

ТЕМА 8.4 «ЯДЕРНО-ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ И ФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НАНОСТРУКТУР»

Номер госрегистрации: **01.2.00608484**

Приоритетное направление НИР НИИЯФ:

8. Исследование наноструктур: физика, технологии, применение.

Логотип — в разработке

Краткая аннотация (с гиперссылками на другие сайты и страницы по теме и т.п.), за основу которой может быть взят текст, подготовленный по каждой теме НИР для отчета за 2006 год;

По данной теме разрабатываются новые и совершенствуются действующие ионно-пучковые методы для анализа и модификации свойств перспективных включая наноструктурированных, материалов. Помимо ионно-пучковых и других ядерно-физических методов разрабатываются методы синтеза и исследования свойств тонокопленочных и многослойных наносистем.

Более детальное представление о работе по теме 8.4. дается в разделе «Основные результаты» (п.5.)

Руководитель:



Зав. Отделом физики атомного ядра (<http://danp.sinp.msu.ru>),

дфмн Чеченин Николай Гаврилович

(<http://www.sinp.msu.ru/structinc/opeople/chechenin.html>) ,

тел. (495) 939-2346, факс: (495) 939-08-96

e-mail: chechenin@sinp.msu.ru

Список основных исполнителей:

Чеченин Н.Г., зав. ОФАЯ, дфмн, тел.(495)939-2348, факс:(495)939-0896

e-mail: chechenin@sinp.msu.ru, e-mail: chechenin@sinp.msu.ru,

(<http://www.sinp.msu.ru/structinc/opeople/chechenin.html>)

Куликаускас В.С., зав. ЛВИВ, кфмн, тел.(495)939-5554, факс:(495)939-0896, email: vaclav@anna19.sinp.msu.ru, e-mail: vaclav@anna19.sinp.msu.ru,

Черныш В.С., зав ЛИНТ, дфмн, проф., тел.(495)939-3770, факс:(495)939-0896

e-mail: chernysh@phys.msu.ru

Машкова Е.С., внс, дфмн, проф., тел. (495)939-4167, факс:(495)939-0896,

e-mail: es_mashkova@mail.ru ,

<http://www.sinp.msu.ru/structinc/opeople/mashkova.html>

Похил Г.П., внс, кфмн, тел. (495) 939-3605, факс:(495)939-0896,
e-mail: pokhil@anna19.sinp.msu.ru,

Борисов А.М., внс, дфмн, профессор,
тел. (495)939-4167, факс:(495)939-0896, e-mail: anatoly_borisov@mail.ru

Макунин А.В., снс, кфмн, тел. (495)939-4836, факс:(495)939-0896,
e-mail: makunin@anna19.sinp.msu.ru,

Патракеев А.С., снс, кфмн, тел. (495)939-3770, факс:(495)939-0896,
e-mail: patran@phys.msu.ru,

Черных П.Н., нс, кфмн, тел. (495)939-4836, факс:(495)939-0896,
e-mail: chernykh-pavel@yandex.ru,

Джунь И.О., мнс, тел. 939-3897, факс:(495)939-0896,

Андрианова Н.Н., мнс, andrianova_nn@mail.ru

Ермаков Ю.А., вед. технолог, yuerm@anna19.sinp.msu.ru

Основные результаты

Развитие методов ионно-пучкового анализа для исследования нанокompозитных покрытий и наноструктурированных систем

С начала 70-х годов прошлого столетия в НИИЯФ МГУ активно начали развиваться методики ионно-пучкового анализа (ИПА) приповерхностных слоев материалов. Значительный импульс эти исследования получили после открытия в 1965 году профессором А.Ф. Тулиновым ориентационного эффекта теней, наблюдаемого при прохождении протонов или других ионов через кристаллы [1]. ЛЯР, а затем ОФАЯ НИИЯФ стал ведущим в стране коллективом, пропагандирующим ионно-пучковые методики. На базе НИИЯФ МГУ стали проводиться и проводятся до сих пор ежегодные конференции по физике взаимодействия заряженных частиц с веществом и применениям ионно-пучковых технологий, т.н. Тулиновские конференции.

В этом направлении усилия сфокусированы на развитии методик ИПА материалов, а именно: 1) резерфордовского обратного рассеяния (РОР), ядерного обратного рассеяния (ЯОР) и спектрометрии ядер отдачи (СЯО); 2) разработке метода спектрометрии рассеянных ионов средних энергий (СРИСЭ или MEIS-Medium Energy Ion Scattering); 3) применении этих методик для исследования структур спинтроники, алмазоподобных углеродных (DLC) и других нанокompозитных структур и нанокompозитных покрытий. Экспериментальной базой развиваемых методик служит ускорительный комплекс НИИЯФ МГУ (<http://danp.sinp.msu.ru/LAA/acellerators.htm>).

Ионно-пучковые методики становятся особенно востребованными в настоящее время, время развития нанотехнологий, когда требуется определять состав в тонкослойных и многослойных образцах с разрешением по глубине в несколько ангстрем.

В качестве иллюстрации на рис.1 приведены энергетические спектры (а) резерфордовского обратного рассеяния, (б) ядерного обратного рассеяния и (в) ядер отдачи водорода. Отметим, что ионно-пучковый анализ типа представленного на этом рисунке, особенно, спектральный анализ ядер отдачи водорода, позволяющий получить концентрационное распределение водорода, дает уникальные возможности для исследования строения нанокompозитных покрытий [2].

Большой объем работ выполнен в исследованиях алмазоподобных нанокompозитных покрытий пс-TiC/a-C:H. Водородосодержащие аморфные углеродные нанокompозиты с внедренными нанокристаллическими инородными зёрнами в настоящее время интенсивно исследуются, поскольку они позволяют в широких пределах варьировать их функциональные свойства: электрофизические параметры, антикоррозионную стойкость покрытий, их твердость, упругость, низкий коэффициент трения и т.д. Комбинация функциональных свойств как а-C:H-матрицы, так и покрытия в целом, в значительной мере определяется соотношением алмазоподобной sp³- и графитоподобной sp²-связей. Имеются указания на то, что водород в такой системе выполняет важную роль, стимулируя формирование алмазоподобных sp³- связей. И наоборот, потеря покрытием водорода, например, в результате отжига, приводит к перестройке sp³-связей

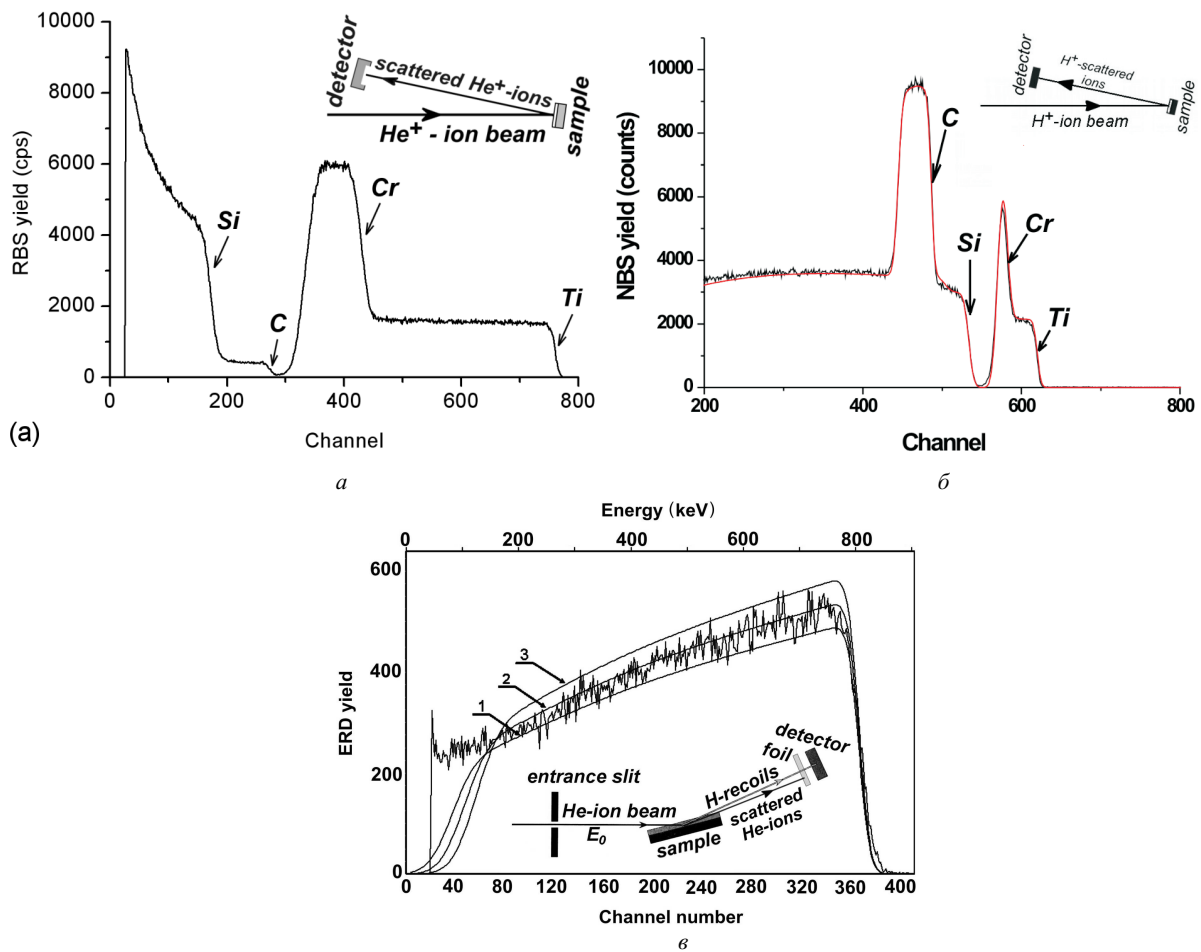


Рис. 1. Ионно-пучковый анализ алмазоподобного нанокompозитного покрытия а-С:Н(ТiС)/Сr/SiO₂/Si. На вставках приведены схемы расположения образца и детектора относительно пучка. Изображены энергетические спектры: а — резерфордовского обратного рассеяния, б — ядерного обратного рассеяния и в — ядер отдачи водорода [2]

в sp²-связи. Вторая важная функция водорода – пассивация оборванных углеродных связей, концентрация которых на поверхности трущихся узлов достигает максимальных значений. Из этого следует, что количественное определение концентрации водорода и соотношение фракций свободного и связанного водорода в DLC пленке весьма критично для понимания его трибологического поведения и механических свойств (упругость, твердость и т.д.).

В данном направлении получены следующие основные результаты.

Впервые было показано, что комплекс методов ИПА можно использовать для определения парциальной массовой плотности углеводородной матрицы нанокompозитного покрытия и для оценки соотношения sp² и sp³ фракций в алмазоподобном нанокompозитном покрытии [2-4].

Впервые измерена зависимость парциальной массовой плотности углеводородной матрицы от концентрации водорода в нанокompозитном покрытии ps-TiC/a-C:H [2-4].

Метод ИПА впервые был использован для исследования зависимости концентрации водорода в нанокompозитном покрытии ps-TiC/a-C:H от температуры отжига. Обнаружено, что водород входит в углеводородную матрицу в виде двух компонент, связанную и свободную и, впервые было определено их количественное соотношение. На основе полученных количественных данных была построена модель для оценки энергии углеводородных связей и энергии активации для миграции атомного водорода [5].

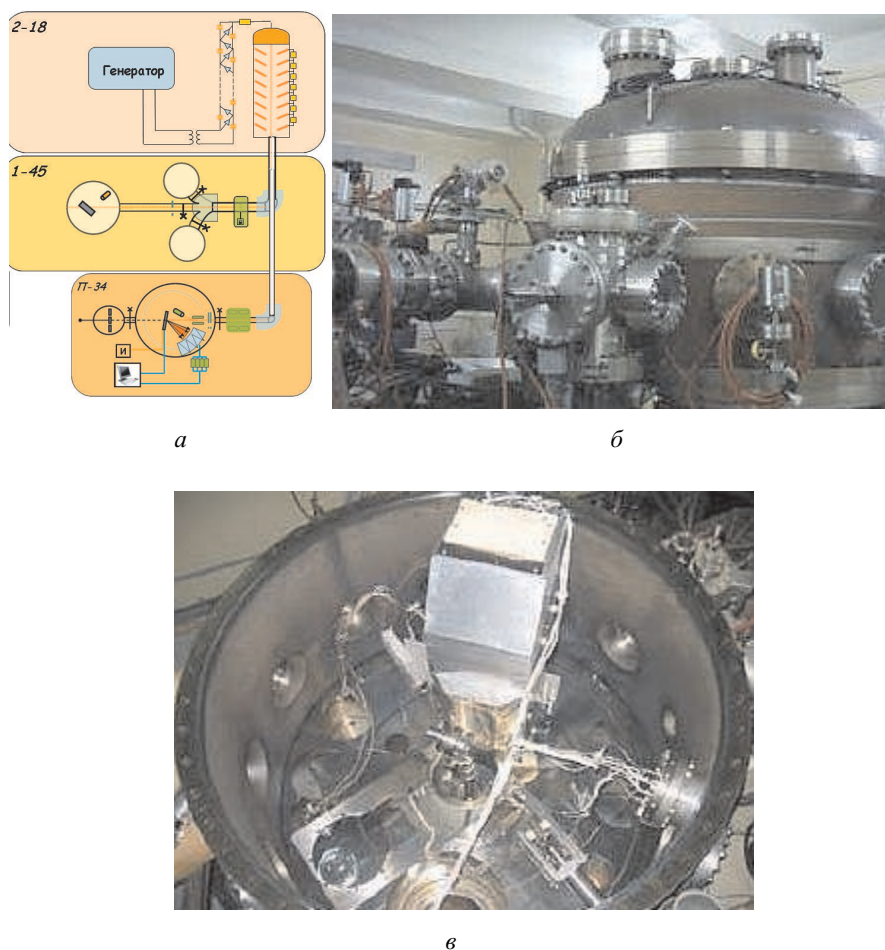


Рис. 2. Схема расположения комплекса КГ500-MEIS (а), внешний вид (б) и интерьер (в) камеры MEIS. На рисунке в виден тороидальный электростатический анализатор

Создан экспериментальный комплекс КГ500-MEIS для исследования ультратонких многослойных систем, рис. 2, [6]. С помощью созданного комплекса получены первые экспериментальные результаты, иллюстрирующие возможности исследования. Определены величины энергетического разрешения и разрешения по глубине, которые демонстрируют, что уже сейчас данный комплекс является важным инструментом в исследовании структуры и состава ультратонких многослойных систем, разрабатываемых в современной наноэлектронике и спинтронике [6-7].

Ионно-пучковое наноструктурирование поверхности материалов

Исследование процессов взаимодействия ионов кэВ-ных энергий с поверхностью твердых тел ведутся сотрудниками ОФАЯ НИИЯФ с начала 1960-х годов. Некоторое представление о полученных в этом направлении результатов можно получить из книги [8]. Оказалось, что с помощью ионных пучков можно производить наноструктурирование поверхности материалов. Ниже приводятся некоторые из недавних результатов в этом направлении.

В группе проф. Е.С. Машковой выполнен цикл исследований ионно-индуцированных процессов – распыления, кинетической ионно-электронной эмиссии, структуры и морфологии модифицированного поверхностного слоя углеродных материалов при высоких ($\sim 10^{18} - 10^{19}$ ион/см²) флюенсах облучения ионами N_2^+ , Ne^+ , Ar^+ с энергиями 5 – 30 кэВ [9-20].

Выявлено, что ионно-индуцированный рельеф базовой грани высокоориентированного пиро-литического графита марки УПВ-1Т может контролироваться анизотропными диффузионными процессами, приводящими к квазипериодическим поверхностным наноструктурам, см. рис.3. Формирующаяся при этом морфология поверхности при повышенных температурах (200 - 400^oС) приводит к устойчивому по длительности облучения 2-3 кратному подавлению распыления по сравнению с другими углеродными материалами.

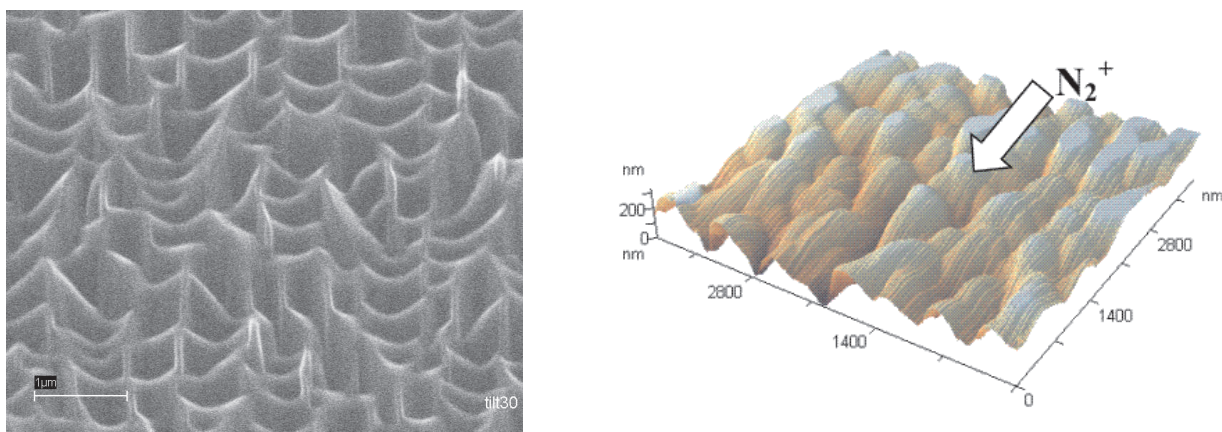


Рис. 3. Морфология поверхности грани (001) УПВ-1Т после облучения ионами N_2^+ энергии 30 кэВ под углом $\vartheta = 60^\circ$ относительно нормали к поверхности при комнатной температуре: слева РЭМ-изображение (наклон образца 30^o), справа – трехмерная реконструкция с использованием микроскопа ФемтоСкан в атомно-силовом режиме

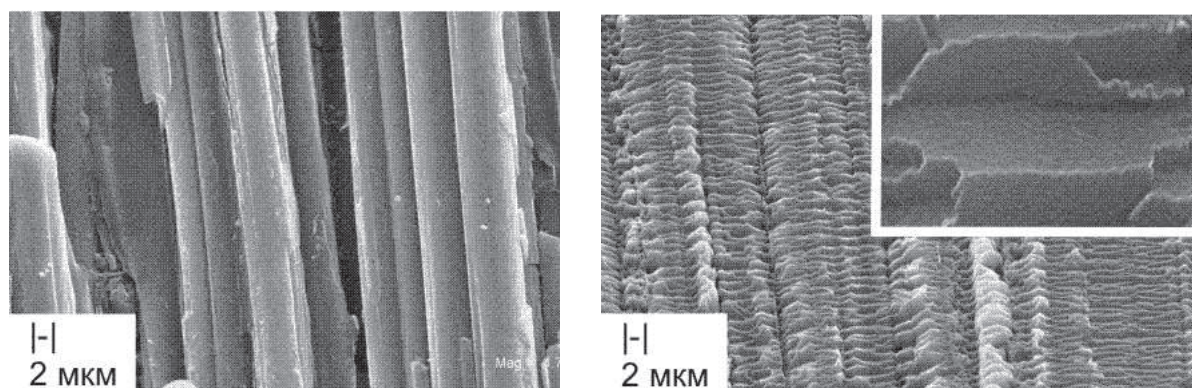


Рис. 4. Микрофотографии поверхности КУП-ВМ при съемке в РЭМ с наклоном образца 30^o до (слева) и после облучения по нормали ионами N_2^+ энергии 30 кэВ при 330^oС, на вставке увеличенное (x20) изображение гофров, наклон микрограней 42^o (справа)

Выявлены на основе анализа температурных зависимостей ионно-электронной эмиссии, данных дифракции электронов на отражение и результатов РЭМ ионно-индуцированные структурно-морфологические изменения в поверхностном слое однонаправленного углерод-углеродного композиционного материала марки КУП-ВМ. Найдено, что ионное облучение приводит к потере анизотропии структуры поверхностного слоя композита: аморфизации при комнатной температуре, либо рекристаллизации при повышенных температурах. Модифицирование волокнистой морфологии КУП-ВМ при ионном облучении зависит от температуры мишени. При повышенной температуре (200-400^oС) наблюдается гофрирование волокон: ребра гофров перпендикулярны оси волокна, грани образуют правильную призматическую форму и наноразмерную шероховатость, рис.4.

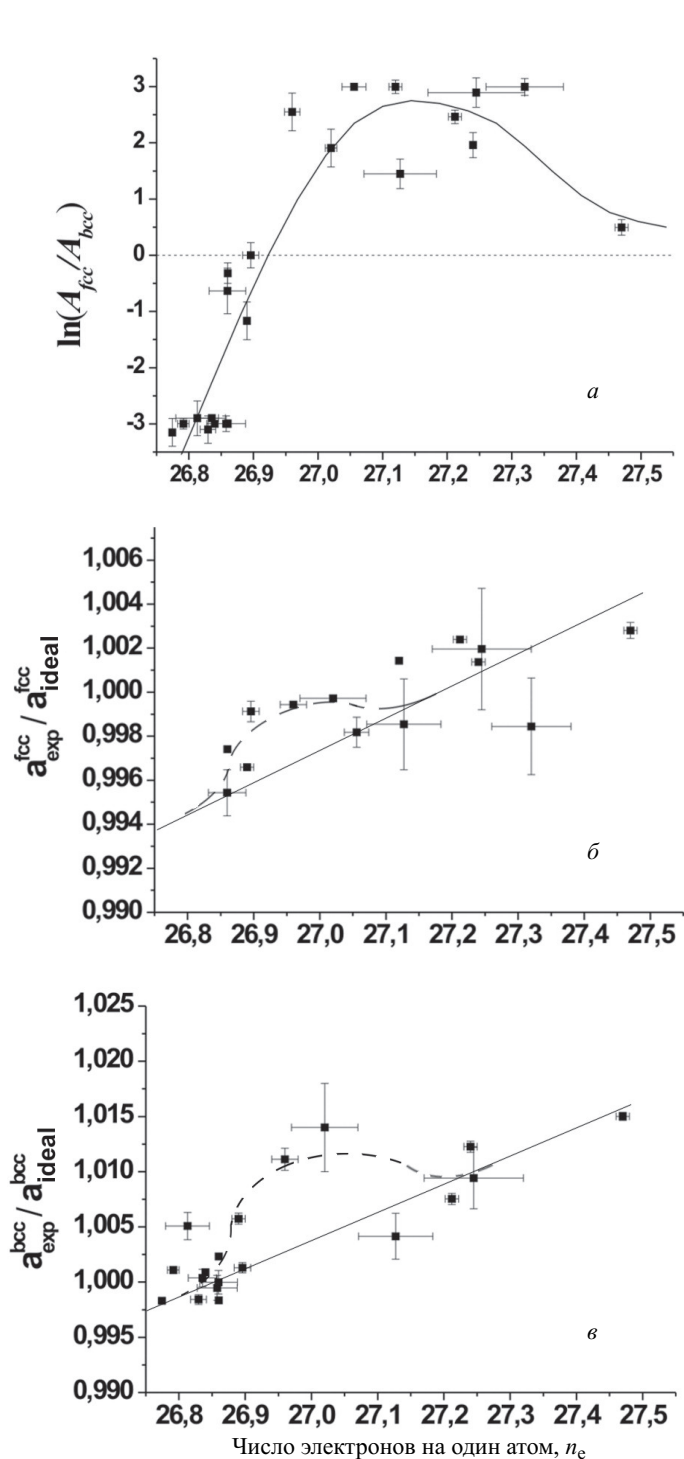


Рис. 5. Натуральный логарифм от отношения интенсивности гцк и оцк фаз A_{fcc}/A_{bcc} (а) и отношения экспериментально полученных параметров гцк (б) и оцк (в) решёток к ожидаемым в зависимости от состава в терминах числа электронов на атом n_e

Исследование магнитных наноструктур

Наряду с развитием ионно-пучковых методик в ОФАЯ активно проводятся работы по синтезу наноструктур. Одним из таких направлений является синтез и исследование свойств магнитных наноструктур, представляющих интерес для технологии устройств магнитной памяти и спинтроники. Ниже приводятся некоторые из недавних результатов.

1. Развита технология электрохимического осаждения нанокристаллических двухфазных магнитомягких плёнок Co-Ni-Fe из раствора солей данных переходных элементов без дополнительных органических добавок [21]. Тонкопленочные структуры этого тройного сплава весьма перспективны для применения в записывающих головках и других магнитных устройствах информационных носителей. В рамках темы в данной системе тройного сплава детально исследована взаимосвязь между составом, структурой и магнитными свойствами [22-24].

2. Предложена удобная форма представления соотношения концентраций Co, Ni, Fe в виде среднего числа электронов на формульную единицу n_e . Используя это представление, впервые обнаружены нелинейные зависимости первого и второго порядка отношения концентраций гцк и оцк фаз в сплаве, параметров решётки гцк- и оцк фракций, а также намагниченности насыщения от соотношения концентраций сплава, т.е. от n_e . Эти нелинейности имеют скоррелированный характер, рис. 5. Нелинейность первого порядка соответствует плавному росту параметров решётки с увеличением n_e , по отношению к «идеальной» зависимости, следующей из закона Зена. Нелинейность второго порядка имеет колоколообразный характер и приходится на область n_e , соответствующую равнодолевому присутствию гцк и оцк фаз сплава Co-Ni-Fe [22-24].

3. Впервые обнаружено превышение намагниченности насыщения по сравнению с зависимостью, следующей из диаграммы Слэтера-Полинга, рис. 6. Это превышение может быть связано с отмеченным выше относительным увеличением параметров решётки наноразмерных кристаллов.

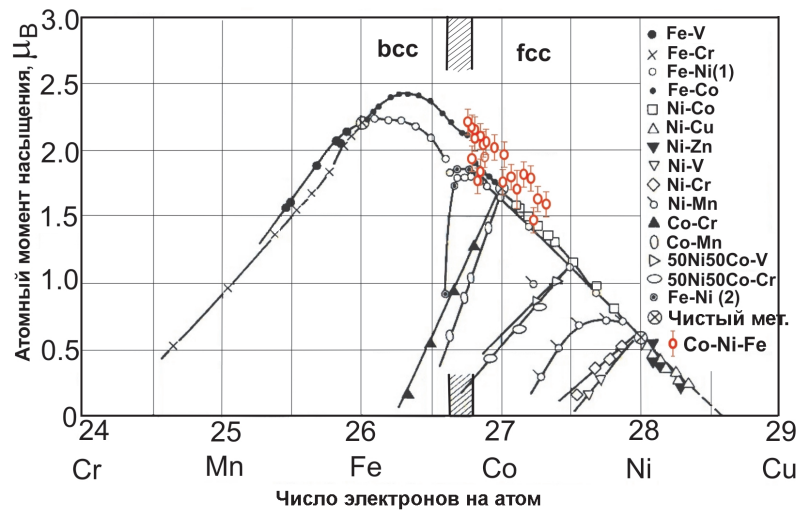


Рис. 6. Диаграмма Слэтера-Полинга для сплава Co-Ni-Fe. Наши данные - точки, выделенные красным цветом [24]

4. Проводятся исследования магнитных свойств многослойных структур, представляющих интерес для спинтроники. Путем измерения угловой зависимости поглощения высокочастотного излучения в области ферромагнитного резонанса исследованы магнитные свойства наноструктур $\text{Mo/IrMn/Co/Mo/SiO}_2/\text{Si}$ с альтернативным чередованием антиферромагнитного (АФМ) и ферромагнитного (ФМ) слоев. Осаждение слоев производилось с помощью импульсного лазерного осаждения в отсутствие магнитного поля. В исследованиях условий возникновения обменного смещения в системе ФМ/АФМ было впервые установлено, что обменное смещение в системе с IrMn слоем, нанесенным на Co-слой, может быть инициировано путем отжига в магнитном поле при температуре существенно ниже, чем температура Нееля для массивных ферромагнетиков. Возможное объяснение этому – уменьшение T_N для АФМ-плёнок с малой толщиной. Это приводит к локальному магнитному упорядочиванию на участках пониженной толщины рельефной АФМ-плёнки [25-26].

5. Установлено, что при одинаковых остальных параметрах осаждаемых слоёв изменение очередности нанесения слоёв Co и IrMn в многослойной структуре Mo/Co/IrMn/Mo принципиально меняет способность системы к наведению обменного смещения путем термического отжига. Предположительно, это связано с различной степенью несоответствия решёток Co/IrMn и Mo/IrMn, приводящей к существенно различной микроструктуре антиферромагнетика IrMn [25].

Эти результаты детально описаны в кандидатской диссертации Е.В. Хоменко [26].

Новые установки

В последнее время экспериментальная база ОФАЯ пополнилась некоторыми новыми установками. Помимо комплекса КГ500-MEIS, описанного выше, среди новых установок следует отметить ионный имплантатор HV500, рис.7. Установка позволяет получать и имплантировать ионы любых элементов с энергией до 500 кэВ. С помощью этой установки планируется создавать и исследовать нанокластеры с необычными электрическими, оптическими и магнитными свойствами. Установка оснащена также камерой MEIS с тороидальным электростатическим анализатором, что позволяет исследовать приповерхностные слои с монослойным разрешением.

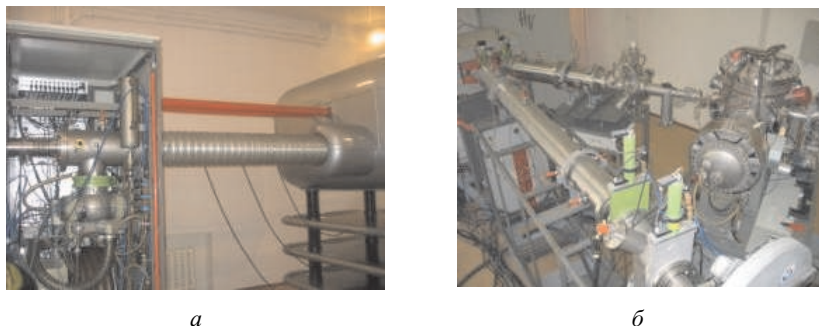


Рис. 7. Высоковольтная часть и линии пучка ионного имплантатора HV500

Другим крупным приобретением является установка магнетронного осаждения AJA, рис. 8. Установка оснащена 5-ю источниками-мишенями для распыления в DC- и RF-режимах, что позволяет производить соосаждение как из металлических, так и из диэлектрических мишеней. В камере установки можно поддерживать требуемое соотношение давлений газов с помощью 3-х газовых контроллеров, регулирующих поток газов с необходимой точностью. Управление установкой полностью компьютеризировано. Установка предназначена для создания многослойных структур нанoeлектроники и спинтроники.



Рис. 8. Установка магнетронного напыления AJA. На заднем плане установки по термохимической обработке материалов



Рис. 9. Проф. В.С. Черныш рассказывает проректору МГУ, акад. РАН А.Р. Хохлову о принципе работы установки по ускорению нанокластеров

На заключительном этапе отладки и запуска находится установка по ускорению нанокластеров, рис. 9. В этой установке будут создаваться и ускоряться нанокластеры с массовым числом порядка 1000 а.е.м. Ввод в действие этой установки откроет перспективы исследования взаимодействия медленных слабосвязанных наноразмерных кластеров с поверхностью твердых тел [27].

Список литературы

1. А.Ф. Тулинов. Влияние кристаллической решетки на некоторые атомные процессы // УФН, 1965, т.87, с. 585; ДАН СССР, 1965, т. 162, с. 546.
2. N G Chechenin, P N Chernykh, V S Kulikauskas, Y T Pei, D Vainshtein and J Th M De Hosson. On the composition analysis of nc-TiC/a-C: H nanocomposite coatings // J. Phys. D: Appl. Phys. 41 (2008) 085402, 7pp.
3. Н.Г. Чеченин, П.Н. Черных, В.С. Куликаускас, Y. Pei, D. Vainstein, J. Th. M. de Hosson. Исследование структуры и состава нанокompозитных тонких пленок nc-TiC/a-C:H ионно-пучковыми методами // Поверхность: Рентгеновские, Синхротронные, и Нейтронные Исследования, 2007, No. 11, сс. 62–66.

4. Н.Г.Чеченин, П.Н.Черных, В.С.Куликаускас, Y. Pei, D. Vainshtein, J.Th.M. De Hosson. Ионно-пучковый метод определения массовой плотности углеродной матрицы в тонкопленочных нанокompозитах / Письма в ЖТФ 33 (2007) 47.
5. Y.T. Pei, N.G. Chechenin, P.N. Chernykh, A.A. Turkin, D. Vainshtein and J.Th.M.De Hosson // On the quantification of unbound hydrogen in diamond-like carbon-based thin films. Scripta Materialia 61 (2009), сс. 320–323.
6. П. Н. Черных, Г.А. Иферов, В.С. Куликаускас, В.С. Черныш, Н.Г. Чеченин, В.Я. Чуманов. Комплекс КГ-MEIS НИИЯФ МГУ для исследования поверхностных и нанослойных структур // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исследования. №9, 2008, стр. 109-112.
7. П.Н. Черных. Развитие ионно-пучковых методов для исследования нанокompозитных гидрогенизированных алмазоподобных пленок и ультратонких многослойных структур. Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук. НИИЯФ МГУ, Москва, 2009 г.
8. Машкова Е.С., Молчанов В.А. Рассеяние ионов средних энергий поверхностями твердых тел. — М: Атомиздат, 1980, 256с.
9. Андрианова Н.Н., Борисов А.М., Виргильев Ю.С., Машкова Е.С., Немов А.С., Питуримова Е.А., Сорокин А.И. Температурные зависимости ионно-электронной эмиссии стеклогуглеродов при облучении ионами аргона энергии 30 кэВ // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исслед. 2007. № 3. С.4-9.
10. Borisov A.M., Mashkova E.S., Nemov A.S., Virgiliev Yu.S. Sputtering of HOPG under high-dose ion irradiation // Nucl.Instrum.Methods in Phys.Res. 2007. V. B 256. pp.363-367.
11. Andrianova N.N., Borisov A.M., Mashkova E.S., Nemov A.S., Parilis E.S., Sorokin A.I., Virgiliev Yu.S. Ion-induced electron emission of glassy carbons // Nucl.Instrum.Methods in Phys.Res. 2007. V. B 256. pp.515-519.
12. Borisov A.M., Mashkova E.S. Ion-induced electron emission from carbon-based materials // Nucl.Instrum.Methods in Phys.Res. 2007. V. B 258. pp.109-115.
13. Борисов А.М., Виргильев Ю.С., Машкова Е.С. Модификация структуры и эмиссионные свойства углеродных материалов при высокодозном ионном облучении // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исслед. 2008. № 1. С.58-74
14. Андрианова Н.Н., Борисов А.М. Моделирование дефектообразования в материалах при высоких флюенсах ионного облучения // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исслед. 2008. № 3. С.23-26.
15. Авилкина В.С., Андрианова Н.Н., Борисов А.М., Немов А.С. Исследование шероховатой поверхности методами лазерной гониофотометрии, зондовой и электронной микроскопии // Приборы. 2008. №4(94). С.11-14.
16. Andrianova N.N., Borisov A.M., Mashkova E.S., Nemov A.S., Parilis E.S. The effect of crystalline structure on molecular effect in ion-induced electron emission // Vacuum. 2008. V.82. P.906-910.
17. Андрианова Н.Н., Борисов А.М., Виргильев Ю.С., Машкова Е.С., Немов А.С., Сорокин А.И. Высокодозовое распыление стеклогуглерода ионами аргона // Физика и химия обработки материалов. 2008. №1. С.24-27.
18. Андрианова Н.Н., Борисов А.М., Бецофен С.Я., Виргильев Ю.С., Куликаускас В.С., Машкова Е.С., Немов А.С. Исследование измененного поверхностного слоя высокоориентированного пирографита при высоких флюенсах ионного облучения // Вопросы атомной науки и техники. Сер. Термоядерный синтез. 2008. Вып. 4. С. 37-48.
19. Андрианова Н.Н., Борисов А.М., Виргильев Ю.С., Машкова Е.С., Немов А.С., Питуримова Е.А., Тимофеев М.А. Закономерности ионно-электронной эмиссии одномерного углерод-углеродного композиционного материала // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтр. исслед. 2008. № 5. С.59–63
20. Андрианова Н.Н., Борисов А.М., Виргильев Ю.С., Машкова Е.С., Немов А.С., Сорокин В.И., Питуримова Е.А. Влияние плотности потока на температурные зависимости ионно-электронной эмиссии углеродных материалов // Изв. РАН. Сер. Физич. 2008. Т.72. №7. С.943-946.
21. Е.В. Хоменко, Е.Е. Шалыгина, С.Н. Поляков, Н.Г. Чеченин Электрохимическое осаждение и свойства ферромагнитных плёнок Co-Fe-Ni с толщиной до 500 нм // Перспективные материалы, 2006, №2, с. 66–72.
22. N.G. Chechenin, E.V. Khomenko, J.Th.M. de Hosson FCC/BCC competition and enhancement of saturation magnetization of nanocrystalline Co- Ni -Fe films // Письма в ЖЭТФ, 2007, т.85, № 4, с. 251-254 [JETP Letters,2007, Vol. 85, No. 4, pp. 212–215].
23. E.V. Khomenko, E.E. Shalyguina, N.G. Chechenin Magnetic properties of thin Co–Fe–Ni films // Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2007, v. 316, pp. 451–453.
24. N. G. Chechenin, E. V. Khomenko, D. I. Vainchtein, and J. Th. M. De Hosson Nonlinearities in composition dependence of structure parameters and magnetic properties of nanocrystalline fcc/bcc-mixed Co–Ni–Fe thin films // J. Appl. Phys., 2008, v. 103, 07E738, 3pp.
25. Е.В.Хоменко, Н.Г. Чеченин, А.Ю. Гойхман, А.В. Зенкевич Обменное смещение в структурах IrMn/Co с альтернативным чередованием антиферромагнитного и ферромагнитного слоев // Письма в ЖЭТФ, 2008, т. 88, №8, с. 693-697.
26. Е.В. Хоменко. Взаимосвязь состава, структуры и магнитных свойств в пленках Co-Ni-Fe и в системе Co/IrMn. Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук. Физический факультет МГУ, Москва, 2009 г.
27. А.А. Андреев, Ю.А. Ермаков, А.С. Патракеев, В.С. Черныш Применение кластерных ионов в нанотехнологии. Нанотехнологии: разработка, применение т.1, №1, (2009)