

НАЦИОНАЛЬНАЯ АКАДЕМИЯ НАУК БЕЛАРУСИ
ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА И ПОЛУПРОВОДНИКОВ

На правах рукописи

УДК 538.975–537.534.9

СТОГНИЙ Александр Иванович

ВОЗДЕЙСТВИЕ ОБЛУЧЕНИЯ ПУЧКАМИ ИОНОВ КИСЛОРОДА НА
СВОЙСТВА МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПЛЕНОК ФЕРРИТ-
ГРАНАТОВ

(01.04.07 – физика конденсированного состояния)

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Научные руководители:
кандидат физико-математических наук,
Гесь А.П.
кандидат физико-математических наук,
Федотова В.В.

Минск, 1993

С О Д Е Р Ж А Н И Е

ВВЕДЕНИЕ	5
Глава I. ВОЗДЕЙСТВИЕ ИОННОГО ОБЛУЧЕНИЯ НА СВОЙСТВА ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ ПЛЕНОК ФЕРРИТ- ГРАНАТОВ .	
1.1. Кристаллическая структура и состав феррит-гранатов	11
1.2. Эпитаксиальные монокристаллические пленки феррит- гранатов	12
1.3. Послеростовая модификация свойств эпитаксиаль-ных пленок феррит-гранатов ионным облучением	18
1.4. Ионноимплантированные феррит-гранатовые пленки	20
1.5. Воздействие облучения низкоэнергетичными по-токами ионов на свойства феррит-гранатовых пленок	22
1.6. Проблемы формирования пучков положительных ионов кислорода	27
Выводы и постановка задачи ..	29
Глава II. РЕАЛИЗАЦИЯ УСЛОВИЙ ИОННО-ЛУЧЕВОГО ОБЛУЧЕНИЯ КИСЛОРОДОМ ФЕРРИТ-ГРАНАТОВЫХ ПЛЕНОК	
2.1. Широкоапертурный источник ионов кислорода с холодным полым катодом	32
2.2. Особенности генерации заряженных частиц	38
2.3. Нейтрализация положительного объемного заряда ионного пучка кислорода	41
2.4. Установка ионно-лучевого облучения кислородом	44
Выводы	46
Глава III. МЕТОДЫ АНАЛИЗА ОБРАЗЦОВ	

3.1. Численное моделирование процесса облучения ионами кислорода железо-иттриевых гранатов	48
3.2. Методы анализа структуры и состава МПФГ	52
3.3. Результаты анализа исходных пленок $Y_3Fe_5O_{12}$	54
Выводы	65
Глава IV. ИЗМЕНЕНИЯ В СТРУКТУРЕ И СОСТАВЕ ФЕРРИТ-ГРАНАТОВЫХ ПЛЕНОК ПОСЛЕ ИОННО-ЛУЧЕВОГО ОБЛУЧЕНИЯ КИСЛОРОДОМ	
4.1. Структурные изменения в пленках железо-иттриевых гранатов в зависимости от параметров ионного облучения	67
4.2. Распыление поверхности пленок $Y_3Fe_5O_{12}$ при ионно-лучевом облучении кислородом	73
4.3. Изменение элементного состава поверхности при облучении кислородом	77
4.4. Совершенствование структуры пленок ЖИГ по глубине при низкоэнергетическом облучении ионами кислорода	83
4.5. Изменение рельефа поверхности эпитаксиальных пленок феррит-гранатов	92
Выводы	65
Глава V. ВОЗДЕЙСТВИЕ ИОННО-ЛУЧЕВОГО ОБЛУЧЕНИЯ КИСЛОРОДОМ НА ОПТИЧЕСКИЕ, МАГНИТООПТИЧЕСКИЕ, МАГНИТНЫЕ И ВЫСОКОЧАСТОТНЫЕ СВОЙСТВА ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ ПЛЕНОК ФЕРРИТ-ГРАНАТОВ	
5.1. Изменение оптических свойств	102
5.2. Воздействие облучения ионами кислорода на магнитооптические эффекты Керра	105
5.3. Повышение однородности магнитной структуры феррит-	109

гранатовых пленок	
5.4. Улучшение условий распространения магнитостатических волн в облученных пленках $Y_3Fe_5O_{12}$ и $(YLa)_3Fe_5O_{12}$	115
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	118
ЛИТЕРАТУРА	121

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы. Успехи, достигнутые в настоящее время в создании элементной базы магнитоэлектроники на основе монокристаллических пленок феррит-гранатов (МПФГ), во многом обусловлена достижениями в исследовании процессов получения пленок и формирования пленочных структур. В результате были выращены пленки с высокими оптическими, магнитооптическими, магнитными и высокочастотными характеристиками.

Основным методом выращивания МПФГ является метод жидкофазной эпитаксии (ДЖЭ), в котором требования, предъявляемые к физическим свойствам пленок, удовлетворяются путем подбора состава раствора-расплава и режимов роста. Однако пленки, полученные в процессе ЖФЭ, уступают по качеству кристаллической структуры объемным монокристаллам, содержат неоднородные по составу слои. Причины происхождения отмеченных недостатков заключаются в фундаментальной проблеме эпитаксии – необходимости согласования свойств кристаллических решеток подложки и растущей пленки, в многостадийности процесса ЖФЭ, в степени точности поддержания постоянства условий роста.

Данные обстоятельства послужили стимулом для поиска и исследований методов послеростового совершенствования свойств МПФГ. В настоящее время накопился значительный материал по применению с этой целью методов ионного облучения. Анализ результатов, полученных в указанном направлении, показывает перспективность использования ионно-лучевого облучения кислородом (ИЛОК). Но его реализация в длительных режимах, представляющих наибольший интерес, требует решения задач по обеспечению стабильности параметров ИЛОК и нейтрализации положительного объемного заряда пучка ионов кислорода.

Следует также учитывать, что основу физической картины воздействия ИЛОК на состояние МПФГ составляют процессы ионного распыления, дефектообразования, диффузии, химического взаимодействия внедренных ионов кислорода с атомами мишени, возбуждения и распространения упругих взаимодействий в кристаллической решетке, протекающие в областях от ангстремных до микронных размеров. Поэтому для получения сведений о состоянии МПФГ до и после облучений требуется применение экспериментальной методики, включающей такие взаимонезависимые и взаимодополняющие методы анализа, как растровая электронная микроскопия, рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия (РФЭС), масс-спектрометрия вторичных ионов (ВИМС), обратное резерфордское рассеяние (ОРР) в сочетании с каналированием вдоль кристаллографических направлений, электронно-зондовый микроанализ (ЭЗМА), гамма-резонансная спектроскопия в геометрии отражения, рентгенодифракционный анализ. Необходимо также проведение математического моделирования воздействия бомбардирующих ионов кислорода на состояние кристаллической решетки мишени.

Таким образом, актуальность исследования определяет практическая реализация метода совершенствования МПФГ посредством ИЛОК на основе всестороннего исследования процессов, протекающих в пленках при облучении, анализа их зависимости от параметров облучения и последующего воздействия на состояние исходных образцов.

Целью данной работы явилось комплексное исследование закономерностей воздействия ИЛОК на свойства МПФГ в зависимости от параметров облучения.

В качестве основного объекта исследования выбраны монокристаллические пленки $Y_3Fe_5O_{12}$ (ЖИГ). Обобщение выводов на МПФГ в целом проводилось исходя из выборочного анализа пленок $(YLa)_3Fe_5O_{12}$, $(YsmBi)_3(FeGa)_5O_{12}$, $(LuBi)_3(MnFePt)_5O_{12}$, $Y_3(FeScGa)_5O_{12}$. Для

достижения поставленной цели решались следующие задачи:

1. Создание экспериментальной установки и разработка методики проведения ИЛОК в диапазоне энергий $E = 0,1 \dots 10$ кэВ потоками ионов $F_i = 5 \times 10^{14} \dots 5 \times 10^{15}$ ион/см²×с в непрерывном режиме без ограничения на длительность набора требуемой дозы.
2. Проведение анализа процессов торможения ионов кислорода с энергией от 0,1 до 10 кэВ в мишени $Y_3Fe_5O_{12}$. и образования поверхностного структурнонарушенного облучением слоя посредством математического моделирования методом Монте-Карло.
3. Определение набора экспериментальных методик с последующим применением к пленкам ЖИГ, позволяющих рассмотреть эволюцию рельефа поверхности при облучении, выявить особенности структурного строения, элементного состава и химических связей в слоях, включая поверхностные толщиной в десятки ангстрем и заканчивая пленкой в целом, до и после облучений.
4. Установление механизма протекающих при облучении процессов, выявление режимов совершенствования структуры пленок и однородности состава облучением.
5. Реализация целенаправленного воздействия облучением ионами кислорода на оптические, магнитооптические, магнитные и СВЧ свойства МПФГ.

Научная новизна работы состоит в следующем:

1. Разработан и реализован метод воздействия на свойства МПФГ ионно-лучевым облучением кислородом в интервале энергий ионов $E = 0,1 \dots 10$ кэВ и потоков $F_i = 5 \times 10^{14} \dots 5 \times 10^{15}$ ион/см²×с без ограничения на время непрерывного набора дозы D , что достигнуто благодаря реализации в источнике ионов

оригинальной конструкции двухкаскадного самостоятельного разряда низкого давления без внешнего магнитного поля на кислороде и применения схемы самокомпенсации объёмного положительного заряда ионного пучка по пути следования к диэлектрической мишени.

2. Методом ОРР в сочетании с каналированием проведен анализ воздействия ИЛОК на кристаллическую решетку пленки ЖИГ в зависимости от режимов облучения.
3. Установлен и исследован факт совершенствования структуры после облучения с дозами $D \geq 5 \times 10^{18}$ ион/см² и энергиями $E = 0,5 \dots 2$ кэВ пленок ЖИГ на расстояниях от поверхности, превышающих величину R_p на один–два порядка, где $R_p \leq 100 \text{ \AA}$ – глубина пробега ионов кислорода в мишени.
4. На примере пленок ЖИГ определены особенности структурного строения и элементного состава переходного слоя пленка-поверхность, образующегося на стадии ЖФЭ, рассмотрены процессы распыления этого слоя ионами кислорода с энергией $E = 0,6 \dots 2$ кэВ и процессы формирования поверхностного ионнооблученного слоя.
5. Экспериментально установлен и на основании предложенной теоретической модели объяснен процесс удаления микронеровностей на рельефе поверхности МПФГ ростового характера при ИЛОК с $E \leq 2$ кэВ.

Практическая ценность. Полученные результаты позволяют осуществлять целенаправленное послеростовое воздействие на характеристики МПФГ ионно-лучевым облучением кислородом. Показано, что ИЛОК позволяет уменьшать оптические потери в МПФГ толщиной до 10 мкм на 10...20 %, до двух-трех раз снижать потери на распространение поверхностных магнитостатических волн в спиновых волноводах на

основе пленок ЖИГ, усиливать и подавлять магнитооптические характеристики поверхностных слоев МПФГ толщиной 0,01...0,1 мкм, повышать однородность магнитной структуры пленок в целом. Новизна научно-технических решений, изложенных в диссертации, защищена 5 авторскими свидетельствами.

Положения, выносимые на защиту:

1. Экспериментальная методика воздействия на свойства МПФГ, заключающаяся в облучении поверхности пленок ионными пучками кислорода с плотностью потока $F_i = 5 \times 10^{14} \dots 5 \times 10^{15}$ ион/см²×с, с энергией $E = 0,1 \dots 10$ кэВ и с неограниченным временем непрерывного набора требуемой дозы.
2. Облучение ионами кислорода с энергией менее 1,2 кэВ приводит к образованию на поверхности пленок ЖИГ структурнонарушенного слоя толщиной менее 60 Å, что не превышает толщину исходного поверхностного структурноразупорядоченного слоя, образующегося на стадии ЖФЭ, но характеризуется в 1,5...2 раза большим содержанием в составе кислорода, в 3...5 раз меньшим содержанием нетрехвалентных катионов железа и отсутствием примесей органического происхождения по сравнению с составом исходного поверхностного слоя.
3. Облучение пленок ЖИГ ионами кислорода с энергиями от 0,5 до 2 кэВ и дозами более 3×10^{19} ион/см² приводит к удалению переходного слоя пленка-поверхность, обогащенного в несколько раз по сравнению с остальным объемом пленки примесями свинца и платины технологического происхождения, и повышает совершенство кристаллической структуры пленки на глубину от поверхности, превышающей более чем на два порядка длину пробега ионов кислорода в мишени.

Апробация работы. Основные результаты диссертационной работы докладывались на следующих семинарах и конференциях:

- XII Всесоюзная школа-семинар "Новые магнитные материалы микроэлектроники", – Новгород, 30 сентября – 6 октября 1990 г.
- VII Международная конференция по микроэлектронике. – Минск, 16–18 октября 1990г.
- Международная конференция "EMMA-91". – Дрезден, 16–19 апреля 1991г.
- 1991 MRS Fall Meeting.-Boston , 2-6 декабря 1991г.
- XIX Всесоюзная конференция по физике магнитных явлений, – Ташкент, 24-27 сентября 1991г.
- Семинар по магнитомикроэлектронике. - Симферополь, 19-25 октября 1991г.
- XIII Всесоюзная школа-семинар "Новые магнитные материалы микроэлектроники". – Астрахань, 22–26 сентября 1992г.

Публикации. По материалам диссертации опубликованы научные работы, в том числе 8 статей в центральных журналах.

Объём работы. Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения, списка цитированной литературы из 111 наименований общим объёмом 131 страниц печатного текста и 36 рисунков.

Глава I. ВОЗДЕЙСТВИЕ ИОННОГО ОБЛУЧЕНИЯ НА СВОЙСТВА ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ ПЛЕНОК ФЕРРИТ-ГРАНАТОВ

1.1. Кристаллическая структура и состав феррит-гранатов.

Феррит-гранаты описываются общей кристаллоструктурной формулой $\left\{ \sum_i R_i \right\}_3 [FeMe]_2 (FeD)_3 O_{12}$ где элементы в фигурных скобках соответствуют додекаэдрической, в квадратных – октаэдрической и в круглых – тетраэдрической подрешеткам граната (с-, а- и d - подрешетки соответственно). R_i - иттрий, кальций, висмут, свинец, редкоземельные элементы; Me - элементы, замещающие железо в а-подрешетке (скандий, индий, титан, алюминий, галлий, свинец, редкоземельные элементы с малым ионным радиусом); D – элементы, замещающие железо в d-подрешетке (ванадий, кремний, германий, галлий, алюминий). Феррит-гранаты обладают структурой с кубической симметрией и принадлежат к пространственной группе $O_h^{10} - Ia3d$. Анионы кислорода образуют кубическую плотную упаковку (ионный радиус $O^{2-} - 1,65 \text{ \AA}$), пустоты в которой заполняют меньшие по размерам катионы (например, ионный радиус $Y^{3+} - 1,02 \text{ \AA}$, $Fe^{3+} - 0,65 \text{ \AA}$, $Pb^{2+} - 1,29 \text{ \AA} /6/$). Тетраэдрическую, октаэдрическую и додекаэдрическую подрешетки составляют катионы, окруженные четырьмя, шестью и восемью анионами кислорода соответственно. Элементарная ячейка содержит восемь формульных единиц, т.е. 160 ионов. В среднем в 1 см содержится $5,0 \times 10^{22}$ ионов кислорода, $2,1 \times 10^{22}$ ионов в октаэдрической и тетраэдрической позициях, $1,3 \times 10^{22}$ ионов в додекаэдрических позициях. Благодаря наличию трех катионных позиций различных размеров возможно введение в состав пленок в процессе выращивания путем изоморфных замещений более половины химических элементов таблицы Менделеева /6/. Как

многокомпонентный металлоксид МПФГ относятся к диэлектрикам. Магнитные свойства пленок обусловлены магнитными подрешетками, связанными ферромагнитным взаимодействием и наведенной в процессе роста магнитной анизотропией.

1.2. Эпитаксиальные монокристаллические пленки феррит-гранатов.

Монокристаллические пленки феррит-гранатов (МПФГ) благодаря уникальному сочетанию физических свойств находят широкое применение в научных исследованиях и технических устройствах. Основным методом получения МПФГ является метод жидкофазной эпитаксии, характеризующийся простотой, высокой воспроизводимостью и хорошо разработанными эмпирическими процедурами выращивания. Метод жидкофазной эпитаксии позволяет в широких пределах варьировать состав МПФГ и, как следствие, физические характеристики пленок, определяющие их использование в микроэлектронике, магнитооптике, СВЧ-электронике /1–5/.

В процессе жидкофазной эпитаксии рост пленок происходит в переохлажденном растворе-расплаве на основе растворителей $PbO-B_2O_3$. Концентрация гранатообразующих компонент выбирается такой, чтобы температура насыщения раствора не превышала $1000^\circ C$ (во избежание испарения PbO). Подложка, обычно монокристаллическая пластина $Gd_3Ga_5O_{12}$ ориентацией /111/, на которую наращивается пленка, закрепляется на вращаемом держателе, потом погружается в раствор-расплав, выдерживается в нем заданное время и извлекается с кристаллизовавшейся на ней пленкой. Основным условием эпитаксиального роста является согласование значений постоянных кристаллических решеток подложки a_0 и пленки a , причем рассчитанное

значение последней обычно определяют по эмпирическим правилам /6,7/.

Определяющими факторами процесса жидкофазной эпитаксии являются: состав расплава и величина его температуры, постоянство температуры и скорости вращения в процессе роста, процедуры погружения и извлечения, степень минимизации вхождения неконтролируемых примесей Pb и Pt или осуществление условий их контролируемого вхождения. Уровнем контроля этих факторов, точностью их управления определяется степень совершенства состава и структуры МПФГ и, следовательно, их влияние на физические свойства. Неконтролируемые флуктуации температуры роста, частоты вращения, изменение свойств раствора-расплава и пограничного слоя на фронте кристаллизации являются причинами неоднородности состава пленок по толщине, кроме того, для эпитаксиальных пленок характерно образование переходных слоев подложка-пленка и пленка–поверхность.

Причинами формирования первого являются переходные процессы, протекающие на начальном этапе роста вплоть до установления стационарных условий роста, а второго – неравновесные условия, возникающие в момент извлечения пленки из раствора-расплава, деградация свойств последнего при длительном выращивании /1, 4, 5/.

На рис. 1.1 приведено для примера распределение элементов по толщине пленки составом $(\text{YBiCa})_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$, полученное методом послойной рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии /8/. Неоднородности, наблюдаемые в распределении элементов, позволяют выделить переходный слой пленка-поверхность толщиной до 0,15 мкм и переходный слой пленка-подложка толщиной до 0,2 мкм при общей толщине пленки 0,5 мкм.

В толстых, ~100 мкм, Bi–содержащих пленках вариации состава по толщине имеют более сложный характер. Так в /9/ для пленок состава $(\text{BiGd})_3(\text{FeGd})_5\text{O}_{12}$ и толщиной до 100 мкм методом рентгеноспектрального

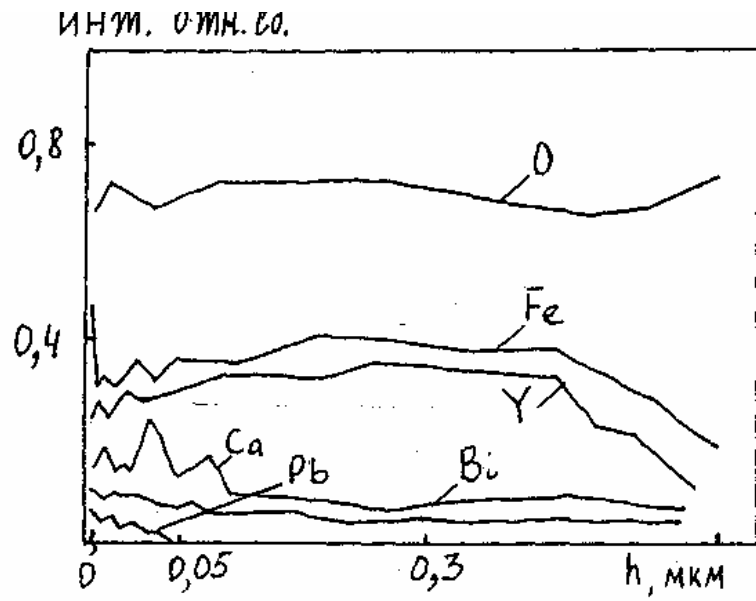


Рис. 1.1. Глубина от поверхности, мкм. Распределение элементов по толщине МПФГ состава $(\text{YBiCa})_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$.

микронзондового анализа установлены, кроме наличия переходных слоев пленка-поверхность и пленка-подложка, вариации величиной 15...25 % в содержании Вi и Gd при постоянстве соотношения Fe/Ga и характерном увеличении к поверхности пленки от 0,439 ф.е. до 0,754 ф.е. содержания Вi.

Особенности вхождения Вi^{3+} в состав пленок обычно связывают с его большим ионным радиусом, поэтому при эпитаксиальном наращивании пленок на подложку, имеющей меньшее значение постоянной кристаллической решетки, чем рассчитанное значение постоянной решетки пленки, вероятность вхождения Вi в состав на начальной стадии меньше, чем на значительных толщинах, когда пленки имеют менее совершенную кристаллическую структуру [1, 10]. В пользу этой точки зрения говорят результаты по выращиванию Sc-содержащих пленок (ионы Sc^{3+} имеют более малый ионный радиус, чем Вi^{3+} , поэтому при тщательно подобранном составе раствора-расплава вероятность вхождения катионов ее должна носить более постоянный характер по толщине). Действительно, получено однородное распределение элементов по толщине пленки состава $\text{Y}_3(\text{ScFeGa})_5\text{O}_{12}$ [11]. Согласно рис. 1.2 распределение элементов, подученное методом электронно-зондового микроанализа, однородно вплоть до переходных слоев пленка-подложка и пленка-поверхность толщиной до 2 мкм при общей толщине 12 мкм.

Переходный слой пленка-подложка оказывает существенное влияние на механические свойства ЭПФГ, если в нем отсутствует согласование величин постоянных решеток пленки a и подложки a_0 [12]. Их рассогласование, характеризующееся величиной $f = (a - a_0)/a_0$, приводит к возникновению деформаций и напряжений в растущей пленке, вызывая несовершенство кристаллической структуры и влияет через магнитострикцию и фотоупругость на магнитные и оптические свойства. Считается [12, 13], что при $|f| \leq 2 \times 10^{-3}$ МПФГ упруго деформируется до равенства $a \approx a_0$ вдоль границы раздела (область поверхностного псевдоморфизма). При больших f

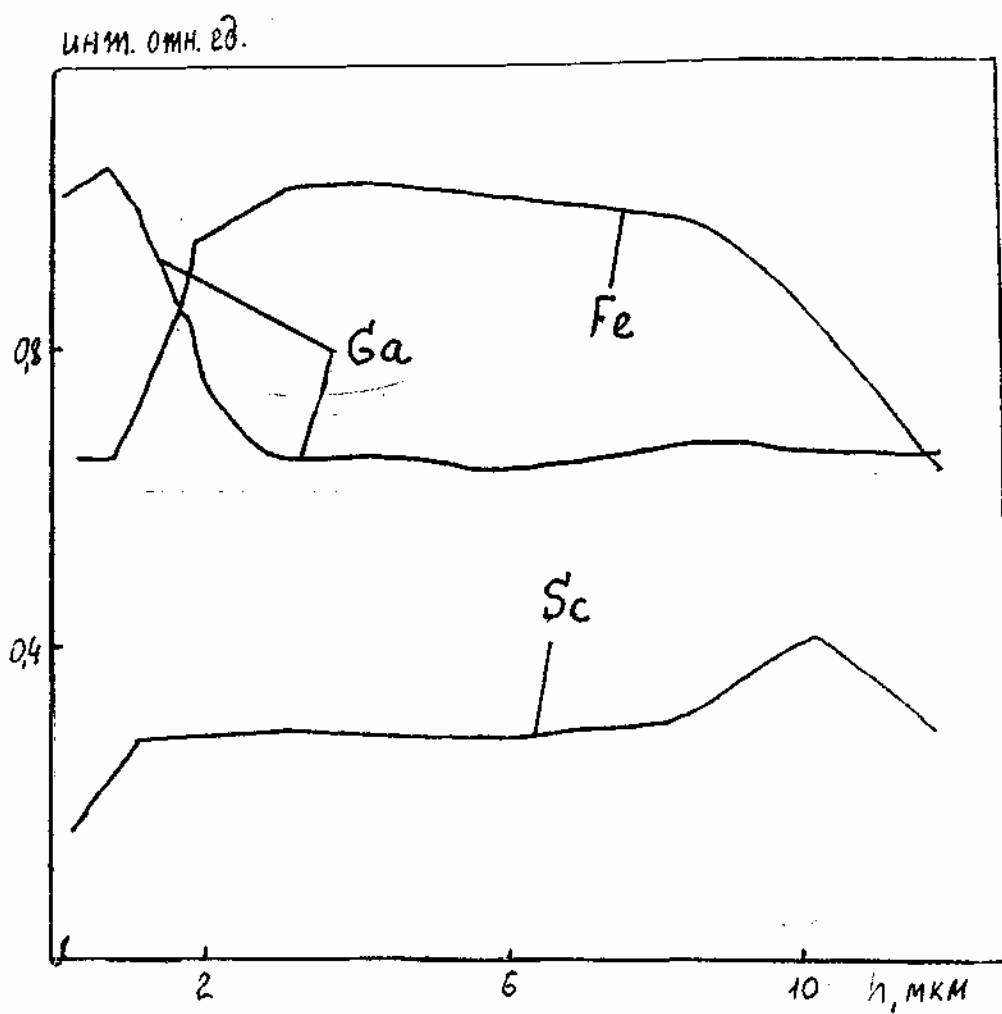


Рис. 1.2. Распределение элементов по толщине МПФГ состава $\text{Y}_3(\text{ScFeGa})_5\text{O}_{12}$.

деформации снимаются путем образования дислокаций несоответствия, ухудшающих качество структуры, а при $|f| > (1,5 \div 3) \times 10^{-2}$ прекращается даже зародышеобразование кристалла пленки.

Если при температуре жидкофазной эпитаксии растущая пленка сохраняет упругие свойства, как это имеет место, например, в случае пленок железо-иттриевых гранатов $Y_3Fe_5O_{12}$ (пленки ЖИГ), то существует эмпирическое правило, согласно которому напряжения не приводят к разрушению пленки при $|a-a_0| < 0,03h^{-1/2}$, где $a-a_0$ выражено в ангстремах, а толщина пленки h в микронах /3/. Для ЖИГов критическая толщина составляет ~ 15 мкм /13/.

Исходя из особенностей кинетики жидкофазной эпитаксии, можно объяснить происхождение переходных слоев. Переходный слой пленка-подложка формируется в процессе установления стационарных условий эпитаксиального наращивания пленки на начальной стадии роста, согласования постоянных кристаллических решеток подложки и пленки, совмещения коэффициентов теплового расширения решеток /1-3/. После образования переходного слоя происходит однородное наращивание пленки. Микронеоднородности в распределении элементов вызываются неконтролируемыми вариациями параметров роста, вхождением неконтролируемых примесей свинца и платины /3/. Если напряжения, возникающие на границе пленка-подложка, не снимаются полностью в переходном слое, то они также локально влияют на кристаллическую структуру и состав пленки, меняя положение и объем тетра-, окта- и додекаэдрических пор в растущей пленке /4/. Переходный слой пленка-поверхность формируется на конечной стадии процесса эпитаксии при извлечении пленки из раствора-расплава /1/.

1.3. Послеростовая модификация свойств эпитаксиальных пленок феррит-гранатов ионным облучением.

Рассмотренные в предыдущем параграфе особенности МПФГ явились стимулирующим фактором для проведения интенсивных исследований по совершенствованию свойств пленок методами послеростовой обработки /2–4/. При этом широкое применение получили методы облучения положительными ионами как инертных газов, так и химически активных, их смесей, позволяющие эффективно воздействовать на поверхности и тонкие пленки /14–17/. Физическую картину ионного облучения составляет взаимодействие приведенных в соприкосновение веществ, находящихся в состоянии низкотемпературной плазмы (ионно-пучковой плазмы или пучка положительных ионов) и твердого тела. В результате взаимодействия начинают одновременно протекать процессы отражения части налетающих ионов от поверхностных слоев и замедления остальной значительной части ионов в облучаемом веществе с последующим захватом или миграцией их к поверхности и в глубину мишени. При этом с поверхности мишени вылетают атомы (процесс распыления), происходит ее эрозия и изменения в морфологии, изменяется также структура и состав приповерхностных слоев. Внедрившиеся ионы (процесс имплантации) создают напряжения в имплантированном слое, участвуют в процессах дефектообразования при своем движении, а если являются химически активными, то образуют новые соединения. Дополнительную сложность вносит взаимосвязанность и взаимообусловленность отмеченных процессов /18/.

Сложность процессов, протекающих при ионном облучении, обуславливает приближенность теоретического описания взаимодействия налетающих ионов с мишенью /14-18/. Потери энергии при прохождении ионов в веществе dE/dx описываются выражением:

$$\frac{dE}{dx} = \left(\frac{dE}{dx} \right)_n + \left(\frac{dE}{dx} \right)_e \quad (1.1)$$

где $(dE/dx)_n$ - потери энергии на упругие или ядерные столкновения, приводящие к образованию смещенных из равновесного положения атомов, $(dE/dx)_e$ – неупругие или электронные потери энергии на ионизацию и возбуждение электронов в мишени.

Электронные потери превалируют при движении легких ионов с энергией 10...100 кэВ, а ядерные существенны для тяжелых ионов с энергией ≤ 10 кэВ. Поэтому аналитические выражения для сечений столкновений $S_{n,e} = (-1/N)(dE/dx)_{n,e}$ выбираются в зависимости от условий облучения (N – число атомов в 1 см^3 мишени). Исходя из выражения для $S_{n,e}$, значение пробега ионов в мишени находится по формуле:

$$R = N^{-1} \int_0^E dE / (S_n(E) + S_e(E)), \quad (1.2)$$

где E – начальная энергия ионов.

В настоящее время по известным потенциалам взаимодействий разработаны аналитические и численные модели расчета сечений столкновений с последующим описанием процессов движения ионов и смещенных атомов мишени, распределения выделенной при взаимодействиях энергии, процессов дефектообразования [18, 19]. Однако существенные расхождения между экспериментальными и теоретическими результатами определяют оценочный характер последних, особенно при облучении ионами средних энергий до концентраций, сравнимых с концентрацией атомов мишени. Условно принято считать легкими ионы с относительной атомной массой $M \geq 1$, тяжелыми – с $M \leq 100$. По интервалу энергий ионы подразделяются на медленные или низкоэнергетичные (с энергией до нескольких сотен электронвольт), средние (1...10 кэВ) и быстрые или высокоэнергетичные (десятки и более

килоэлектронвольт). Для ионов с энергией менее 1 кэВ величина R сравнима с величиной межатомного расстояния, т.е. $R \leq 10 \text{ \AA}$, а для быстрых ионов $R \gg 10 \text{ \AA}$.

1.4. Ионноимплантированные феррит-гранатовые пленки.

Ионная имплантация позволяет эффективно влиять на характеристики МПФГ путем формирования ионноимплантированного (ИИ) слоя, толщина которого определяется величиной R и составляет обычно от нескольких сотен до нескольких тысяч ангстрем. В этом слое сконцентрированы внедрившиеся при облучении ионы и генерируемые ими при торможении дефекты. Поэтому ИИ слой является структурнонарушенным по отношению к исходному состоянию и имеет отличающиеся магнитные, структурные, оптические и др. параметры. Величина этих отличий сказывается на характеристиках пленок в целом /20-23/. Так, исследования по ИИ ЦМД-содержащих МПФГ, связанные с задачей совершенствования динамики ЦМД и подавления "жестких" доменов, показывают, что структурные нарушения в ИИ слое позволяют существенно влиять на величину эффективного поля одноосной магнитной анизотропии /24-25/. Было установлено, что в зависимости от условий ИИ могут наблюдаться переходы из структурноупорядоченного в аморфное состояние, изменения в магнитном состоянии ИИ слоя /26, 27/.

В /28/ исследовались оптические свойства МПФГ состава $(\text{YGdTm})_3\text{Fe}_{4,3}\text{Ca}_{0,7}\text{O}_{12}$ имплантированные ионами $^{20}\text{Ne}^+$ энергией 300 КэВ до доз $10^{14} \div 10^{17}$ ион/см². Обнаруженные увеличения оптического поглощения в видимой области спектра были объяснены на основе предположения об увеличении коэффициента поглощения в несколько раз в ИИ слое толщиной до 0,4 мкм, вызванного структурными нарушениями.

В работе /29/ на основе экваториального эффекта Керра наблюдалось

подавление магнитооптической активности ИИ слоя в МПФГ составом $(\text{YeuTmCa})_3(\text{FeGa})_5\text{O}_{12}$, имплантированной ионами $^{20}\text{Ne}^+$ энергией 100 КэВ и дозами до $3,3 \times 10^{14}$ ион/см². Причины происходящих изменений объяснялись, как и в предыдущей работе, значительными искажениями локальной симметрии катионов Fe^{3+} в окта- и тетраэдрических комплексах, вызванными нарушениями кристаллической структуры ИИ слоя.

Структурное и магнитное разупорядочение в пленках ЖИГ при ИИ азотом и бором энергией 80 кэВ и дозами $10^{15} \div 10^{17}$ ион/см² исследовались в [26, 30]. Были конкретизированы механизмы перехода из структурноупорядоченного через структурнонеупорядоченное в аморфное состояние ИИ слоя и соответствующий им переход из ферри- в парамагнитное состояние. Обнаружено изменение валентности железа по глубине ИИ слоя при имплантации бором и образование связей железа с азотом при имплантации азотом.

Таким образом, при ИИ в МПФГ происходит образование существенно влияющего на свойства пленки структурнонарушенного слоя, в котором также возможны изменения исходного состава [31]. Следовательно, ИИ не позволяет совершенствовать структуру и состав МПФГ и не может рассматриваться с этой точки зрения как метод послеростового совершенствования структуры и состава. Широкое применение ИИ в МПФГ обусловлено возможностью создания в пленках локальных областей с сильно отличающимися физическими свойствами, что предоставляет практический интерес для магнитомикроэлектроники и интегральной магнитооптики [1–5, 32, 33].

1.5. Воздействие облучения низкоэнергетичными потоками ионов на свойства феррит-гранатовых пленок.

Низкоэнергетичное облучение потоками положительных ионов с

энергиями до 10 кэВ отличается от более высокоэнергетичной ионной имплантации прежде всего тем, что воздействует на гораздо меньшие по толщине поверхностные слои мишеней (в сотню ангстрем и менее) на порядок и более число раз большими по величине токами ионов /16 17/. В результате процессы распыления протекают гораздо интенсивнее и создаются предпосылки для повышения степени однородности МПФГ путем распыления поверхностных и приповерхностных слоев /34, 35/. Отрицательное влияние на свойства МПФГ образованного при облучении тонкого, в десятки ангстрем, поверхностного ионно-облученного слоя может быть сведено к минимуму посредством проведения исследований по минимизации его толщины варьированием параметрами облучения /17-19/.

Одна из первых работ, продемонстрировавшая возможность совершенствования структуры магнитодиэлектриков при ионно-лучевом облучении поверхности, была проведена еще в 1970г. Двумя ионными источниками пучков Ag^+ величиной тока 120 мкА каждый и энергией 6 кэВ при давлении 10^{-3} Па облучались пластины ортоферрита $\text{Sm}_{0,55}\text{Tb}_{0,45}\text{O}_3$ /36/. В результате физического распыления со скоростью до 0,5 мкм/ч с поверхности монокристалла были удалены поверхностные слои толщиной от 0,4 до 2,5 мкм. Было выявлено методами оптической и электронной микроскопии существенное снижение числа макроповреждений типа царапин и уменьшение концентрации поверхностных дефектов и дислокаций. В результате коэрцитивность доменных стенок была доведена до величины 10 Э по сравнению с исходными 25 Э, Намагниченность насыщения и подвижность доменных стенок после облучения не изменялись. Состояние и структура поверхностного слоя, после облучения /15, 17/, здесь не рассматривались как и механизм протекающих процессов. Этому вопросу была посвящена работа. /37/. Методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии анализировались состав и состояние поверхности пленок ЖИГ, облученных ионами Ag^+ с энергией 1 кэВ и

дозами до 10^{18} ион/см² при давлении 3×10^{-4} Па. Было установлено, что процесс распыления поверхности сопровождается образованием поверхностного слоя измененного состава толщиной ~ 40 Å. До 60% железа в этом слое находится в металлическом состоянии и лишь незначительная часть – в характерном состоянии Fe^{3+} . Отмечено также возрастание проводимости поверхности с ростом дозы облучения. Изменение объемных свойств не анализировалось.

Воздействие ионного облучения в плазме ВЧ-разряда на параметры ионноимплантированных МПФГ обстоятельно исследовалось в [38]. Следует отметить, что если при ионно-лучевой бомбардировке параметры строго фиксированы (тип и состояние ионов в пучке, их энергия, плотность тока и т.д.), то облучение в плазме производится одновременно потоком ионов плазмообразующего газа с широким разбросом по энергиям от единиц до тысяч электронвольт, быстрыми атомами, образующимися в разряде в результате процессов перезарядки, отрицательно заряженными частицами, включающими электроны и отрицательные ионы, фотонами излучения плазмы. Поэтому параметры плазменного облучения не являются строго контролируемыми [14–16]. Об интенсивности плазменного воздействия судят по мощности разряда и по величине потока ионов, изменяемого в интервале $1 \dots 10$ мА/см².

Плазменному облучению подвергались пленки состава $(YSmLuCa)_3(FeGa)_5O_{12}$, которые предварительно имплантировались пучками He^+ и Ne^+ энергией 200 кэВ до доз 10^{15} ион/см². Облучение проводилось в плазме диодной ВЧ-установки, плазмообразующими газами служили H_2 , Ne , He , Ar , O_2 , CF_4 и смесь $Ar + O_2$. Мощность разряда варьировалась от 100 Вт до 700 Вт. Воздействие оценивалось по изменению величины поля анизотропии ΔN_a , вызванного имплантацией, и по величине упругого напряжения $\Delta a/a$, где Δa – изменение постоянной кристаллической решетки a , вызванное ионной имплантацией и/ или

последующим плазменным облучением. Было обнаружено увеличение в имплантированных Ne^+ пленках величины $\Delta a/a$ до 2 % после облучения в течение 20 мин, в плазме H_2 , Ne, He и Ar нагретых до температуры $100 \div 600^\circ\text{C}$ образцов. Изменение поля анизотропии ΔN_a также возрастало. Облучение в кислородосодержащей плазме к появлению дополнительных напряжений не приводило, а ΔN_a также оставалось неизменным. На основании полученных экспериментальных данных и результатов работы /39/ был сделан вывод о том, что механизм происходящих изменений вызван диффузией водорода в поверхностный ионноимплантированный слой со структурнонарушенной кристаллической решеткой, к его последующим химическим взаимодействием с ней. Отсутствие изменений при облучении в кислородной плазме объяснялось переводом водорода в связанное состояние на поверхности МПФГ путем взаимодействия с кислородом. Наличие водорода объяснялось его присутствием в качестве примеси в рабочем газе. К сожалению авторы не рассмотрели роль процессов распыления имплантированного слоя при облучении, несмотря на то, что они должны в инертной плазме приводить к существенному распылению этого слоя и к значительно меньшему – в кислородной химически активной плазме /40/. Не учитывалось и то, что кислород в не меньших количествах, чем водород может присутствовать в рабочих газах в качестве примеси /41/.

Иные результаты воздействия кислородосодержащей плазмы на МПФГ получены в работах /42, 43/. Облучение ряда В – замещенных МПФГ проводилось в плазме ВЧ-разряда. Рабочим газом служила смесь кислорода с тетрахлоуглеродом, давление составляло 1 Па, мощность разряда 800 Вт, время облучения изменялось от 5 до 30 мин., скорость распыления поверхности достигала 0,01 мкм/мин. Были обнаружены изменения в намагниченности насыщения, оптическом поглощении и коэрцитивности пленок наряду с незначительным варьированием значений

температуры Кюри и константы анизотропии. В отличие от работы /38/ установлено возрастание степени воздействия облучения на структурно менее совершенные пленки и сделан вывод об отсутствии влияния температуры образцов на характер происходящих процессов. Для объяснения полученных результатов сделано предположение о возможной диффузии кислородных вакансий, образующихся при облучении, в глубь пленки. Стимулирующим фактором диффузии считается ток смещения, возникающий в гранатовой пленке под действием ВЧ напряжения. Движение и взаимодействие кислородных вакансий в кристаллической решетке приводит к появлению катионов Fe^{2+} и Fe^{4+} . Одновременно происходит перераспределение Ga, входящего в состав пленок, между октаэдрической и тетраэдрической подрешетками, приводящее к изменению намагниченности насыщения. Улучшение оптических свойств МПФГ при облучении было связано с распылением поверхностного несовершенного слоя, обогащенного технологическими примесями свинца, а их ухудшение – с появлением нетрехвалентных катионов железа. Следует отметить, что судить о степени достоверности предложенного механизма воздействия сложно по причине отсутствия данных прямых измерений изменения состояния состава и структуры пленок при облучении. Кроме того авторы не учитывают, что облучение приводит к образованию вакансий также и в катионных подрешетках.

Таким образом, облучение низкоэнергетичными ионами может эффективно воздействовать на структуру и свойства МПФГ. В случае ионов инертных газов это происходит, как правило, путем распыления неоднородных поверхностных слоев с образованием значительно более тонкого слоя толщиной порядка десяти ангстрем, вызванного взаимодействием облучения с кристаллической решеткой. Этот слой содержит значительное число радиационных дефектов, является измененным по составу относительно оставшейся части пленки. При

облучении нагретых образцов могут возникать дополнительные эффекты, вызванные диффузией неконтролируемых примесей из плазмы в пленку.

Восстановление железа до металлического состояния на поверхности гранатовых пленок при облучении ионами инертных газов находит объяснение в рамках существующих представлений о распылении металлоксидных материалов /18/. Согласно им при облучении на поверхности образуется слой, сравнимый по толщине с величиной пробега ионов в глубь мишени R_p , обедненный по содержанию кислорода в сравнении с остальной частью мишени. Обеднение происходит в результате действия эффекта преимущественного распыления, согласно которого распыление легкого компонента в многокомпонентном материале происходит интенсивнее, чем более тяжелых компонентов. В работах /30, 37/ установлено, что изменение степени окисления железа при переходе от поверхности через облученный слой к собственно пленке описывается схемой $Fe \rightarrow FeO \rightarrow FeO + Fe_2O_3 \rightarrow Fe_2O_3$.

Для преодоления данной проблемы следует применять облучение ионами кислорода. В этом случае процесс преимущественного распыления кислорода может компенсироваться процессами внедрения ионов кислорода в гранатовую мишень. Причем результаты по ионноплазменному облучению кислородом /38, 42, 44/ показывают, что в зависимости от параметров ВЧ-разряда воздействие может сказываться как только на состоянии поверхности, так и на состоянии пленки в целом. Все это делает актуальными проведение исследований по ионно-лучевому облучению кислородом, т.к. в этом случае в отличие от ионно-плазменного имеется возможность варьировать в широком пределе параметрами облучения в строго контролируемых условиях. Поэтому появляется возможность определить связь между режимами облучения и механизмом процессов, протекающих в мишени во время облучения. Однако реализация условий ионно-лучевого облучения кислородом МПФГ

представляет самостоятельную задачу.

1.6. Проблемы формирования пучков положительных ионов кислорода.

Интенсивные исследования и разработка методов ионно-лучевого воздействия на свойства твердотельных мишеней во многом предопределяется простотой получения и возможностью управления характеристиками ионного пучка в газоразрядных источниках положительных ионов инертных газов /14-17/. Так, современные широкоапертурные электростатические источники ионов позволяют получать пучки ионов площадью $\sim 100 \text{ см}^2$, плотностью тока $j \leq 1 \text{ мА/см}^2$ в диапазоне энергий 0,1...10 кэВ при неравномерности плотности тока по сечению пучка менее 5 %, разбросе по энергии ионов в пучке в несколько процентов и давлении в области распространения ионов $p \leq 10^{-2} \text{ Па}$. Неотъемлемой частью данных устройств являются накаливаемые электроды, служащие для инжекции ионизирующих электронов в область газового разряда низкого давления. Последнее ограничивает работоспособность ионного источника при работе на кислороде в лучшем случае десятком часов по причине деградации эмиссионных свойств поверхностей накаливаемых электродов в результате реакций окисления /45-47/.

Время непрерывного облучения t феррит-гранатовых мишеней ионами кислорода можно определить, воспользовавшись данными предыдущих параметров, если стоит задача распыления переходного слоя пленка–поверхность, то его толщину h можно принять $h \sim 0,1 \dots 1 \text{ мкм}$, а скорость распыления V_p считать $V_p = 10^{-5} \dots 10^{-4} \text{ мкм/с}$. Тогда $t \sim h/V_p = 10^3 \dots 10^4 \text{ с}$, что сравнимо со сроком непрерывной работы ионного источника. Следует учесть, что диэлектрические свойства МПФГ требуют

нейтрализации положительного заряда ионного пучка для которой также используются накаливаемые электроды. В результате возникает задача по повышению надежности и увеличению долговечности источника ионов при проведении серий экспериментов путем исключения из конструкции накаливаемых электродов. Такие источники ионов работают на других физических принципах генерации заряженных частиц и зачастую уступают по параметрам пучков источникам, использующим накаливаемое электроду.

В работах [48, 49] было показано, что результативные путем увеличения срока непрерывной работы источника ионов одновременно с сохранением эффективности является реализация самостоятельного разряда низкого давления с холодным полым катодом и последующее его использование в качестве эмиттера ионов [50–52]. В работе [53] указанный эмиттер ионов применялся для облучения пленок ЖИГ и показал возможности набора дозы облучения $D \geq 5 \times 10^{18}$ ион/см², где $D = j \cdot t / e$ (e – заряд электрона), за $t > 10^3$ с. Дальнейшее развитие полученных результатов требует создание экспериментальной установки облучения кислородом и проведения систематических исследований.

Выводы и постановка задачи.

Литературный анализ показал, что методу жидкофазной эпитаксии монокристаллических пленок феррит-гранатов, являющегося основным методом получения последних, свойственна многостадийность. На каждой из стадий происходит наращивание слоев пленки, которые неоднородны по составу и структуре. Поэтому даже самые совершенные пленки содержат как минимум три слоя, различающихся по физическим характеристикам. Это переходный слой пленка-подложка, происхождение которого одновременно связано и с фундаментальным вопросом эпитаксии

– сопряжения кристаллических решеток пленки и подложки, и со стадией погружения подложки в раствор-расплав. Второй слой представляет собой собственно пленку при соблюдении стационарных условий наращивания. Происхождение третьего переходного слоя пленка-поверхность связано с процессом извлечения пленки из раствора-расплава.

В результате эпитаксиальные пленки являются менее совершенными, чем объемные монокристаллы соответствующего состава. Это обусловило проведение исследований по совершенствованию структуры и состава пленок методами послеростового воздействия. В литературном обзоре рассмотрена модификация свойств пленок феррит-гранатов под воздействием облучения положительными ионами из газоразрядной плазмы. Показано, что при облучении высокоэнергетичными ионами, когда длина пробега ионов в мишени значительно превышает величину межатомного расстояния, наблюдается формирование приповерхностного ионно-имплантированного слоя. Ионноимплантированный слой по структуре и составу отличается от исходной пленки, а его толщина достигает порядка 0,01...0,1 мкм. Поэтому высокоэнергетичным ионным облучением не достигается совершенствование структуры пленок. Согласно литературным данным более перспективным является проведение низкоэнергетичного ионно-лучевого облучения, когда длина пробега ионов сравнима с величиной межатомного расстояния и становятся существенными процессы ионного распыления поверхности. Данный вопрос является недостаточно исследованным. Установлено, что облучение ионами инертных газов ведет к восстановлению железа в поверхностном слое до металлического состояния. Это отрицательно влияет на оптические и магнитооптические свойства пленок и обуславливает необходимость проведения исследований по облучению ионами кислорода. Результаты по ионноплазменному облучению кислородом характеризуются значительными расхождениями. В

зависимости от параметров облучения могут наблюдаться изменения в состоянии как тонких поверхностных слоев, так и пленки в целом. Однако ионно-плазменное облучение не позволяет установить однозначную связь между параметрами облучения и процессами, протекающими в ферритгранатовых мишенях. Ионно-лучевое облучение не обладает указанным недостатком, однако его реализация при использовании в качестве рабочего газа кислорода требует разработки физических принципов генерации ионов кислорода и привлечения новых научно-технических решений.

Проведенный анализ литературных источников и современного состояния экспериментов по воздействию ионного облучения на свойства МПФГ позволяет сделать вывод, что для исследования процессов воздействия ионно-лучевого облучения кислородом на структуру и состав пленок необходимо решение следующих задач:

1. Создание экспериментальной установки ионно-лучевого облучения кислородом, позволяющей реализовать как режимы ионной имплантации, так и низкоэнергетического облучения в широком интервале набора доз.
2. Определение экспериментальной методики контроля состояния структуры и состава пленок до и после облучения, включая как анализ поверхностных слоев субмикронной толщины, так и пленки в целом.
3. Проведение математического моделирования процесса взаимодействия ионов кислорода с мишенью феррит-гранатовой природы.
4. На основе анализа процессов, протекающих при ионном облучении кислородом, определение и реализация условий совершенствования структуры и повышения однородности состава МПФГ ионно-лучевым облучением.

5. Целенаправленное воздействие метода ионно-лучевого облучения кислородом на оптические, магнитооптические, магнитные и высокочастотные свойства.

Глава II. РЕАЛИЗАЦИЯ УСЛОВИЙ ИОННО-ЛУЧЕВОГО ОБЛУЧЕНИЯ КИСЛОРОДОМ ФЕРРИТ-ГРАНАТОВЫХ ПЛЕНОК

В предыдущей главе были выработаны требования к параметрам ионно-лучевого облучения кислородом феррит-гранатовых пленок. Согласно им длительность облучения может достигать десятков часов, плотность тока пучка должна изменяться в диапазоне от $0,01 \text{ мА/см}^2$ до 1 мА/см^2 , энергия ионов варьироваться от сотен электронвольт до десятка килоэлектронвольт, разброс ионов по энергиям в пучке должен составлять менее 100 эВ. Необходима также нейтрализация положительного объемного заряда пучка. В данной главе изложены результаты исследований, позволившие удовлетворить данным требованиям, разработать и изготовить источник ионов оригинальной конструкции, узел принудительной компенсации объемного заряда, экспериментальную установку облучения.

2.1. Широкоапертурный источник ионов кислорода с холодным полым катодом /50, 52/.

Внешний вид источника ионов вместе с блоком электропитания показан на рис. 2.1, а его конструкция приведена, на рис. 2.2. Источник ионов содержит изготовленный из нержавеющей стали цилиндрический анод 1 с внутренним диаметром 16 мм и высотой 10 мм. Держатель анода 2, полый катод 3 с внутренним диаметром 144 мм и высотой 45 мм также выполнены из нержавеющей стали.

Многоапертурную плоскую систему извлечения ионов в пучек образуют закрывающий нижний торец катода эмиссионный электрод 4 и ускоряющий электрод 5. Материалом электродов 4 и 5 служит листовой титан толщиной 1,5 мм. Отбор ионов в пучек производится через 800 пар

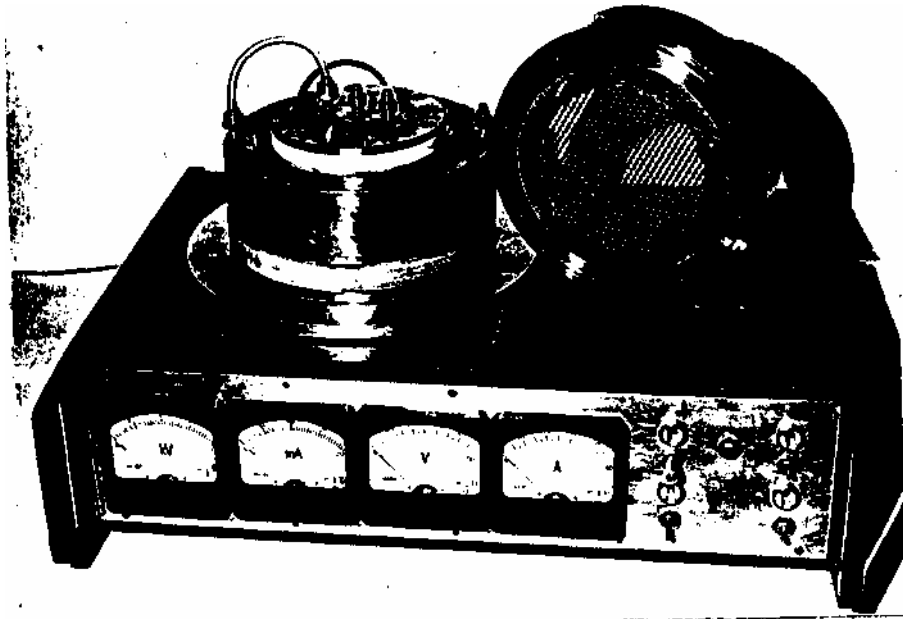


Рис. 2.1. Внешний вид источника ионов.

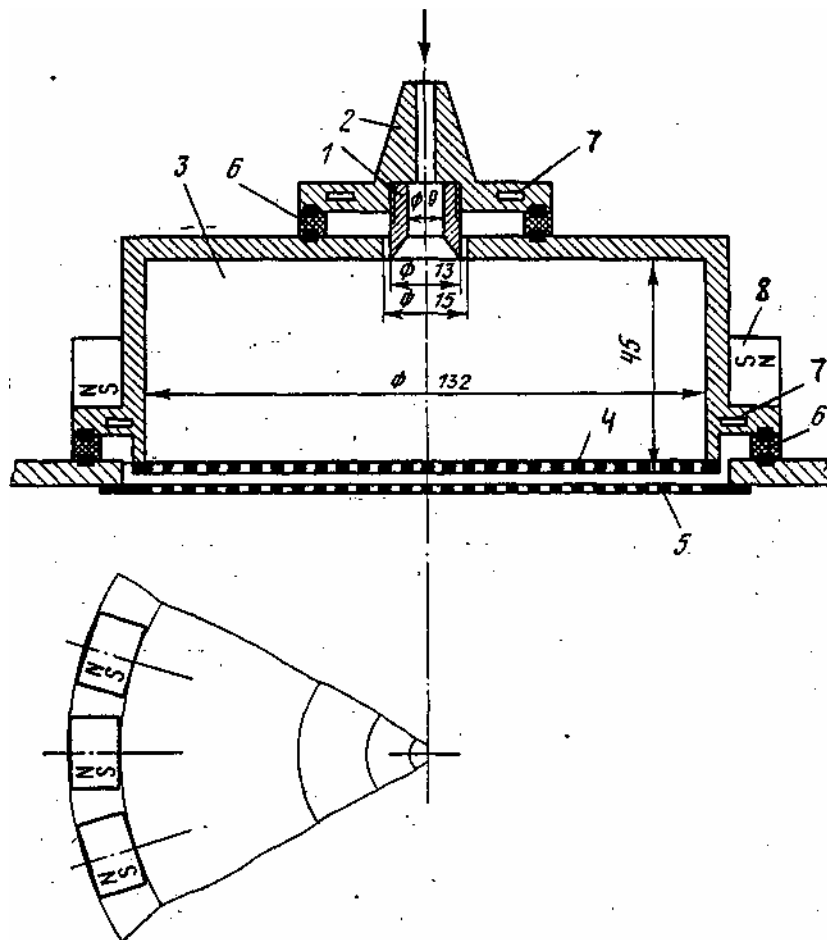


Рис. 2.2. Конструкция источника ионов.

соосных отверстий диаметром 2,9 мм, которые равномерно расположены на площадках диаметром 120 мм. Высота ускоряющего промежутка между эмиссионным и ускоряющим электродами составляет 1,5 мм.

Капролоновые изоляторы 6 служат для электрической изоляции электродов источника ионов. В аноде и катоде имеются каналы водокольцевого охлаждения 7.

По периферии полого катода, непосредственно у эмиссионного электрода, находится мультипольная магнитная система 8. Она состоит из 22 равноудаленных друг от друга самарий-кобальтовых магнитов диаметром 15 мм и высотой 8 мм с максимальной величиной индукции магнитного поля около 85 мТл каждый. Магниты обращены одноименными полюсами к оси катода.

Кислород подается в источник ионов со стороны анода и откачивается сквозь отверстия в системе извлечения ионов вакуумными насосами. Расход газа регулируется игольчатым натекателем и контролируется U – образным манометром. В линии газоподачи между источником ионов и натекателем находится вакуумный электромагнитный клапан. Вес источника ионов в сборе не превышает 8 кг.

Электропитание разрядного промежутка подводится от регулируемого блока питания на 600 В, 1,2 А, а ускоряющего – от регулируемого блока питания на 10 кВ, 200 мА. Оба источника питания стабилизированы по напряжению и имеют коэффициент пульсаций менее 2 %. В режиме извлечения ионов разрядная камера находится под положительным потенциалом относительно заземленного ускоряющего электрода.

Разряд в источнике ионов возбуждается после подачи напряжения 450 В на промежуток анод-катод и срабатывания вакуумного электромагнитного клапана. В течение десяти-двадцати минут разряд переходит в устойчивый режим горения. Минимальный пороговый ток разряда составляет 75 мА, а минимальный расход кислорода $Q = 2,2 \times 10^{-3}$

$\text{м}^3 \times \text{Па}/\text{с}$. Разряд обладает характерной для двухкаскадного самостоятельного разряда низкого давления структурой /49/. Эквипотенциальная плазма в полом катоде (катодный каскад) отделена слоем катодного падения потенциала величиной $250 \div 300$ В и толщиной $4 \div 6$ мм от стенок полого катода. Более плотная анодная плазма (анодный каскад) находится внутри анода и выступает в виде плазменного сгустка овальной формы во внутрь полого катода на расстояние порядка одного–двух диаметров анода. Анодный и катодный каскады разделены двойным электрическим слоем напряжением $50 \div 60$ В.

Вольтамперные характеристики источника ионов при различных расходах кислорода Q приведены на рис. 2.3 (V_p , I_p – напряжение и ток разряда). Согласно вольтамперных характеристик интервал рабочих расходов кислорода Q составляет $1,1 \times 10^{-2} \dots 2,4 \times 10^{-2} \text{ м}^3 \times \text{Па}/\text{с}$. При меньших расходах кислорода разряд работает неустойчиво, а при больших расходах разрядные характеристики остаются неизменными, но увеличение рабочего давления снижает эффективность извлечения ионов в пучок.

Применение мультипольной магнитной системы позволяет сформировать пучок ионов с П-образным профилем плотности тока по сечению ионного пучка (рис. 2.4). Величина плотности тока достигает $1 \text{ мА}/\text{см}^2$, а ее неравномерность не превышает 5 % на площадке $\varnothing 120$ мм при токе разряда $I_p > 0,7$ А и ускоряющем напряжении $U_p = 0,5 \div 8$ кэВ. Величина плотности тока j варьируется в пределах $0,15 \dots 1 \text{ мА}/\text{см}^2$ изменением I_p в пределах $0,3 \dots 1,1$ А, или изменением U_p в пределах $0,1 \dots 10$ кэВ (рис. 2.5).

Разброс по энергиям ионов в пучке не превышает 50 эВ. Масс-спектры пучка ионов показывают, что он содержит 65 % ионов O_2^+ , до 30 % ионов O^+ и несколько процентов многозарядных ионов кислорода. Загрязнение ионами остаточных газов и ионами металлов, распыляемых в источнике ионов, составляет порядка 1 %.

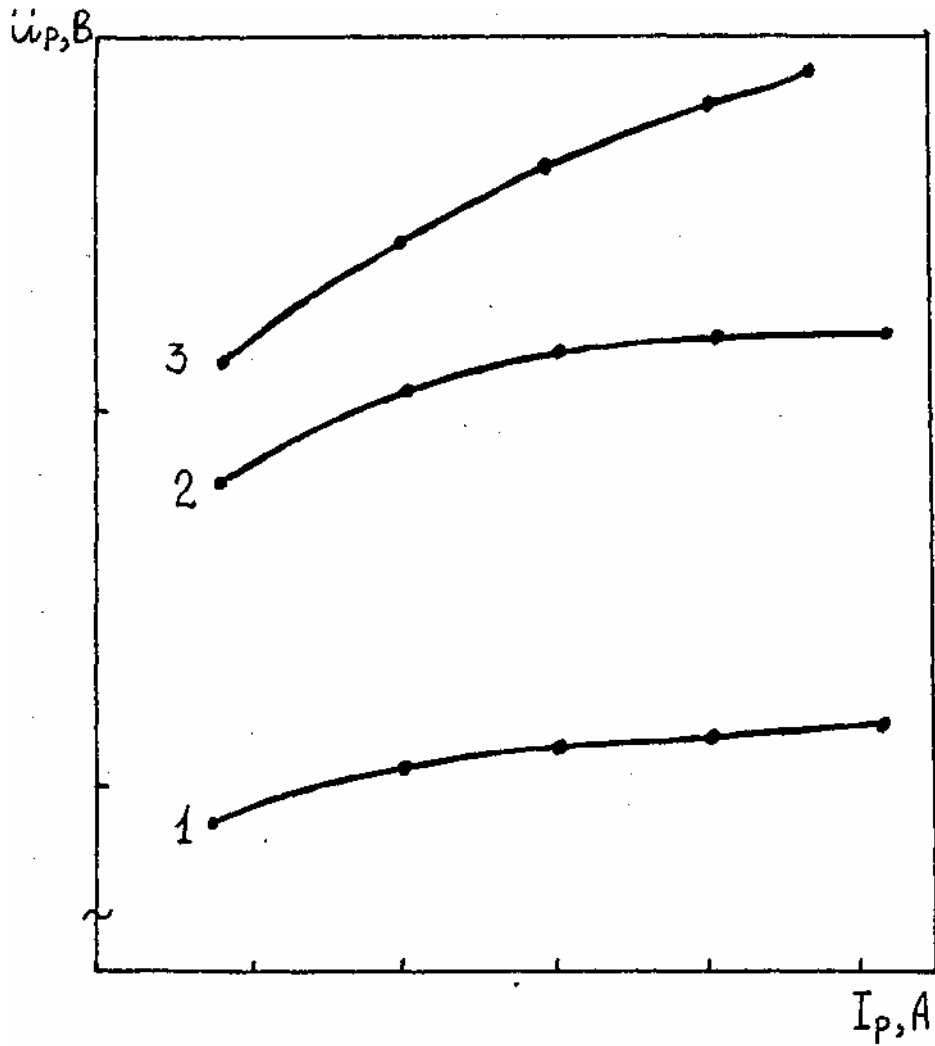


Рис. 2.3. Вольтамперные характеристики разряда в источнике ионов (1 – расход кислорода $Q = 2,2 \times 10^{-4} \text{ м}^3 \times \text{Па/с}$, 2 – $Q = 1,2 \times 10^{-4} \text{ м}^3 \times \text{Па/с}$, 3 – $Q = 1,1 \times 10^{-4} \text{ м}^3 \times \text{Па/с}$).

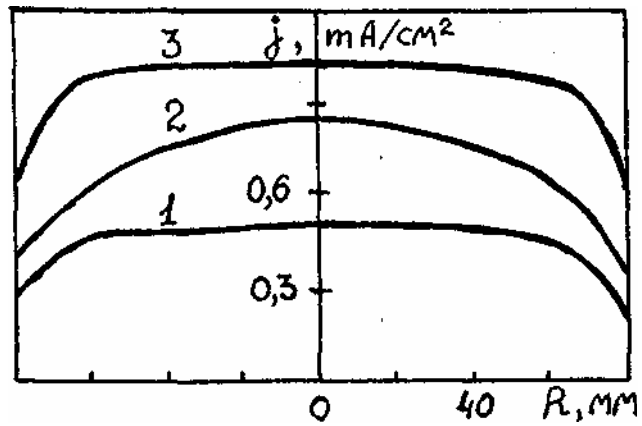


Рис. 2.4. Распределение плотности тока ионов j по сечению пучка (ток разряда $I_p = 0,6$ А, 1 – $V_p = 0,5$ кВ, 2 – $V_p = 2$ кВ, без магн. поля).

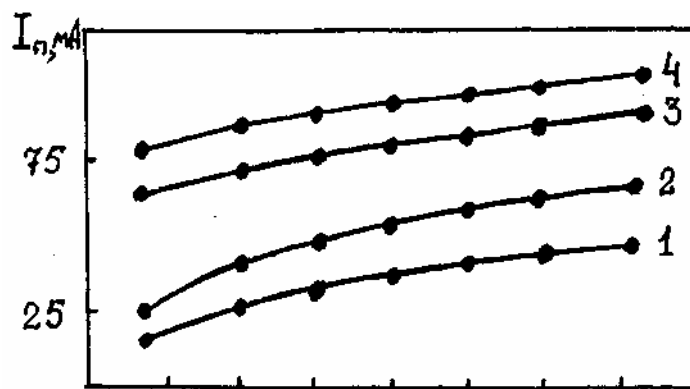


Рис. 2.5. Зависимость тока пучка ионов I_n от тока разряда I_p (1 – ускоряющее напряжение $V_p = 0,5$ кВ, 2 – $V_p = 1$ кВ, 3 – $V_p = 4$ кВ, 4 – $V_p = 8$ кВ).

Источник ионов обеспечивает стабильные выходные параметры в течение сотен часов. Профилактические осмотры, проводившиеся после 300 часов и 600 часов эксплуатации, показали отсутствие существенных изменений в геометрии источника ионов, вызванных процессами распада.

2.2. Особенности генераций заряженных частиц.

Заряженные частицы в объеме катодного каскада разряда источника ионов генерируются в основном γ -электронами вторичной эмиссии со стенок катода, ускоренными в слое катодного падения потенциала и осциллирующими в полом катоде /54/. Осцилляции электронов наступают в результате выполнения условий $S_k > 10^2 S_n$, где S_k – площадь внутренней поверхности полого катода, а S_n – суммарная площадь поверхностей через которые γ -электроны могут покидать полый катод. Учитывая, что $S_n \approx nS_a + mS_m$ (здесь S_a – площадь поверхности анода, S_m – суммарная площадь отверстий в эмиссионном электроде, n – порядка единицы, а m – коэффициент меньше единицы), условие возникновения осцилляции для данной геометрии источника ионов можно записать в более простой форме $d < 10^{-1} D_k$, где d – диаметр анода, а D_k – диаметр полого катода. Последнее условие является также условием образования двойного электрического слоя вблизи анода /49, 55/.

В анодном каскаде ионизация осуществляется плазменными электронами, приобретающими необходимую для этого энергию в поле ленгмюровских колебаний, которые возбуждаются электронами из катодного каскада, ускоренными в виде пучка в направлении анода электрическим полем двойного слоя.

Условия реализации плазменно-пучкового механизма ионизации определяются неравенствами /56-58/:

$$\begin{cases} \lambda \gg h \\ \gamma > v_{ea} \\ h > l \end{cases} \quad (2.1)$$

Для рассматриваемой схемы организации разряда выражения (2.1) принимают конкретные значения. Так, λ – длина свободного пробега электронов пучка в области, прилегающей к аноду и имеющей характерный размер h (в начальной стадии развития разряда за h , можно принять высоту полости внутри анода). Инкремент развития плазменно-пучковой неустойчивости определяется выражением /57/:

$$\gamma = \omega_{pe} (n_b/n_1)^{1/3} \quad (2.2)$$

где ω_{pe} – частота плазменных колебаний в анодном каскаде, n_b и n_1 – электронная плотность пучка и анодной плазмы соответственно. Для частоты электрон–атомных столкновений плазменных электронов в анодном каскаде v_{la} :

$$v_{la} = n \langle v_1 \sigma_{la} \rangle, \quad (2.3)$$

где n – плотность кислорода в области анода, v_1 – тепловая скорость плазменных электронов анодного каскада, σ_{la} – сечение электрон–атомных столкновений. Длина квазилинейной релаксации при коллективных взаимодействиях l составляет /56/:

$$l = r_D (n_1 v_1 / n_b v_b) \ln(n_b v_b^2 / n_1 v_1^2), \quad (2.4)$$

где r_D – дебаевский радиус анодной плазмы, v_b – скорость электронов

пучка, ускоренного полем двойного слоя. Далее учтем, что:

$$n \approx Q/kTAd^2, \quad (2.5)$$

где Q - расход кислорода, T - его температура, $A = 9,1n(T/M)^{1/2}$ согласно /41/, $M = 32$ – молекулярная масса кислорода, K – постоянная Больцмана. Окончательно система неравенств (2.1) с учетом (2.2 - 2.5) принимает вид /59/:

$$\left\{ \begin{array}{l} \left(\frac{Q \langle v_e \sigma_{ea} \rangle}{AkT \omega_{pl} (n_b / n_l)^{1/3}} \right)^{1/2} < d < 0,1H \\ r_D (n_e v_e / n_b v_b) \ln(n_b v_b^2 / n_e v_e^2) h \leq 0,1kTAd^2 (Q \sigma_{ea})^{-1} \end{array} \right. \quad (2.5)$$

Неравенства (2.6) определяют соотношение между геометрическими размерами разрядной камеры и величинами, характеризующими процессы ионизации в двухкаскадном самостоятельном разряде низкого давления. Высокие эмиссионные характеристики источника ионов достигаются одновременным отбором в пучок ионов из катодного и анодного каскадов разряда. Из катодного каскада ионы поступают на эмиссионную границу в результате теплового движения и величина их доли в пучке определяется высоким отношением площади эмиссионной поверхности к площади внутренней поверхности полого катода. Ионы анодного каскада поступают на эмиссионную поверхность в виде расходящегося потока, формируемого и ускоряемого на двойном слое. Соотношения (2.6), наряду с Физической моделью организации самостоятельного двухкаскадного разряда низкого давления с холодным полым катодом и схемой токоотбора в пучок, составляют основу инженерно-физической модели расчета конструкции источника ионов и определяемой неравенствами /59, 60/:

$$\begin{cases} 6 \cdot 10^{-3} d I_n^{-1/2} < h \leq 34 d^2 (I_n M^{1/2})^{-1} \\ 5 \cdot 10^{-4} (M I_n)^{1/2} < d < 0,1 \text{H} \end{cases}, \quad (2.6)$$

Система неравенств (2.7) в явном виде определяет связь между геометрией разрядной камеры ионного источника и величиной тока ионного пучка I_n .

2.3. Нейтрализация положительного объемного заряда ионного пучка кислорода.

Облучение диэлектрических материалов, в том числе феррит-гранатов, является проблематичным без нейтрализации объемного положительного заряда ионного пучка. Это связано с накоплением положительного заряда на мишени в процессе облучения и его последующим взаимодействием с зарядом пучка и с мишенью. В результате на поверхности мишени могут образовываться катодные пятна, вызывающие ее разрушение. Положительный заряд на мишени также приводит к торможению ионного пучка, чем вызывает неустойчивую работу источника ионов, вплоть до обрыва разряда в нем. Могут также развиваться процессы, приводящие к пробое диэлектрика.

Традиционные методы принудительной нейтрализации ионных пучков, использующие инъекцию электронов с накаливаемых поверхностей в пучок /45–47/, являются неприемлемыми при длительном ионно-лучевом облучении кислородом, т.к. имеют ограниченный ресурс работы в десятки часов. Работы /61–63/ были посвящены определению условий нейтрализации объемного заряда пучка с последующей реализацией в экспериментальной системе, не содержащей накаливаемых электродов.

Экспериментальная система принудительной нейтрализации показана на рис. 2.6. Она включает ионопровод 1 диаметром D_i и длиной l_i , определяемых условиями:

$$D_i = (1,2 \dots 1,6)d_b, \quad (2.8)$$

$$l_i = (1,8 \dots 2,4)d_b, \quad (2.9)$$

где d_b – диаметр ионного пучка 2, формируемого в ионном источнике 3.

На ионопровод подается отрицательный потенциал $0 \div 50$ В относительно земли. Ионный пучок поступает на заземленный токоприемник 4. Диэлектрическая мишень 6 помещается на токоприемник и ее площадь не должна превышать 0,8 площади сечения ионного пучка. Если мишень круглая с диаметром d_s , то это условие эквивалентно условию:

$$d_s \leq 0,3d_b, \quad (2.10)$$

Нейтрализация объемного заряда ионного пучка происходит в ионно-пучковой плазме 5 внутри ионопровода 1. Ионно-пучковая плазма генерируется на начальной стадии извлечения ионов относительно редкими ион-атомными столкновениями, потом – электронами вторичной эмиссии с внутренних стенок ионопровода и быстрыми плазменными электронами, разгоняемыми электрическими полями неустойчивостей, возбуждаемых в относительно редкой пучковой плазме [14]. Стоком для ионов служат стенки ионопровода, а уход электронов происходит через его торцы на заземленную поверхность вакуумной камеры. В случае необходимости избыточный заряд диэлектрической мишени может стекать на токоприемник по окружающей плазме.

Облучение тестовых структур металл-оксид-полупроводник

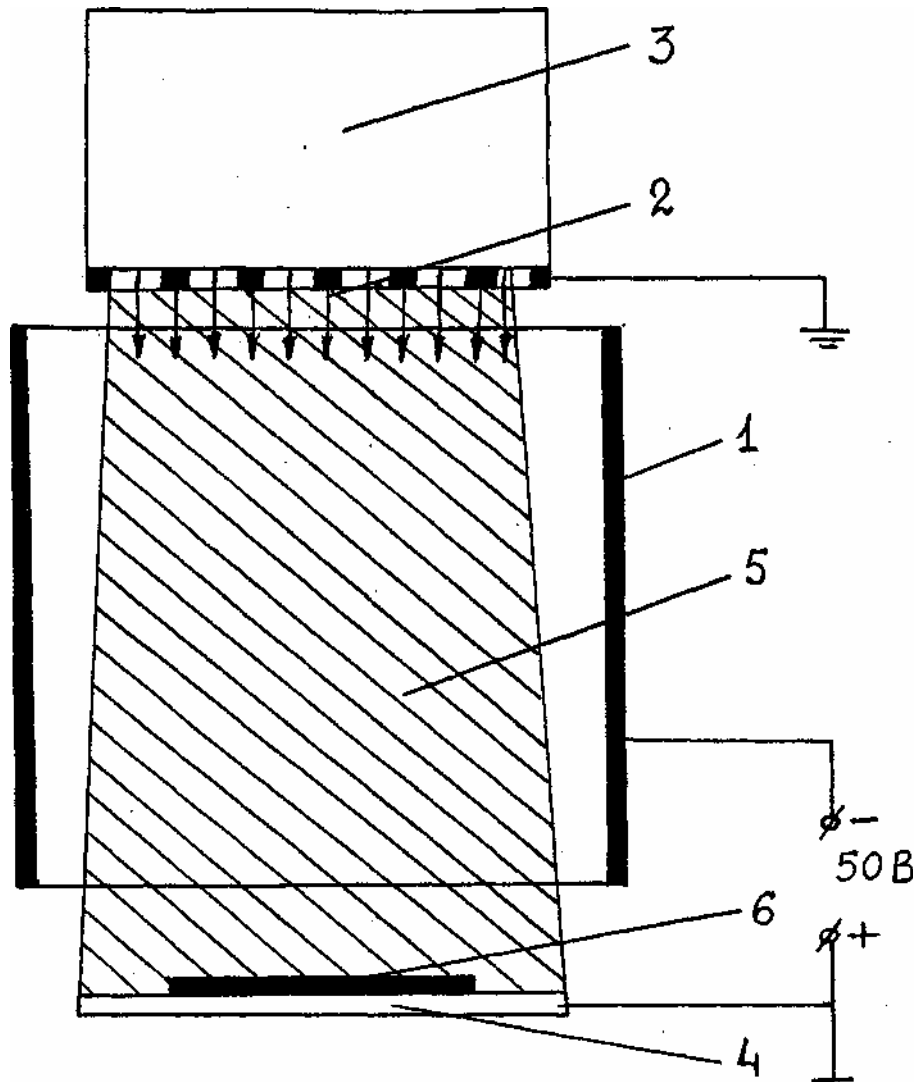


Рис. 2.6. Система принудительной нейтрализации объемного заряда ионного пучка (1 – ионопровод, 2 – ионный пучок, 3 – ионный источник, 4 – токоприемник, 5 – ионно-пучковая плазма, 6 – облучаемая мишень).

(МОП-конденсаторов) и последующий анализ вольт-фарадных характеристик показали отсутствие деградации свойств диэлектрика под воздействием привнесенного пучком объемного заряда в случае применения вышеприведенной схемы нейтрализации. Последнее явилось прямым экспериментальным подтверждением эффективности применения разработанного метода компенсации объемного заряда при облучении диэлектрических поверхностей /62/.

2.4. Установка ионно-лучевого облучения кислородом.

Описанные в главе механизмы организации самостоятельного двухкаскадного разряда низкого давления и нейтрализации объемного заряда ионного пучка, разработанные ионный источник кислорода и система нейтрализации, составили основу установки ионно-лучевого облучения кислородом феррит-гранатовых мишеней.

Общий вид установки с ее основными элементами показаны на рис. 2.7. Установка содержит широкоапертурный источник ионов 1, ионопровод 2, токоприемник с водоохлаждаемым подложкодержателем 3, подвижную диафрагму 4. Вакуумный пост собран на базе технологической установки УВН-71, предельный вакуум составляет $p < 2 \times 10^{-5}$ Тор, а давление в вакуумной камере при облучении не превышает 3×10^{-4} Тор. Подвижный цилиндр Фарадея 5, снабженный экранирующей сеткой, служит для контроля равномерности и величины тока ионного пучка. Температура образцов при облучении определяется термпарным датчиком 6, закрепленным на традиционной для феррит-гранатов галлий-гадолиниевой подложке.

Доза облучения контролируется по времени облучения и величине плотности тока пучка. Блоки питания источника ионов позволяют с увеличением энергии ионов до 10 кэВ уменьшением тока разряда снижать

плотность тока пучка до $0,15 \text{ мА/см}^2$. Благодаря этому тепловое воздействие ионного пучка на пленки феррит-гранатов поддерживается постоянным, а нагрев образцов при облучении составляет не более 200°C независимо от энергии ионов.

Функциональный диапазон данной установки позволяет реализовать задачу ионно-лучевого облучения кислородом эпитаксиальных пленок феррит-гранатов. Интервал изменения энергии составляет $0,1...10 \text{ кэВ}$. Величина дозы облучения задается временем облучения и плотностью тока пучка $j = 0,15...1 \text{ мА/см}^2$ согласно соотношения $D=jt/l$. Групповой или поштучный варианты облучения используются в зависимости от величины площади экспонируемой поверхности.

Выводы.

Создана установка, в которой выполнены условия проведения ионно-лучевого облучения кислородом феррит-гранатовых мишеней в контролируемых режимах и без ограничения на непрерывное время набора предельной дозы. Это стало возможным в результате:

1. Установления механизмов ионизации в двухкаскадном самостоятельном разряде низкого давления.
2. Реализации двухкаскадного самостоятельного разряда низкого давления без внешнего магнитного поля в газоразрядной камере широкоапертурного ионного источника с холодным полым катодом.
3. Экспериментального исследования и разработки схемы принудительной нейтрализации положительного объемного заряда ионного пучка на пути распространения его к диэлектрической подложке.
4. Изготовления экспериментальной установки облучения на базе

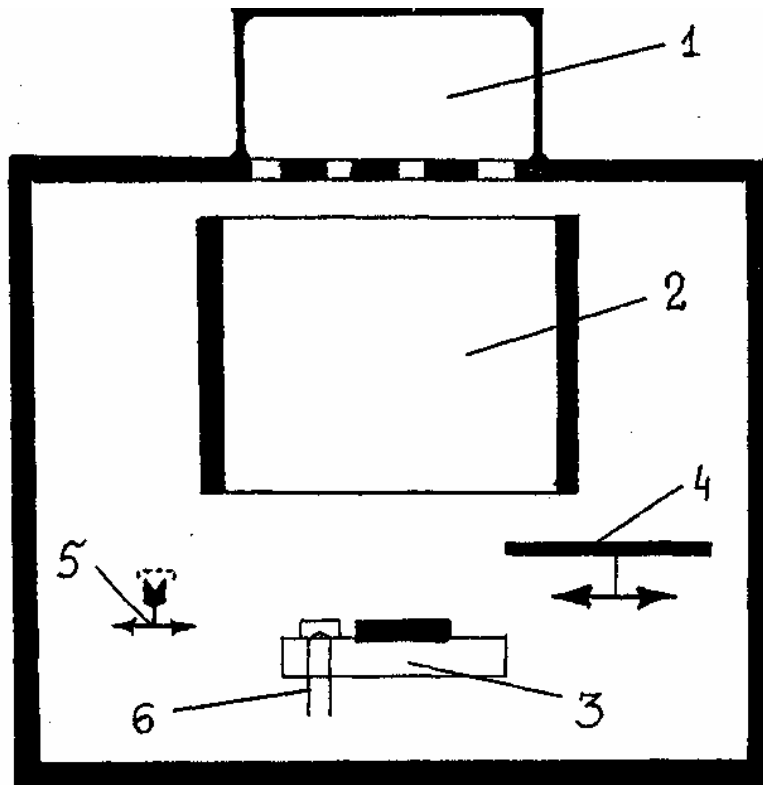


Рис. 2.7. Установка ионно-лучевого облучения (1 – ионный источник, 2 – ионпровод, 3 – подложкодержатель, 4 – диафрагма, 5 – цилиндр Фарадея, 6 – датчик температуры).

стандартного вакуумного поста УВН–71М, содержащего кроме ионного источника и нейтрализатора, многосеточный цилиндр Фарадея для контроля энергии и дозы облучения непосредственно возле образцов, датчик контроля температуры мишени в процессе облучения.

Глава III. МЕТОДЫ АНАЛИЗА ОБРАЗЦОВ

В качестве образцов для проведения исследований по воздействию ионно-лучевого облучения на свойства МПФГ были выбраны пленки следующих составов: $Y_3Fe_5O_{12}$ (пленки ЖГ), $(YLa)_3Fe_5O_{12}$, $(YsmBi)_3(FeGa)_5O_{12}$ и $(LuBi)_3(MnFePt)_5O_{12}$. Пленки выращивались методом жидкофазной эпитаксии на подложках $Gd_3Ga_5O_{12}$ ориентацией [111]. Облучение осуществлялось на экспериментальной установке, описанной в предыдущем разделе.

Базовым объектом являлись пленки ЖИГ толщиной до 10 мкм. Для них контроль состояния структуры и анализ состава проводился в полном объеме до и после каждого облучения. Данный выбор базового объекта был обусловлен тем, что, во-первых, железо-иттриевые гранаты являются наиболее исследованными в ряду феррит-гранатов /1-5/ и, во-вторых, для них разработана наиболее совершенная технология выращивания /5/.

Анализ других пленок проводился выборочно, с целью обобщения результатов, полученных на пленках ЖИГ. Так, лантан-содержащие пленки использовались при рассмотрении воздействия облучения на высокочастотные свойства, скандий-содержащие пленки использовались при рассмотрении экваториального эффекта Керра, а висмутсодержащие пленки – при анализе оптических свойств. Такое распределение было определено областями применения соответствующих свойств указанных пленок.

Предварительно, с целью оценить величину и характер воздействия ионов кислорода на свойства МПФГ и, исходя из этого, определиться с соответствующим набором методов анализа структуры и состава пленок, проводилось численное моделирование процесса облучения ионами кислорода железо-иттриевых гранатов.

3.1. Численное моделирование процесса облучения ионами кислорода железо-иттриевых гранатов.

Численное моделирование экспериментов по облучению проводилось методом Монте-Карло, наиболее разработанным для ситуации ион – многокомпонентная мишень, по стандартной программе TRIM-88 /65/. На персональном компьютере РС/АТ–386 моделировалась траектория ансамбля из тысячи или более ионов $^{16}\text{O}^+$ в неориентированном относительно направления движения ионов кристалле $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$. Развитие каскада столкновений первичного иона с атомами мишени рассматривалось в приближении парных столкновений. Считалось, что энергия иона кислорода до его полной остановки расходовалась на неупруго-ионизационные столкновения и генерацию вакансий при столкновениях с атомами мишени, а также на возбуждение фононов в упругих взаимодействиях. В результате столкновений часть атомов мишени, так называемые атомы отдачи, приходили в движение. Их энергия расходовалась аналогичным образом, но развитием каскада столкновений в этом случае пренебрегалось. Процессы распыления и изменения состава мишени при облучении также не рассматривались, Образование вакансий описывалось в приближении Кинчина-Пиза /66, 67/.

Несмотря на отмеченные приближения считается, что численный расчет качественно верно отражает ситуацию, по крайней мере, на начальном этапе облучения многокомпонентных пленок /17, 18/. Относительно пленок ЖИГ этот вопрос анализировался в работах /68, 69/.

Распределение остановившихся в мишени ионов, $^{16}\text{O}^+$ имевших начальную энергию 10 кэВ, показано на рис. 3.1. Оно имеет профиль близкий к гауссовому распределению и характеризуется величинами $R_p = 170 \text{ \AA}$ и $\Delta R_p = 85 \text{ \AA}$. Поведение ионов с меньшими начальными энергиями E имеет качественно сходный характер, но отличается величиной среднего

проективного пробега R_p , и продольного разброса по пробегам ΔR_p . Для ионов с начальной энергией $E = 0,6$ кэВ это показано на рис. 3.2, где $R_p = 21$ Å и $\Delta R_p = 12$ Å. Известно [17, 67], что глубина воздействия облучения на мишень не превышает нескольких R_p , следовательно при облучении ионами кислорода с энергией до 10 кэВ она составляет от 10^2 Å до 10^3 Å. Причиной более глубинного воздействия облучения на свойства пленок ЖИГ, согласно результатам численного моделирования, является влияние вторичных эффектов, сопровождающих ионную бомбардировку.

Профили распределения по глубине энергии, выделенной в упругих столкновениях, и энергии, расходуемой на генерацию точечных дефектов также имеют гауссов характер, но несколько смещены по глубине в сравнении с профилем остановившихся ионов кислорода.

Кривые на рис. 3.3 конкретизируют механизмы потерь энергии ионами кислорода в зависимости от начальной энергии ионов. Согласно им при энергии ионов от 0,5 до 1,5 кэВ величина ионизационных потерь сравнима с потерями энергии на генерацию фононов и образование вакансий. С ростом энергии ионов до $E > 4$ кэВ роль упругих механизмов потерь энергии ионами практически исчезает, а роль неупругих процессов возрастает.

Кривые энергетических потерь смещенных атомов приведены на рис. 3.4. Независимость величины потерь энергии от энергии налетающих ионов предопределяется сделанными приближениями в численной модели. Энергия смещенных атомов расходуется примерно поровну между взаимодействиями каждого типа.

Среднее число вакансий, образующихся при движении иона с начальной энергией 0,5 кэВ, соответственно, для иона с энергией 1 кэВ – 20, 2,5 кэВ – 36, 5 кэВ – 78, 10 кэВ – 137.

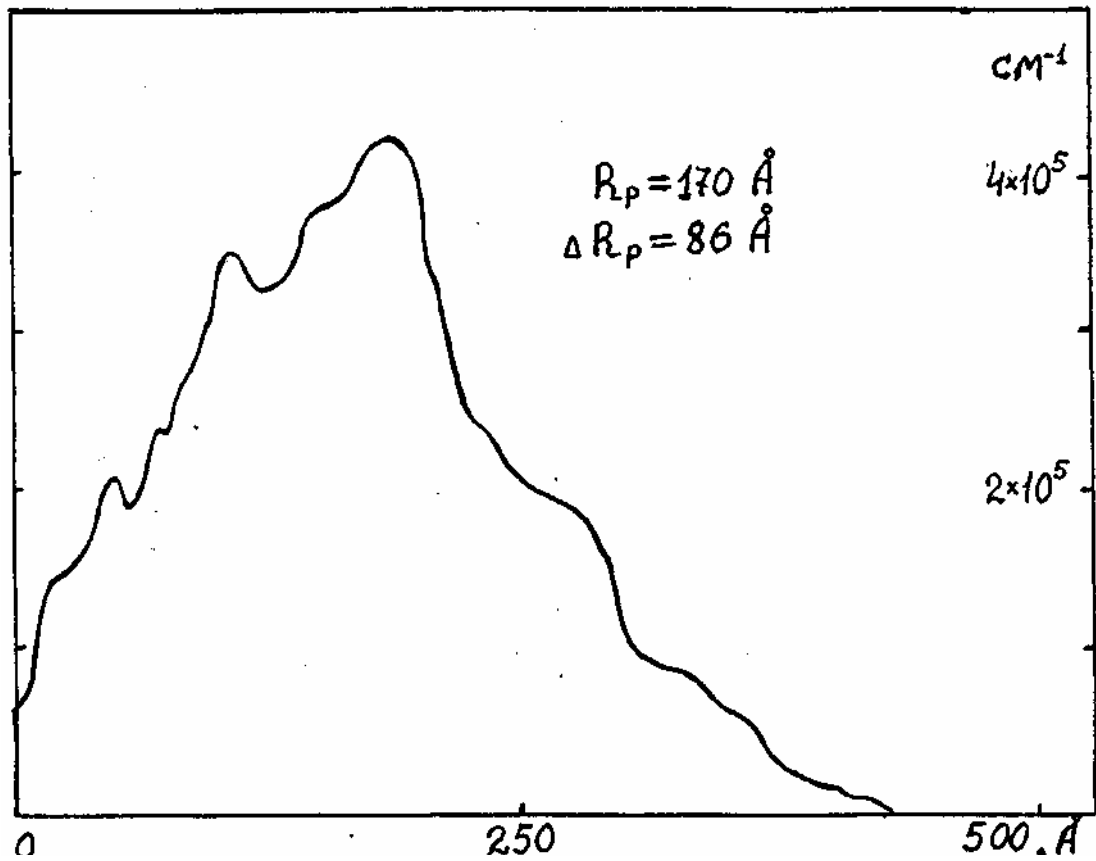


Рис.3.1 Распределение по глубине ионов $^{16}\text{O}^+$ с начальной энергией 10 кэВ в $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$.

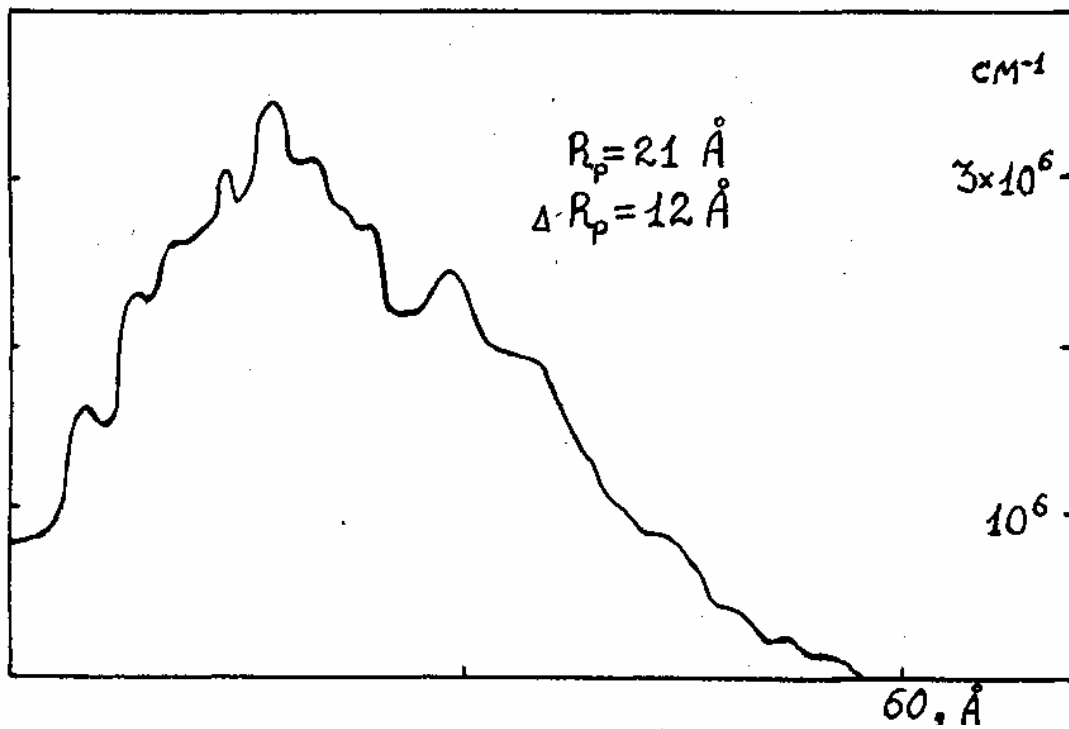


Рис.3.2 Распределение по глубине ионов $^{16}\text{O}^+$ с начальной энергией 0,6 кэВ в $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$

3.2. Методы анализа структуры и состава МПФГ.

Набор методов анализа исходных и облученных феррит-гранатовых пленок определялся необходимостью контроля за состоянием как поверхностных слоев толщиной согласно результатов численного моделирования в несколько десятков ангстрем, так и всей пленки в целом, включая границу раздела пленка-подложка /70/.

Состав и химические связи в поверхностном слое толщиной до 50 \AA , определяемом глубиной выхода фотоэлектронов, анализировались методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) /71, 72/. Образцы находились в камере электронного спектрометра при давлении не хуже 10^{-6} Па. Источником рентгеновского излучения (линия с энергией фотонов $1253,6 \text{ эВ}$) служил магниевый анод. Разрешающая способность энергоанализатора составляла не менее $0,5 \text{ эВ}$. Соотношения компонентов в анализируемом слое определялось по интегральным интенсивностям с учетом поправок, а изменение валентного состояния железа анализировалось по величине сдвига энергии связи по линии Fe ($2p_{3/2}$).

Электронно-зондовый микроанализ /73/ проводился сканирующим электронным микроскопом Nanolab-7, снабженным энергодисперсным рентгеноспектроскопическим анализатором Sistem – 810–500. Диаметр электронного зонда не превышал 100 \AA , эффективная глубина анализа достигала 1000 \AA , а разрешение при сканировании составляло около 100 \AA . Количественный состав образцов определялся в фиксированных точках, а особенности распределения элементов анализировались путем сканирования микрозонда по поверхности и торцу пленок.

Структура поверхностного слоя толщиной до 2 мкм и его элементный состав определялись методами обратного резерфордского рассеяния (ОРР) разориентированно и каналированно, в направлении /111/, падающих на мишень протонов H^+ с энергией 630 кэВ и ионов ${}^4\text{He}^+$ с

энергией 2,4 МэВ /70, 72, 74, 75/. Измерение проводилось на ускорительных комплексах Уральского политехнического института (г. Екатеринбург). Исследуемые образцы помещались на гониометре, обеспечивающем точность перемещения не хуже $0,11^\circ$, в вакууме менее 2×10^{-4} Па. Разрешение по глубине не превышало 25 Å, а по весу – 0,05 ат.%. Идентификация элементов проводилась по характеристическому рентгеновскому излучению, возбуждаемому протонным пучком. Сбор обратнорассеянных протонов фотопластинкой позволял получать эффект "теней" (так называемые протонограммы), качественно отражающий состояние кристаллической структура /73, 75/.

Методом ядерного гамма-резонанса (ЯГР) на ядрах Fe^{57} , которые естественным образом входят в небольших количествах в состав пленок феррит-гранатов, исследовалось влияние ионного облучения на состояние катионов железа /76/. Мессбауэровские спектры в геометрии отражения снимались на спектрометре Wissel, исследуемая толщина составляла 10^5 Å, время набора статистики для одного спектра превышало 100 часов.

Рентгеноструктурные исследования проводились на рентгеновском спектрометре ДРОН-3.0. Изображения рефлексов (888) $\text{SiK}\alpha$ -излучения фиксировались отдельно от пленки и подложки, при необходимости для повышения точности измерений использовался германиевый кристалл-монокроматор.

Развитие рельефа поверхности и измерение толщины пленок под воздействием ионно-лучевого распыления контролировались методами оптической и растровой электронной микроскопии (РЭМ) /78/. Оптический микроскоп обладал тысячекратным увеличением, электронный микроскоп увеличивал до тридцати тысяч крат.

Элементный анализ поверхностного слоя образцов на глубину до 0,1 мкм проводился методом масс-спектрометрии вторичных ионов (ВИМС) /72/ на установке Cameca IMS-4F. Чувствительность в долях атомного

монослоя была не хуже 10^{-5} , а эффективная глубина анализа составляла 10 \AA , распределение по глубине получалось посредством распыления поверхности.

3.3. Результаты анализа исходных пленок $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$.

Исследование структуры и определение состава МПФГ перед облучением проводилось по следующей схеме.

Выбирались образцы с зеркальной, не содержащей трещин и царапин поверхностью. Рентгеноструктурным методом по положению рефлекса (888) линии $\text{CuK}\alpha_1$ определялись постоянная кристаллической решетки пленки a и подложки a_0 . В используемых гадолиний-галлиевых подложках a_0 составляла $12,382 \text{ \AA}$. После этого отбирались пленки с величиной рассогласования постоянных $|f| = |a - a_0| / a_0 \leq 3 \times 10^{-2}$ и удовлетворяющих условию $|a - a_0| (\text{\AA}) \times h^{1/2} (\text{мкм}) < 0,03$, что характеризует согласно [3, 12] совершенные образцы. Здесь толщина пленки h определялась по РЭМ-фотографии скола пленки или путем наблюдения в оптический микроскоп с тысячекратным увеличением. Далее для оценки степени структурного совершенства снимались спектры ОРР в произвольном и каналированном [111] направлениях. По отношению спектров вблизи поверхности на глубине до $0,1 \text{ мкм}$ определялся параметр χ_{\min} характеризующий степень совершенства кристаллической структуры. Известно, что для совершенных монокристаллов $\chi_{\min} \leq 0,05$ [72,74] и, учитывая, что эпитаксиальные пленки имеют менее совершенную структуру, на значение верхнего предела параметра накладывалось требование $\chi_{\min} < 0,1$ [70].

На следующем этапе устанавливались средний состав и закономерности распределения элементов по толщине пленки методом электронно-зондового микроанализа. Относительное содержание катионов

иттрия и железа и наличие примесей на поверхности и на глубине до 2 мкм определялось по спектрам обратного рассеяния. Неоднородности в составе пленки от поверхности и до глубины $\sim 0,1$ мкм измерялось методом вторичной ионной масс-спектрометрии. Относительный состав приповерхностного слоя толщиной до 50 Å определялся по спектрам РФЭС. Валентное состояние железа в приповерхностном слое анализировалось также методом РФЭС, а в объеме – по мёссбауэровским спектрам.

Данная методика определения кристаллоструктурного состояния МПФГ дает адекватную картину ее состояния благодаря взаимнезависимости и взаимодополняемости используемых методов анализа. На рис. 3.5 приведен рентгеновский рефлекс (888) линий $\text{CuK}\alpha$ анализируемого образца. Согласно положения рефлекса постоянная кристаллической решетки пленки равняется $a = 12,3785$ Å откуда

$$|f| = \frac{0,0035}{12,382} < 10^{-3}. \text{ Фотография скола пленки приведена на рис. 3.6.}$$

Толщина пленки равна 8,3 мкм, отсюда следует, что $|a-a_0| \times h^{1/2} \leq 0,01 < 0,03$. По фотографии также видно, что пленка имеет ровную свободную от макроповреждений поверхность. На рис. 3.7 показаны спектры обратного рассеяния данной пленки для произвольного (а) и каналированного, [111] (б), направлений. Пленка характеризуется значением параметра $\chi_{\min} = 0,076 < 0,1$. Относительное содержание Fe/Y в пленке составляет 1,7 (на глубине от 0,2 мкм с точностью $\pm 0,15$), а на поверхности Fe/Y = 1,5 (по глубине до 0,1 мкм). Судя по пику углерода, поверхность пленки содержит примеси органического происхождения. Наличие пиков в районе 400-420 каналов говорит о разупорядоченной структуре поверхностного слоя толщиной до 60 Å. Приповерхностный слой обогащен технологическими примесями Pb и Pt, причем концентрация свинца в несколько раз выше чем платины. Относительное содержание свинца составляет Pb/Y = 0,07.

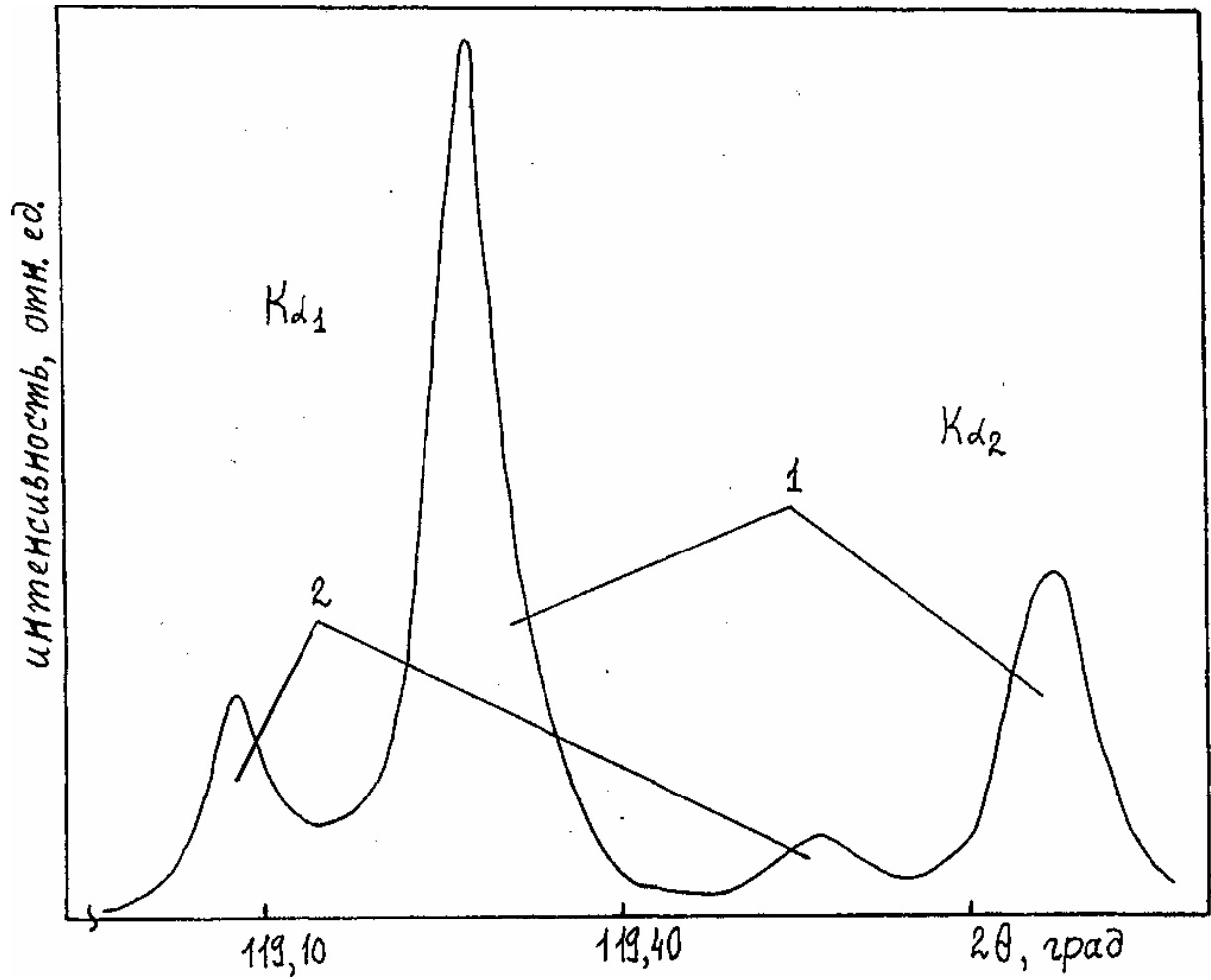


Рис. 3.5. Рентгеновский рефлекс (000) линии CuK_α от пленки ЖИГ (1 – рефлекс от пленки, 2 – рефлекс от подложки).



Рис. 3.6. РЭМ-фото торца пленки ЖИГ.

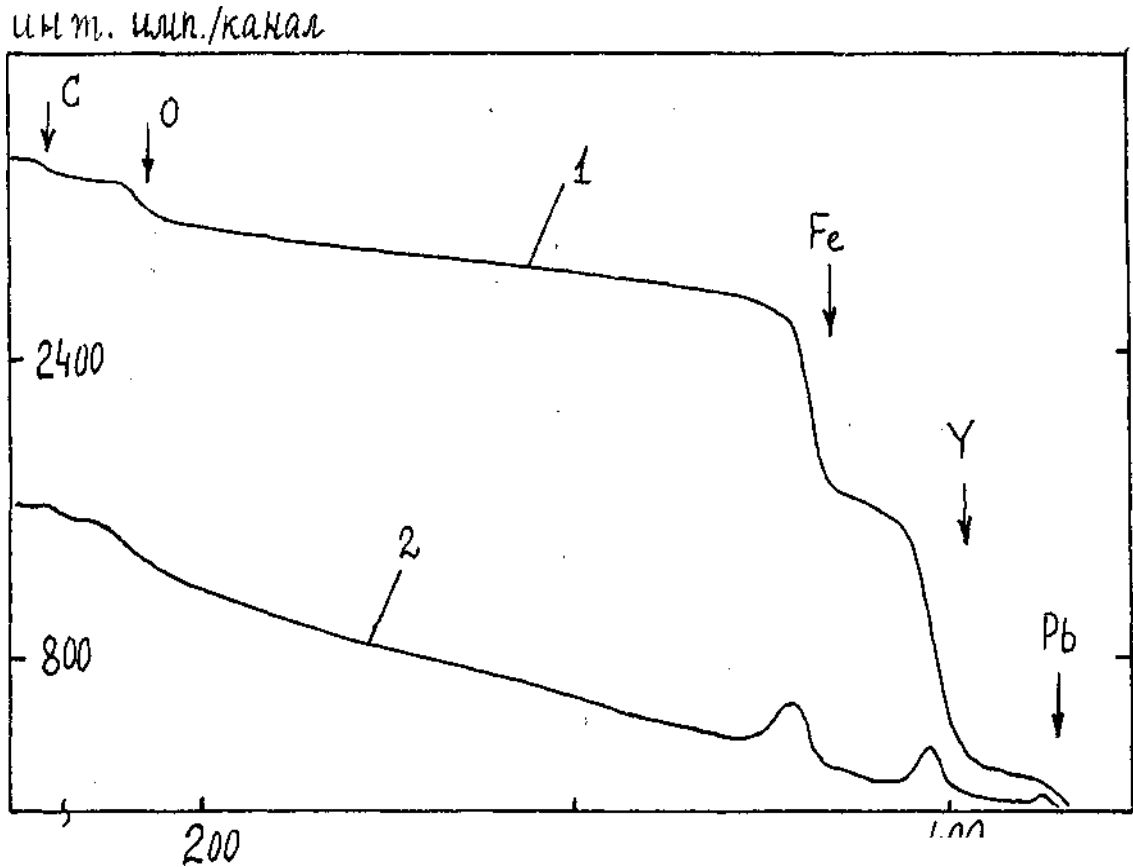


Рис. 3.7. Энергетические спектры обратнорассеянных ионов He^{2+} с начальной энергией 2,3 МэВ в пленке ЖИГ (1 – при неориентированном падении пучка, 2 - при каналировании вдоль кристаллографической оси (111); стрелками обозначены высокоэнергетичные края спектров, соответствующих рассеянию на поверхности на атомах Pb, Y, Fe, O, C).

На большей глубине (более 0,2 мкм) содержание свинца более чем в два раза меньше. Оценить концентрацию примесей Pb не позволяет точность измерений. Распределение Fe, Y и O по толщине данной ЖИГ-пленки, полученное микронзондовым анализом, показано на рис. 3.8. Здесь также наблюдается, при относительно равномерном распределении элементов по толщине пленки, неоднородности в приповерхностном слое толщиной до 0,15 мкм и переходном слое пленка-подложка толщиной до 1 мкм. Приповерхностный слой, как и согласно спектров обратного рассеяния, обогащен по сравнению с объемом железом. Существенно уменьшение содержания кислорода в приповерхностном слое относительно его объемной концентрации. Средний состав пленки определяется формулой $Y_{2,99} Pb_{0,01} Fe_5 O_{12}$. Более точно изменения в относительном содержании элементов в слое толщиной до 0,2 мкм может быть определено методом ВИМС. На рис. 3.9 приведено распределение элементов, полученное этим методом. Согласно кривых распределения по глубине имеются существенные вариации в содержании Fe, Y, O и примесей Pb в поверхностном слое толщиной до 0,15 мкм при тенденции к установлению средних значений с увеличением глубины анализируемого слоя. При этом концентрация Fe и Pb убывает, а Y и O – растет.

Наиболее значительные вариации в распределении элементов имеют место в слое толщиной до 100 \AA . Метод РФЭС (спектр показан на рис. 3.10) позволяет установить, что в поверхностном слое толщиной до 50 \AA относительное содержание $Fe/Y = 0,3$, а $O/Y = 3,3$. Поверхность содержит примеси органического происхождения (пик C(1S)). Наличие пиков от Pb и Pt также фиксируется, но т.к. их основные пики попадают в низкоэнергетическую часть спектра и из-за недостаточной чувствительности анализатора накладываются на пики Y, то их анализ связан с большими погрешностями. Форма четко выраженного пика Fe для линии $2p_{3/2}$ (рис. 3.11) позволяет сделать вывод [71], что, наряду с железом

инт., отн. ед.

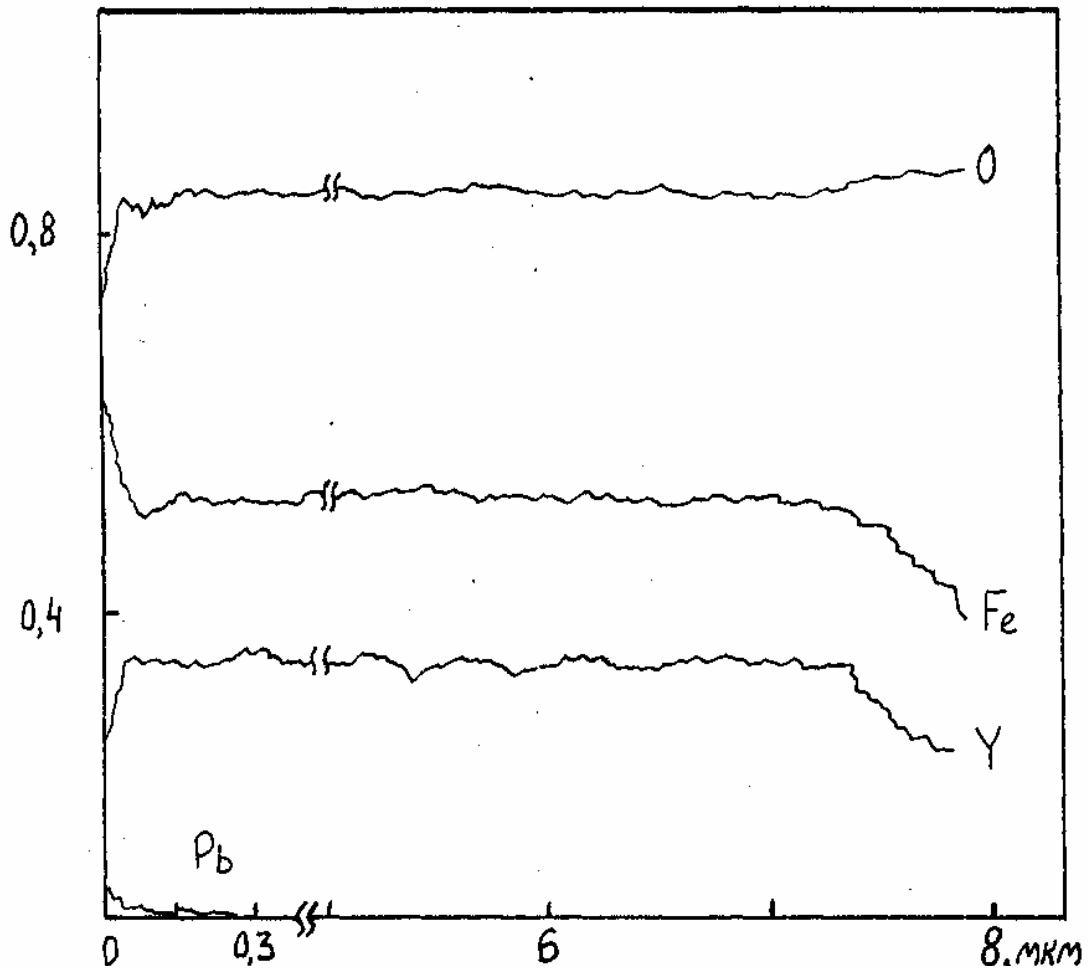


Рис. 3.8. Распределение элементов по толщине пленки ЖИГ (результат электронно-зондового микроанализа).

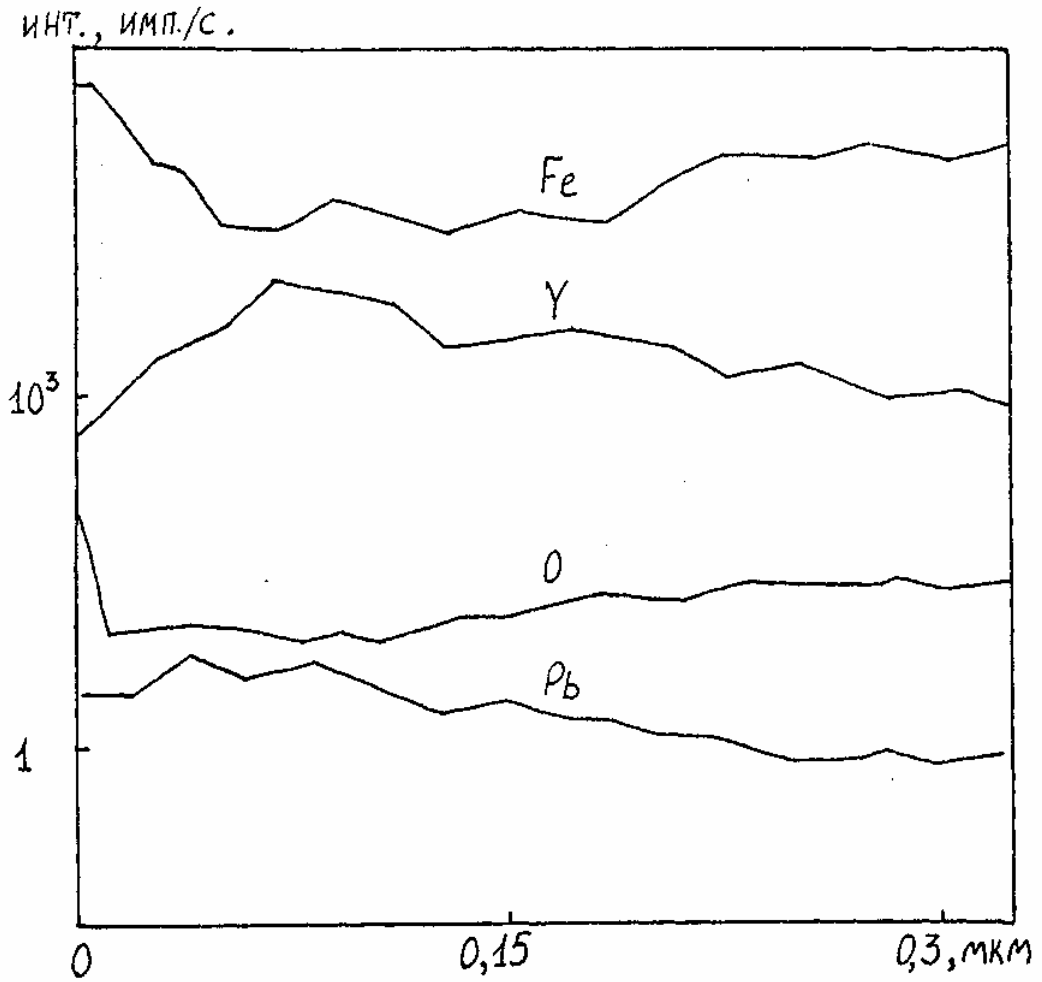


Рис. 3.9. Относительное распределение по толщине элементов в пленке ЖИГ (результат ВИМС анализа).

в валентном состоянии Fe^{3+} (энергия связи $E_{\text{св.}} = 711$ эВ), присутствует железо в металлическом состоянии Fe^0 (энергия связи $E_{\text{св.}} = 707$ эВ) и Fe^{2+} (энергия связи $E_{\text{св.}} = 710,5$ эВ) в сопоставимых концентрациях. В объеме пленки, согласно мессбауэровского спектра (рис. 3.12) железо, судя по изомерному сдвигу относительно Fe_2O_3 , находится в валентном состоянии $3 \pm \delta$, где $\delta < 0,2$ /79/.

По приведенной схеме был проведен анализ эпитаксиальных пленок толщиной менее 10 мкм состава $\text{Y}_{2,8}\text{Pb}_{0,2}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ с постоянной $a = 12,382$ Å и $\text{Y}_{3-x}\text{La}_x\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ ($a = 12,379$ Å) который в целом подтвердил выявленные особенности слоистого строения. В лантан-содержащих пленках толщина неоднородного поверхностного слоя составляла около 0,23 мкм. Содержание лантана в нем было в четыре-пять раз меньше объемного.

Выявленные общие закономерности особенностей структурного строения и распределения примесей позволили сделать следующие выводы. Структурносовершенные пленки $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ выращенные методом жидкофазной эпитаксии, содержат неоднородные слои пленка-поверхность и пленка-подложка. При общей толщине пленки менее 10 мкм толщина первого слоя не превышает 0,15 мкм, а второго – 1 мкм. Поверхностный слой имеет сложное строение. Поверхность пленки и прилегающий к ней слой толщиной до 60 Å структурнонесовершенны, имеют большое количество примесей органического и технологического происхождения, характеризуются наличием катионов железа с отличной валентностью от трех, с концентрацией на уровне катионов Fe^{3+} .

На глубине от 60 Å и до 1500 Å слой пленка-поверхность имеет кубическую структуру, характерную для пленки в целом, но обогащен по сравнению с объемным составом более чем в два раза примесями свинца и платины, которые находятся в основном в узлах кристаллической решетки. В целом этот слой характеризуется также избытком железа и недостатком кислорода, причем при приближении к поверхности дефицит кислорода

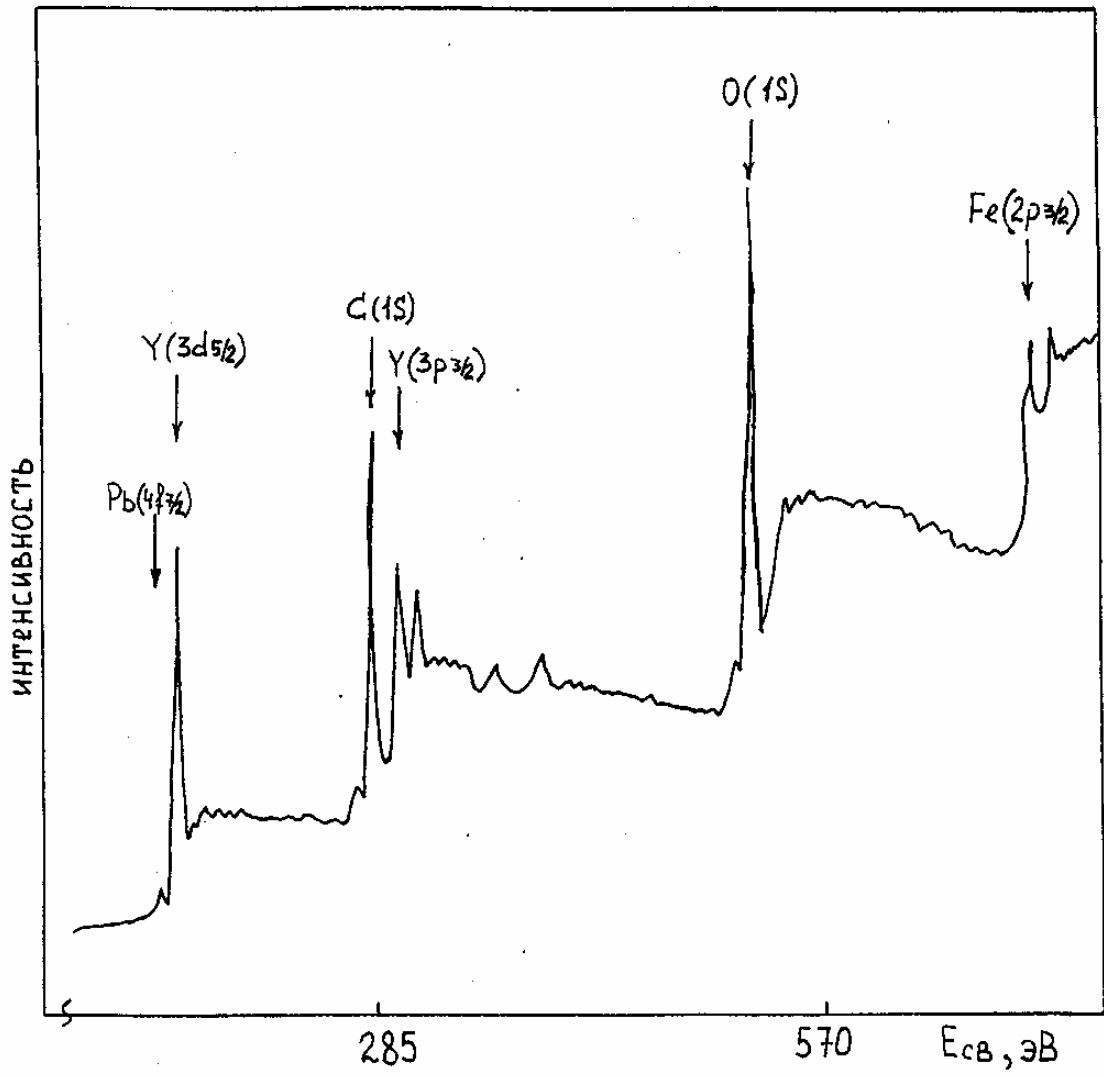


Рис. 3.10. Рентгеновский фотоэлектронный спектр для пленки ЖИГ.

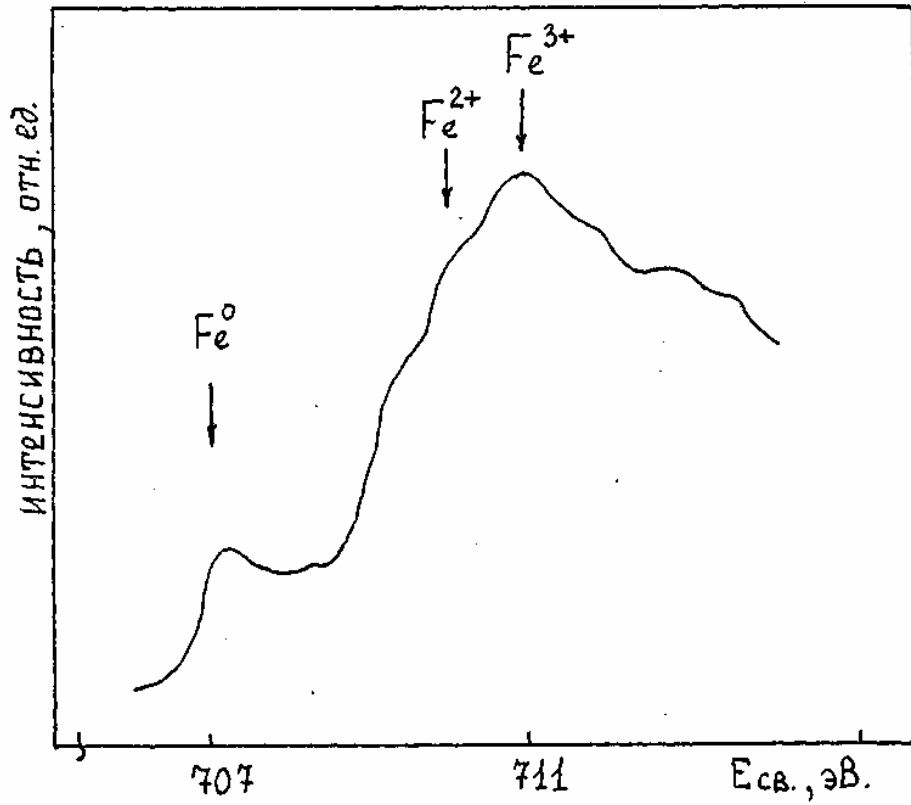


Рис. 3.11. Рентгеновский фотоэлектронный спектр для пленки ЖИГ, линия Fe ($2p_{3/2}$).

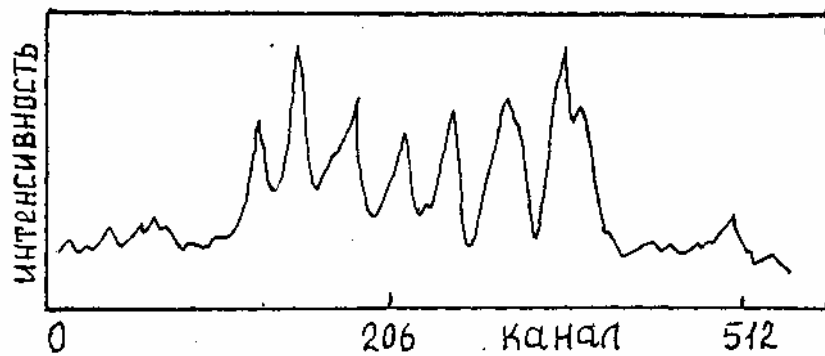


Рис. 3.12. Мессбауэровский спектр пленки ЖИГ.

возрастает, а избыток железа резко уменьшается, переходя в недостаток непосредственно на поверхности.

Выводы.

1. Проведено математическое моделирование методом Монте-Карло процесса взаимодействия ионов $^{16}\text{O}^+$ имеющих энергию от 0,5 до 10 кэВ, с мишенью $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$. Результаты такого моделирования позволяют оценить глубину проникновения бомбардирующих ионов в мишень, толщину структурнонарушенного облучением слоя, количество возникших точечных дефектов, величину потерь энергии на упругие и неупругие взаимодействия при торможении.
2. На основании анализа литературных данных и результатов численного моделирования осуществлен выбор экспериментальных методов анализа структура и состава тонких пленок, позволяющих определять исходное состояние образцов и изменения, вызываемые ионно-лучевым облучением. Показано, что адекватный анализ структуры и состава МПФГ позволяет проводить последовательное применение рентгеноструктурного анализа, обратного резерфордского рассеяния в сочетании с каналированием, сканирующего электронно-зондового анализа, вторичной ион-массовой спектроскопии, рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии и мессбауэровской спектроскопии.
3. Установлено, что пленки ЖИГ, выраженные методом жидкофазной эпитаксии, содержат поверхностный структурноразупорядоченный слой толщиной до 60 Å, обогащенный примесями органического происхождения и содержащий железо в трех- и нетрехвалентном состоянии в

сопоставимых концентрациях. К этому слою примыкает слой толщиной до 0,15 мкм, имеющий кристаллическую структуру граната, но в котором концентрация технологических примесей свинца и платины в два–четыре раза превышает объемную при толщине пленок менее 10 мкм.

Глава IV. ИЗМЕНЕНИЯ В СТРУКТУРЕ И СОСТАВЕ ФЕРРИТ-ГРАНАТОВЫХ ПЛЕНОК ПОСЛЕ ИОННО-ЛУЧЬВОГО ОБЛУЧЕНИЯ КИСЛОРОДОМ

4.1. Структурные изменения в пленках железо-иттриевых гранатов в зависимости от параметров ионного облучения.

Анализ изменений в состоянии кристаллической структуры пленок ЖИГ (причем одновременно на поверхности и на глубине от нее до нескольких микрометров), в зависимости от величины дозы и энергии облучения проводился методом ОРР в сочетании с каналированием вдоль направления [111] /53, 82, 83/.

На рис. 4.1 показано изменение в результате облучения величины поверхностной концентрации смещенных из узлов кристаллической решетки атомов иттрия n с ростом энергии ионов кислорода с энергией E для различных доз облучения D . Исходная пленка характеризуется величиной $n_0 = 5,1 \times 10^{15}$ ат/см², указывающей на наличие на поверхности тонкого структурнонарушенного слоя ростовой природы. Согласно рисунку величина n мало возрастает с увеличением дозы от $D > 10^{18}$ ион/см² и уже практически не зависит от дозы облучения при $D > 10^{19}$ ион/см². С ростом энергии до $E = 2$ кэВ величина $n \leq 10^{16}$ ат/см² и менее чем в два раза превышает исходное значение, но при дальнейшем увеличении энергии E испытывает резкий рост и при $E > 6$ кэВ n почти на порядок превышает величину исходного значения. Рост поверхностной концентрации смещенных атомов иттрия свидетельствует о формировании на поверхности при облучении нарушенного слоя.

Для оценки толщины нарушенного слоя l , образующегося на поверхности при облучении можно принять, что $l = n/N$, где N – объемная концентрация атомов иттрия в $Y_3Fe_5O_{12}$ изменяющаяся в процессе

облучения. Тогда l пропорциональна n и отсюда вытекает, согласно рис. 4.1, что облучение ионами кислорода с энергией менее 2 кэВ, независимо от дозы облучения при $D > 10^{18}$ ион/см² формирует поверхностный структурнонарушенный слой с толщиной, соответствующей примерно толщине исходного, $l < 100$ Å. Дальнейшее увеличение энергии ионов к более существенному росту толщины нарушенного слоя. Его толщина при $E = 6$ кэВ уже более чем в пять раз превышает толщину исходного и составляет до 350 Å. Таким образом, с точки зрения появления структурных нарушений при облучении ионами с энергией $E \leq 2$ кэВ, последние незначительны в сравнении с исходными нарушениями структуры, обусловленными спецификой стадии роста.

Оценить влияние облучения на состояние кристаллической структуры пленки на глубине, превосходящей толщину поверхностного облученного слоя, позволяет изменение величины минимального выхода χ_{\min} каналированных вдоль направления [111] в пленке ионов H^+ с энергией 2,3 МэВ. На рис. 4.2 приведены зависимости χ_{\min} от глубины для исходного и облученных до дозы $D = 10^{19}$ ион/см² с различными энергиями ионов образцов. На зависимостях имеются два пика, которые формируют смещенные из узлов кристаллической решетки атомы железа и иттрия в поверхностном слое. Увеличение их площади с ростом энергии облучения свидетельствует об увеличении толщины облученного слоя. Однако на глубине, превышающей толщину поверхностного слоя, значениями χ образца, облученного ионами с энергией $E = 2$ кэВ меньше, чем у исходного и могут быть измерены на большей глубине. Для образца, облученного ионами с энергией $E = 6$ кэВ, наблюдается на глубине противоположная зависимость. Это говорит о повышении степени совершенства кристаллической структуры за поверхностным слоем в первом режиме облучения и об ее ухудшении во втором. Совершенствование структуры пленки вдали от поверхности при

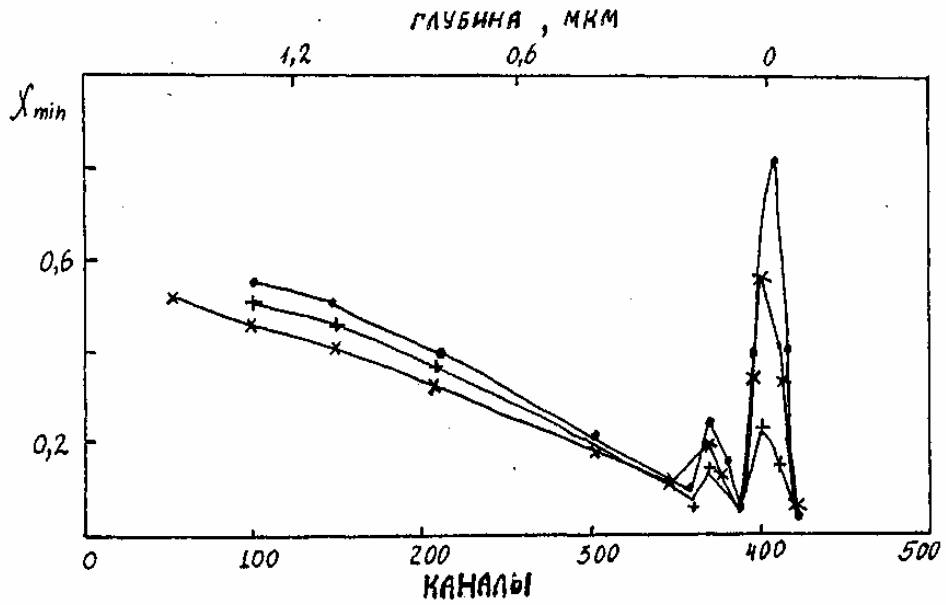


Рис. 4.2. Изменение минимального выхода обратно рассеянных ионов He^+ (2,3 МэВ) при каналировании вдоль кристаллографической оси 111 в облученной пленке ЖИГ (обозначено: +++ – для исходного образца, xxx – облучение ионами кислорода с энергией $E = 2$ кэВ и дозой $D = 10^{19}$ ион/см², ··· - $E = 6$ кэВ, $D = 10^{19}$ ион/см²).

облучении ионами кислорода с энергией менее 2 кэВ подтверждают зависимости параметра χ_{\min} от энергии ионов. Их характерное поведение на глубине 1,2 мкм для пленки ЖИГ с исходным значением $\chi_{\min}^0 = 0,44$ показано на рис. 4.3. Согласно кривым облучение до дозы $D = 5 \times 10^{18}$ ион/см², независимо от энергии ионов, не приводит к изменениям в структуре на глубине. Для доз $D = 5 \times 10^{18} \dots 3 \times 10^{19}$ ион/см², в диапазоне энергий от 0,5 до 4 кэВ, наблюдается повышение степени совершенства структуры, т.к. соответствующие им значения $\chi_{\min} < 0,44$. После набора дозы $D \approx 3 \times 10^{19}$ ион/см² процесс совершенствования структуры прекращается. Облучение ионами с энергиями $E > 4$ кэВ и дозами $D > 5 \times 10^{18}$ ион/см² не вызывает улучшения состояния структуры на глубине, потому что приводит к увеличению значения параметра χ_{\min} превышающего исходное $\chi_{\min}^0 = 0,44$. Облучение с энергией $E \leq 40,5$ кэВ, независимо от дозы, не оказывает влияние на состояние структуры вдали от поверхности.

Суммируя представленные экспериментальные результаты, можно сделать вывод, что облучением ионами кислорода дозами от 5×10^{18} ион/см² до 5×10^{19} ион/см² и энергиями от 0,5 кэВ до 2 кэВ достигаются две цели. Первая - толщина структурнонарушенного слоя, образующегося при облучении, сравнима с толщиной поверхностного разупорядоченного слоя, характерного для исходных пленок. Вторая - повышается степень совершенства кристаллической структуры пленок на глубине от поверхности, значительно превосходящей толщину поверхностного облученного слоя. Облучение ионами с меньшими и большими энергиями не приводит к улучшению кристаллической структуры вдали от поверхности. Облучение ионами с энергиями более 4 кэВ приводит к существенным нарушениям на поверхности. Следовательно, вышеуказанные значения параметров пучка являются оптимальными для эффективного воздействия на кристаллическую структуру пленок железо-иттриевых гранатов

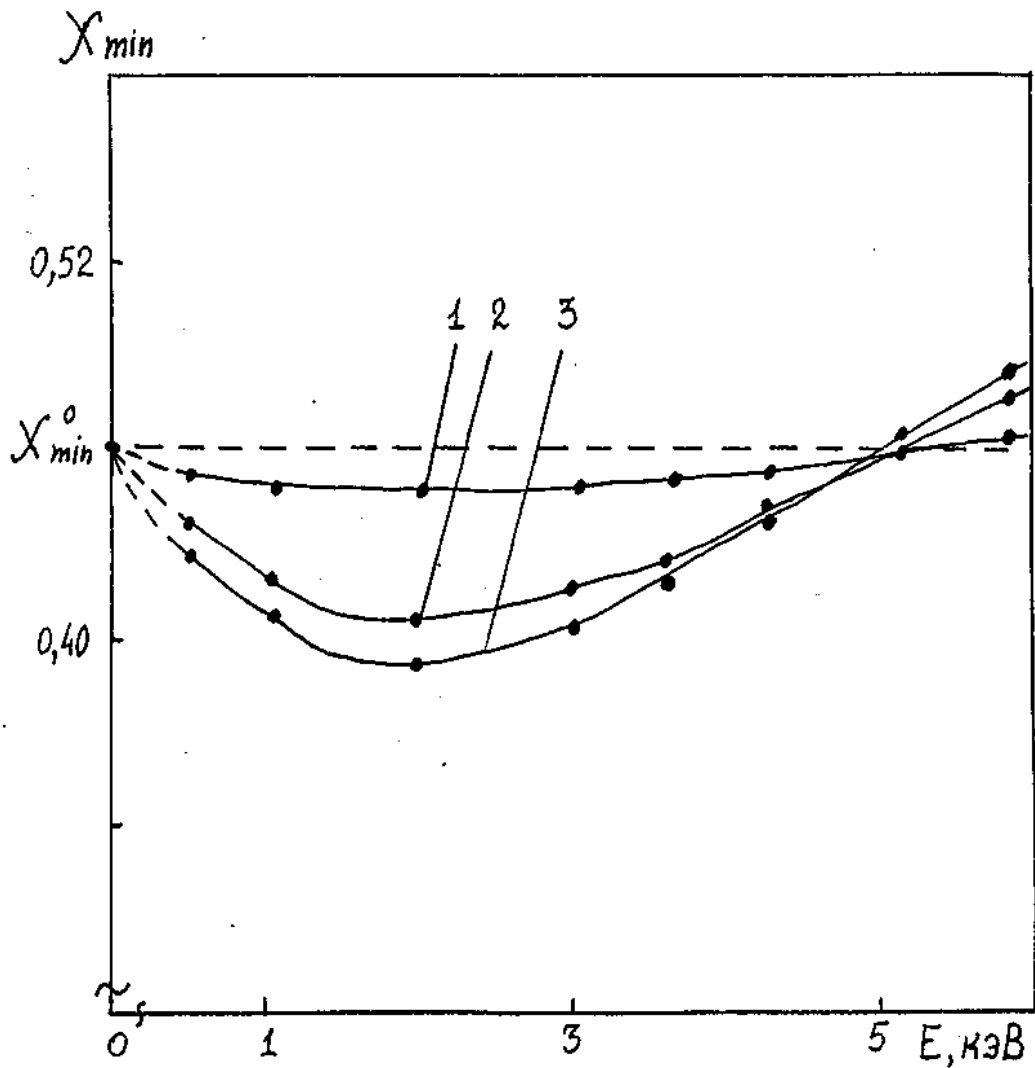


Рис. 4.3. Зависимости от энергии ионов кислорода величины минимального выхода обратно рассеянных ионов He^+ (2,3 МэВ) с глубины 1,2 мкм облученной плёнки ЖИГ ($\chi_{\min}^0 = 0,44$ – значение для исходного образца, 1 – доза облучения $D = 5 \times 10^{18}$ ион/см², 2 – $D = 10^{19}$ ион/см², 3 – $D = 5 \times 10^{19}$ ион/см²).

4.2. Распыление поверхности пленок $Y_3Fe_5O_{12}$ при ионно-лучевом облучении кислородом.

Распыление ионами кислорода поверхности сложных металлоксидов, в том числе пленок ЖИГ, является малоисследованной задачей. Трудности обусловлены одновременным протеканием при распылении процессов адсорбции кислорода на поверхности и внедрения ионов кислорода в мишень, изменяющих химический состав последней и вступающих в химические реакции с атомами мишени /15, 18/. Эти процессы сложным образом связаны с дефектообразованием в мишени при облучении, зависят от исходного состояния поверхности и прилегающего к ней приповерхностного слоя. Во время облучения указанные процессы могут изменять свой характер /84/.

Для оценки роли процессов адсорбции при облучении воспользуемся выражением из молекулярно-кинетической теории для плотности падающего потока кислорода на поверхность /80, 81/.

$$Fa = 2,63 + 10^{24} p (MT_a)^{-1/2} f \quad (4.1)$$

где p – давление кислорода в рабочем объеме вакуумной камеры, M – молекулярный вес, T_a – температура, f – коэффициент адсорбции на поверхности. В рассматриваемых условиях $P \leq 3 \times 10^{-2}$ Па, $M = 32$, $T_a = 300$ К. Отсюда $Fa \leq 10^{21} \times f$ ($m^{-2} \times c^{-1}$).

Значение f может изменяться в широких пределах, от 1 до 10^{-3} , значительно убывая с ростом температуры поверхности пленки T и зависит от микрорельефа поверхности /81/. Для определения T достаточно воспользоваться двумя предельными случаями – идеального теплоотвода со стороны подложки и лучистого теплообмена /85, 86/. В первом случае имеем

$$T_1 = 2Edx^{-1}(a/t)^{1/2} + T_0 \quad (2.2)$$

Воспользуемся значениями для $Y_3Fe_5O_{12}$ коэффициентов теплопроводности $a = 0,02 \text{ см}^2/\text{с}$ и температуропроводности $x = 5 \times 10^{-2} \text{ Вт/К} \times \text{см}$ /87/ и примем $T_0 = 300 \text{ К}$ за начальную температуру поверхности. Характерные значения параметров облучения определяются значением дозы $D \leq 5 \times 10^{19} \text{ ион/см}^2$ и энергии ионов $E \leq 2 \text{ кэВ}$. Из (4.2) следует, что $T_1 \leq 450 \text{ К}$.

В случае лучистого теплообмена величина T_2 определяется выражением

$$T_2 \approx (ED/2\varepsilon\sigma t)^{1/2}, \quad (2.3)$$

где $\varepsilon < 1$ – излучательная способность $Y_3Fe_5O_{12}$,

$\sigma = 5,67 \times 10^{-12} \text{ Вт.см}^{-2} \cdot \text{К}^{-4}$ - постоянная Стефана-Больцмана. Согласно (4.3) значение T_2 может достигать 10^3 К . Реальная температура T должна составлять $T_1 < T < T_2$.

Итак, считаем при облучении $T \approx 500 \dots 600 \text{ К}$. Поэтому можно принять /80/, что коэффициент адсорбции $f \approx 10^{-2}$. Тогда поток кислорода определяется согласно (4.1) величиной $F_a < 10^{19} \text{ м}^{-2} \times \text{с}^{-1}$.

Плотность потока ионов кислорода, падающего на поверхность составляет $F_i = D/t$, поэтому $F_i > 10^{19} \text{ м}^{-2} \times \text{с}^{-1}$ – для $D \approx 10^{19} \text{ ион/см}^2$ и $t \geq 10^4 \text{ с}$. Следовательно, $F_i \gg F_a$ и это позволяет считать, что процессы адсорбции незначительно влияют на состояние поверхности по сравнению с процессами, инициируемыми ионным облучением.

Распыление поверхности при облучении характеризуется скоростью V_p . Ее величина может определяться по изменению толщины пленки до и после облучения, измеряемой при помощи растрового электронного

микроскопа. Графики зависимости V_p от режимов распыления для плотности тока пучка $j = 0,6 \text{ мА/см}^2$ представлены на рис. 4.4. Кривые имеют начальные нелинейные участки. После набора дозы $D \approx 2 \times 10^{19}$ ион/см² наблюдается достижение постоянных значений V_p . Нелинейная зависимость обусловлена одновременным протеканием процессов распыления поверхности и образования поверхностного облученного слоя измененного состава. Постоянное значение V_p свидетельствует о достижении стационарных условий распыления. Распыление практически отсутствует при энергии ионов $E \leq 0,3 \text{ кэВ}$, быстро растет с ростом E до 2 кэВ, далее изменяется незначительно. При этом для ионов с $E = 0,5 \text{ кэВ}$ $V_p = 0,9 \text{ нм/мин.}$, с $E = 0,5 \text{ кэВ}$ $V_p = 2,4 \text{ нм/мин.}$, с $E = 2 \text{ кэВ}$ $V_p = 3,6 \text{ нм/мин.}$, с $E = 4 \text{ кэВ}$ $V_p = 3,8 \text{ нм/мин.}$

Результаты численного моделирования и спектроскопии ОРР позволяют следующим образом объяснить зависимость скорости распыления V_p от энергии E облучения. Когда $E \leq 2 \text{ кэВ}$ длина пробега ионов в глубь мишени R_p сравнима с толщиной слоя из которого вылетают распыленные атомы, т.к. его величина не более 20 \AA /17/, а $R_p \leq 60 \text{ \AA}$. Поэтому распыление протекает интенсивно, из-за выделения всей начальной энергии иона в этом слое. Однако в каскаде столкновений ионов с $E < 0,5 \text{ кэВ}$ с атомами мишени существенную роль играют упругие потери энергии, не приводящие к распылению, /19/ и оно незначительно или отсутствует. Увеличение E до значений более 2 кэВ сопровождается значительным ростом R_p , что затрудняет выход смещенных атомов, особенно в конце каскада столкновений, на поверхность и поэтому не вызывает заметного увеличения V_p . Действительно, согласно рис. 3.4 для ионов с начальной энергией от 2 кэВ до 4 кэВ рост энергией сопровождается примерно таким же снижением величины упругих потерь, поэтому величина V_p , как следует из теории Зигмунда /19/, остается почти постоянной.

4.3. Изменение элементного состава поверхности $Y_3Fe_5O_{12}$ при облучении кислородом.

Изменения в элементном составе поверхностного слоя происходят в результате процессов внедрения ионов кислорода в мишень, действия эффекта преимущественного распыления легких элементов мишени и постепенного распыления слоя, обогащенного технологическими примесями.

Толщина слоя ростового происхождения в исходных пленках ЖИГ составляет, установлено ранее, менее 0,15 мкм. При облучении ионами кислорода с плотностью тока пучка $j = 0,6 \text{ мА/см}^2$ и энергией $E = 0,6 \text{ кэВ}$ средняя скорость распыления может быть принята равной 2,5 нм/мин. Следовательно, указанный слой удаляется распылением в течение 60 мин., а соответствующая доза облучения при этом составляет $D \approx 10^{19} \text{ ион/см}^2$. Это подтверждают электронно-зондовые измерения распределения элементов по толщине. На рис. 4.5 приведены результаты для пленки ЖИГ, облученной до $D = 2 \times 10^{19} \text{ ион/см}^2$ с энергией ионов $E = 0,6 \text{ кэВ}$. В распределении элементов отсутствуют начальные нелинейные участки, которые были характерны для исходного состояния (рис. 3.8) и соответствовали поверхностному слою ростовой природы, а в остальном картина остается неизменной. Таким образом, после облучения уменьшается неоднородность в распределении элементов по толщине пленки. Однако чувствительность микронного анализа составляет более нескольких сотен ангстрем, поэтому изменения в более тонком поверхностном слое следует анализировать методами ВИМС, ОРР и РФЭС.

Величина потока ионов кислорода F_i в пучке составляет $F_i = D/t \geq 10^{19} \text{ м}^{-2} \times \text{с}^{-1}$. Величину потока распыленных атомов мишени F_a можно грубо оценить из соотношения $F_a \sim N/V_p$,

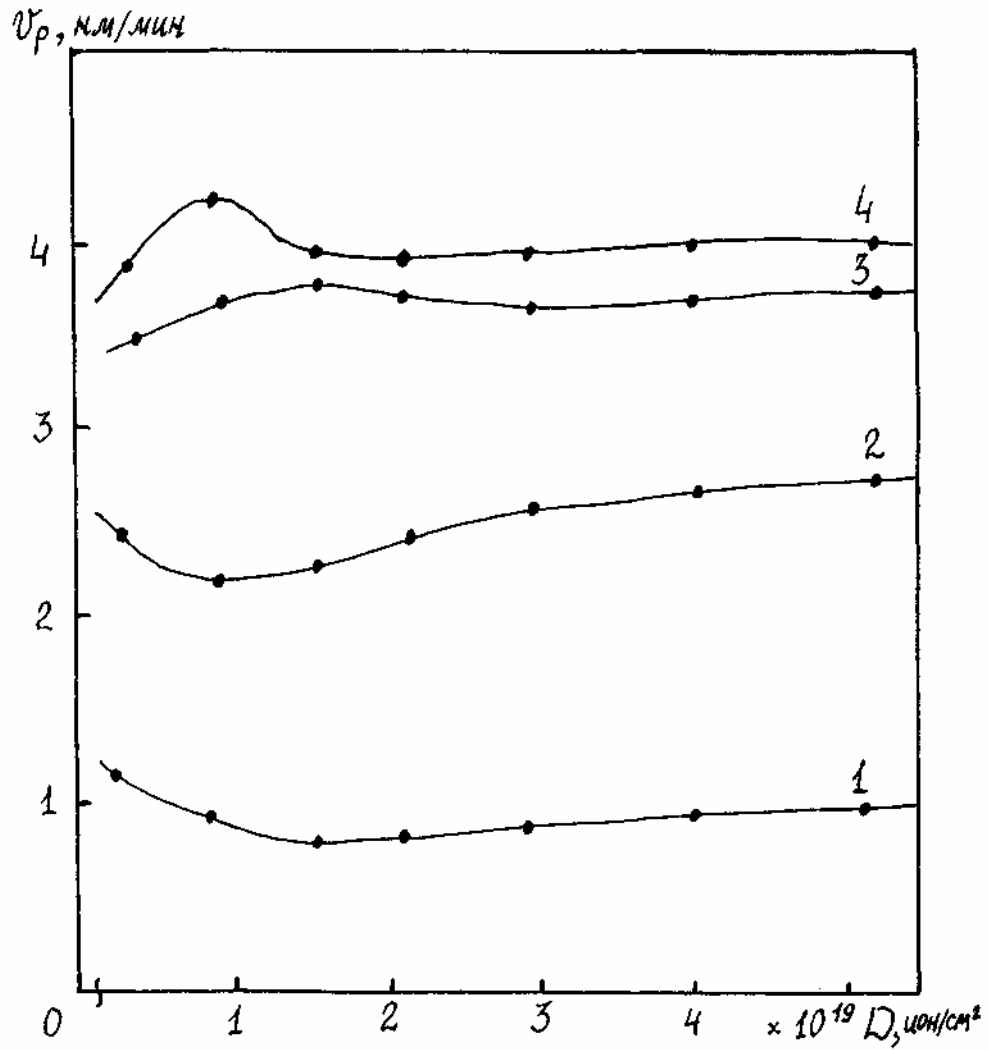


Рис. 4.4. Зависимость скорости распыления ионами кислорода пленок ЖИГ от дозы облучения (1 – энергия ионов $E = 0,3$ кэВ, 2 – $E = 0,5$ кэВ, 3 – $E = 2$ кэВ, 4 – $E = 4$ кэВ).

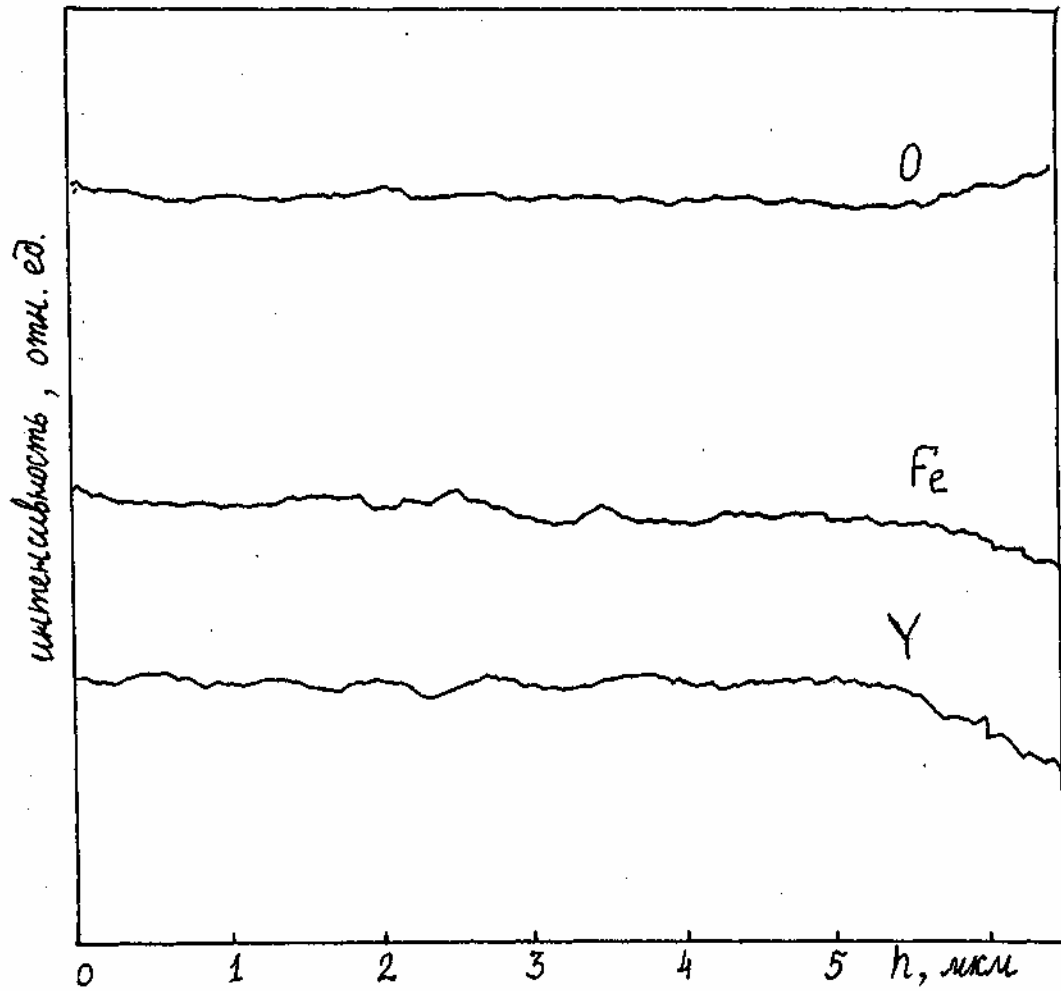
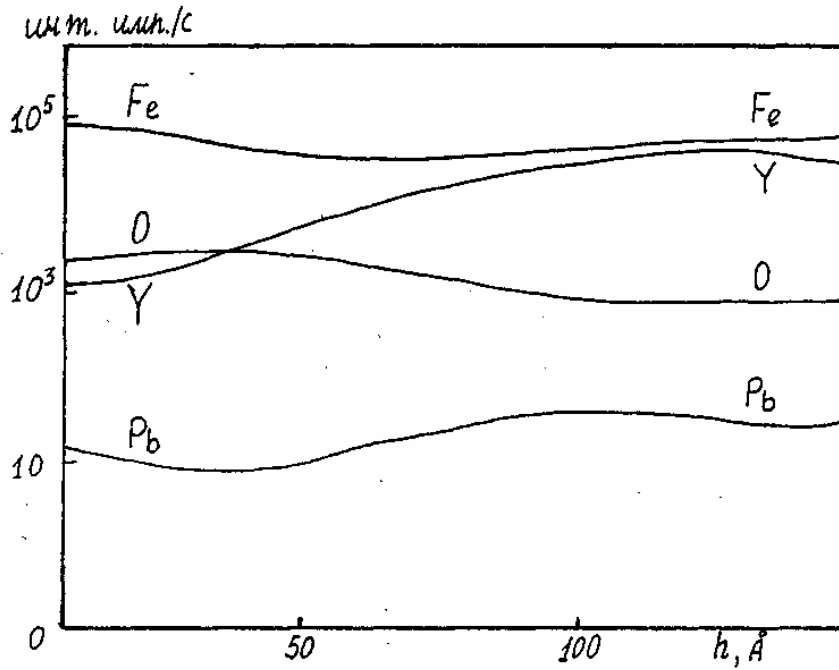


Рис. 4.5. Распределение элементов по толщине облученной пленки $Y_3Fe_5O_{12}$ (результаты электронно-зондового микроанализа, энергия ионов кислорода $E = 0,6$ кэВ, доза облучения $D = 2 \times 10^{19}$ ион/см², толщина пленки 6 мкм).

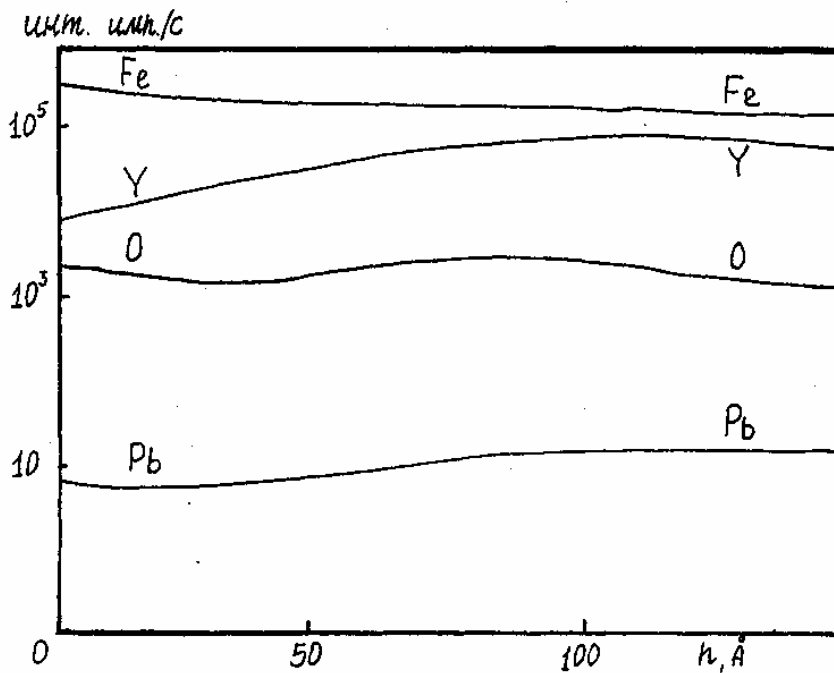
где N – объемная концентрация атомов, V_p – скорость распыления. Получаем $F_a < 10^{19} \text{ м}^{-2}\cdot\text{с}^{-1}$ и $F_i \gg F_a$. Однако распыление происходит, когда $F_a > F_i$. Поэтому должны наблюдаться процессы внедрения ионов кислорода и их накопления в мишени, а также изменения объемной концентрации атомов в поверхностном слое относительно ее величины в объеме.

Относительные изменения в содержании элементов, вызванные облучением, показывают результаты анализа методом ВИМС (рис.4.6). Сравнивая с кривыми ВИМС исходной пленки ЖИГ (рис. 3.9) видим, что наиболее существенное влияние облучения с энергией ионов $E = 0,6 \text{ кэВ}$ оказывает на содержание элементов Y , Fe , O и примесей Pb в поверхностном слое толщиной до 100 \AA . На это указывают существенные вариации относительного содержания элементов на кривых распределения элементов после набора дозы $D = 1,2 \times 10^{19} \text{ ион/см}^2$ (рис. 3.9 а) и дозы $D = 2,4 \times 10^{19} \text{ ион/см}^2$ (рис. 3.9 б). При наборе дозы $D > 2 \times 10^{19} \text{ ион/см}^2$ распределение элементов по толщине принимает законченный вид, т.е. соответствует завершению процесса формирования состава облученного слоя на поверхности.

Толщина облученного слоя из рис. 3.9 б составляет около 80 \AA , т.е. в два раза превышает соответствующую максимальную величину пробега ионов в глубь мишени $R_p + \Delta R_p = 33 \text{ \AA}$ (см. рис. 3.2). Это можно объяснить тем, что при рассматриваемых больших дозах облучения ионы кислорода, сталкиваясь с ионами кислорода, ранее внедрившиеся в мишень, способствуют продвижению последних на большую глубину. Облученный слой обогащен почти в два раза по сравнению с объемом содержания кислорода в результате внедрения ионов кислорода. Соответственное обогащение облученного слоя железом в среднем почти в полтора раза и его



с. 4.6 а.



с. 4.6 б.

с. 4.6. Анализ элементного состава облученной поверхности пленки ЖИГ (а - энергия ионов кислорода $E=0,6$ кэВ, $D = 1,2 \cdot 10^{19}$ ион/см², б - $D = 2,4 \cdot 10^{19}$ ион/см

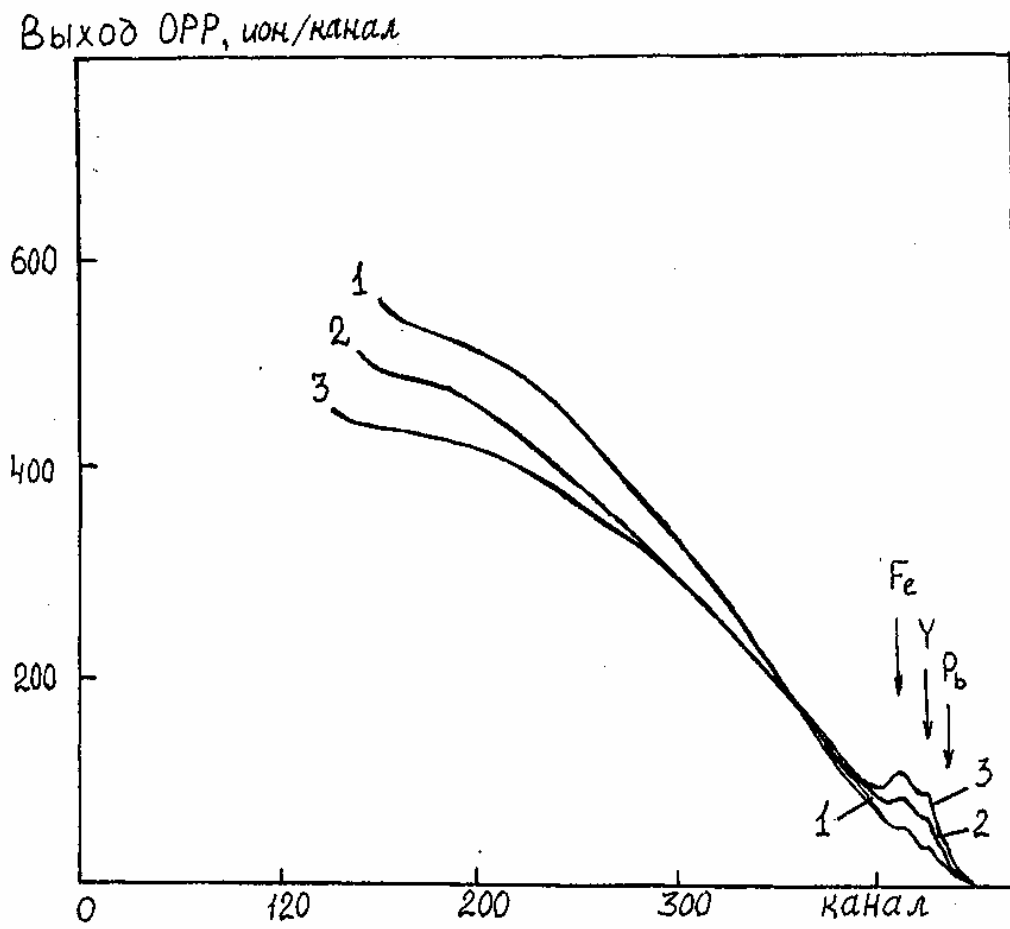


Рис. 4.7. Энергетические спектры каналированных протонов (600 кэВ), рассеянных облученной пленкой ЖИГ (1 – для исходного образца, 2 – после облучения ионами кислорода с энергией $E = 0,6$ кэВ и дозой $D = 10^{19}$ ион/см² и 3 - $D = 2 \times 10^{19}$ ион/см²).

при облучении.

Для анализа химических связей использовалась наиболее выраженная на спектре линия $\text{Fe}_2\text{P}_{3/2}$ (рис. 4.8). Видно, что по мере увеличения дозы до $D > 10^{19}$ ион/см² происходит подавление пиков, соответствующих энергии связи $E_{\text{св.}} = 707$ эВ и $E_{\text{св.}} = 710,5$ эВ (полученных, соответственно, от атомов железа в металлическом состоянии и катионов железа в двухвалентном состоянии). Наблюдается также значительный рост пика, соответствующий $E_{\text{св.}} = 711$ эВ, полученного от катионов Fe^{3+} . Таким образом, облучение ионами кислорода приводит к изменению степени окисления железа на поверхности по схеме $\text{Fe} \rightarrow \text{FeO} \rightarrow \text{Fe}_2\text{O}_3$. Аналогичные выводы подтверждаются и для иттрия. Следовательно, атомы металлов, входящих в состав МПФГ, после облучения ионами кислорода находятся на поверхности в виде соединений с кислородом.

4.4. Совершенствование структуры пленок ЖИГ по глубине при низкоэнергетическом облучении ионами кислорода.

Наглядным подтверждением совершенствования структуры в объеме пленок ЖИГ при низкоэнергетическом облучении ионами кислородом, установленного методом ОРР, служат протонограммы, приведенные на рис. 4.9. Согласно им картина "теней", отображающая состояние исходной кристаллической решетки (рис. 4.9 а), становится более четкой после облучения ионами кислорода с $E = 0,6$ кэВ и $D = 10^{19}$ ион/см² (рис. 4.9 б). Улучшение четкости и появление дополнительных узлов на картине "теней" наблюдается с ростом дозы вплоть до $D = 4 \times 10^{19}$ ион/см² (рис. 4.9 в), а в дальнейшем остается неизменной. Так как глубина зондирования протонами с энергией 0,6 МэВ составляет до 3 мкм, то полученные протонограммы свидетельствуют о повышении кристаллоструктурного совершенства после облучения на глубинах, значительно превышающих

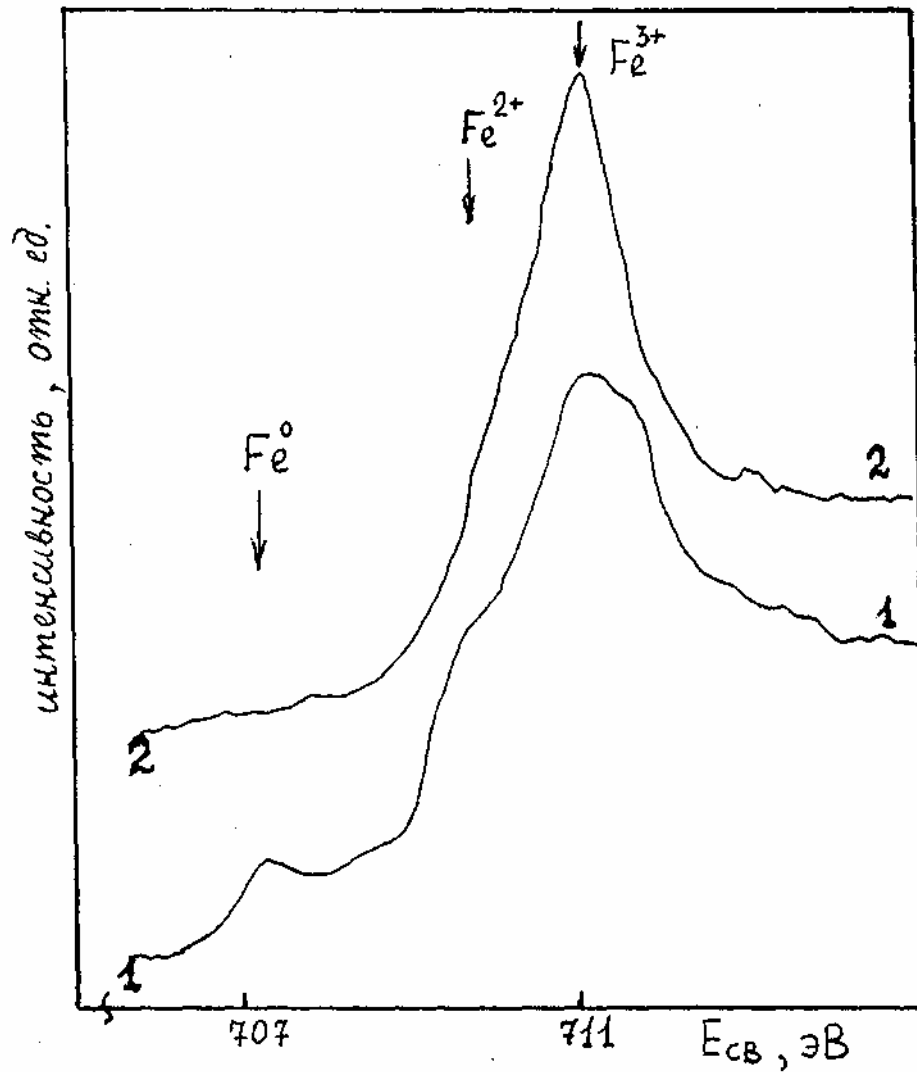


Рис. 4.8. Фотоэлектронный спектр линии Fe ($2p_{3/2}$) облученной пленки ЖИГ (1 - облучение ионами кислорода с энергией $E = 0,6$ кэВ и дозой $D = 10^{19}$ ион/см², 2 - $D = 2 \times 10^{19}$ ион/см²).

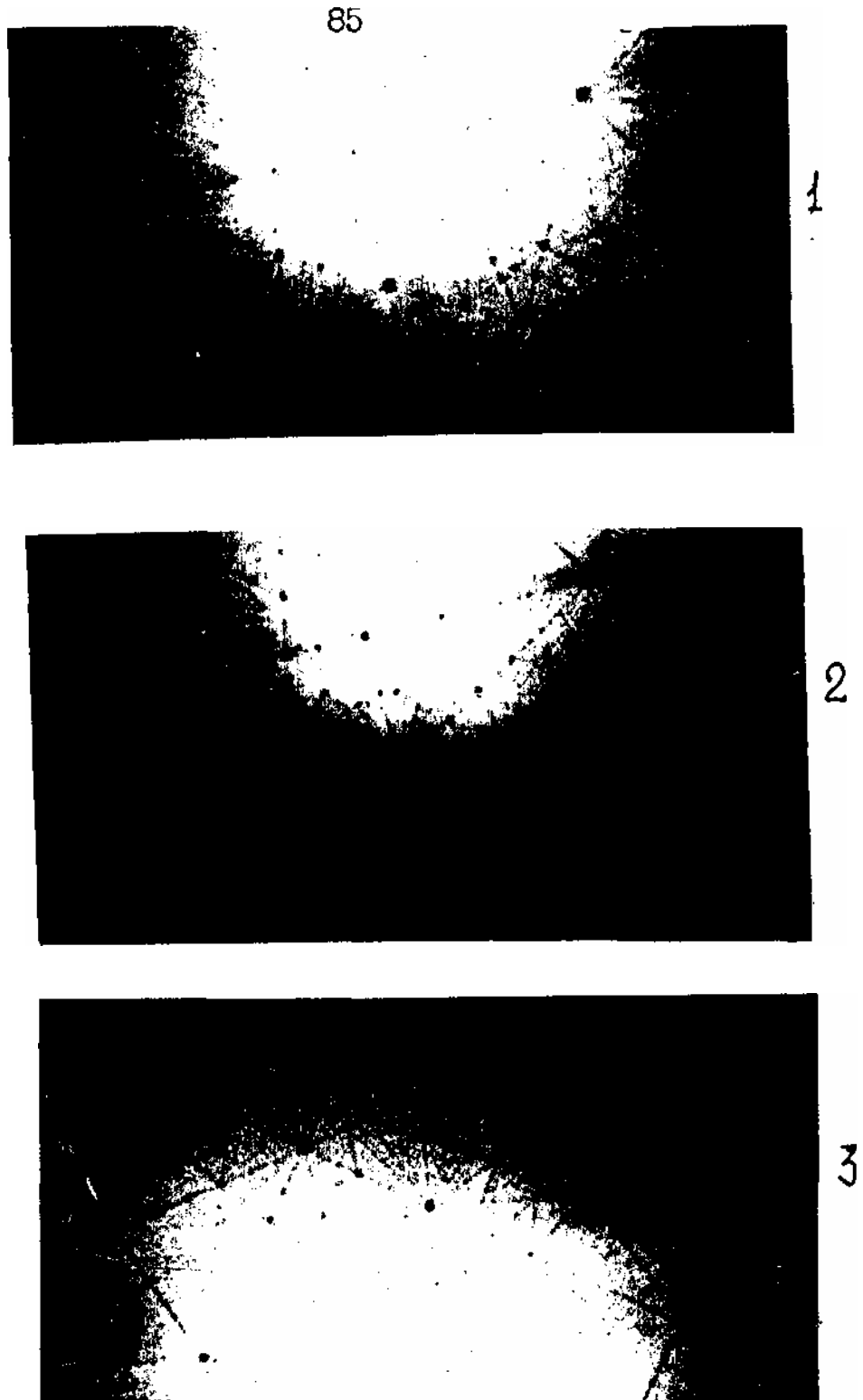


Рис. 4.9. Протонограммы кристаллической структуры облученной пленки ЖИГ (энергия ионов кислорода 0,6 кэВ, 1 – исходная пленка, 2 – доза облучения $D = 10^{19}$ ион/см², 3 – $D = 4 \times 10^{19}$ ион/см²).

длину пробега ионов кислорода в мишени составляющую $R_p \leq 100 \text{ \AA}$ /70/.

Рентгеноструктурный метод, глубина анализа структуры при котором захватывает всю толщину пленки, также позволяет фиксировать факт совершенствования структуры при облучении. На рис. 4.10 показана зависимость полуширины на полувысоте рефлекса (888) излучения $\text{Cu K}\alpha_1$ от дозы облучения ионами кислорода с энергией 1 кэВ. Уменьшение величины полуширины на полувысоте наблюдается с ростом дозы до $D = 3 \times 10^{19}$ ион/см² и далее имеет тенденцию к установлению постоянного значения /79/.

В работе /70/ сообщалось, что при облучении пленки ЖИГ может наблюдаться согласно данным рентгеноструктурного анализа изменение постоянной кристаллической решетки с $12,373 \text{ \AA}$ до $12,370 \text{ \AA}$ при $D \approx 5 \times 10^{18}$ ион/см². Данные элементного анализа, приведенные в предыдущих параграфах, позволяют проинтерпретировать этот результат следующим образом.

Исходная пленка толщиной до 10 мкм содержит поверхностный слой толщиной до 0,15 мкм с менее совершенной структурой и обогащенный примесями свинца по сравнению с остальной частью пленки. Возрастание примесей свинца происходит примерно по линейному закону и их количество на поверхности может в 2...3 раза превосходить их содержание в объеме. В результате ионного распыления при облучении дозой до $D = 10^{19}$ ион/см² этот слой удаляется. Известно, что вхождение катионов свинца в решетку $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ приводит к увеличению ее постоянной. Согласно /6/ вероятность вхождения иона свинца Pb в кристаллическую подрешетку $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ в процессе роста составляет 0,6...1,0 и отношение приращения постоянной решетки к величине замещения $\Delta a/\Delta x$ составляет 18,8 пм/ф.е. Увеличение содержания свинца в поверхностном слое сопровождается локальным увеличением постоянной решетки у поверхности. Распыление указанного слоя может фиксироваться как

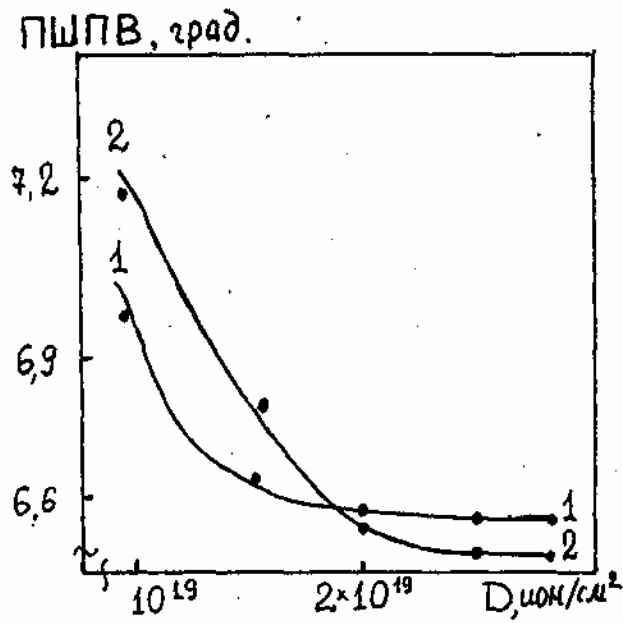


Рис. 4.10. Зависимость полуширины на полувьсоте (ПШПВ) рефлекса (888) линии $\text{Cu K}\alpha_1$ от дозы облучения пленок ЖИГ (энергия ионов кислорода 0,6 кэВ, 1 – для пленки с постоянной решеткой $12,376 \text{ \AA}$, и 2 – $12,380 \text{ \AA}$).

уменьшение параметра решетки в целом на величину до 0,01 Å при общей толщине пленки менее 10 мкм.

Гораздо сложнее объяснить механизм совершенствования структуры в объеме при низкоэнергетическом ионно-лучевом облучении кислородом. Во-первых, это связано с малоизученностью воздействия ионов кислорода на пленки феррит-гранатов. Во-вторых, это связано также с тем, что вопрос о дальном действии ионного облучения на кристаллические структуры находится на начальной стадии изучения в целом, а его теоретическая часть интенсивно дискутируется в литературе /94-96/. Наиболее последовательно разрабатывается в настоящее время механизм дальнего действия на структуру, связанный с генерацией и интерференцией упругих волн бомбардирующими ионами /96, 97/. Приведем ниже его обобщение на рассматриваемую задачу.

Учтем, что в случае низкоэнергетического ионного облучения существенную роль играют соударения ионов с атомами мишени, когда передаваемая энергия составляет величину порядка пороговой энергии смещения. Испытавшие соударения атомы мишени могут быть переведены в состояние с большими амплитудами колебаний вблизи положения равновесия. Возрастание локальной энергии колебаний может интерпретироваться как возрастание локальной температуры, а связанную с этой областью часть каскада столкновений – как образование теплового пика /98/. Давление p_0 , обусловленное тепловым пиком на матрицу, можно оценить из соотношения /99/:

$$p_0 \approx \Gamma c_{v\Delta} T \approx \Gamma E_n / \pi r^2 L, \quad (4.4)$$

где $\Gamma = 1,5 \div 3$ - постоянная Грюнайзена, C_v – удельная теплоемкость единицы объема, ΔT – разность температур в тепловом пике и матрице, E_n – энергия иона, расходуемая на упругие столкновения, $L = R_p + \Delta R_p$, r -

радиус каскада столкновений. Из результатов численного моделирования следует, что для ионов кислорода с энергией ~ 1 кэВ $E_p \sim 100$ эВ, $R_p + \Delta R_p \approx 50 \text{ \AA}$, $r \leq 10 \text{ \AA}$. Тогда из (4.4) получаем значение давления $p_0 \approx 2 \times 10^8$ Па.

Пусть длительность импульса с амплитудой p_0 составляет τ , где $\tau = 10^{-11} - 10^{-12}$ с, время остывания теплового пика /98/. Тогда без учета диссипации энергии и отражения упругих волн от поверхности амплитуда давления p на расстоянии от поверхности $z \gg R_p$ в акустическом приближении с учетом суперпозиции волн, возбужденных различными ионами, описывается выражением /99/:

$$p = p_0 a (2\pi F_i \tau)^{1/2}, \quad (4.5)$$

где $a = ((R_p + \Delta R_p) r)^{1/2} \times (1 - \exp(-u\tau/r(R_p + \Delta R_p)))^{1/2} \approx 2 \times 10^{-7}$ м, поток ионов $F_i = 10^{19}$ ион/см², $u = 7,2 \times 10^3$ м/с – скорость продольных звуковых волн в $Y_3Fe_5O_{12}$. Оценка (4.5) дает величину $p \leq 10^6$ Па.

При наличии осцилляции упругого напряжения p указанной величины в объеме пленки возможен следующий эффект /97/. Известно, что несовершенства структуры, сформировавшиеся в процессе жидкофазной эпитаксии, окружены дефектно-примесными атмосферами /100/. Пусть квазиравновесная концентрация вакансий равна N_0 . Наложение осциллирующего напряжения p сдвигает равновесие, что приводит к появлению у вакансий дополнительной потенциальной энергии $-p\Delta V$, где ΔV – активационный объем. В фазе отрицательного давления часть вакансий $N_0 p \Delta V / kT$ оказывается избыточной и может стекать на дислокацию. Полное число вакансий, поглощенных дислокацией с длиной l за время облучения t , составляет /99/:

$$N_v \approx \pi N_0 p \Delta V D_v b l t / 2kT\lambda, \quad (4.6)$$

Здесь D_v – коэффициент диффузии вакансий, b – вектор Бюргерса, λ – межатомное расстояние.

Поддержание процесса стока вакансий на структурные дефекты осуществляется за счет оттока из области генерации вакансий – облученного поверхностного слоя. Величина этого потока на глубине z от поверхности в случае низкоэнергетического ионного облучения определяется согласно /101/ выражением

$$Q_v = qF_i t \frac{R_p + \Delta R_p}{l_d} \exp(-z/l_d), \quad (4.7)$$

Здесь q – среднее количество вакансий, генерируемых одним ионом кислорода, l_d – диффузионная длина захвата вакансии на ловушки вне области облученного слоя.

Согласно (4.6) для рассасывания междуузельного кластера дефектов диаметром 1 мкм за время облучения $t = 10^4$ с необходимо иметь $N_0 > 10^{18}$ см⁻³ при $T \approx 200^\circ\text{C}$, $\Delta V \approx 10^{-23}$ см³. Примерно такое же значение требуется для выведения на поверхность пленки дислокации в вышеприведенном случае при $l \sim 1$ мкм и $b \approx \lambda$ в (4.6). Величина потока вакансий Q_v достаточна для поддержания указанного значения N_0 на глубине от поверхности $z \sim 1$ мкм, если учесть, что $q \leq 20$, $F_i \geq 10^{19}$ ион/м²×с, $R_p \ll l_d$, $z \leq l_d$ и из (4.7) $Q_v (z=1 \text{ мкм}) \approx 10^{16} \dots 10^{18}$ см⁻². Следует учесть, что в литературе недостаточно сведений о поведении радиационных дефектов в пленках $Y_3Fe_5O_{12}$ (см., например, /68, 69/), как и данных о природе структурных дефектов в объеме /102, 103/. Но обсуждаемый механизм дальнего действия на структуру имеет место в довольно широком интервале изменения величин D_v и l_d при предположениях общего характера.

Таким образом, исходя из нижеприведенных теоретических оценок качественного характера, можно сделать вывод, что возможный механизм

дальнодействующего влияния длительного низкоэнергетического ионного облучения кислородом на структурное совершенство МПФГ состоит в следующем. Интенсивный поток ионов кислорода в процессе торможения кристаллической решеткой возбуждает упругие колебания в ней, которые распространяясь в глубину, активируют состояние точечных дефектов в примесно-дефектной атмосфере протяженных дефектов на глубине, обеспечивая, например, сток вакансий на дислокацию или междоузельный кластер. Восстановление квазиравновесной концентрации вакансий обеспечивается их оттоком из области генерации точечных дефектов – упругонапряженного облученного поверхностного слоя /104/. В результате стока вакансий на дефект возможно рассасывание междоузельных кластеров дефектов и переползание дислокаций в направлении поверхности на глубинах величиной порядка микрометра. По мере завершения образования поверхностного структурнонарушенного слоя, экспериментально наблюдающееся при $D \approx 3 \times 10^{19}$ ион/см², процессу оттока вакансий на глубину начинает препятствовать поглощающая вакансии граница между этим слоем и оставшейся частью пленки. Поэтому, как было экспериментально показано, процесс совершенствования структуры на глубине постепенно замедляется и потом прекращается с ростом дозы. По мере образования поверхностного структурнонарушенного слоя изменяется сам механизм генерации упругих волн и механизм их распространения.

4.5. Изменение рельефа поверхности эпитаксиальных пленок феррит-гранатов.

Низкоэнергетичное ионно-лучевое облучение сопровождается эрозией поверхности в результате процесса распыления. Особенности изменения рельефа поверхности МПФГ вследствие эрозии при ионном облучении

кислородом изучалось методом растровой электронной микроскопии (РЭМ).

Облучение монокристаллических пленок составом $Y_3Fe_5O_{12}$ и $Y_3(FeScGa)_5O_{12}$ проводилось пучком ионов кислорода с энергией 1 кэВ до доз $D = 8 \times 10^{19}$ ион/см². Исходное состояние поверхностей и их эволюция при облучении показаны для $Y_3Fe_5O_{12}$ рис.4.11 и для $Y_3(FeScGa)_5O_{12}$ на рис. 4.12. Поверхности в исходном состоянии характеризуются развитым рельефом с характерным размером неоднородностей ~ 1000 Å ростового происхождения, причем для скандий-содержащей пленки они почти в четыре раза крупнее. В процессе распыления происходят медленное выравнивание рельефа и при $D > 2 \times 10^{19}$ ион/см² в зависимости от величины исходных неровностей, поверхность является гладкой для данного уровня разрешения РЭМ, т.е. микронеоднородности рельефа становятся менее 100 Å. Для пленки ЖИГ это наступает уже при $D = 3 \times 10^{19}$ ион/см², а для скандий-содержащей пленки при $D \geq 4 \times 10^{19}$ ион/см². Современное состояние теории распыления не позволяет интерпретировать полученные экспериментальные результаты /18/. Задача распыления многокомпонентной мишени большими дозами (более 10^{18} ион/см²) химически активных ионов с энергией, когда величина пробега ионов в мишени R_p сравнима с толщиной поверхностного слоя величиной менее 100 Å, из которого выходят распыленные атомы, является наиболее сложной для теории /88/. Она как раз имеет место в данных экспериментальных условиях. Тем не менее результаты экспериментов, приведенные в предыдущих параграфах, и допущения весьма общего характера позволяют провести феноменологическое рассмотрение процесса распыления поверхности МПФГ с развитым рельефом /89/.

Согласно РЭМ-фотографий, исходную поверхность пленок можно представить в виде совокупности малых участков плоских поверхностей dS_k с ориентированными случайным образом единичными векторами

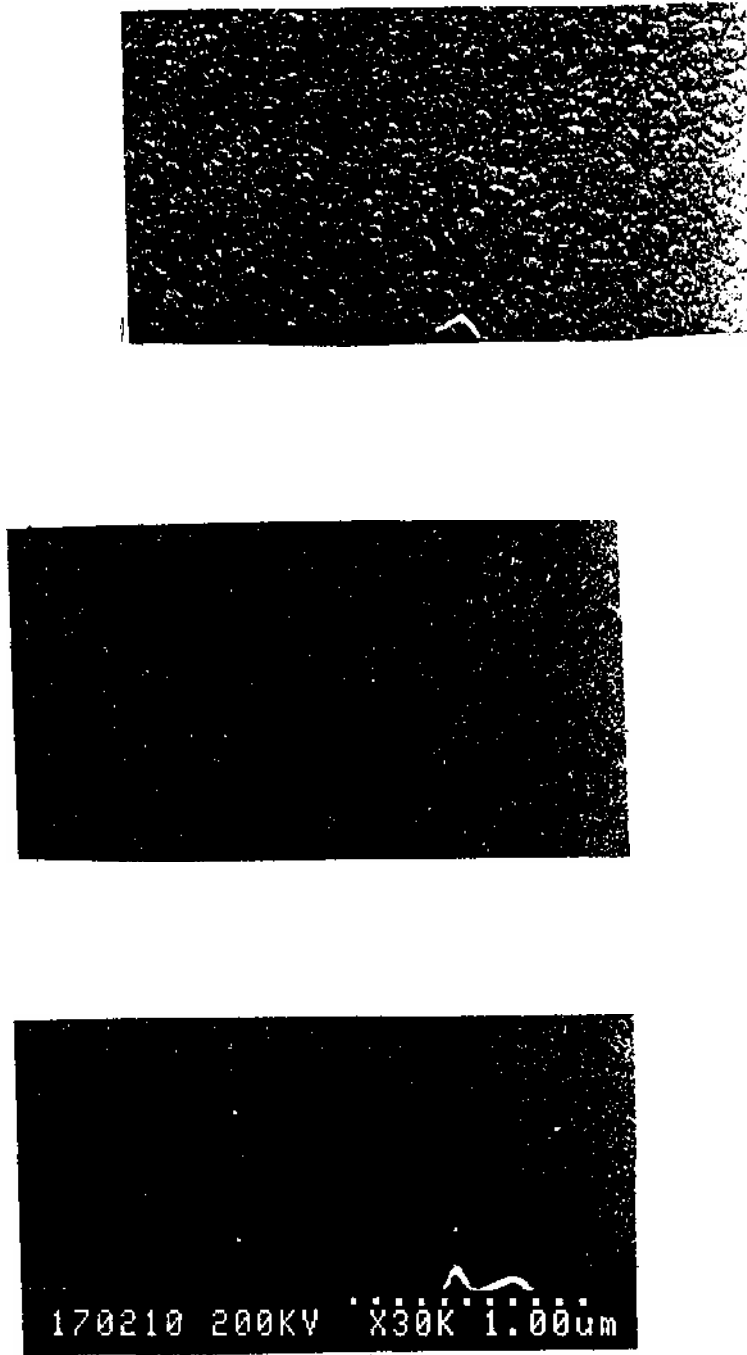


Рис. 4.11. Эволюция рельефа поверхности пленки при облучении ионами кислорода с энергией 1 кэВ (а – исходный рельеф, б – $D = 2 \times 10^{19}$ ион/см², в – $D = 4 \times 10^{19}$ ион/см²).

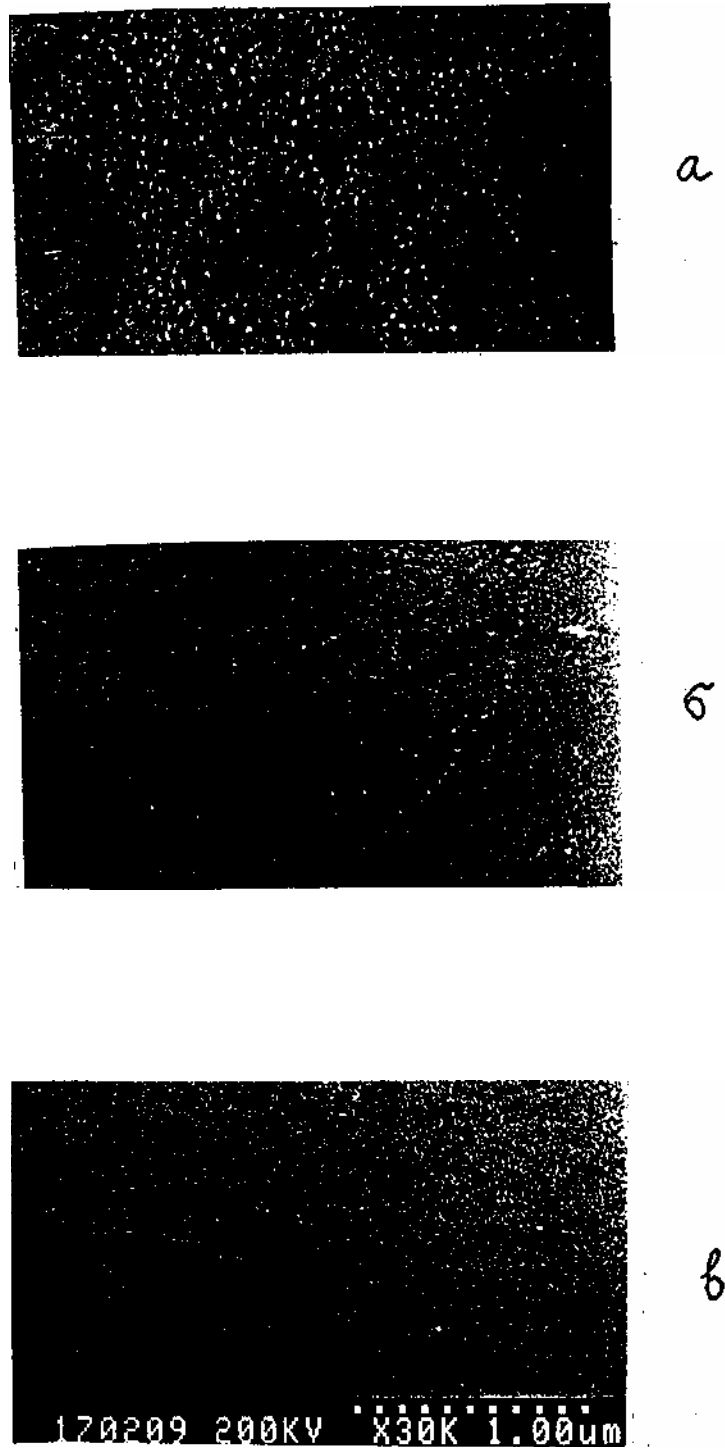


Рис. 4.12. Эволюция рельефа поверхности пленки $Y_3(FeScGa)_5O_{12}$ при облучении ионами кислорода с энергией 1 кэВ (а – исходный рельеф, б – $D = 3 \times 10^{19}$ ион/см², в – $D = 6 \times 10^{19}$ ион/см²).

нормали \vec{k} . Описание процесса распыления производится при помощи дифференциального коэффициента распыления Y , характеризующего отношение падающего иона к числу распыленных атомов. Он сложным образом зависит от состояния системы налетающий ион кислорода – многокомпонентная мишень и для каждой компоненты отличается /18/. Рассмотрим только параметры, определяющие геометрию задачи. Таковыми являются угол между направлением падения ионного пучка \vec{n} и нормалью \vec{k} , а также угол между направлением вылета распыленных атомов \vec{v} и \vec{k} (рис. 4.13). Воспользуемся выражением для потока распыленных атомов с элемента поверхности dS_k в направлении \vec{v} на расстоянии r в виде /90/:

$$d\vec{p} = jY(E, \vec{n}\vec{k}; \varepsilon, \vec{n}\vec{v})\vec{v} / r^2 d\varepsilon dS_k, \quad (4.8)$$

Здесь E – энергия налетающих ионов кислорода, ε – энергия распыленных атомов, j – плотность тока пучка ионов кислорода.

Интегрированием (4.8) по поверхности мишени с характерным размером R имеем

$$\vec{p} = \int d\varepsilon \int dS_k jYv / r^2, \quad (4.9)$$

В дальнейшем учтем морфологию поверхности пленки. В нашем случае это означает, что характерный размер неоднородностей на несколько порядков меньше характерных расстояний r , R и для любой точки мишени можно выбрать такую окрестность площадью ΔS , в которой функция Y является существенно изменяющейся вследствие изменения направления нормали \vec{k} , а направление \vec{v} и расстояние r остаются

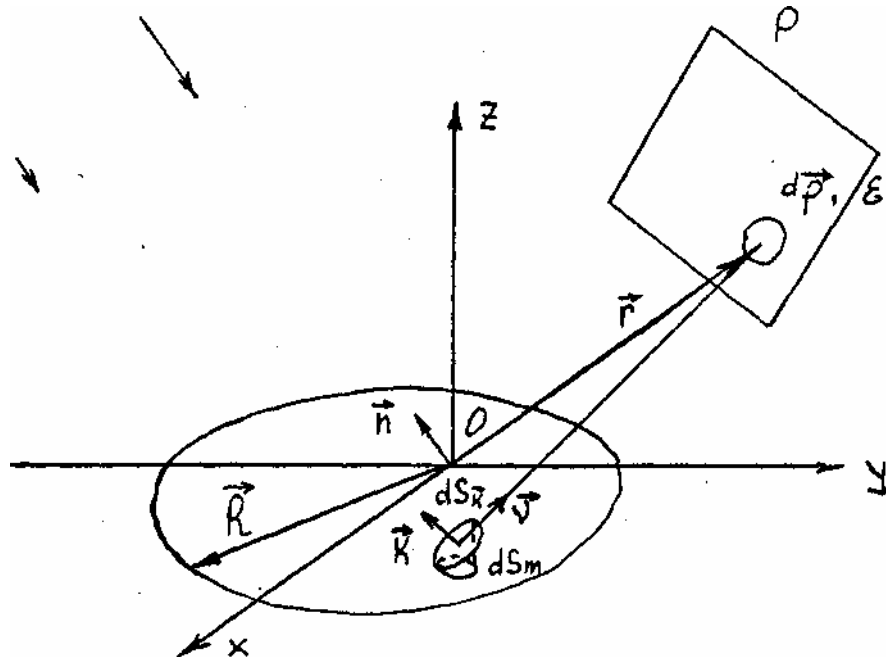


Рис. 4.13. Геометрия модели распыления (\vec{J} , Γ_n , E - вектор плотности тока пучка ионов Γ_n с энергией E , R - характерный размер мишени в плоскости (XOY) , dS_R - элементарный участок мишени, dS_m - его проекция на (XOY) , $d\vec{p}$ - плотность потока распыленных атомов \vec{p} в направлении \vec{v} с энергией ϵ).

практически постоянными. Усредним по этой окрестности выражение (4.9). Получаем:

$$\vec{p} = \int d\mathbf{e} \int_{\Delta S} \mathbf{j}\vec{v}/r^2 \langle Y_d \mathbf{S}_k \rangle, \quad (4.10)$$

Очевидно, что эта операция усреднения эквивалентна усреднению по всем возможным направлениям нормали \vec{k} . В соответствии с вышесказанным можно переписать выражение (4.10) в виде:

$$\vec{p} = \int d\mathbf{e} \int dS_m \mathbf{j}\vec{v}/r^2 B \langle Y \rangle_{\vec{k}}, \quad (4.11)$$

где обозначение $\langle \dots \rangle_{\vec{k}}$ соответствует усреднению по всем возможным направлениям вектора \vec{k} , а параметр B определяется

$$B \equiv \int_{\Delta S} \langle Y_d \mathbf{S}_{\vec{k}} \rangle / \langle Y \rangle_{\vec{k}} \Delta S, \quad (4.12)$$

и характеризует степень развитости поверхности мишени. Интегрирование по dS_m в (4.11) имеет смысл интегрирования по "спрямленной" поверхности мишени.

Таким образом, задача свелась к нахождению среднего значения дифференциального коэффициента рассеяния:

$$\langle Y \rangle_{\vec{k}} = \int Y \omega(\vec{k}) d\vec{k}, \quad (4.13)$$

где $\omega(\vec{k})$ – плотность вероятности того, что поверхность мишени

ориентирована в направлении \vec{k} . Интегрирование в (4.13) ведется по всем возможным направлениям вектора \vec{k} .

Вообще говоря $\omega(\vec{k})$ зависит от условий выращивания пленки является заданной функцией. Однако, если учесть, что МПФГ подвергается длительной ионно-лучевой бомбардировке, то форма ее поверхности должна эволюционировать. РЭМ-фотографии показывают, что эволюция рельефа поверхности может быть описана плавно изменяющейся функцией, которая в первом приближении может считаться постоянной. Кроме того, можно считать согласно результатов п.п. 4.1–4.4, что при $D > 10^{19}$ ион/см² наступают равновесные условия распыления, когда структура и состав поверхностного слоя не испытывает изменений, а структура является сильно разупорядоченной. В результате можно предположить, что интеграл:

$$\int de \int d\vec{v} Y \omega(\vec{k}) \equiv Y \times (E, \vec{n}), \quad (4.14)$$

не зависит от направлений \vec{k} . Очевидно плоская поверхность мишени является частным случаем соотношения (4.14).

Соотношение (4.14) позволяет вычислить усредненный коэффициент распыления. Принимая модель косинусоидального распределения распыленных с плоской поверхности атомов, можно записать:

$$\left\{ \begin{array}{l} \int de \langle Y \rangle_{\vec{k}} = Y \times (E, \vec{n}) \int (\vec{v} \cdot \vec{k}) d\vec{k} \\ D > 10^{19} \text{ см}^{-2} \\ E \leq 1 \text{ кЭв} \end{array} \right., \quad (4.15)$$

Интегрирование в (4.15) производится по всем направлениям \vec{k} , для которых $\vec{n} \times \vec{k} \geq 0$ и $\vec{v} \times \vec{k} \geq 0$. В результате получаем:

$$\int d\epsilon \langle Y \rangle_{\vec{k}} = \frac{\pi}{2} Y \times (E, \vec{n})(1 + \vec{n} \cdot \vec{v}), \quad (4.16)$$

Согласно этому выражению, распределение распыленных атомов с рельефной мишени состоит из двух слагаемых. Первое дает изотропное распределение, а второе подчиняется косинусоидальному закону с выделенным направлением \vec{n} по потоку бомбардирующих ионов.

Теперь учтем другие факторы, оказывающие влияние на формирование рельефа поверхности при облучении. Таковым является перепыление, когда, удаляясь с одних участков поверхности мишени, распыленные атомы оседают на других участках /91/. Выражение (4.16) показывает, что в случае распыления развитого рельефа поверхности в рассматриваемых условиях и с учетом сделанных допущений, роль процессов перепыления снижается, т.к. поток распыленных атомов имеет выделенное направление по нормально падающему ионному пучку. Значит с развитого рельефа удаление атомов происходит более равномерно, чем с плоского.

Теперь учтем, что коэффициент распыления Y зависит также от энергии E_b связи атомов на поверхности мишени /88, 91/. Известно, что Y растет с убыванием E_b . В известной теории распыления П. Зигмунда /19, 88/ эта связь, например, аппроксимируется обратнопропорциональной зависимостью для ионов с $E \geq 1$ кэВ. Согласно результатов РФЭС для МПФГ (см. п. 4.3) атомы металлов, входящих в состав МПФГ, после облучения кислородом до $D > 10^{19}$ ион/см² находятся на поверхности в виде соединений, т.е. в связанном состоянии. Известно, что атомы, находящиеся

на микровыступах поверхности, характеризуются большим количеством оборванных связей /81/ и, вместе с этим, меньшей E_b , чем атомы, находящиеся на плоских участках мишени, а тем более в ее микроуглублениях. Следовательно, скорость распыления микровыступов феррит-гранатовой мишени будет выше другими неровностями и с течением времени рельеф должен будет сглаживаться.

Таким образом, на основании анализа зависимости коэффициента распыления от рельефа поверхности, в рамках предложенной феноменологической модели, можно объяснить формирование зеркально гладкой поверхности МПФГ после облучения ионами кислорода с энергией порядка 1 кэВ и дозой более 10^{19} ион/см².

Выводы.

Экспериментальные результаты, полученные на примере пленок ЖИГ, свидетельствуют о совершенствовании структуры и улучшении однородности состава МПФГ после низкоэнергетичного ионно-лучевого облучения кислородом согласно следующего:

1. При облучении ионами с энергией $E \leq 4$ кэВ и дозами $D > 5 \times 10^{18}$ ион/см² наблюдается совершенствование кристаллической структуры по глубине от поверхности, превышающей на два-три порядка величину пробега ионов в мишени. По достижению $D = 2 \dots 4 \times 10^{19}$ ион/см² совершенствование структуры прекращается. Для объяснения этого результата использована модель, согласно которой облучение генерирует упругие колебания в кристаллической решетке наряду с формированием потока вакансий от поверхности в объем. Упругие колебания активируют процесс стока в объеме квазиравновесных вакансий на линейные дефекты, что снижает степень дефектности

кристаллической решетки. Поток неравновесных вакансий, генерируемых при облучении, способствует восстановлению квазиравновесной концентрации вакансий в объеме.

2. Скорость распыления V_p , составляет 2,4...3,5 нм/мин. при энергии ионов $E = 0,5 \dots 2$ кэВ, резко убывает при $E < 0,5$ кэВ, достигая нуля когда $E \approx 250$ эВ, и медленно возрастает для ионов с $E > 2$ кэВ.
3. Облучение приводит к образованию поверхностного облученного слоя. Толщина этого слоя составляет до 100 \AA , если энергия ионов $E \leq 2$ кэВ, а его образование завершается по мере набора дозы $D = 2 \dots 4 \times 10^{19}$ ион/см².
4. В процессе распыления поверхности происходит сглаживание исходного рельефа, выражающееся в уменьшении размеров микровыступов ростовой природы до величин менее 100 \AA . Проведено теоретическое рассмотрение данного факта на основе феноменологической модели распыления шероховатой поверхности с микровыступами произвольной ориентации.

Глава V. ВОЗДЕЙСТВИЕ ИОННО-ЛУЧЕВОГО ОБЛУЧЕНИЯ КИСЛОРОДОМ НА ОПТИЧЕСКИЕ, МАГНИТООПТИЧЕСКИЕ, МАГНИТНЫЕ И ВЫСОКОЧАСТОТНЫЕ СВОЙСТВА ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ ПЛЕНОК ФЕРРИТ-ГРАНАТОВ

5.1. Изменение оптических свойств.

Совершенствование структуры и повышение однородности состава МПФГ при облучении ионами кислорода с энергией от 0,5 до 2 кЭв и дозой более 10^{19} ион/см², рассмотренное в предыдущей главе, существенно влияет на оптические свойства пленок.

В результате сглаживания рельефа повышается зеркальность поверхности и поэтому должно уменьшаться рассеяние света на поверхности. Удаление поверхностного слоя, обогащенного примесями свинца, должно снижать оптическое поглощение в видимой части спектра. К уменьшению оптического поглощения в пленке должно приводить также и улучшение структурного совершенства по толщине пленки.

Сказанное иллюстрируют спектры оптического пропускания для облученной ионами кислорода с энергией $E = 0,6$ кЭв пленки $Y_3Fe_5O_{12}$ толщиной 8,2 мкм, приведенные на рис. 5.1. Наблюдается уменьшение поглощения до 10 % с ростом дозы, особенно заметное для участков спектра, характеризующихся большей прозрачностью. При дозе $D \geq 4 \times 10^{19}$ ион/см² дальнейших изменений в спектре пропускания практически не наблюдается, что согласуется с представлениями о завершении процесса совершенствования структуры облучением после набора указанной дозы. Осцилляции, наблюдающиеся на спектре пропускания, обусловлены интерференцией света в пленке. Возникновение интерференционной картины связано с наличием в пленке оптически неоднородных слоев. Частичное подавление осцилляций с ростом дозы

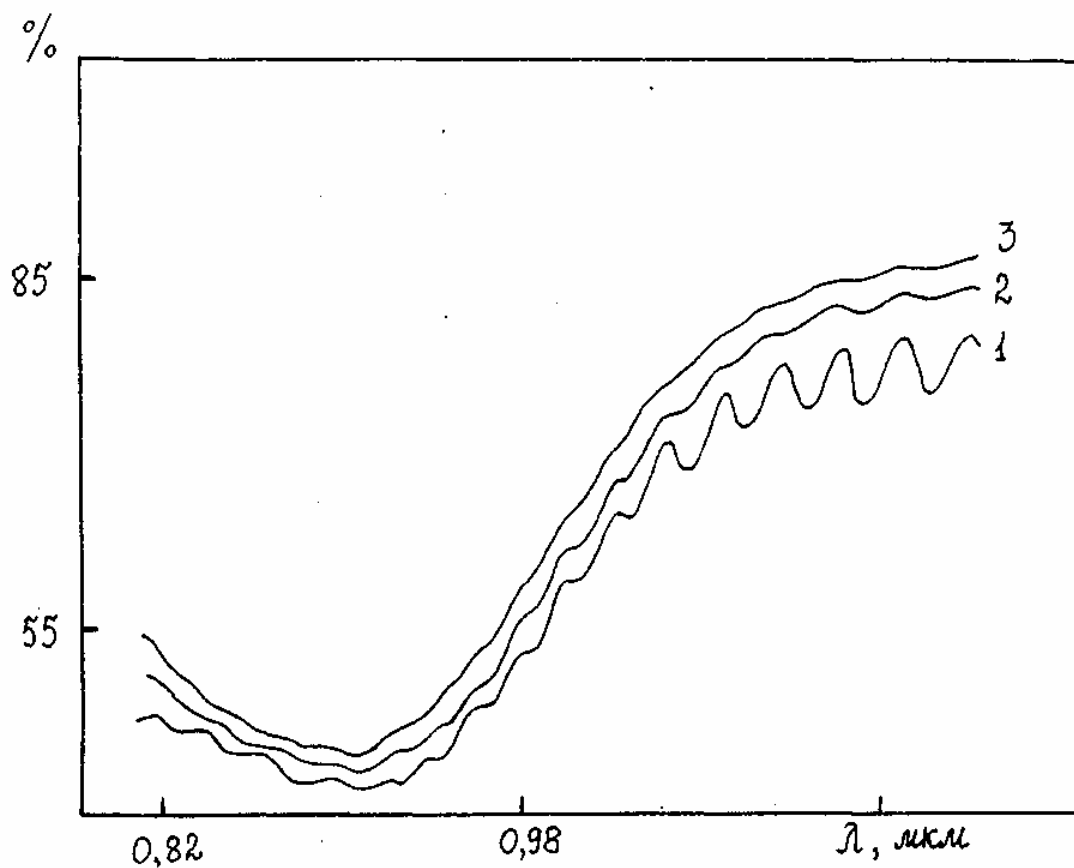


Рис. 5.1. Спектр оптического пропускания облученной пленки ЖИГ. 1 - исходная пленка толщиной 8,2 мкм, 2 - облученная ионами кислорода с энергией $E = 0,6$ кэВ до дозы $D = 2 \cdot 10^{19}$ ион/см² и 3 - облученная до $D = 4 \cdot 10^{19}$ ион/см²).

объясняется повышением структурной однородности пленки после облучения /79/.

Следует отметить, что толщина удаленного слоя распылением равняется 0,14 мкм, т.е. менее 2 % от общей толщины пленки, поэтому повышение прозрачности за счет уменьшения толщины пленки мало по сравнению с повышением прозрачности облучением.

Установленные закономерности изменения оптического поглощения имеют место и в пленках более сложного состава, $(\text{YSmBi})_3(\text{GaFe})_5\text{O}_{12}$ и $(\text{LuBi})_3(\text{MnFePt})_5\text{O}_{12}$ и толщиной менее 10 мкм. В этих пленках также наблюдалось подавление осцилляционной картины, а повышение прозрачности достигало 20 %. Однако с ростом толщины пленок становится более существенными вариации в распределениях элементов состава пленок по толщине, ухудшается структурное качество пленок, увеличивается дефектность поверхности. Это приводит к тому, что для повышения прозрачности пленок указанного состава толщиной 25 мкм на 5 % требуются уже дозы облучения до 10^{20} ион/см². На пленках толщиной более 20 мкм повышение прозрачности практически не наблюдается даже при облучении длительностью до 20 часов. Последнее можно объяснить тем, что в пленках с толщиной в десятки мкм величина переходного слоя пленка-поверхность начинает превышать глубину воздействия низкоэнергетичного облучения на структуру пленок. Поэтому облучение воздействует только на переходный слой, а не на пленку в целом, вплоть до образования поверхностного структурнонарушенного облучением слоя и не наблюдается как совершенствование структуры, так и повышение однородности по толщине. Если принять в пленках толщиной до 100 мкм толщину исходного поверхностного слоя ростового происхождения равной 10 мкм /9, 11/, скорость распыления последнего при облучении равной 3 нм/мин., для распыления слоя нужно время облучения более 50 часов. Однако такой длительности облучения не проводились.

5.2. Воздействие облучения ионами кислорода на магнитооптические эффекты Керра.

Низкоэнергетичное ионно-лучевое облучение кислородом эффективно воздействует на состав и структуру поверхностного слоя и, как следствие, должен оказывать влияние на поверхностные эффекты Керра. Учитывая, что при облучении ионами энергией менее 1 кэВ толщина структурнонарушенного слоя составляет менее 100 Å, но вместе с тем повышается степень зеркальности поверхности, можно ожидать, что вид спектральной зависимости полярного эффекта Керра должен изменяться незначительно. Данный вывод обусловлен тем, что толщина магнитооптически активного слоя в полярном эффекте Керра составляет до 0,2 мкм. Экваториальный эффект Керра формируется в слое на порядок меньшей величины, поэтому воздействие облучения на него должно иметь более сложный характер/105/.

На рис. 5.2 приведены спектральные зависимости полярного эффекта Керра для пленки $Y_3Fe_5O_{12}$ до и после облучения ионами с энергией $E = 0,6$ кэВ. Действительно, облучение не приводит к изменению положения основных особенностей кривых. Незначительное возрастание величины эффекта скорее всего связано со сглаживанием рельефа поверхности /106/, а изменения в слабо выраженных особенностях на участке спектра в районе оптического излучения 2,7 эВ – с удалением поверхностного слоя, обогащенного примесями свинца. Следует отметить, что увеличение энергии ионов до 8 кэВ также проявляется слабо на эффекте Керра, но так как начиная с энергий ионов 3 кэВ, не происходит сглаживания рельефа, а толщина структурнонарушенного слоя растет, то наблюдается небольшое подавление эффекта.

Экваториальный эффект Керра измерялся на пленке $Y_3Ga_{0,58}Sc_{0,63}Fe_{3,79}O_{12}$ толщиной 4,5 мкм. Для получения исходной

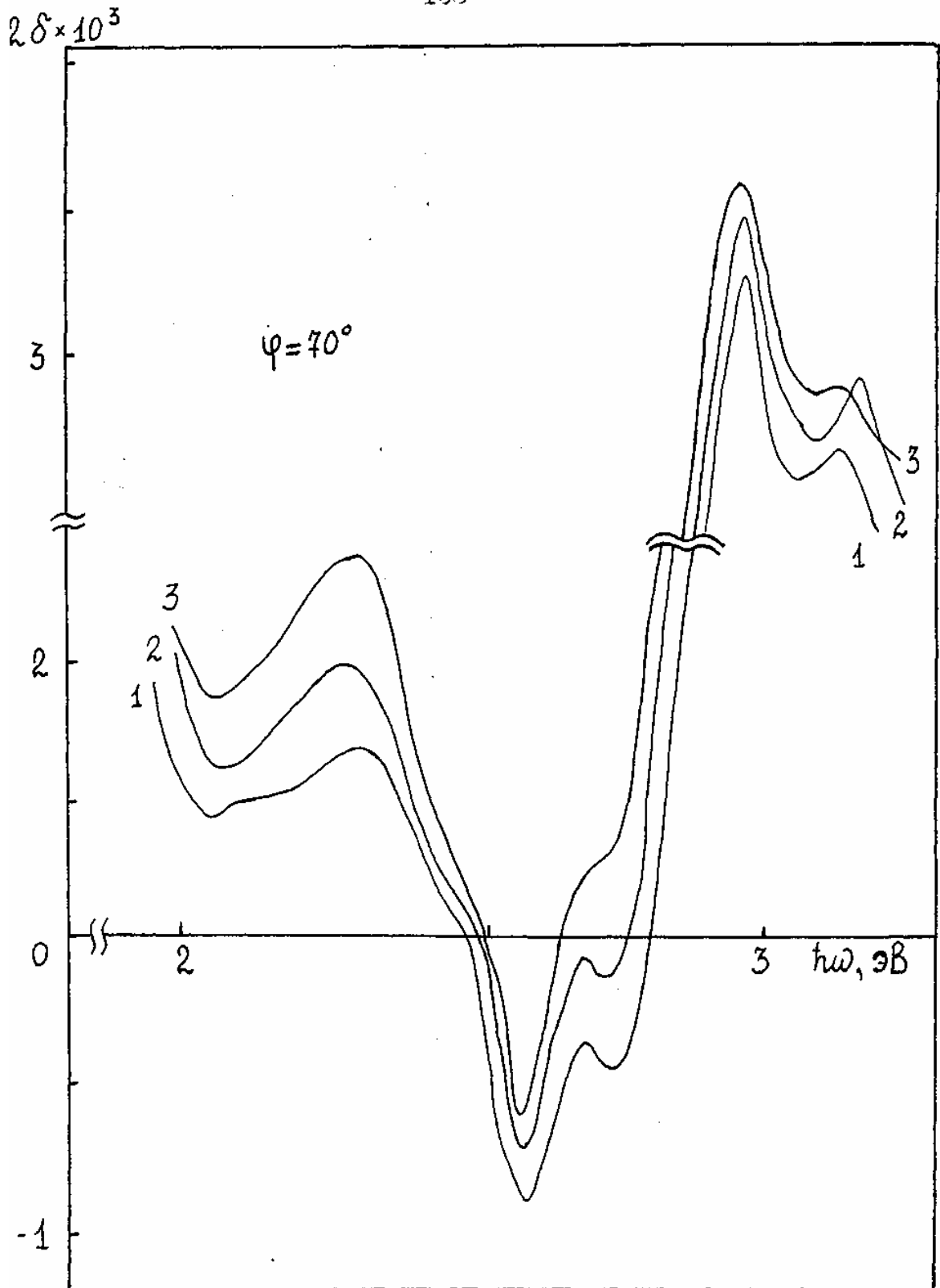


Рис. 5.2. Частотная зависимость полярного эффекта Керра для облученной пленки ЖИГ (1 – исходный спектр, 2 – после облучения ионами кислорода с $E = 1$ кэВ до дозы $D = 2 \times 10^{19}$ ион/см² и 3 – $D = 4 \times 10^{19}$ ион/см²).

спектральной зависимости поверхность распылялась ионами кислорода с энергией 0,3 кэВ и плотностью тока 0,15 мА/см² длительностью восемь часов. При этом удалялся исходный переходный слой пленка-поверхность без привнесения объемных изменений. Исходная спектральная зависимость показана на рис. 5.3 (кривая 1).

Облучение ионами кислорода энергией 0,5 кэВ приводит к уменьшению величины пика в области отражения (окрестность 3,0 эВ) и его сдвигу в инфракрасную область. Пик, находящийся на инфракрасном крае, также смещается в сторону меньших значений на 0,1...0,3 эВ и уменьшается по величине. На рис. 5.3 показана кривая 2, соответствующая облучению с дозой $D = 2 \times 10^{19}$ ион/см² и $E = 0,5$ кэВ. С увеличением дозы облучения и энергии ионов происходит дальнейшее подавление магнитооптической активности выраженное в уменьшении величины пиков и их уширение. Это иллюстрирует кривая 3 на рис. 5.3, соответствующая облучению с дозой $D = 3 \times 10^{19}$ ион/см² и энергией ионов $E = 4$ кэВ.

Происходящие изменения можно объяснить появлением деформаций и разрушением молекулярных комплексов FeO₄ и FeO₆, в результате ионной бомбардировки по мере увеличения дозы и, особенно, энергии облучения. В последующем наступает частичная аморфизация тонкого поверхностного слоя, в котором сильно искажена симметрия окружения ионов Fe из-за нарушения стехиометрии исходного состава, накопления внедренных ионов кислорода и накопления радиационных дефектов. По мере увеличения толщины этого слоя до толщины магнитооптически активного происходит подавление экваториального эффекта Керра.

Полученные результаты согласуются с данными по влиянию ионной имплантации ионами инертных газов на экваториальный эффект Керра в пленках феррит-гранатов /29/.

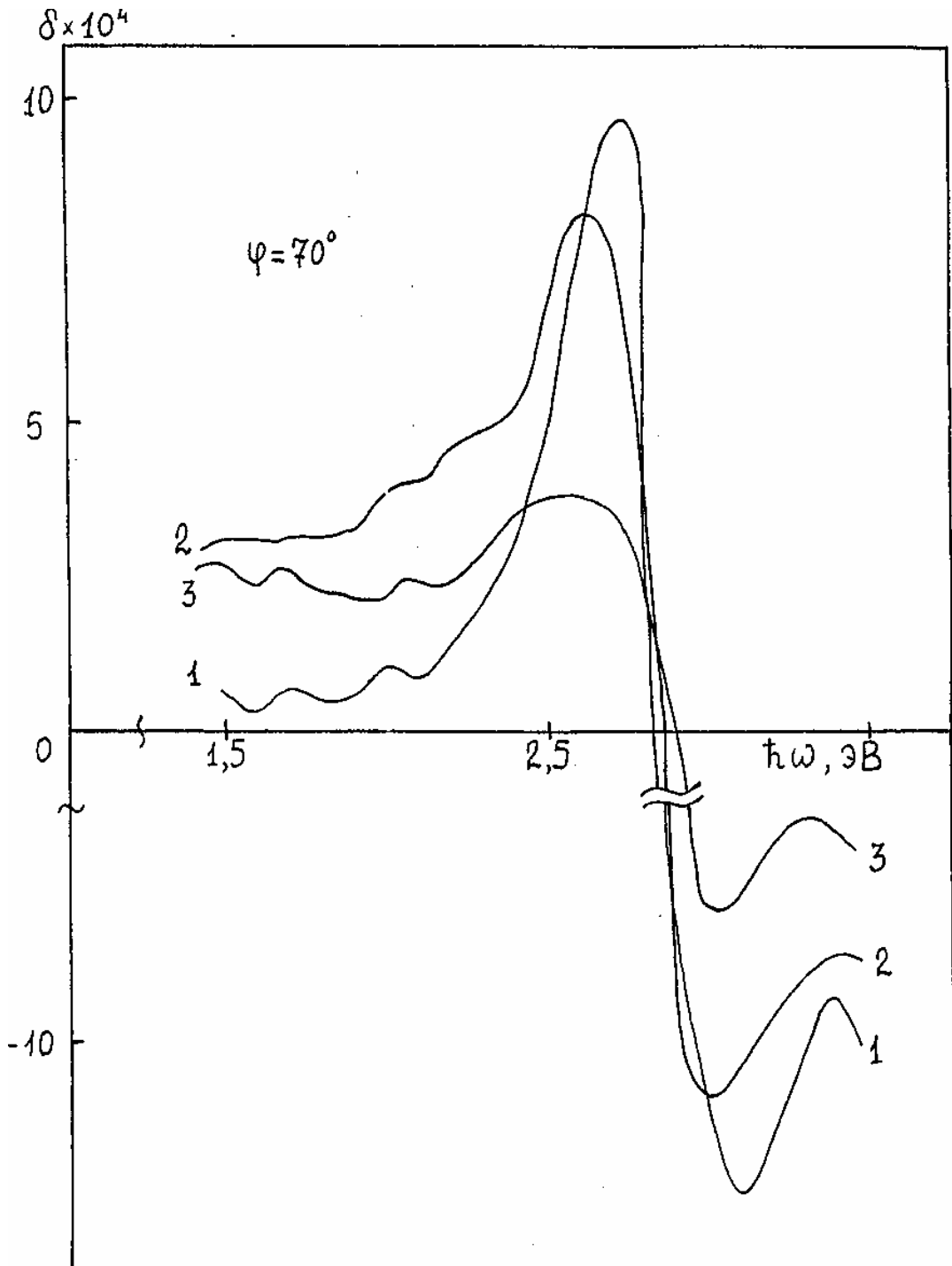


Рис. 5.3. Частотная зависимость экваториального эффекта Керра для облученной пленки состава $\gamma_3 \text{Sc}_{0,53} \text{Ba}_{0,63} \text{Fe}_{3,79} \text{O}_{12}$ (1 - исходный спектр, 2 - после облучения ионами кислорода с $E = 0,6$ кэВ до дозы $D = 2 \cdot 10^{19}$ ион/см² и 3 - $E = 4$ кэВ, $D = 3 \cdot 10^{19}$ ион/см²).

5.3. Повышение однородности магнитной структуры феррит-гранатовых пленок.

Связь между изменениями в кристаллической структуре МПФГ после облучения и однородностью магнитной структуры пленок исследовалась индуктивно-частотным методом [107]. С этой целью проводился анализ процесса перемагничивания образцов в увеличивающемся с постоянной скоростью внешнем магнитном поле H_1 , приложенном перпендикулярно к поверхности образцов при комнатной температуре. На рис. 5.4 показано характерное поведение магнитной восприимчивости $\chi^1(H_1)$ для необлученной пленки $Y_3Fe_5O_{12}$ толщиной 9 мкм и после ее облучения ионами кислорода дозой $D = 5 \times 10^{19}$ ион/см² с энергией 0,6 кэВ. Поведение кривых при перемагничивании указывает на наличие трех аномалий (пиков) в соответствующих магнитных полях $H^{(1)}$, $H^{(2)}$ и $H^{(3)}$. Это позволяет утверждать, что образцы представляют собой неоднородную магнитную систему, состоящую из трех слоев, каждый из которых имеет свою собственную эффективную пленарную анизотропию. Первый слой перемагничивается в полях напряженностью до 10 Э и интенсивность сигнала от него убывает почти в два раза по мере набора дозы 2×10^{19} ион/см², а затем остается неизменной. Второй слой перемагничивается в полях ~ 300 Э, соответствующих величине поля его эффективной пленарной анизотропии $H_1^{(2)}$, и воздействие облучения на его поведение обнаружено не было. У третьего слоя $H_1^{(3)}$ убывает от ~ 1500 Э до примерно постоянного значения 1250 устанавливающегося после набора дозы 3×10^{19} ион/см². Одновременно поведение аномалии приобретает более дельтаобразный характер и интенсивность сигнала возрастает почти в три раза.

Исследование процессов перемагничивания во внешних полях при увеличении температуры от комнатной до температуры Кюри показало, что

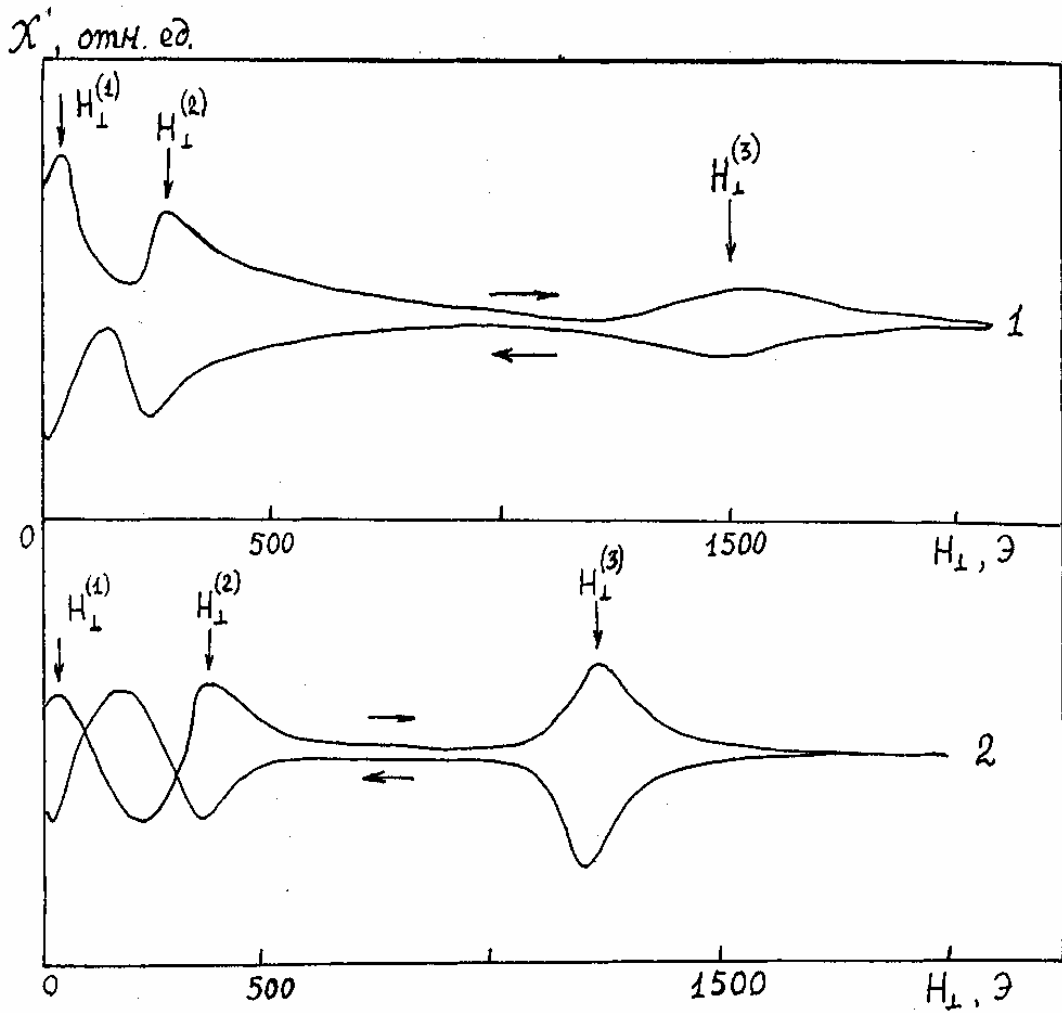


Рис. 5.4. Относительное изменение магнитной восприимчивости χ' для облученной пленки ЖИГ (1 – до облучения и 2 – после облучения ионами кислорода с энергией $E = 0,6$ кэВ и дозой $D = 5 \cdot 10^{19}$ ион/см²).

магнитная анизотропия второго и третьего слоев достаточно быстро убывает с ростом температуры с примерно одинаковой скоростью.

Сопоставив приведенные результаты с данными по воздействию облучения на структуру пленок, можно связать происхождение первого магнитного слоя с наличием поверхностного структурнонарушенного слоя, второго – с переходным слоем пленка-подложка, третьего – с пленкой в целом, структура которой совершенствуется по мере облучения до доз, соответствующих дозе насыщения. Таким образом, исходя из динамики поведения третьего слоя, пленка ЖИГ после облучения становится более магнитнооднородной по природе, исключая переходные слои.

Об улучшении магнитной однородности после облучения свидетельствуют зависимости $\partial\chi'/\partial T = f(T)$, снятые для исследуемой пленки в окрестности температуры Кюри (рис. 5.5). Они описывают характер перехода пленки в парамагнитное состояние и показывают, что основная часть пленки до и после облучения переходит в парамагнитное состояние при одной и той же температуре, 270°C , но с различиями в характере перехода. Ширина перехода для исходной пленки составляет 11°C , от 265°C до 276°C , а для облученной 7°C , от 267°C до 274°C . Переход исходной пленки в парамагнитное состояние характеризуется тремя максимумами, 270°C , $271,5^\circ\text{C}$ и 273°C соответственно, которые можно связать с наличием трех магнитных слоев, характеризующихся соответствующими температурами Кюри. Облученная пленка имеет практически один четкий выраженный максимум, соответствующий температуре Кюри 270°C , и слабо выраженные аномалии при $271,5^\circ\text{C}$ и 273°C .

Исследование поведения неоднородных магнитных слоев индуктивно-частотным методом в пленках $(\text{YLa})_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ и $(\text{YsmBi})_3(\text{FeGa})_5\text{O}_{12}$ показало, что облучение ионами кислорода энергией от 0,5 до 2 кэВ и дозами до 6×10^{19} ион/см² также приводит к повышению магнитной однородности.

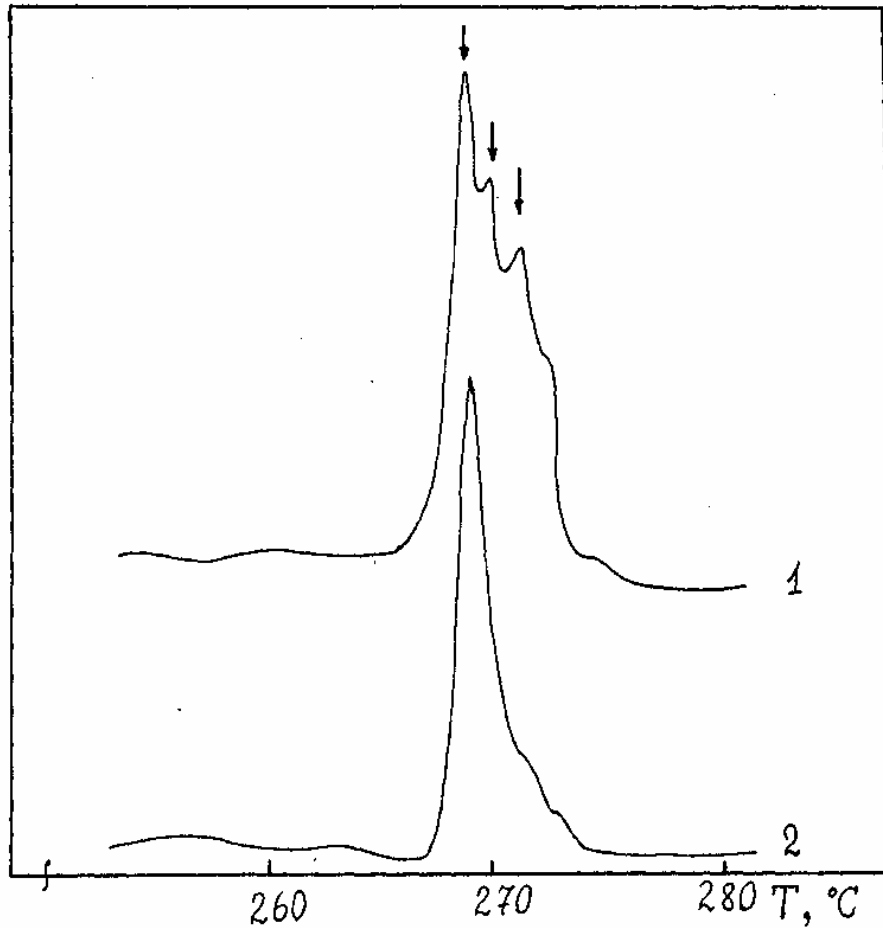
$\partial\chi'/\partial T$, отн. ед.


Рис. 5.5. Особенности перехода в парамагнитное состояние облученной пленки ЖИГ (1 - исходная пленка, 2 - облученная ионами кислорода с $E = 0,6$ кэВ, $D = 5 \cdot 10^{19}$ ион/см²; стрелками на графике 1 отмечены особенности, соответствующие температурам 270°C, 271,5°C и 273°C).

Однако картина имеет более сложный характер, вызванный неоднородностью распределения элементов по толщине в исходных пленках, которое усложняет магнитную структуру. Следует отметить, что подобное поведение характерно для феррит-гранатовых пленок при индуктивно-частотном анализе /108/.

Влияние низкоэнергетичного облучения ионами кислорода на магнитную структуру МПФГ рассматривалось методом гамма-резонанса на ядрах Fe, входящих естественным образом на стадии выращивания в состав пленок, на гранатах $Y_3Fe_5O_{12}$ /79/.

Было установлено, что технологические условия выращивания особенно существенно влияют на такие параметры, как величина квадрупольного расщепления, характеризующая степень и характер искажения тетра- и окта-позиций железа, а также величину эффективного магнитного поля $H_{эф.}$ на ядрах Fe. Ионно-лучевое облучение кислородом приводит к существенным изменениям в мессбауэровских спектрах. Это продемонстрировано на рис. 5.6. Общим в изменениях спектров пленок после облучения ионами с энергией от 0,6 до 2 кэВ и дозами $D > 10^{19}$ ион/см² является уменьшение ширины линий в обеих позициях и стремление значений магнитного поля $H_{эф.}$ к величинам, характерным для объемных монокристаллов. В случае, приведенном на рис. 5.6, ширина линии для окта-подрешетки снижается от 0,53 до 0,47, а в тетра-подрешетке – от 0,51 до 0,48. Величина магнитного поля $H_{эф.}$ для окта-позиций оставалась неизменной, равной 488 кЭ, а для тетра-позиций возрастала от 369 кЭ до 394 кЭ (для монокристаллов эти величины составляют 481...491 кЭ и 393 кЭ, соответственно /77/).

Снижение ширины линий после облучения вызвано, по-видимому, изотропизацией распределения атомов железа и свидетельствует о уменьшении величины локальных напряжений в пленке в целом /109/, несмотря на увеличение степени локальных искажений в отдельных

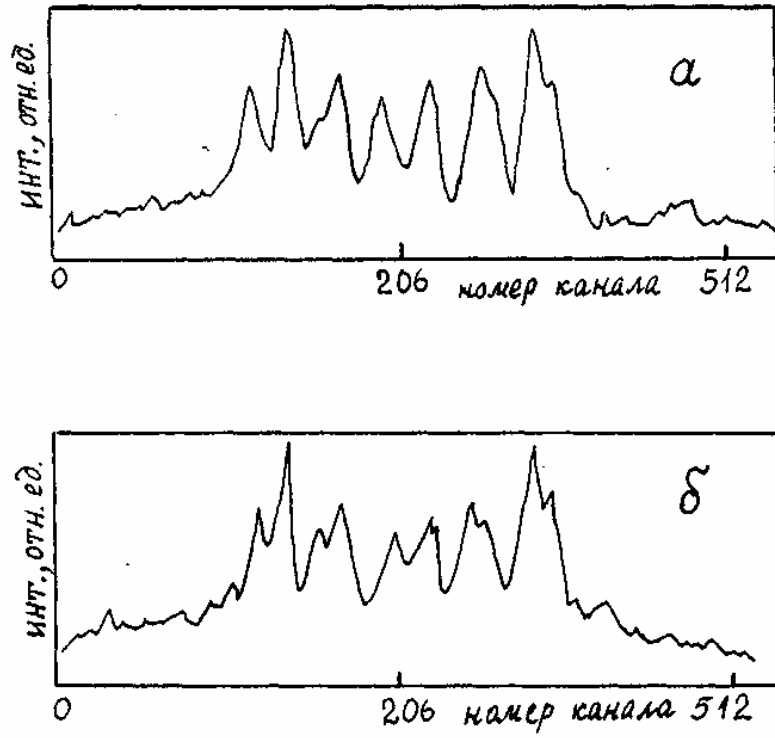


Рис. 5.6. Мессбауэровский спектр пленки ЖИГ до (а) и после (б) облучения ионами кислорода с энергией 0,6 кэВ и дозой $5 \cdot 10^{19}$ ион/см².

позициях, которые иногда наблюдались при облучении. Частичное снятие локальных напряжений облучением подтверждается стремлением к установлению значений эффективного магнитного поля, характерных для объемных монокристаллов.

5.4. Улучшение условий распространения магнитостатических волн в облученных пленках $Y_3Fe_5O_{12}$ и $(YLa)_3Fe_5O_{12}$.

Монокристаллические пленки эпитаксиально выращенных железо-иттриевых гранатов обеспечивают наименьшие значения ширины линии ферромагнитного резонанса ΔH на частотах гигагерцевого диапазона среди известных пленочных магнитодиэлектрических материалов [5, 110]. Этим обусловлено их повсеместное использование в качестве волноводной среды для распространения магнитостатических волн (МСВ). Распространение МСВ характеризуется величиной минимальных потерь на распространение A , которая пропорциональна ΔH и поэтому зависит от степени структурного совершенства пленки и ее однородности [8]. Дополнительные потери могут быть вызваны также микронеоднородностями рельефа поверхности пленки. Следовательно, облучение ионами кислорода с энергиями до 2 кэВ и дозами $D > 10^{19}$ ион/см² должно существенно улучшать условия распространения МСВ, особенно поверхностных, распространяющихся на микрон-ной глубине от поверхности.

На рис. 5.7 приведены амплитудно-частотные характеристики (АЧХ) для основной моды поверхностной МСВ, возбуждаемой в пленке ЖИГ, характеризуемой значением $\Delta H = 0,98$ Э.

Согласно кривым облучение приводит к уменьшению значения A и смещению АЧХ в сторону меньших частот в целом. При этом величина минимальных потерь A на распространения уменьшается почти в два раза

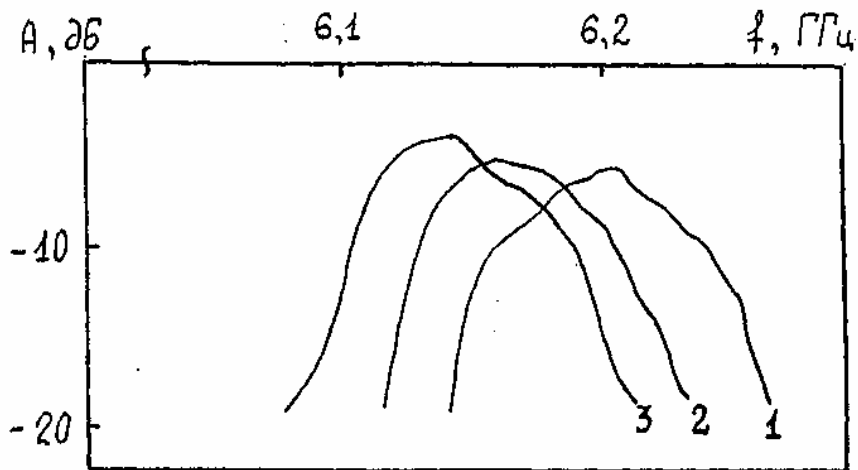


Рис. 5.7. АЧХ поверхностной МСВ, распространяющейся в пленке ZnO (1 - до облучения, 2 - после облучения с энергией $E = 0,6$ кэВ и $D = 3 \cdot 10^{19}$ ион/см², а 3 - $D = 6 \cdot 10^{19}$ ион/см²).

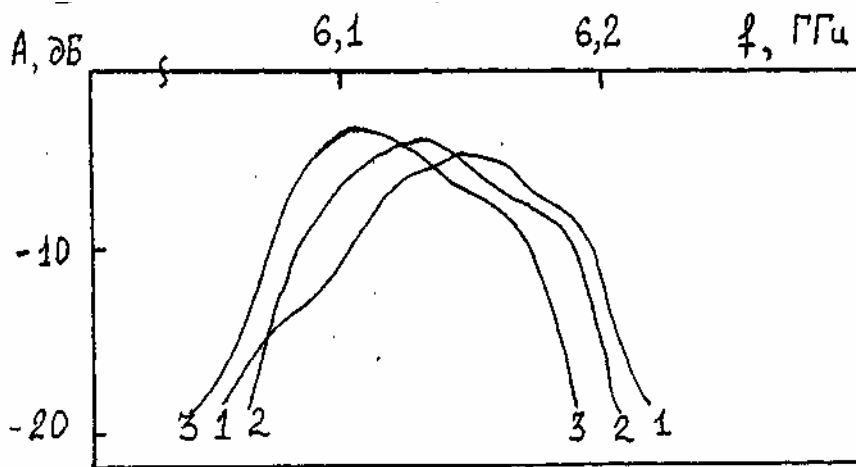


Рис. 5.8. АЧХ поверхностной МСВ, распространяющейся в пленке $(\text{YLa})_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ (1 - до облучения, 2 - после облучения с энергией $E = 0,6$ кэВ и $D = 3 \cdot 10^{19}$ ион/см², а 3 - $D = 6 \cdot 10^{19}$ ион/см²).

от 7 дБ до 3,8 дБ, а частота, соответствующая A , смещается на 90 МГц. Изменения наблюдаются при наборе дозы до $D = 4,5 \times 10^{19}$ ион/см².

Лантан-содержащие пленки ЖИГ также применяются в качестве спиновых волноводов. Они позволяют достигать лучшего согласования постоянных решеток подложки и пленки и поэтому выращивать более толстые качественные пленки, чем чистые ЖИГ-пленки. На рис. 5.8 показаны АЧХ исходной и облученных пленок $(\text{YLa})_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$. В отличие от рис. 5.7 здесь уменьшение потерь A наблюдается от 5 дБ до 3,5 дБ, а смещение соответствующей частоты в сторону меньших значений составляет 60 МГц.

Происхождение расхождений в полученных результатах может быть обусловлено различиями в исходном состоянии пленок. Это подтвердили измерения на пленке ЖИГ с исходным значением $\Delta N = 1,2$ Э. Величина ΔN говорила о более дефектной структуре пленки, чем у вышеприведенных образцов. Для этой пленки АЧХ имела сильно размытый вид, а величина A составляла 11 дБ. Обнаружить изменения в поведении поверхностной МСВ в такой дефектной среде после облучений обнаружено не было.

Перечисленные результаты позволяют сделать вывод, что облучение ионами кислорода улучшает условия распространения МСВ в МПФГ, если исходные пленки не являются сильнодефектными. В более совершенных пленках воздействие облучения менее заметно.

Следует отметить, что путем совершенствования рельефа поверхности и магнитокристаллической структуры пленок низкоэнергетичным облучением удастся достичь для поверхностных МСВ на посредственных по качеству исходных образцах величин минимальных потерь $A = 3,5 \dots 4,2$ дБ, что не уступает по величине значениям, достигнутым на лучших образцах /5/.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В данной диссертационной работе проведено исследование воздействия облучения пучками ионов кислорода с дозами вплоть до 10^{20} ион/см² на свойства монокристаллических пленок феррит-гранатов. Для облучений использовался оригинальной конструкции широкоапертурный источник ионов на основе двухкаскадного самостоятельного разряда с холодным полым катодом. Анализ структуры и состава пленок до и после облучений проводился посредством комплексного применения методов растровой электронной микроскопии, рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии, вторичной ион-массовой спектрометрии, обратного реэферфордовского рассеяния в сочетании с каналированием, электронно-зондового микроанализа, рентгеноструктурного анализа и ядерного гамма-резонанса. В работе использованы методы численного моделирования процессов, протекающих при облучении, и предложено теоретическое описание основных экспериментальных результатов.

Выводы по выполненной диссертационной работе заключаются в следующем:

1. Разработан и исследован метод воздействия облучения пучками ионов кислорода с энергией, изменяющейся в интервале 0,1...10 кэВ, и величиной плотности потока от 5×10^{14} ион/см²·с до 5×10^{13} ион/см²·с, без ограничения на время непрерывного набора требуемой дозы, на свойства монокристаллических пленок феррит-гранатов.
2. Методом Монте-Карло проведен теоретический анализ процесса взаимодействия ионов кислорода с мишенью $Y_3Fe_5O_{12}$. Получены зависимости величины проективного пробега ионов R_p от их начальной энергии, определены энергетические потери на

- ионизационные столкновения, на генерацию вакансий и фононов.
3. Методом ОРР в сочетании с каналированием вдоль кристаллографического направления [111] определена зависимость характера изменения свойств пленок ЖИГ от параметров пучка ионов и показано, что оптимальным является облучение ионами с энергией $E = 0,5...2$ кэВ и дозами $D = 3 \times 10^{19}$ ион/см².
 4. Установлено, что облучение ионами кислорода с энергией менее 1,2 кэВ приводит к образованию на поверхности пленок ЖИГ структурнонарушенного слоя толщиной менее 60 Å, которая не превышает толщину разупорядоченного поверхностного слоя, образующегося на стадии роста в исходных образцах.
 5. Экспериментально определено совершенствование структуры МПФГ на расстояниях от поверхности, превосходящих на два-три порядка величину R_p , при облучении ионами с энергией $E = 0,5...4$ кэВ, дозой $D > 5 \times 10^{18}$ ион/см² и предложено его объяснение.
 6. Экспериментально исследована и теоретически объяснена эволюция рельефа поверхности в результате ионного распыления, которое приводит к уменьшению характерных размеров микровыступов ростового характера на поверхности до размеров порядка межатомных при энергии ионов $E = 0,5...2$ кэВ и дозе облучения $D \geq 4 \times 10^{19}$ ион/см².
 7. Показано, что в результате распыления исходного поверхностного слоя ростового происхождения и совершенствования кристаллической структуры по глубине повышается однородность магнитной структуры пленок, уменьшаются локальные деформации в магнитных подрешетках, повышается оптическая прозрачность пленок, снижаются потери

на распространение магнитостатических волн.

В заключение автор выражает глубокую признательность за содействие, оказанное при выполнении работы, кандидатам физико-математических наук Гесю А.П., Федотовой В.В., Мягковой Т.М., Митину Ю.Н., Токареву В.В., Демченко А.И. и кандидатам технических наук Никитинскому В.А., Журавлеву Б.И.

ЛИТЕРАТУРА

1. Рандошкин В.В., Червоненкис А.Д. Прикладная магнитооптика. - М. Энергоатомиздат, 1990. - 320 с.
2. Элементы и устройства на цилиндрических магнитных доменах: Справочник /под ред. Н.Н.Евтихиева, Б.Н.Наумова.- М. Радио и связь, 1987. - 488 с.
3. Эшенфельдер А. Физика и техника цилиндрических магнитных доменов. Пер. с англ. - М. Мир, 1983. - 496 с.
4. Лисовский Ф.В. Физика цилиндрических магнитных доменов.- М. Сов. радио, 1979.- 92 с.
5. Гласс Х.Л. Ферритовые пленки для СВЧ-устройств. // ТИИЭР. - 1988. - т.76, № 2. - с. 64-72.
6. Stroska V., Holst P., Tolksdorf W. Empirical Formula for Calculation of Lattice Constants Oxide Garnets Based on Substituted Yttrium- and Gadolinium-Iron Garnets // Phil. J. Res. - 1978. - v. 33. - p. 166-202.
7. Чани В.И. Эмпирическое правило распределения компонентов при кристаллизации сложных феррогранатов в растворах-расплавах // ЖТФ. - 1986. - т.56, Вып. 1. - с. 193-196.
8. Грошенко Н.А., Прохоров А.М., Рандошкин В.В. и др. Исследование неоднородности состава висмутосодержащих пленок феррит-гранатов субмикронных толщин // ФТТ. - 1985. - т. 27, вып. 6. - с. 1712-1717.
9. Васильчиков А.С., Русаков В.А., Нам Б.П. и др. Исследование вариации состава по толщине эпитаксиальных пленок висмутозамещенных феррит-гранатов // XII Всесоюзная шк.-сем. "Новые магн. мат. микроэлек." - Тез. докл. - ч.1. - Новгород. - 1990. - с.9.
10. Tolksdorf W., Klages C.- P. The Growth of Bismuth Iron Garnet

- Layers by Liquid Phase Epitaxy // Thin Solid Films. - v. 114, N 1-2. - p. 33-43.
11. Богуш А.К., Бычков Г.Д., Гесь А.П. и др. Особенности распределения элементов в эпитаксиальных пленках $Y_3(FeGaSc)_5O_{12}$ // XII Всесоюзн. шк.- сем. "Новые магн. мат. микроэлек." - тез. докл.- ч.1. - Новгород. - 1990. - с. 13-14.
 12. Прохоров А.М., Смоленский Г.А., Агеев А.Н. Оптические явления в тонкопленочных магнитных волноводах и их техническое применение // УФН. - 1984. - т.143, в.1. - с. 33-72.
 13. Гласс Х.Л. Ферритовые пленки для СВЧ-устройств // ТИИЭР. - 1988.- т. 76, 12. - с. 64-72.
 14. Габович М.Д., Плешивцев Н.В., Семашко Н.Н. Пучки ионов и атомов для управляемого термоядерного синтеза и технологических целей.- М.: Энергоатомиздат, 1986. - 248 с.
 15. Пранявичюс Л., Дудонис Ю. Модификация твердых тел ионными пучками. - Вильнюс: Мокслас, 1980. - 244 с.
 16. Ивановский Г.Ф., Петров В.И. Ионно-плазменная обработка материалов. - М.: Радио и связь, 1986. - 232 с.
 17. Аброян И.А., Андронов А.Н., Титов А.И. Физические основы электронной и ионной технологии. - М.: Высш. школа, 1984. - 313 с.
 18. Распыление твердых тел ионной бомбардировкой. Вып. II// Под ред. Бериша Р. - М.: Мир, 1986. - 488 с.
 19. Распыление твердых тел ионной бомбардировкой. Вып. 1 / Под ред. Бериша Р. - М.: Мир, 1984. - 336 с.
 20. Балбашов А.М., Червоненкис А.Я. Магнитные материалы для микроэлектроники. - М.: Энергоиздат, 1979. - 216 с.
 21. Яковлев Ю.М., Яковлев С.В., Крылова Т.А. и др. К распространению поверхностных спиновых волн в ионно-

- имплантированных феррит-гранатовых пленках. //ФТТ.- 1988. - т. 30. - N 2. - с.622-624.
22. Осуховский В.Э., Дитина З.З., Линкова Д.Е. и др. Плоскостная анизотропия феррит-гранатовых пленок, облученных ионами водорода и гелия. // ФТТ. - 1986. - т.28, в.2. - с. 585-587.
 23. Рандошкин В.В. Применение ионной имплантации в технологии производства ЦМД-микросхем (обзор). // Радиоэлектроника за рубежом.- 1983. - Вып.8. - с. 1-34.
 24. Hu H.L., Giess E.A. Hard Bubble Suppression and Controlled State Generation of One Microne Bubble in Ion Implated Garnet Films // IEEE Trans. - 1975. - v. MAG-II, N 5. - p. 1085-1087.
 25. Kryder M.H., Wang X., Kraft C.S., Guzman A.M. Investigations of Implantation Induced Changes in Surfaces Layers of Epitaxial Garnet Films // J. MMM. - 1983. - v. 35. - p. 307-310.
 26. Остафийчук Б.К., Пылыпив В.М., Олейник В.А. и др. Структурное и магнитное разупорядочение в имплантированных ионами азота пленках железо-иттриевого граната до и после отжига // Письма в ЖТФ.- 1990. - т.16, в.15. - с. 82-86.
 27. В.Н. Бержанский, В.Е.Петров, Ю.Н. Коробий. Влияние ионной имлантации на микротвердость эпитаксиальных и объемных кристаллов редкоземельных гранатов. // Письма в ЖТФ. - 1990. - т.16, в.21. - с. 89-91.
 28. Звездин А.К., Котов В.А. Магнитооптика тонких пленок. - М.: Наука, 1988. - 192 с.
 29. Никитин Л.В., Накашидзе О.М. Влияние имплантации на магнитооптические свойства феррит-гранатов. // XII Всесоюзн. шк.-сем. "Новые магн. мат. мижроэлек." - Тез. докл.- ч.II.- Новгород. -1990. - с. 2.
 30. Остафийчук Б.К., Пылыпив В.М., Семен Б.Т. и др. Влияние

- ионной имплантации на кристаллическую и магнитную структуру эпитаксиальных пленок ЖИГ // IV Всесоюзн. шк.-сем. "Спин-волновая электроника СВЧ,": Львов. - 1989. - с. 166.
31. Picone P.J., Morrish A.N. CIMS Characterization of Ion-Implanted Bubble Garnets // J. Appl. Phys. - 1982. - v. 53, N 3. - p. 2471-2476.
 32. А.с. СССР № 1623240, МКИ С ЗОВ 31/22, 29/28. Способ формирования в феррит-гранатовых структурах областей с различными магнитными свойствами / Богуш А.К., Демченко А.И., Токарев В., Стогний А.И.
 33. Jonson W.A., North I.C., Wolfe K. Differential Etching of Ion-Implanted Garnet// J.Appl.Phys. – 1973 - v. 44, N 10. - p. 4753-4757.
 34. А.с. СССР N 1662284, МКИ С ЗОВ 31/22. Способ прецизионного травления пленок на подложках / Малышев В.С., Стогний А.И., Токарев В.В.
 35. Jonson L.F., Ingersolf K.A., Kahng D. Planarization of Patterned Surfaces by Ion-Beam Erosion // J. Appl. Phys. Lett. - 1982. - v. 40, N 7. - p. 636-638.
 36. Schmigf P.H., Spencer E.G., Walters E.M. Ion Milling of Magnetic Oxide PLatelets for the Removal of Surface and Near Surface Imperfections and Defects // J. Appl. Phys. - 1970. - v. 41, N 11. - p. 4740-4742.
 37. Тюлиев Г.А., Чернажова А.К., Шаповалов В.И. Изменение рентгеновских фотоэлектронных спектров пленок железоиттриевых гранатов под действием ионной бомбардировки // ФТТ. - 1989. - т. 31, в. 8. - с. 117-121.
 38. Betsui K., Miyashita T., Komenou K. Magnetic and Crystalline Properties of Ion-Implanted Garnet Films with Plasma Exposure // IEEE Transac. on Magn. - 1984.- v. MAG-20, N 5. - p. 1117-1119.
 39. Speriosu T.S., Wilts C.H. Chemical Properties of Hydrogen in Garnet

- Lattice // J. Appl. Phys. - 1983. - v.54. - p. 1123-1125.
40. Данилин Б.С. Применение низкотемпературной плазмы для нанесения тонких пленок. - М.: Энергоатомиздат, 1989. - 262 с.
 41. Розанов Л.Н. Вакуумная техника. - М.: Высшая школа, 1990. - 320 с.
 42. Иевенко Л.А., Клиш В.П., Матвеев Н.Б. и др. Влияние обработки в ВЧ-разряде на параметры феррит-гранатовых структур // Электронная техника. Сер. материалы. - 1990. - вып. 4(249). - с. 48-50.
 43. Ильяшенко Е.Н., Длин В.П., Никольский А.Д. и др. Исследование влияния ВЧ-разряда на свойства феррит-гранатов // Семинар по магнитоэлектронике. - Тез. докл. - Симферополь. - 1991. - с. 6.
 44. Wolf G.K., Chemical Effects of Ion Bombardment // Topics in Current Chemistry. - 1979. - v.85. - p. 1-88.
 45. Kaufman H.R., Robinson R.S., Seddon R.I. et al. End-Hall Ion Source // J. Vac. Sci. and Technol. - 1987. - A.5, part 3. - p. 2081-2084.
 46. Lejeune C., Grandchamp I.P., Kessi O. Triplasmatron Ion Source // Vacuum. - 1986. - v. 36, N 11/12. - p. 851-859.
 47. Kaufman H.R., Cuomo J.J., Harper J.M.E. Critical Review. Technology and Applications of Broadbeam Ion Sources Used in Sputtering // J. Vac. Sci and Technol. - 1982. - v. 21, N 3. - p. 725-736.
 48. Журавлев Б.И., Никитинский В.А., Гапоненко А.Т. Двухкаскадный самостоятельный разряд низкого давления // ЖТФ. - 1985. - т. 56, № 8, с. 1637-1639.
 49. Стогний А.И., Никитинский В.А., Журавлев Б.И. Двухкаскадный самостоятельный разряд низкого давления без внешнего магнитного поля // ЖТФ. - 1988. - т. 58, № 5. - с. 993-995.
 50. Стогний А.И., Токарев В.В. Широкоапертурный источник ионов реактивных газов // ПТЭ. - 1990. - № 3, - с. 142-144.

51. Стогний А.И., Демченко А.М., Дубовик А.И. и др. Источник ионов реактивных газов // ПТЭ. - 1990. - № 5.- с. 42-44.
52. Stognij A.I., Tokarev V.V. Hollow Cold Cathode Ion Source for Reactive Ion-Beam Etching // MRS Volume 158. - 1989. - p. 61-67.
53. Fedotova V.V., Stognij A.I., Ges A.P. et al. Influence of Low-Energy Oxygen Bombardment on properties of $Y_3Fe_5O_{12}$ -Epifilms// Abstracts of EMMA 91. - 1991. - Dresden. - p. 149.
54. Журавлев Б.И., Барченко В.Т., Никитинский В.А., Стогний А.И. Расчет эмиттера ионов на основе самостоятельного контрагированного разряда с замкнутым дрейфом электронов // Деп. в Укр. НИИНТИ. - 1985. - № 2533. - Ук. - 11 с.
55. Метель А.С. Условия образования двойного слоя в тлеющем разряде с холодным полым катодом // ЖТФ. - 1985. - т. 55, № 10. - с. 1928-1933.
56. Иванов А.А., Соболева Т.К. Электронные пучки в плазме. Вып. 3. - М. Атомиздат, 1975. - 240 с.
57. Conrad J.R. Ion Emission from Beam-Plasma Ion Sources // J. Appl. Phys. - 1976. - v.47, N 11. - p. 4859-4862.
58. Rosing M.G., Conrad J.R. Discharge and Ion Extraction Properties of a Beam-Plasma Ion Source // J. Appl. Phys. - 1985. - v. 57, N 3. - p. 816-818.
59. А.с. СССР N 1561744, МКИ НОІ 727/00. Источник ионов / Стогний А.И., Никитинский В.А., Журавлев Б.И.
60. А.с. СССР № 1568793, МНИ НОІ 727/00. Источник заряженных частиц / Никитинский В.А., Обьедков С.И., Стогний А.И., Богатырев О.А.
61. А.с. СССР № 1245152, МНИ НОІ 73/04. Источник ионов / Никитинский В.А., Стогний А.И., Ткаченко А.Б.
62. Стогний А.И., Токарев В.В., Демченко А.И., Домкратов В.В.

- Широкоапертурный источник ионов кислорода // Тез. докл. VII Междунар. Конф. "Microelectronics - 90", - Минск. - 1990. - т. 2. - с.177.
63. Stognij A.I., Tokarev V.V. Multilayer Metallization Formation // Abstracts MRS Spring Meeting. - 1990. - San Francisco. - p. 37.
64. Габович М.Д., Кацубо Л.П., Солоненко И.А. Газовая компенсация сгустков положительных ионов в отсутствии магнитного поля // ФП. - 1978. - т. 4, в. 6. - с. 1370-1376.
65. Ziegler J.F., Birsack J.P., Littmark U. The Stopping and Range of Ions in Solids.- New York.: Pergamon Press, 1985. - 485 p.
66. Сумахов М.А., Комаров Ф.Ф. Энергетические потери и пробеги ионов в твердых телах. - Минск.: Изд-во БГУ, 1979. - 319 с.
67. Sigmund P. Sputtering processes: Collision cascades and spikes. - Copenhagen., 1987, - 32 p.
68. Улманис У.А. Радиационные явления в ферритах. - М.: Энергоатомиздат. 1984. - 268 с.
69. Гощицкий А.Б., Мень А.М., Синицкий И.А., Чукалкин Ю.Г. Структура и магнитные свойства окисных магнетиков, облученных быстрыми нейтронами. - М.: Наука. 1986. - 228 с.
70. Гесь А.П., Демченко А.И., Стогний А.И. и др. Изменение структурных и оптических характеристик тонких ЖИГ пленок под воздействием низкоэнергетического пучка ионов кислорода // Письма в ЖТФ. - 1991. - т. 17, в. 1. - с. 17-21.
71. Анализ поверхности методами Оже- и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии. / Под ред. Д. Бриггса, М.П. Сиха. - М.: Мир. - 1987. - 600 с.
72. Фелдман Л., Майер Д. Основы анализа поверхности и тонких пленок. - М.: Мир. - 1989. - 344 с.
73. Количественный электронно-зондовый микроанализ / Под ред.

- В.Скотта, Г. Лава. - М.: Мир. - 1986. - 352 с.
74. Комаров Ф.Ф., Кумахов М.А., Ташлыков И.С. Неразрушающий анализ поверхностей твердых тел ионными пучками. - Минск.: Университетское. - 1987. - 276 с.
75. Боярко Е.Ю., Малютин В.М., Буркова И.Е. и др. Определение состава феррит-гранатовых эпитаксиальных пленок методом резерфордского рассеяния ионов // Письма в ЖТФ. - 1989. - т. 15, в. 11. - с. 69-72.
76. Рязанов М.И., Тилинин И.С. Исследование поверхности по обратному рассеянию частиц. - М.: Энергоатомиздат. - 1985. - 163 с.
77. Башкиров Ш.Ш., Либерман А.Б., Синявский В.И. Магнитная микроструктура ферритов. - Казань: Изд-во Казанского ун-та. - 181 с.
78. Auciello O. Ion Interaction with Solids: Surface texturing, some bulk effects and their possible applications // J. Vac. Sci. Technol. - 1981. - v. 19, N 4. - p. 841.867.
79. Стогний А.М., Федотова В.В., Гесь А.П. и др. Изменение объемных свойств пленок ЖИГ при низкоэнергетичном облучении ионами кислорода // XIII Всесоюзн. шк.-сем. "Новые магн.мат. микроэлек." Тез. докл.- ч. II.- Астрахань. - 1992. - с. 47-48.
80. Адамсон А. Физическая химия поверхностей. - М.: Мир.- 1979. - 561 с.
81. Моррисон С. Химическая физика поверхности твердого тела. - М.: Мир. - 1980. - 488 с.
82. Гесь А.П., Стогний А.И., Федотова В.В. Совершенствование структуры ЖИГ-пленок низкоэнергетичным облучением ионами кислорода // XIX Всесоюзн. конф. по физике магн. явлений. - Тез. докл. - ч. II. - Ташкент. - 1991. - с. 110.

83. Стогний А.И., Федотова В.В., Гесь А.П. и др. Изменение условий распространения магнитостатических волн в облученных низкоэнергетичными ионами кислорода пленках железиттриевых гранатов // ЖТФ. - 1992. - т. 73, в. 11. - с. 1121-1125.
84. Пранявичюс Л.И., Восилюс И.И. Процессы на поверхности твердых тел, активируемые ионными пучками.- Вильнюс: Мокслас. - 1987. - 212 с.
85. Шаталов Р.Р., Достанко А.П., Максимов Б.Г. и др. Исследование влияния потока заряженных частиц на температуру подложки при ионной обработке // Электрон. обраб. материалов. - 1983. - N 2. - с. 69-74.
86. Лыков А.В. Теория теплопроводности. - М.: Высш. вк. - 1967. - 600 с.
87. Таблица физических величин: Справочник / Под ред. И.К.Кикоина. - М.: Атомиздат.- 1976.- 1008 с.
88. Sigmund P. Sputtering Processes: Collision Cascades and Spikes // Unelastic Ion-Surface Collisions / ed. Talk N. - New York.: Academic Press. - 1977. - 340 p.
89. Stognij A.I., Tokarev V.V., Mitin Yu.N. The Formation of Metal Oxide Thin Films by Sputtering Powder Mixtures with Oxygen Ions // MBS Volume 235-236. - 1991. - p. 231-234.
90. Фундаментальные и прикладные аспекты распыления твердых тел. /Сб. статей.: Сост. Машкова Е.С. - М.: Мир. - 1989. - 419 с.
91. Pivin J. An Overview of Ion Sputtering Physics and Practical Implications // J. Mater. Sci.- 1983. - v. 18. - p. 1267-1290.
92. Tolksdorf W., Tolle H.J., Klages C.P. SIMS Analysis of Lead and Boron in Yttrium Garnet Epilayers // J. Cryst. Growth. - 1982. - v.56. - p. 217-218.
93. Червоненкис А.Я., Чани В.И., Бахтеузов В.Е. и др. Определение

- состава В - содержащих феррит-гранатов по физическим свойствам // Изв. АН СССР. Сер. Неорг. мат. - 1986. - т. 22, в. 9. - с. 1530-1533.
94. Аддене Д.З., Пранявичюс Л.И. Генерация упругих волн в имплантируемых твердых телах // Поверхность. Физика, химия, механика. - 1984. - № 5. - с. 100-106.
95. Жуков В.П., Рябенко А.В. Роль ударной волны в радиационном повреждении твердых тел при низких энергиях атома отдачи // Препринт МИФИ. : М. - 1983. - 18 с.
96. Семин Ю.А., Скупов В.Д., Тетельбаум Д.И. Усиление генерируемых ионной бомбардировкой упругих волн при распространении в кристалле с кластерами дефектов // Письма в ЖТФ. - т. 988. - т.14, в.3. - с. 273-275.
97. Павлов П.В., Семин Ю.А., Скупов В.Д., Тетельбаум Д.И. Влияние упругих волн, возникающих при ионной бомбардировке, на структурное совершенство полупроводниковых кристаллов // ФТП. - 1986. - т. 20, в. 3. - с. 503-507.
98. Комаров Ф.Ф., Новиков А.П., Соловьев В.С., Ширяев С.З. Дефекты структуры в ионноимплантированном кремнии. - Мн.: Университетское. - 1990. - 318 с.
99. Каганова И.Н., Каганов М.И. К теории генерации звука заряженными частицами // ФТТ. - 1973. - т. 15, в. 5. - с. 1533-1543.
100. Фридель Ж. Дислокации. - М.: Мир. - 1967. - 664 с.
101. Морозов Н.П., Тетельбаум Д.И. Глубокое проникновение радиационных дефектов из ионно-имплантированного слоя в объем полупроводника // ФТП. - 1983. - т. 17, в. 5. - с. 838-842.
102. Chauchari P. Defects in Garnets Suitable for Magnetic Bubble Domain Devices // IEEE Transac. on Magn. - 1972. - v. MAG-8. - p. 333-339.
103. Antes L., Pardavi-Horvath M., Cziraki V. et.al. Microstructure of

- Yttrium Iron Garnet Thin Films // *J. Cryst. Growth.* - 1989. - v. 94. - p. 197-202.
104. Алехин В.П. Физика прочности и пластичности поверхностных слоев материалов. - М.: Наука. - 1983. - 280 с.
105. Кринчик Г.С. Физика магнитных явлений. - М.: Изд-во МГУ. - 1985. - 335 с.
106. Архипов К.Г., Зубов В.Е., Таблин А.С., Цесарский А.А. О влиянии микрорельефа поверхности на магнитооптические эффекты Керра // *Оптика и спектроскопия.* - 1991. - т. 71, в. 3. - с. 490-493.
107. Хребтов А.О., Ходосов Е.Ф. Определение многослойности ферритгранатовых пленок индуктивно-частотным методом // *Письма в ЖТФ.* - 1984. - т. 10, в. 18. - с. 1127-1131.
108. Барьяхтар Ф.Г., Суслин Л.А., Хребтов А.О. Переходные слои в LuSmCaGe – феррит-гранатовых пленках // *ФТТ.* - 1986. - т. 28, в. 7.- с. 2245-2249.
109. Башкиров Ш.Ш., Ивойлов Н.Г., Курбатов Г.Д., Чистяков В.А. Исследование имплантированных магнитных пленок методом конверсионной мессбауровской спектроскопии // *ФТТ.* - 1979. - т. 21, в. 11. - с. 3470-3472.
110. He Huahui, Su Jun, Deng Huanming et al. Epitaxial Growth of Highly Bi-substituted Garnet Films with Narrow FMR Linewidth FMR Linewidth and Low Optical Absorbtion Loss // *IEEE Transac. on Magn.* - 1989. - v. 25, N 5. - p. 3497-3499.
111. Гесь А.П., Демченко А.И., Колосов В.А., Стогний А.И., Федотова В.В. Особенности распространения МСВ в ЖИГ-пленках, облученных ионами кислорода // Семинар по магнитомикроэлектронике. Тезисы докл. - Симферополь. - 1991. - с. 108.