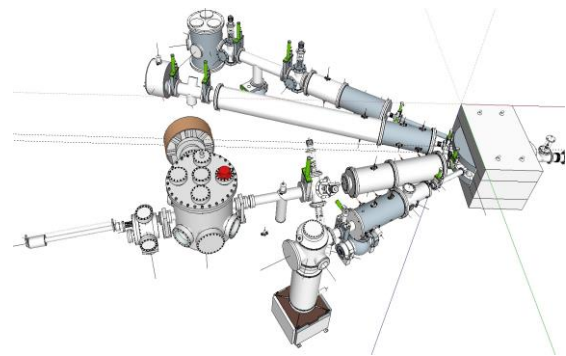


Рис. 1. Исследовательские линии экспериментального комплекса на базе ускорителя HVEE-500
Fig. 1. Beamlines of the experimental complex based on the HVEE-500 accelerator

Экспериментальный тракт, предназначенный для изучения эффекта распыления мишеней под действием ионных пучков, функционирует в условиях сверхвысокого вакуума в среднем энергетическом диапазоне (50-500 кэВ). Специально разработанная коллекторная методика позволяет изучать угловые распределения распыляемых мишеней. Универсальная сверхвысоковакуумная установка с рабочим давлением $\sim 4 \cdot 10^{-8}$ Торр с возможностью откачки до $\sim 10^{-11}$ Торр при прогреве камеры и использовании титано-сублимационного насоса. Манипулирование образцов осуществляется гониометром с шагом 0.01 мм по осям и 0.01 градуса при повороте.

Экспериментальный тракт ионной им-

плантации применяется для легирования полупроводников с целью создания p-n переходов, гетеропереходов, низкоомных контактов. Ионную имплантацию в металлы применяют с целью повышения их твердости, износоустойчивости, коррозионной стойкости. При помощи инженерии дефектов в наноматериалах оказывается возможным управлять их электрофизическими, оптическими и магнитными свойствами. Линия ионной имплантации содержит системы фокусировки и сканирования формы ионного пучка, а также ловушку нейтральных частиц.

Экспериментальный тракт линии РОР состоит из ионопровода, экспериментальной камеры и спектрометрического тракта (рис. 2).

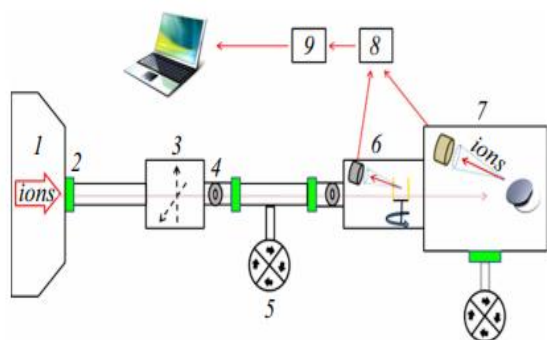


Рис. 2. Схема экспериментального тракта: 1 – направляющий магнит, 2 – вакуумные затворы, 3 – квадрупольная триплетная линза, 4 – прямоугольные диафрагмы, 5 – турбомолекулярные насосы, 6 – система мониторинга, 7 – экспериментальная камера, 8 – зарядово-чувствительный предусилитель-формирователь, 9 – усилитель

Fig. 2. Diagram of the experimental path: 1 – guide magnet, 2 – vacuum valves, 3 – quadrupole triplet lens, 4 – rectangular diaphragms, 5 – turbomolecular pumps, 6 – monitoring system, 7 – experimental chamber, 8 – charge-sensitive preamplifier-shaper, 9 – amplifier

После прохождения направляющего магнита (1) ускоренный пучок попадает в экспериментальный тракт, где он фокусируется квадрупольной триплетной линзой (3). Далее пучок коллимируется системой из двух прямоугольных диафрагм (4) с регулируемыми размерами (от 0×0 до 40×40 мм²), после чего попадает в экспериментальную камеру (7) через систему мо-

ниторирования (6). При размерах двух диафрагм 1×1 мм², расходимость пучка составляет 0.12° и растет с увеличением размеров отверстий. Система вакуумной откачки содержит два турбомолекулярных насоса (5) в сочетании с форвакуумными насосами и вакуумные затворы (2). Для быстроты замены образцов предусмотрена возможность предварительной откачки экспериментальной камеры дополнительным форвакуумным насосом. Рабочее давление в камере достигает порядка 10^{-7} Торр. Ионы, долетевшие до образца, рассеиваются и регистрируются при помощи кремниевого поверхностно-барьерного детектора. Импульсы с детектора поступают на зарядово-чувствительный предусилитель-формирователь (8). С предусилителя сигнал проходит через усилитель (9), после этого сигнал поступает на многоканальный амплитудный анализатор. Гониометр позволяет осуществлять вращение образца вокруг трех осей и поступательное перемещение в вертикальном направлении, что дает возможность исследовать различные участки поверхности образца без изменения ориентации относительно пучка. Особую актуальность и ценность для решения материаловедческих задач представляет возможность проведения исследований в режиме *in situ*, то есть проведение направленного ионно-пучкового модифицирования и анализа образцов в едином вакуумном цикле.

Возможности ускорительного комплекса активно применяются для направленного модифицирования и анализа наноразмерных материалов, поверхностей и тонких пленок. Так, удалось изменить смачиваемость поверхности углеродных нанотрубок при помощи ионного облучения [7]. В частности, было обнаружено, что угол смачивания зависит от флюенса излучения: при меньших флюенсах образцы становятся супергидрофобными, с увеличением флюенса угол смачивания резко уменьшается. При этом чем больше диаметр нанотрубок, тем более высокий флюенс требуется для уменьшения угла

смачивания после достижения супергидрофобности.

При помощи ионного облучения исследовано разрушение и возрастания концентрации радиационно-индуцированных парамагнитных дефектов при облучении пористого кремния пучками ионов He^+ и Ar^+ [8]. Пленки пористого кремния были изготовлены методом электрохимического травления и облучены пучками ионов благородных газов на ускорителе HVEE-500. Сдвиг линии кристаллической фазы в спектрах комбинационного рассеяния света использовался для оценки размеров нанокристаллитов в структуре пористого кремния при различных флюенсах облучения. При помощи метода электронного парамагнитного резонанса были получены зависимости спиновой концентрации от флюенса в пористой структуре после ионной имплантации. Показано, что ионное облучение различными флюенсами позволяет изменять размер нанокристаллитов. Установлено, что концентрация парамагнитных дефектов (оборванных связей) в пористом кремнии увеличивается с ростом флюенса ионного облучения и достигает значения 10^{21} см^{-3} . Дано обоснование применению ионно-пучковых методик модифицирования для повышения эффективности контрастных веществ на основе пористого кремния в магнитно-резонансной томографии.

Заключение

Исследовательский комплекс HVEE-500 позволяет применять широкий спектр ионно-пучковых методик для создания, модифицирования и исследования покрытий для задач микро- и наноэлектроники, задач материаловедения и других исследовательских задач. Особую актуальность и ценность для решения материаловедческих задач представляет возможность проведения исследований в режиме *in situ*. По-

казаны возможности направленной инженерии дефектов при помощи облучения ионами благородных газов для управления свойствами наноматериалов на примере углеродных нанотрубок и пористого кремния.

Библиографические ссылки/ References

1. Horodek P., Siemek K., Kobets A.G., Kulik M., Meshkov I.N. Positron beam and RBS studies of thermally grown oxide films on stainless steel grade 304. *Appl. Surf. Sci.* 2015; (333): 96-103.
2. Lenka H., Meersschaut J., Kandaswamy P.K., Modarresi H., Bender H., Vantomme A., Vandervorst W. Dislocation density and tetragonal distortion of a GaN epilayer on Si (1 1 1): A comparative RBS/C and TEM study. *Nucl. Instrument. Method. Phys. Research, Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 2014; (331): 69-73.
3. Kummari V.C., Reiner T., Jiang W., McDaniel F.D., Rout F.D. Characterization of defects in n-type 4H-SiC after high-energy N ion implantation by RBS-channeling and Raman spectroscopy. *Nucl. Instrument. Method. Phys. Research, Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 2014; (332): 28-32.
4. Hallen A., Moschetti G. RBS channeling measurement of damage annealing in InAs/AlSb HEMT structures. *Nucl. Instrument. Method. Phys. Research, Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 2014; (332): 172-175.
5. Chuan-Lei Jia, Zhi-Ning Wei Damage properties in ion-implanted YbVO₄ crystals using RBS/Channeling study. *Physica B* 2014; (37): 1-3.
6. Alberic M., Muller K., Pichon L., Lemasson Q., Moignard B., Pacheco C., Fontan E., Reiche I. Non-invasive quantitative micro-PIXE-RBS/EBS/EBS imaging reveals the lost polychromy and gilding of the Neo-Assyrian ivories from the Louvre collection. *Talanta* 2015; (137): 100-108.
7. Evseev A.P., Vorobyeva E.A., Balakshin Yu.V., Kushkina K.D., Stepanov A.V., Chernysh V.S., Chechenin N.G., Shemukhin A.A. MWCNT-based surfaces with tunable wettability obtained by He⁺ ion irradiation. *Surfaces and Interfaces* 2021; (23): 100955.
8. Evseev A.P., Kozhemiako A.V., Kargina Yu.V., Balakshin Yu.V., Zvereva E.A., Chernysh V.S., Gongalsky M.B., Shemukhin A.A. Radiation-induced paramagnetic defects in porous silicon under He and Ar ion irradiation. *Radiation Physics and Chemistry* 2020; (176): 109061.