

МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

имени М.В. ЛОМОНОСОВА

На правах рукописи

Киреев Дмитрий Сергеевич

**Механизмы формирования состава и модифицирования поверхности
многокомпонентных материалов при облучении кластерными ионами**

01.04.04. – физическая электроника

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата физико-математических наук

Москва, 2021

Работа выполнена на кафедре физической электроники Физического факультета МГУ имени М.В. Ломоносова.

Научный руководитель:

Доктор физико-математических наук, профессор

Черныш Владимир Савельевич

Официальные оппоненты:

Борисов Анатолий Михайлович,

доктор физико-математических наук, профессор,

профессор кафедры «Технологии производства приборов и информационных систем управления летательных аппаратов», МАИ, Москва.

Ремнёв Геннадий Ефимович,

доктор технических наук, профессор,

заведующий научно-производственной лабораторией "Импульсно-пучковых, электроразрядных и плазменных технологий", Томский Политехнический Университет, Томск.

Гаспарян Юрий Микаэлович,

кандидат физико-математических наук, доцент,

доцент отделения лазерных и плазменных технологий офиса образовательных программ, МИФИ, Москва.

Защита диссертации состоится «23» декабря 2021 г. в __-__ на заседании диссертационного совета МГУ.01.12 Московского государственного университета имени М.В. Ломоносова по адресу: 119991, Москва, Ленинские горы, д.1, стр.2, Физический факультет МГУ, ауд. СФА.

E-mail: igorkartashov@mail.ru

С диссертацией можно ознакомиться в отделе диссертаций научной библиотеки МГУ имени М.В. Ломоносова (Ломоносовский просп., д.27) и на сайте ИАС «ИСТИНА»:

<https://istina.msu.ru/dissertations/410570629/>

Автореферат разослан «__» ноября 2021 г.

Ученый секретарь

диссертационного совета,

к.ф.-м.н.



И.Н. Карташов

Общая характеристика работы

Актуальность темы

Кластерные ионные пучки находят свое применение как для решения практических задач оптики, микро- и наноэлектроники, так и в методиках исследования поверхности, таких как вторичная ионная масс-спектрометрия (ВИМС) и рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия (РФЭС). Однако, на сегодняшний день практически нет исследований, посвященных распылению сплавов кластерными ионами. Учет эффекта селективного распыления может повысить точность вышеописанных методик исследования элементного состава поверхности сплавов.

Кластер - это образование, содержащее от нескольких единиц до нескольких десятков тысяч атомов или молекул. В случае газовых кластеров (Ar_N , $(\text{N}_2)_N$, $(\text{CO}_2)_N$ и т.д., где N - число частиц в кластере) частицы удерживаются вместе за счет Ван-дер-Ваальсовских сил, а энергия их взаимодействия составляет величину порядка 10 мэВ. Эта величина гораздо меньше энергии связи атомов в кристаллах, что во многом определяет механизмы процессов при столкновении кластерного иона с поверхностью.

Существуют основания предположить, что взаимодействие газового кластерного иона с твердым телом коренным образом отличается от взаимодействия атомного иона при тех же условиях. Прежде всего, при ударе кластера о поверхность большое количество атомов, составляющих кластер, одновременно взаимодействует с большим количеством атомов твердого тела. Очевидно, что общепринятая для описания взаимодействия ускоренных ионов с атомами поверхности твердого тела каскадная теория Зигмунда, основанная на рассмотрении парных столкновений, в этом случае неприменима. Кроме того, размер кластерного иона, значительно превышает размер атомного иона. При этом на каждый из атомов ускоренного кластера приходится небольшая доля всей его энергии. Например, энергия атома кластера Ar_{1000} , ускоренного до 10 кэВ, составляет всего 10 эВ. Поэтому в силу отмеченных особенностей кластер, в отличие от атомных ионов, не проникает вглубь кристалла, и вся его

энергия выделяется локально в небольшом приповерхностном слое. Таким образом, при облучении поверхности материалов кластерными ионами можно ожидать эффекты, не проявляющиеся в случае атомарных ионов.

При облучении поверхности твердых тел кластерными ионами приповерхностный слой, в котором образуются дефекты значительно меньше, чем при облучении атомарными ионами. Поэтому кластерные ионные пучки активно используют для высокоточной полировки поверхностей, имплантации на малую глубину, а также для улучшения качества тонких пленок, получаемых осаждением. Также существуют работы, в которых описано применение облучения кластерными ионами для повышения биосовместимости различного рода медицинских имплантов. Отмечается, что использование пучка кластерных ионов в качестве зонда повышает точность и чувствительность исследования состава вещества на основе методики вторичной ионной масс-спектрометрии.

Тем временем процессы взаимодействия пучков ускоренных кластерных ионов с поверхностью твердых тел малоизучены. Профессор И. Ямада, благодаря усилиям которого пучки кластерных ионов приобрели широкую актуальность, отметил недавно: «Кластерные ионно- пучковые подходы еще недостаточно широко известны, поскольку они все еще остаются относительно новыми и включают в себя основные концепции, процедуры и оборудование, которые сильно отличаются от тех, которые связаны с традиционными методами атомных ионных пучков» [1]. Добавим к этому, что накопленные к настоящему времени сведения о процессах взаимодействия кластерных ионов с веществом разрознены и не систематизированы. В частности, полностью отсутствуют данные по изучению взаимодействия кластерных ионов со сплавами. Имеется много пробелов в изучении механизмов формирования рельефа поверхности под действием облучения газовыми кластерными ионами.

Объектом исследования являются процесс селективного распыления многокомпонентных сплавов и механизмы формирования нанорельефа поверхности под действием ионного кластерного облучения.

Предметом исследования являются влияние ионного кластерного облучения на изменение компонентного состава поверхности сплавов NiPd и NiMoRe. А также влияние температуры мишени на формирующийся под действием наклонного ионного кластерного облучения нанорельеф поверхности поликристаллической меди.

Целью диссертационной работы является исследование процесса селективного распыления многокомпонентных сплавов и изучение закономерностей образования нанорельефа поверхности под действием ионного кластерного облучения.

Для достижения указанной цели были поставлены следующие **задачи**:

1. Экспериментально изучить влияние облучения кластерными ионами на элементный состав поверхности сплавов никель-палладий с различной начальной концентрацией элементов и сплава NiMoRe.
2. Исследовать возможное влияние нанорельефа поверхности на элементный состав никель-палладиевых сплавов.
3. Изучить роль температуры мишени в формировании рельефа поверхности металлов, облучаемых кластерными ионами.
4. Исследовать влияние типа газовых кластерных ионов (Ar и Xe) на формирование рельефа поверхности.

Методы исследования

Решение поставленных задач осуществлялось последовательно. Исследуемые материалы подвергались облучению газовыми кластерными ионами на двух ускорителях кластерных ионов с различающимися параметрами ионного пучка. Затем проводилась диагностика топографии и элементного состава поверхности с помощью таких методик, как СЭМ, АСМ и РФЭС, соответственно.

Научная новизна:

1. Впервые получены спектры РФЭС, отражающие изменение элементного состава многокомпонентных мишеней, в частности сплавов NiPd и NiMoRe под действием облучения кластерными ионами Ar.
2. Впервые установлено наличие эффекта селективного распыления в сплавах NiPd и NiMoRe под действием облучения пучком кластерных ионов Ar₂₅₀₀ с энергией 20 кэВ. Показано, что в приповерхностном слое селективное распыление Pd приводит к повышению концентрации Ni (до 25%). При облучении сплава NiPd атомарными ионами отличие концентраций компонентов в приповерхностном слое от концентраций в объеме образца составляет около 1%.
3. Установлено, что градиент концентраций компонентов в приповерхностном слое определяется двумя факторами: скоростью радиационно-стимулированной сегрегации и скоростью распыления сегрегирующего на поверхность компонента.
4. Экспериментально показана зависимость величины селективного распыления (процентного различия поверхностной и объемной концентраций элементов после облучения поверхности сплава кластерными ионами) от соотношения исходных концентраций элементов в сплаве Ni_xPd_y.
5. Впервые получены экспериментальные результаты о влиянии температуры подложки на итоговый нанорельеф поверхности, образующийся при наклонном падении ускоренных кластерных ионов Ar на мишень. Показано, что при температуре мишени 300К основной вклад в развитие рельефа вносит зависимость коэффициента распыления от локальной кривизны поверхности (эрозионный режим распыления), а при температуре 773К рельеф поверхности формируется преимущественно за счет поверхностной миграции распыленных атомов (диффузионный режим распыления).

6. Показано, что при доминирующем эрозионном режиме распыления формирующийся под действием наклонного облучения кластерными ионами рельеф поверхности не зависит от кристаллической ориентации.
7. Показано, что использовании пучков кластерных ионов различных инертных газов приводит к сглаживанию средней шероховатости поверхности SiC с $R_a=3$ нм до $R_a = 1,32$ нм. Причем при облучении кластерными ионами Хе требуется доза облучения $5 \cdot 10^{15}$ ион/см², т.е. на порядок меньше, чем при облучении кластерными ионами Аг ($2 \cdot 10^{16}$ - $7 \cdot 10^{16}$ ион/см²).

Научная и практическая ценность

1. Данные об изменении элементного состава поверхности многокомпонентных мишеней, полученные в работе, и предложенные описания закономерностей в процессах сегрегации важны для создания теории распыления кластерными ионами.
2. Информация о формировании состава и рельефа поверхности необходима для создания аналитических методик (РФЭС, ВИМС) с использованием пучков кластерных ионов.
3. Получены данные, показывающие перспективность планаризации кластерными ионами поверхности материалов с точностью, необходимой для создания современных устройств электроники, спинтроники, оптики и т.д. Показано, что облучение кластерными ионами Хе приводит к лучшему сглаживанию поверхности при значительно меньших флуенсах, а глубина нарушенного слоя значительно меньше, чем после облучения кластерными ионами Аг.
4. Полученные данные о температурной зависимости эволюции нанорельефа поверхности могут быть использованы для разработки более совершенных методик сглаживания рельефа поверхности с помощью кластерного ионного облучения. Данные результаты также важны для более глубокого понимания фундаментальных аспектов процесса формирования нанорельефа под действием кластерного ионного облучения.

Основные положения, выносимые на защиту:

1. При бомбардировке кластерными ионами состав поверхности зависит от дозы облучения. При этом наблюдаются два режима распыления: переходный (доза облучения меньше, чем $D_{кр} = 2,4 \times 10^{16}$ ион/см²) и стационарный ($D > D_{кр}$). В стационарном режиме для всех исследованных сплавов состав облученной кластерными ионами поверхности сильно отличается от состава исходной поверхности (отличие концентрации Pd до 25%).
2. Эффект селективного распыления кластерными ионами во много раз значительнее (концентрация Pd в облученной поверхности сплава NiPd отличается от объемной на 25%), чем при облучении атомарными ионами (отличие поверхностной и объемной концентраций Pd составляет около 1%). Величина эффекта зависит от размера кластеров, входящих в состав пучка. Топография поверхности не оказывает влияние на селективное распыление.
3. Облучение кластерными ионами Xe 10 кэВ поверхности SiC приводит к сглаживанию поверхности от средней шероховатости $R_a=3$ нм до $R_a = 1,32$ нм при флуенсе $5 \cdot 10^{15}$ ион/см² (для кластеров Ar 10 кэВ требуется флуенс в диапазоне $2 \cdot 10^{16} - 7 \cdot 10^{16}$ ион/см²).
4. Образование рельефа поверхности при кластерной бомбардировке происходит в рамках двух конкурирующих режимов распыления: диффузионного и эрозионного. Влияние данных режимов на формирующийся рельеф в большей степени регулируется температурой мишени и углом падения пучка от нормали к поверхности.
5. При температуре 300 К, т.е. преобладающем эрозионном режиме распыления кристаллическая структура мишени не влияет на форму и направление развивающегося под действием кластерных ионов волнообразного рельефа. При преобладании диффузионного

режима распыления (773 K) кристаллическая структура имеет принципиальное влияние на образование итогового рельефа поверхности.

Достоверность результатов

Для изучения топографии и элементного состава поверхности исследуемых материалов применялись самые современные методы диагностики, такие как атомно-силовая микроскопия, сканирующая электронная микроскопия, а также рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия. Что обеспечивает высокий уровень достоверности полученных данных.

Апробация работы

Результаты работы докладывались и обсуждались на российских и международных конференциях, в том числе на

1. XLVII, XLVIII, XLIX международной Тулиновской конференции по физике взаимодействия заряженных частиц с кристаллами (Москва, 2017, 2018, 2019)
2. 17й конференции по источникам и пучкам заряженных частиц, (Чжухай, Китай, 2018)
3. 28й международной конференции по атомным столкновениям в твердых телах (Кан, Франция, 2018)
4. 24й конференции по ионно-лучевому анализу (Антиб, Франция, 2019)
5. 21й международной конференции по модификации поверхности материалов ионными пучками (Москва, 2019)
6. 24й международной конференции по взаимодействию ионов с поверхностью (Москва, 2019).

Публикации

По теме диссертации опубликовано 8 статей, включая 7 статей в рецензируемых научных изданиях, индексируемых в Scopus, Web of Science, RSCI. Список публикаций приведён в конце автореферата.

Личный вклад автора

Автором были проведены основные эксперименты исследованию формирования нанорельефа поверхности твердых тел под действием ионного кластерного облучения. Разработана и реализована методика эксперимента. Автором самостоятельно разработаны и созданы устройства для проведения экспериментов по влиянию температуры мишени на топографию ее поверхности. Исследованы и объяснены результаты, отражающие зависимость итогового рельефа поверхности, образующегося в результате облучения при наклонном угле падения пучка кластерных ионов Ag от температуры мишени. Даны объяснения принципов работы физических процессов, лежащих в основе формирования рельефа поверхности при ионной кластерной бомбардировке. Автор принимал участие в подготовке и проведении экспериментов по распылению многокомпонентных материалов, а также в анализе и интерпретации полученных результатов. Так же автор активно участвовал в разработке время-пролетной методики диагностики состава пучка кластерных ионов.

Структура и объем

Диссертация состоит из введения, 4-х глав и заключения. Работа содержит 121 страницу печатного текста, 51 рисунок, 5 таблиц. Список литературы включает 113 наименований.

Содержание диссертации

Во введении дано обоснование актуальности темы представленной работы, формулируются объект и предмет исследования, цели исследования, методология исследования, показана новизна и значимость работы, излагаются

выносимые на защиту положения, а также приводятся сведения об апробации работы и личный вклад автора.

В главе 1 дается обзор экспериментальных и теоретических работ по исследованию взаимодействия кластерных ионов с поверхностью твердых тел. Описано принципиальное устройство ускорителей газовых кластерных ионов и их узлов, рассмотрены основные закономерности формирования пучков кластерных ионов в таких ускорителях. Далее описаны основные механизмы процессов взаимодействия кластерных ионов с поверхностью твердых тел и их отличия от атомарных пучков. Рассмотрены основные работы по формированию рельефа поверхности при атомарной и кластерной бомбардировке твердых тел. Показано, что характеристики распыления и формирования рельефа при облучении подложек кластерными ионами существенно отличаются от аналогичных характеристик для облучения атомарными ионами. Вместе с тем, отмечается отсутствие систематических исследований процессов, происходящих при взаимодействии ускоренного кластера с поверхностью. Рассмотрено явление селективного распыления компонентов многоэлементных мишеней при ионной бомбардировке. Приведены известные на сегодняшний день данные по физике взаимодействия атомарных ионов с поверхностью многокомпонентных материалов. Также приведен обзор немногочисленных работ по взаимодействию кластерных ионов с такими материалами и отмечается противоречивость выводов в этих работах.

Глава 2 посвящена проведенному автором исследованию модификации поверхности сплавов Ni_xPd_y и NiMoRe при облучении газовыми кластерными ионами Ar^+_{2500} , а также описанию полученных результатов.

В качестве исследуемых материалов были выбраны поликристаллические сплавы Ni_5Pd , Ni_3Pd , NiPd , NiPd_3 и NiPd_5 с чистотой 99,9 ат. %, а также поликристалл NiMoRe (86-10.5-3.5 at %) с чистотой 99.99 at. %. Никель-палладиевые сплавы представляют собой твердый раствор, в котором кристаллическая структура остается практически неизменной при изменении соотношения концентраций компонентов.

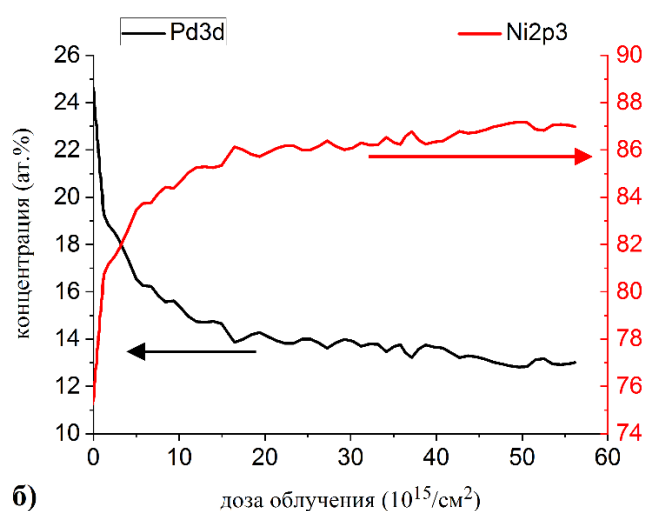
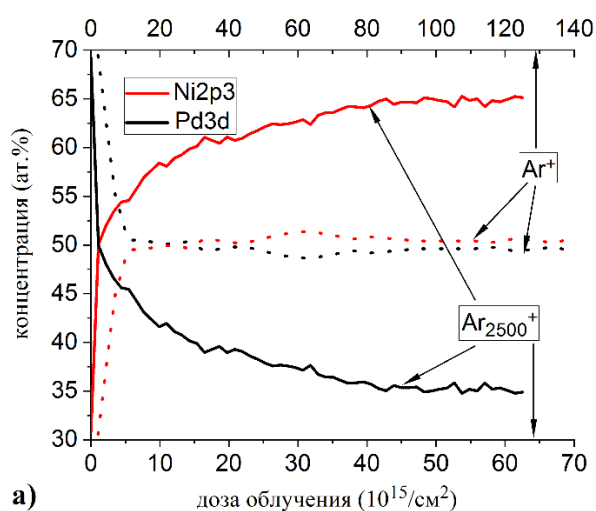
Проведенный рентгеноструктурный анализ показал отсутствие текстуры, т.е. поликристаллические зерна, размер которых не превышал 20 мкм, не имели какой-либо упорядоченной ориентации. Объемный состав контролировался в сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) с энергодисперсионной рентгеновской спектроскопией (EDS). Параметры компонентов сплавов приведены в таблице 1 [2].

	Атомная масса M, а.е.м.	Поверхностная энергия связи U_0 , эВ
Ni	59	4,44
Pd	106	3,89
Mo	96	6,82
Re	186	8,03

Таблица 1. Параметры исследуемых образцов Ni и Pd [2].

Эксперименты проводились на вакуумной установке XPS - PHI - 5000 Versa Probe II (фирмы ULVAC-PHI) [3]. Образцы из сплава NiPd и NiMoRe, помещались в рабочую камеру и облучались пучком кластерных ионов аргона (Ar_{2500}^+) с энергией 20 кэВ, падающим под углом 55° . При этом периодически проводилась запись интенсивности сигнала фотоэлектронов от основных компонентов: т.е. контролировалось изменение состава поверхности в зависимости от дозы облучения. После достижения стационарного состояния пучок кластерных ионов выключался. Запускался источник атомарных ионов, и необлученная область образца облучалась ионами Ar^+ с энергией 3 кэВ. Периодически проводилась запись интенсивности фотоэлектронов от основных компонентов сплава. Результаты этих измерений представлены на Рис. 1.

Так же было проведено сравнение величины эффекта селективного распыления при бомбардировке сплава NiPd атомарными и кластерными ионами. Показано существенное отличие концентрации элементов в случае облучения кластерными ионами. Также важно отметить, что критическая доза облучения, соответствующая переходу распыления в стационарный режим в случае кластерных ионов на порядок выше, чем при облучении атомарными ионами. Исследование влияния топографии поверхности образца на величину эффекта селективного распыления показало, что рельеф поверхности не оказывает никакого существенного воздействия на селективное распыление компонентов мишени. Однако было обнаружено влияние плотности тока ионного пучка на величину эффекта селективного распыления, что можно объяснить его чувствительностью к среднему размеру кластерных ионов.



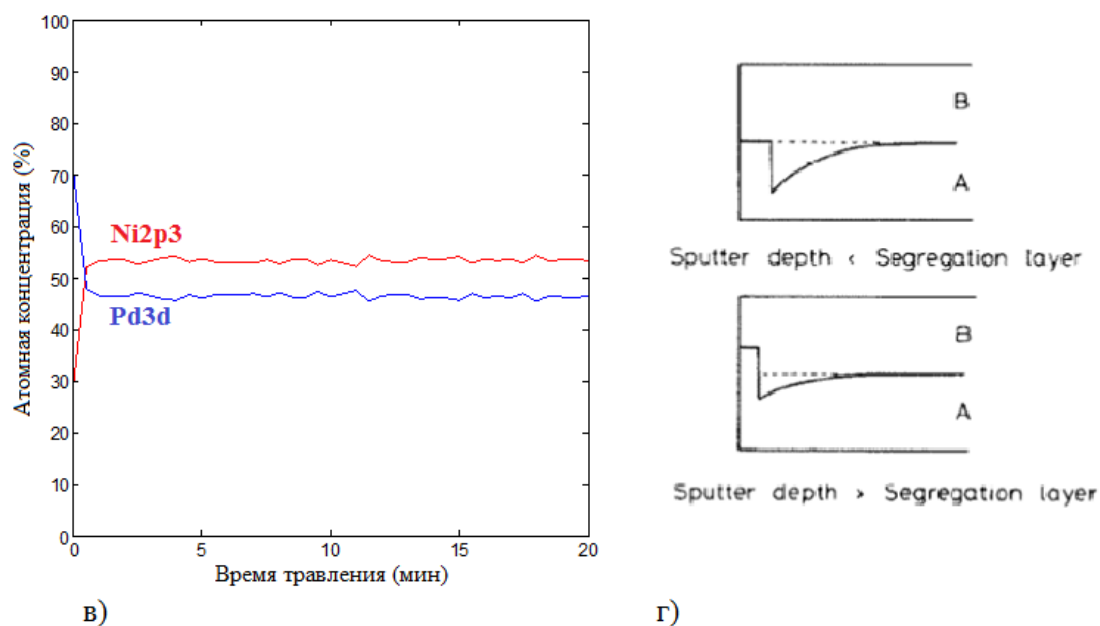


Рис. 1. Зависимости состава поверхности сплавов NiPd: - а) и Ni₅Pd: - б) от дозы облучения пучками кластерных ионов Ar₂₅₀₀⁺ с энергией 20 кэВ и в) – для сплава NiPd при облучении атомными ионами Ag⁺ с энергией 3 кэВ. Пучки падают под углом 55° относительно нормали к поверхности. г) - схематическое представление профиля концентраций первоначально однородного сплава АВ для случаев, когда толщина слоя сегрегации компонента А больше глубины выхода распыленных частиц (верхний график) или меньше (нижний график).

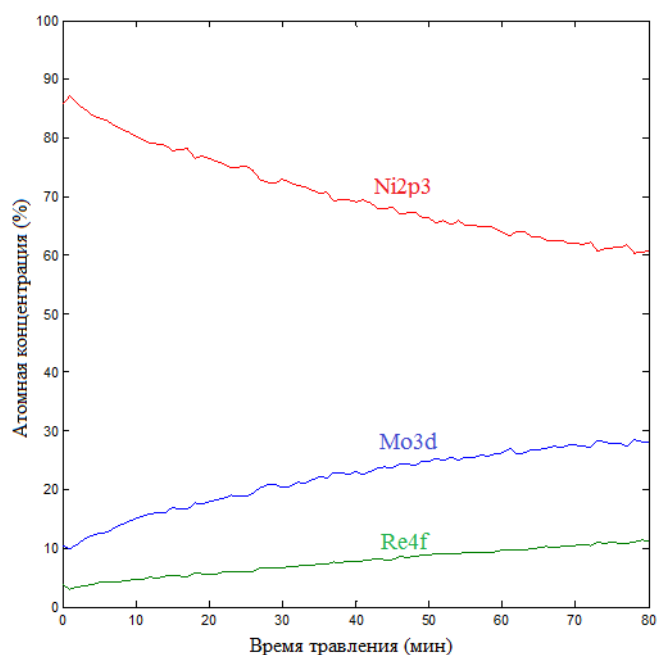


Рис. 2. Дозовая зависимость концентраций компонентов сплава NiMoRe, измеренная при облучении кластерными ионами Ag.

Показано (рис.2), что из сплава NiMoRe также, как и для сплавов Ni_xPd_y преимущественно распыляется компонент с меньшей энергией связи – Ni. Однако в отличие от распыления Ni_xPd_y в случае облучения сплава NiMoRe мы видим более существенные изменения поверхностной концентрации компонентов: концентрация Ni уменьшается приблизительно на 30%, а концентрация Mo и Re возросла более чем вдвое.

Полученные данные по элементному составу облученного кластерными ионами сплава NiMoRe в сравнении с составом исходной поверхности и облучением сплава атомарными ионами Ar^+ с энергией 4 кэВ представлены в Таблице 2. Данные по облучению сплава атомными ионами взяты из работы [4]. Представленные в таблице 2. результаты наглядно демонстрируют что, как и в случае с облучением сплавов Ni_xPd_y эффект селективного распыления компонентов кластерными ионами более значителен по сравнению с бомбардировкой атомными ионами.

Компонент сплава	Исходный состав (ат. %)	После облучения кластерными ионами	После облучения атомарными ионами
Ni	86	60	82
Mo	10,5	28	14
Re	3,5	12	4

Таблица 2. Состав поверхности сплава NiMoRe.

Исследовано влияние концентрации компонентов на эффект селективного распыления сплавов Ni_xPd_y (рис.3). Показано, величина эффекта селективного распыления кластерными ионами определяется соотношением коэффициентов распыления компонентов сплава, а состав облученной кластерными ионами поверхности сложным образом зависит от соотношения концентраций в исходном образце.

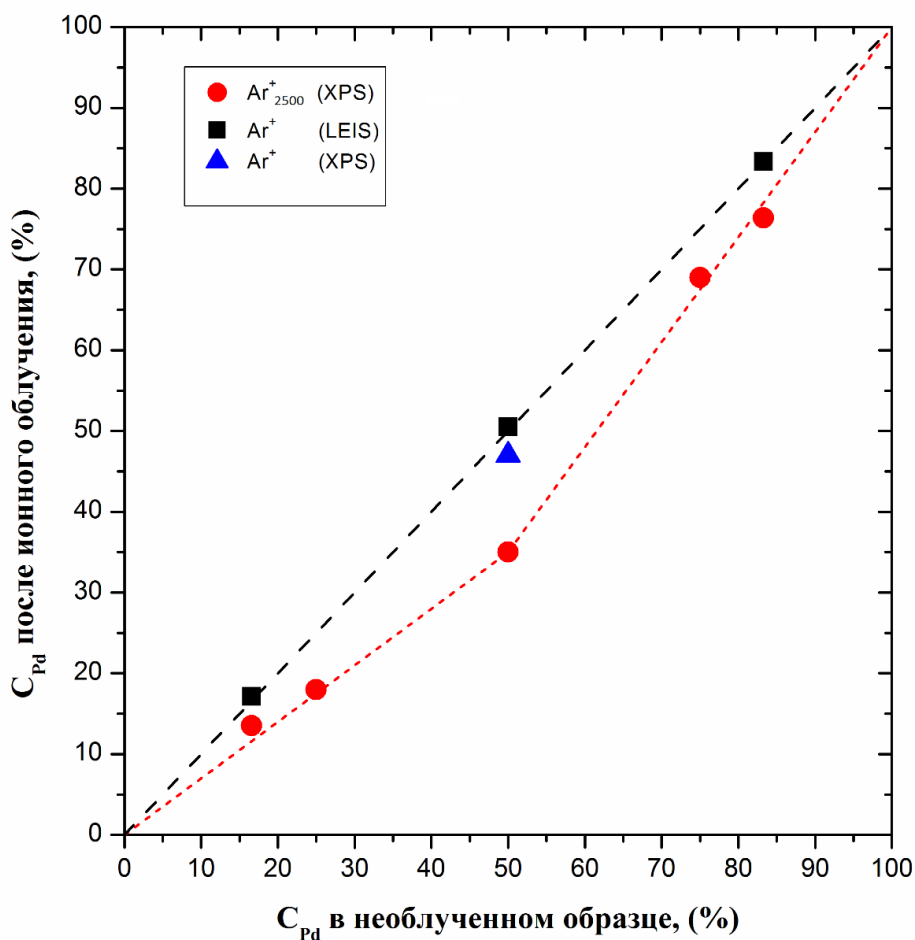


Рис. 3. Зависимость концентрации Pd на поверхности сплавов Ni_xPd_y от его концентрации в исходном образце: $\circ$ – после облучения ионами Ar_{2500}^+ с энергией 20 кэВ; Δ и $\square$ - после облучения атомными ионами Ar^+ с энергией 3 кэВ, измеренные с помощью XPS и LEIS [4], соответственно.

Полученные результаты свидетельствуют о том, что в приповерхностном слое формируется немонотонный профиль концентраций компонентов по

глубине. Градиент концентраций компонентов в этом слое определяется двумя факторами: скоростью радиационно-стимулированной сегрегации и скоростью распыления сегрегирующего на поверхность компонента. Как уже отмечалось при облучении атомарными ионами сплава NiPd баланс между этими двумя процессами, т.е. переход в стационарный режим, достигается при $D_{кр}=2,3 \times 10^{16}$ ион/см². А в случае бомбардировки кластерными ионами $D_{кр}$ почти на порядок выше. На наш взгляд скорость сегрегации мало изменяется при переходе от облучения атомарными ионами к кластерным ионам. Однако скорость распыления, как это следует из экспериментальных данных, возрастает более чем на порядок при переходе к кластерным ионам. Это и объясняет значительное увеличение $D_{кр}$, обнаруженное в нашей работе.

В главе 3 описано экспериментальное исследование эффективности сглаживания рельефа поверхности SiC при распылении газовыми кластерными ионами Ar^{+}_{800} и He^{+}_{1000} при энергии 10 кэВ.

В данной работе мы исследовали и количественно сравнили процессы сглаживания поверхности механически полированных монокристаллических образцов 6H-SiC (0001) типичного размера 10×10 мм² и толщиной 0,3 мм путем распыления их поверхности кластерными ионами Ar^{+} и He^{+} с энергиями 10 кэВ. Как для Ar, так и для Хе рельеф профиля поверхности был исследован с помощью атомно-силовой микроскопии (АСМ). Поверхностно-дефектные слои исходного и обработанного GCIB образцов были исследованы непосредственно методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ).

Соответствующие параметры шероховатости приведены в таблице 3. Шероховатость была уменьшена с $R_a = 3,0 \pm 0,2$ нм, $\Delta z = 15,5 \pm 0,4$ нм до $R_a = 0,99 \pm 0,1$ нм и $\Delta z = 4,1 \pm 0,3$ нм. Чтобы определить скорости распыления SiC, часть образца была покрыта механической маской, а высота созданного порога была измерена с помощью АСМ. Для флуенса 10^{16} ион/см² глубина распыленного слоя составляла 70 нм и 190 нм для Ar^{+} и He^{+} соответственно. Для достижения того же уровня гладкости поверхности было необходимо в

несколько раз уменьшить влияние кластерных ионов Xe^+ ($R_a = 1,32 \pm 0,2$ нм, $\Delta z = 5,8 \pm 0,3$ нм для флуенса $0,5 \cdot 10^{16}$ ион/см²). Это может быть объяснено значительно более высокой эффективностью распыления, создаваемой относительно тяжелыми кластерами Xe^+ .

Ионная доза облучения, ион/см ²	R_a , нм	Δz , нм
0	3.0 ± 0.2	15.5 ± 0.4
$2.2 \cdot 10^{16}$	1.74 ± 0.1	7.5 ± 0.3
$4.4 \cdot 10^{16}$	1.06 ± 0.1	5.3 ± 0.3
$6.6 \cdot 10^{16}$	0.99 ± 0.1	4.1 ± 0.3

Таблица 3. Шероховатость поверхности после облучения кластерными ионами Ag с различной ионной дозой.

Топография поверхности АСМ и профили сечения образца SiC до и после обработки кластера ионов Xe и Ag показаны на рис. 4.

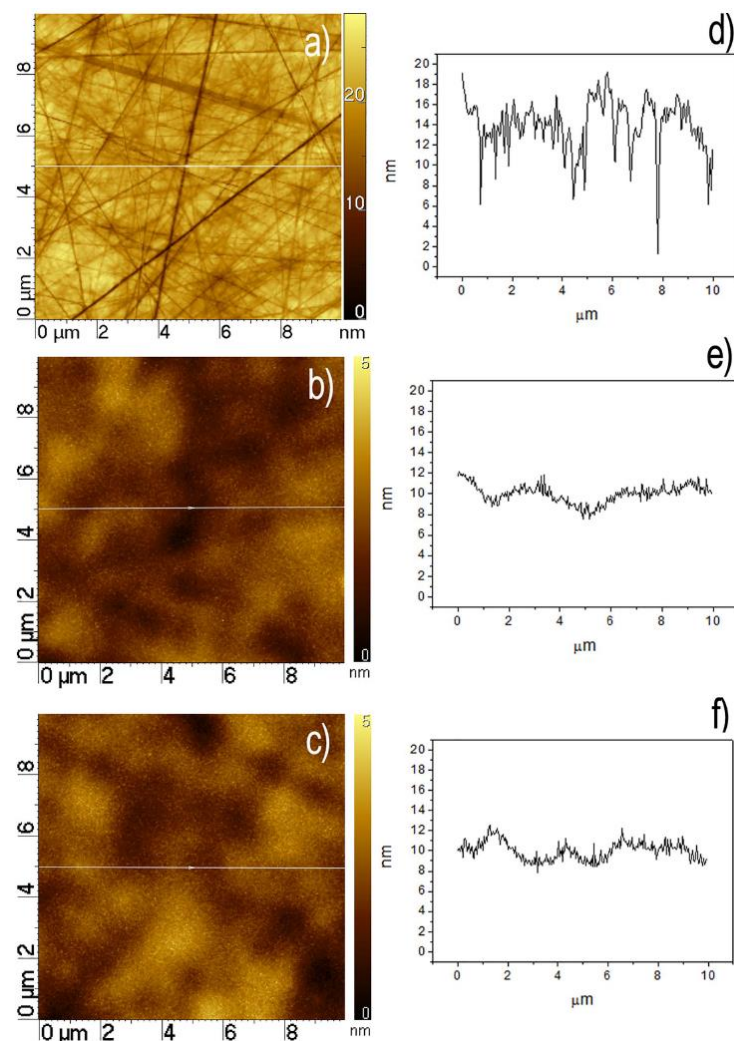


Рис. 4. АСМ изображения и профили поверхности SiC до и после облучения кластерными ионами Ag и Xe. Топография: а) до GCIB, б) Xe GCIB, в) Ar GCIB; Профили: d) перед GCIB, е) Xe GCIB, f) Ar GCIB[5].

Таким образом было показано, что применение кластерного облучения при флуенсе 10^{16} ион/см² приводит к сглаживанию рельефа поверхности до средней шероховатости около 1 нм для обоих элементов. Однако, Хе в качестве рабочего газа более эффективен для формирования кластеров и сглаживания поверхности. Скорость распыления поверхности SiC кластерами Хе с энергией 10 кэВ в 2,5 раза выше, чем для кластера Ar с такой же энергией.

Глава 4 посвящена формированию периодического рельефа поверхности поликристаллической меди под действием ионного кластерного облучения при различных температурах мишени. Исследовано влияние дозы облучения и температуры образца на итоговый рельеф поверхности, формирующийся под

действием бомбардировки кластерными ионами Ar_n^+ при наклонном падении пучка.

В первой части эксперимента образцы поликристаллической меди облучались под углом относительно нормали к поверхности образца, составлявшим 50° при температуре 300 К и 773 К. При каждой температуре были проведены облучения при флуенсах $1.2 \cdot 10^{16}$ ион/см² и $4.2 \cdot 10^{16}$ ион/см².

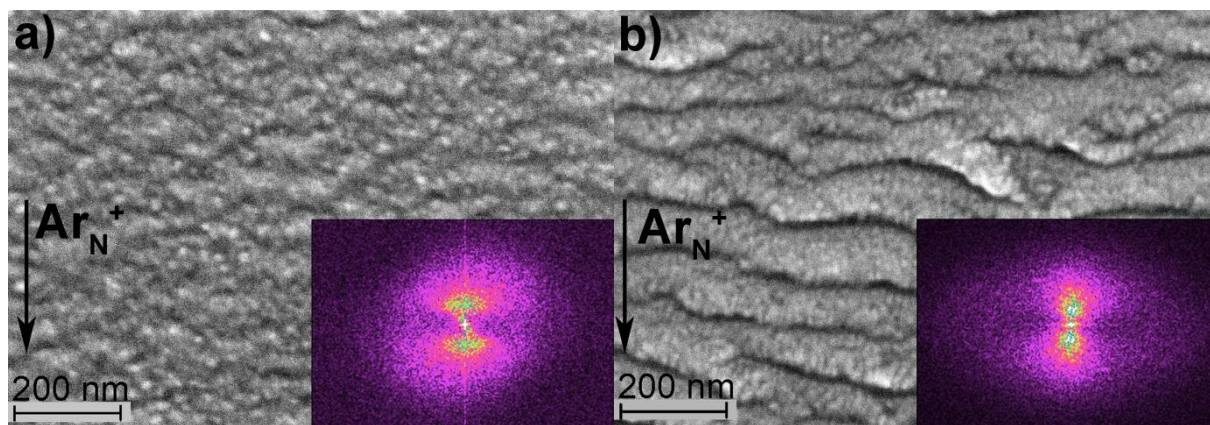


Рис. 5. Изображения СЭМ поверхности меди, облученной при комнатной температуре с дозами: а) $1.2 \cdot 10^{16}$ ион/см², б) $4.2 \cdot 10^{16}$ ион/см². На врезках приведены фурье-преобразования изображений. Стрелкой показано направление падения пучка кластерных ионов.

В результате анализа поверхности до и после облучения при температуре 300 К была выявлена зависимость итогового рельефа от флуенса. Из рис.5 видно, что увеличение дозы облучения приводит к формированию более выраженного волнообразного периодического рельефа (т.н. рипплы).

Также было показано, что повышение температуры мишени до 773 К приводит к сглаживанию рельефа поверхности при обоих значениях флуенса (рис.6).

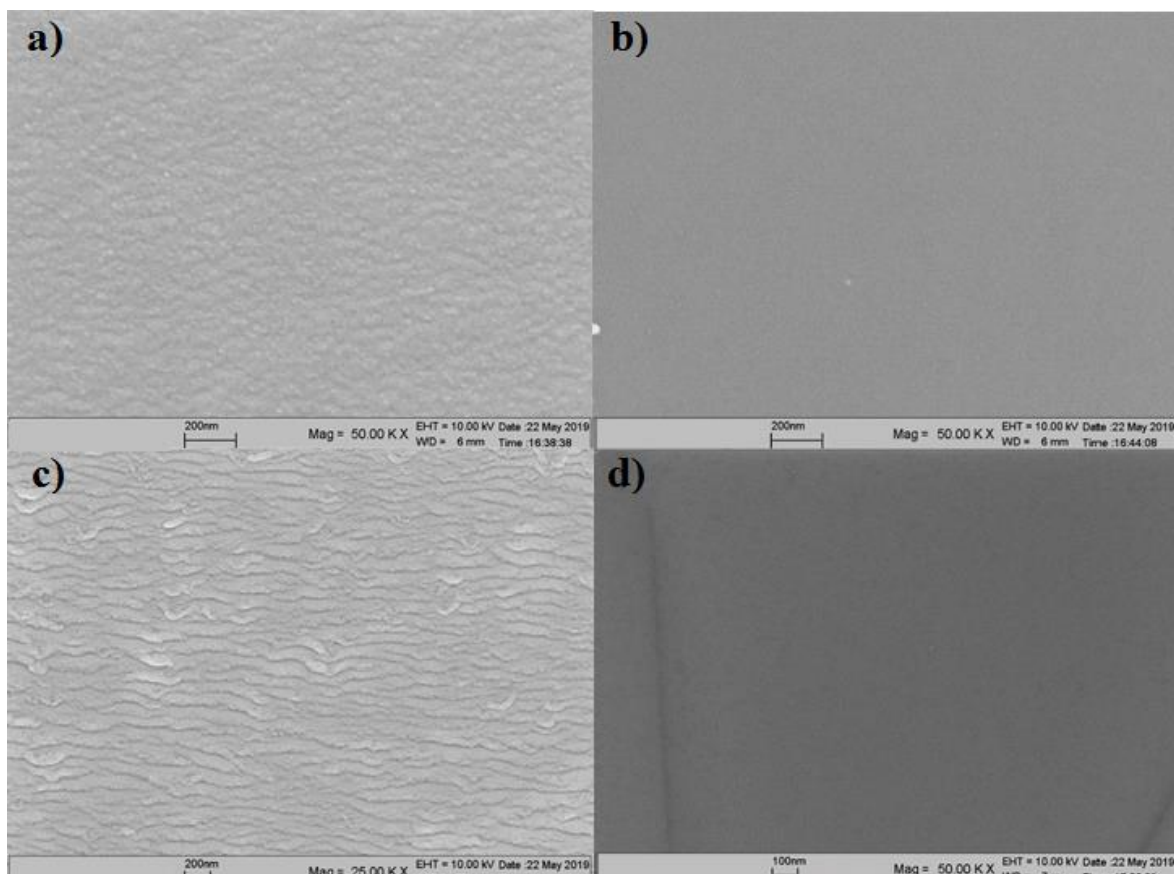


Рис. 6. СЭМ изображения поверхности поликристаллического Cu после облучения кластерными ионами Ag^+_{800} с энергией 10 кэВ при различных температурах мишени и значениях флуенса. а) $T = 300 \text{ K}$, $1,5 \cdot 10^{16} \text{ ион/см}^2$. б) $T = 773 \text{ K}$, $1,5 \cdot 10^{16} \text{ ион/см}^2$. в) $T = 300 \text{ K}$, $4,2 \cdot 10^{16} \text{ ион/см}^2$ д) $T = 773 \text{ K}$, $4,2 \cdot 10^{16} \text{ ион/см}^2$.

Во второй части эксперимента было проведено более тщательное исследование влияния температуры мишени на формирование итогового рельефа поверхности при наклонном облучении кластерными ионами.

Поверхность поликристаллической меди облучалась пучком кластерных ионов Ag^+_{2500} с энергией 20 кэВ под углом от нормали к поверхности 50° . Облучение проводилось при температурах мишени 300 К, 373 К, 573 К и 673 К с одинаковым значением ионной дозы облучения $5 \cdot 10^{16} \text{ ион/см}^2$.

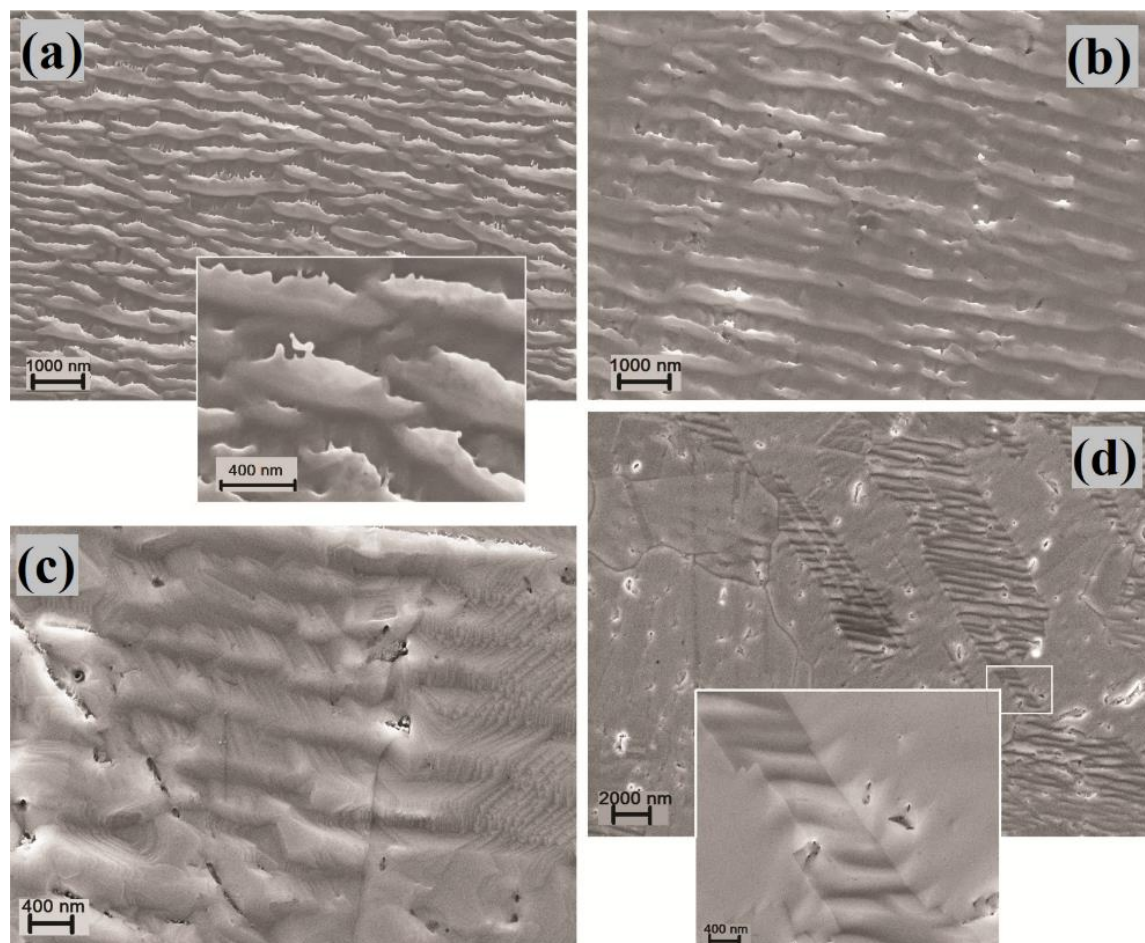


Рис. 7. СЭМ изображения поверхности меди, облученной при а) 300 К; б) 373 К; в) 573 К, видны грани различной ориентации; д) 673 К.

Отсутствие рипплов (рис.7) (по крайней мере, на некоторых кристаллитах) можно объяснить термической активацией изотропной поверхностной диффузии, когда при высоких температурах преобладает направленное движение атомов, вызванное столкновением кластеров. Механизмы релаксации позволяют преодолевать шероховатость (барьеры ЭШ), а облучение пучком кластерных ионов приводит к сглаживанию поверхности.

Результаты первой части эксперимента показали, что при различных флуенсах при комнатной температуре на поверхности поликристаллической меди развивается волнообразный рельеф. Однородность этого рельефа, говорит о том, что при преобладающем эрозионном режиме распыления кристаллическая ориентация не влияет на форму и направление волнообразного рельефа.

Таким образом, можно сделать вывод, что при преобладающем диффузионном режиме распыления кластерными ионами ориентация кристаллических плоскостей на поверхности мишени влияет на эволюцию рельефа поверхности, так же, как и в случае распыления одноатомными ионными пучками. Это означает, что кристалличность поверхности может влиять на эволюцию рельефа поверхности при высоких температурах.

В заключении сформулированы основные результаты и выводы, полученные в данной работе:

1. Впервые получены данные (спектры РФЭС) об изменении элементного состава многокомпонентных мишеней, в частности сплавов NiPd с различным соотношением компонентов под действием облучения кластерными ионами Ar_{2500}^{+} с энергией 20 кэВ. Впервые установлено наличие аномально эффекта селективного распыления многокомпонентных материалов под действием облучения пучком кластерных ионов. Полученные спектры существенно отличаются от имеющихся данных для пучков атомарных ионов. Различие концентраций компонентов поверхности сплавов NiPd от изначальной концентрации после облучения кластерными ионами на порядок выше, чем после облучения атомарными ионами. Так же критическая доза облучения, соответствующая стационарному режиму при кластерном ионном облучении на порядок выше, чем при атомарном.
2. Дано описание возможных механизмов, приводящих к существенному отличию элементного состава поверхности от изначального состава после облучения кластерными ионами, в частности два конкурирующих процесса: ионно-индуцированная сегрегация и преимущественное распыление одного из компонентов сплава. Показано, что поверхность обедняется преимущественно распыляемым элементом, обладающим наименьшей энергией связи как в случае сплавов NiPd, так и в случае сплава NiMoRe.

3. Впервые получены экспериментальные результаты о влиянии температуры подложки на итоговый нанорельеф поверхности, образующийся при наклонном падении ускоренных кластерных ионов Ar на мишень. Описаны два конкурирующих режима распыления, обуславливающих форму итогового рельефа поверхности под действием ионного кластерного облучения: эрозионный и диффузионный. Вклад первого процесса уменьшается с ростом температуры подложки, в то время как вклад второго процесса растет.
4. Показано различие эффективности использования пучков кластерных ионов Ar и Xe для сглаживания шероховатости поверхности твердых материалов. На примере сглаживания рельефа поверхности карбида кремния впервые проведено сравнение влияния облучения кластерными ионами Ar и Xe, показывающее большую эффективность последних.

**Публикации автора по теме диссертации,
индексируемые Web of Science, Scopus, RSCI:**

- A1) Ieshkin A.E., Kireev D.S., Tatarintsev A.A., Chernysh V.S., Senatulin B.R., Skryleva E.A. Surface topography and composition of NiPd alloys under oblique and normal gas cluster ion beam irradiation // Surface Science 700 (2020): 121637. (WoS IF: 1.466)
- A2) Киреев Д.С., Иешкин А.Е., Шемухин А.А. Влияние температуры мишени на образование нанорельефа при облучении газовыми кластерными ионами // Письма в "Журнал технической физики" 46 9 (2020): 3-6. [Kireev D.S., Ieshkin A.E., Shemukhin A.A. Influence of Target Temperature on the Formation of a Nanorelief under Irradiation with Gas Cluster Ions // Technical Physics Letters 46 5 (2020): 409-412.] (WoS IF: 0.714)
- A3) Ieshkin A.E., Kireev D.S., Ermakov Yu A., Trifonov A.S., Presnov D.E., Garshev A.V., Anufriev Yu V., Prokhorova I.G., Krupenin V.A., Chernysh V.S. The quantitative analysis of silicon carbide surface

smoothing by Ar and Xe cluster ions // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms 421 (2019): 27-31. (WoS IF: 1.377)

A4) Киреев Д.С., Иешкин А.Е., Черныш В.С. Влияние скважности поверхностных наноструктур на их эволюцию под наклонным пучком кластерных ионов // Вестник Московского университета. Серия 3: Физика, астрономия 1 (2019): 31-35. [Kireev D.S., Ieshkin A.E., Chernysh V.S. The Effect of Surface Nanostructures Duty Ratio on Their Evolution under Oblique Cluster Ion Beam // Moscow University Physics Bulletin 74 1 (2019): 33-37.] (WoS IF: 0.225)

A5) Иешкин А.Е., Кушкина К.Д., Киреев Д.С., Ермаков Ю.А., Черныш В.С. Полировка поверхности сверхтвердых материалов пучками газовых кластерных ионов // Письма в "Журнал технической физики" 43 2 (2017): 18-23. [Ieshkin A.E., Kushkina K.D., Kireev D.S., Ermakov Yu A., Chernysh V.S. Polishing Superhard Material Surfaces with Gas-Cluster Ion Beams // Technical Physics Letters 43 1 (2017): 50-52.] (WoS IF: 0.714)

A6) Ieshkin A.E., Kireev D.S., Ozerova K.E., Senatulin B.R. Surface ripples induced by gas cluster ion beam on copper surface at elevated temperatures // Materials Letters 272 (2020): 127829 (WoS IF: 3.423)

A7) Ieshkin A.E., Nazarov A.V., Tatarintsev A.A., Kireev D.S., Zavilgelsky A.D., Shemukhin A.A., Chernysh V.S. Energy distributions of the particles sputtered by gas cluster ions. Experiment and computer simulation // Surface and Coatings Technology 404 (2020): 126505. (Scopus IF: 3.784)

А также в журнале без индексации Web of Science, SCOPUS, RSCI:

A8) Киреев Д.С., Данилов А.В., Иешкин А.Е., Черныш В.С. Ускоритель кластерных ионов и его применение для сверхточной

полировки поверхности // Вестник Рязанского государственного радиотехнического университета 66 (2018): 40-48.

Список цитируемой литературы:

1. Yamada I. Historical milestones and future prospects of cluster ion beam technology // Appl. Surf. Sci. 310 (2014): 77–88.
2. Yamamura Y., Tawara H. Energy dependence of ion-induced sputtering yields from monatomic solids at normal incidence // At. Data Nucl. Data Tables 62 2 (1996): 149–253.
3. PHI 5000 VersaProbe II [Electronic resource]. URL: <https://www.ulvac-phi.com/en/products/xps/versaprobe-iii/>.
4. Chernysh V.S. et al. Surface composition of ion bombarded nickel based alloys // Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. with Mater. Atoms 460 (2019): 180–184.
5. Ieshkin A.E. et al. The quantitative analysis of silicon carbide surface smoothing by Ar and Xe cluster ions // Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. with Mater. Atoms. 421 (2018): 27–31.