

© 2014 р. Б.К. Остафійчук, І.П. Яремій, У.О. Томин, В.О. Коцюбинський,
П.М. Литвин*, М.Л. Мохнацький

ДВНЗ "Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника", Івано-Франківськ
*Інститут фізики напівпровідників імені В.Є.Лашкарьова НАН України, Київ

ВПЛИВ СИСТЕМИ ІМПЛАНТАЦІЙНО-ІНДУКОВАНИХ ДЕФЕКТІВ НА СТРУКТУРНІ, МАГНІТНІ ТА МОРФОЛОГІЧНІ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРИПОВЕРХНЕВИХ ШАРІВ ФГП ЗА УМОВИ ВРАХУВАННЯ ЕФЕКТІВ АНІЗОТРОПІЇ

Проведено дослідження іонно-імплантованих епітаксійних плівок ферит-гранатів номінального складу $(YSmCaBi)_3(FeSi)_5O_{12}$. Показано, що в іонно-імплантованих приповерхневих шарах досліджуваних матеріалів формування дислокаційних петель за рахунок об'єднання точкових радіаційних дефектів відбувається тільки в паралельних до поверхні зразка площинах. Для коректного аналізу вказаної системи дефектів в рамках статистичної динамічної теорії розсіяння X -променів виведено функціональні залежності та обчислено значення структурно чутливих до дефектів X -променевиx параметрів, в яких враховано ефекти анізотропії в орієнтації дислокаційних петель.

Ключові слова: ефекти анізотропії, дислокаційні петлі, ферит-гранатові плівки, іонна імплантатія, X -променева дифрактометрія.

Проведено исследование ионно-имплантированных эпитаксиальных пленок феррит-гранатов номинального состава $(YSmCaBi)_3(FeSi)_5O_{12}$. Показано, что в ионно-имплантированных приповерхностных слоях исследуемых материалов формирование дислокационных петель за счет объединения точечных радиационных дефектов происходит только в параллельных к поверхности образца плоскостях. Для корректного анализа указанной системы дефектов в рамках статистической динамической теории рассеяния рентгеновских лучей выведены функциональные зависимости и вычислено значение структурно чувствительных к дефектам рентгеновских параметров, в которых учтены эффекты анизотропии в ориентации дислокационных петель.

Ключевые слова: эффекты анизотропии, дислокационные петли, феррит-гранатовые пленки, ионная имплантация, рентгеновская дифрактометрия.

The ion-implanted epitaxial ferrite-garnet films with nominal composition $(YSmCaBi)_3(FeSi)_5O_{12}$ were studied. It was shown that the formation of dislocation loops by combining of point radiation defects in the ion-implanted surface layers of the investigated materials occurs only in parallel to the sample surface planes. For correct analysis of this defect system using the statistical dynamical theory of X -ray scattering the functional dependencies of structural sensitive to defects X -ray parameters, which take into account the effects of anisotropy in the orientation of dislocation loops, were derived. The information about crystal and magnetic structure of unimplanted and implanted ferrite-garnet films and about characteristics of their defects was obtain.

Keywords: effects of anisotropy, dislocation loops, ferrite-garnet films, ion implantation, X -ray diffractometry.

Визначення взаємозв'язків між властивостями функціональних монокристалічних матеріалів і характеристиками дефектів в них є однією із центральних проблем сучасного матеріалознавства. З прикладної точки зору важливими є дослідження епітаксійних монокристалічних ферит-гранатових плівок (ФГП), які застосовуються в НВЧ-техніці,

магнітооптиці, сенсорах магнітних полів [1-3]. Для даних матеріалів характерним є наявність кількох кристалографічних і магнітних підґраток, а також ростових та наведених післяростовою обробкою механічних напруг. Модифікація приповерхневих шарів вказаних матеріалів шляхом іонної імплантації приводить до виникнення радіацій-

них дефектів, які в значній мірі впливають і на магнітні характеристики приповерхневих шарів та морфологію поверхні ФГП. Характеристики імплантованого шару залежать від розподілу полів напруг дефектів, що, в свою чергу, визначаються формою, розмірами, концентрацією дефектів, а у випадку дислокаційних петель та циліндричних чи дискових кластерів – ще і їх просторовою орієнтацією.

Отже, метою даної роботи є вивчення складних радіаційних дефектів у іонно-імплантованих шарах монокристалів та плівок зі структурою гранату, а також їх вплив на магнітну структуру приповерхневих шарів ФГП. При цьому виникає необхідність вироблення нових та удосконалення існуючих методик визначення числових характеристик радіаційних дефектів, зумовлених іонною імплантацією, та врахування зазначеними методами анізотропії в орієнтації сферично несиметричних дефектів.

1. Об'єкти і методи дослідження

Плівки ферит-гранатів номінального складу $(YSmCaBi)_3(FeSi)_5O_{12}$ товщинами 0,5–3,5 мкм вирошувалися методом рідкофазної епітаксії на монокристалах гадоліній-галієвого гранату $Gd_3Ga_5O_{12}$ (ГГ). Монокристали ГГ були вирошені методом Чохральського і після різання та подальшої обробки за допомогою шліфування та полірування вони мали вигляд пластин товщиною 0,5 мкм з площиною зрізу (111). Модифікація приповерхневих шарів плівок здійснювалася шляхом іонної імплантації на імплантаторі МРВ-202 фірми "Balzers" в геометрії, що виключає каналювання. Дані плівки були імплантовані іонами V^+ в режимах:

- 1) $E=80$ кеВ, $D=1 \cdot 10^{14}$ см⁻²;
- 2) $E=110$ кеВ, $D=1 \cdot 10^{14}$ см⁻²;
- 3) двократно: $E=60$ кеВ, $D=1 \cdot 10^{14}$ см⁻² + $E=150$ кеВ, $D=0,7 \cdot 10^{14}$ см⁻².

X-променеві структурні дослідження проводилися методами дво- та трикристальної дифрактометрії на трикристальному дифрактометрі *PANalytical X'Pert PRO MRD XL* (двокристальний монохроматор Ge

(220) з прорізом) у бездисперсійній схемі та ДРОН-3 (монохроматор ГГ чи двокристальний монохроматор Ge у взаємно дисперсійних положеннях) з використанням $CuK_{\alpha 1}$ -випромінювання.

Для визначення параметрів дефектів в неімплантованих та імплантованих монокристалах та плівках проводилося моделювання дифракції X-променів в неідеальних кристалах засобами статистичної динамічної теорії розсіяння X-променів [4, 5], яка дає можливість враховувати наявність у структурі конкретних типів дефектів та не накладає обмеження на розмір дефекта. Для моделювання дифракції X-хвиль в іонно-імплантованому шарі неоднорідний приповерхневий шар розділявся на підшари, в кожному з яких дефекти вважалися розподіленими однорідно, параметри дефектів, деформація та ступінь аморфізації – сталими [6].

Ефективним і неруйнівним методом аналізу магнітної мікроструктури приповерхневих шарів ФГП є метод конверсійної електронної мессбауерівської спектроскопії (КЕМС). Спектри КЕМС отримувалися при кімнатній температурі з використанням джерела γ -квантів Co^{57} в хромовій матриці за допомогою γ -резонансного спектрометра ЯГРС-4М. Калібровка спектрів проводилась відносно α - Fe^{57} .

Аналіз морфології та магнітної мікроструктури поверхні плівок здійснювався методами атомно-силової мікроскопії (АСМ) та магнітно-силової мікроскопії (МСМ) скануючим зондовим мікроскопом *NanoScope IIIa Dimension 3000*.

Показник заломлення приповерхневих шарів ФГП визначався шляхом вимірювання кута Брюстера на оптичному гоніометрі із автоматичним записом даних [7].

2. Вплив механічних напруг в іонно-імплантованому шарі на орієнтацію дислокаційних петель

Одним з основних методів визначення чисельних характеристик радіаційних дефектів є методи X-променевої дифрактометрії. При цьому достовірність отриманих результатів визначається фізичною обгрун-

тованістю моделі системи дефектів, використаної при розрахунку кутового розподілу інтенсивності X -променів, дифрагованих на реальному кристалі з порушеним приповерхневим шаром. Існуючі на сьогодні методики базуються на припущенні, що дефекти утворюються у всіх кристалографічних площинах з однаковою ймовірністю [4-6], що не завжди відповідає дійсності. Так, у випадку іонно-імплантованих приповерхневих шарів, де розподіл радіаційно індукованих точкових дефектів є сильно неоднорідним, об'єднання у дислокаційні петлі відбувається в неоднорідному полі механічних напруг, що може приводити до різної їх концентрації в різних сімействах навіть кристалографічно еквівалентних площин.

Зручними модельними зразками для встановлення орієнтації дислокаційних петель є монокристали ГГГ, які, як вже було сказано, використовуються в якості підкладок при вирощуванні ФГП. Для експериментальної перевірки вказаної ситуації використовувалися X -променеві дослідження симетричних (444) і (888) та асиметричних (880) рефлексів.

При імплантації кристалічна ґратка може спотворюватись як у нормальному до поверхні напрямку, так і в паралельній до поверхні площині. Якщо зміну відносної деформації по товщині монокристалу ГГГ можна отримати із кривих дифракційного відбивання (КДВ) для симетричних відбивань, то зміну міжплощинної відстані в площині пластини (визначає напружений стан шаруватої структури) через відсутність достатньої точності досить складно визначити навіть із асиметричних відбивань.

Тому, для оцінки ступеня релаксації іонно-імплантованих приповерхневих шарів також використовувалися карти оберненого простору (КОП) асиметричних рефлексів. У матеріалах із структурою гранату асиметричним рефлексом високої інтенсивності є рефлекс (880), відповідні якому площини лежать під кутом $\approx 35^\circ$ до площини зрізу пластин монокристалів ГГГ чи площини росту ФГП. Крім того, використання геометрії зйомки при якій кут ковзання падаючого променя $\approx 9^\circ$ робить дане відбивання особливо чутливим

до структури тонких приповерхневих шарів.

На КОП (для імплантованих іонами He^+ монокристалів ГГГ приведені в [8]), центри на розподілах інтенсивності, що відповідають порушеному шару та ідеальній частині кристалу, розташовані на нормалі до поверхні. Це свідчить про те, що релаксації не відбулося, а, отже, параметри ґратки в площині зрізу пластин є однаковими як в імплантованому шарі, так і в неімплантованій частині пластин. Така ж ситуація спостерігається при аналізі КОП монокристалів ГГГ та ФГП, імплантованих іонами B^+ , N^+ і F^+ . Отже, формування дислокаційних петель за рахунок об'єднання точкових дефектів можливе тільки в площині, паралельній поверхні.

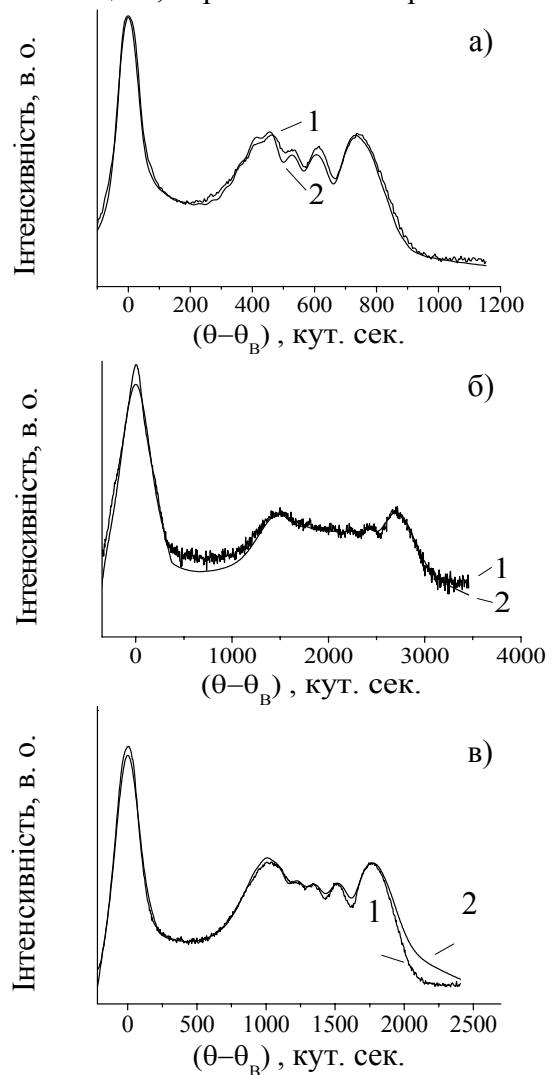


Рис. 1. Експериментальні (1) та теоретичні (2) КДВ від монокристалів ГГГ, імплантованих іонами He^+ , а) – відбивання (444), б) – відбивання (888), в) – відбивання (880).

Для підтвердження цього було проведено моделювання теоретичних КДВ від симетричних рефлексів (444), (888) та асиметричного (880) засобами статистичної динамічної теорії дифракції X-хвиль. При цьому використовувався підхід, який враховує однакову ймовірність знаходження дислокаційних петель у всіх кристалографічно еквівалентних площинах [4-6]. Як видно з рис. 1, для симетричних рефлексів (444) та (888) спостерігається хороше наближення теоретичних КДВ до експериментальних, однак для асиметричного рефлекса (880) за межами додаткової осциляційної структури ніякого співпадання не має. Це пов'язано із занадто великою інтенсивністю розрахованого дифузного розсіяння для даного відбивання, а причиною цього якраз і може бути відсутність в розміщених під кутом до поверхні зразка площинах дислокаційних петель, що і проявляється у зменшенні інтенсивності дифузного розсіяння на експериментальних КДВ.

Отже, виникає потреба врахування анізотропії в орієнтації радіаційно зумовлених дислокаційних петель при розрахунку основних структурно чутливих до дефектів параметрів.

3. X-променева дифрактометрія ФГП з врахуванням ефектів анізотропії в орієнтації дислокаційних петель

В статистичній динамічній теорії розсіяння X-променів інформація про наявні в кристалі дефекти міститься в статичному факторі Дебая-Валлера $E = \exp(-L)$ та коефіцієнті екстинкції (коефіцієнті поглинання внаслідок дифузного розсіяння) $\mu_{ds}(\Delta\theta)$, що описує ефективно поглинання або екстинкцію когерентних хвиль внаслідок їх розсіяння на дефектах і перетворення в дифузні хвилі [4, 5, 9, 10].

Обчислення статичного фактора Дебая-Валлера із врахуванням ефектів анізотропії в орієнтації призматичних дислокаційних петель описано в [11, 12]. В [12] отримано співвідношення та обчислено значення коефіцієнта екстинкції з урахуванням взаєм-

ної орієнтації вектора дифракції \vec{H} та векторів Бюргерса наявних в кристалі петель \vec{b} , згідно з теорією [13], яка описує дифузне розсіяння при нульовому відхиленні падаючого променя від точного положення Брегга, застосовна тільки в зоні розсіяння Хуаня та не враховує комплексний характер імпульсу \vec{q} , зумовлений багатократністю дифузного розсіяння на періодичній частині сприйнятливості кристалу. Тому в даній роботі приводяться результати визначення коефіцієнта екстинкції без вказаних обмежень.

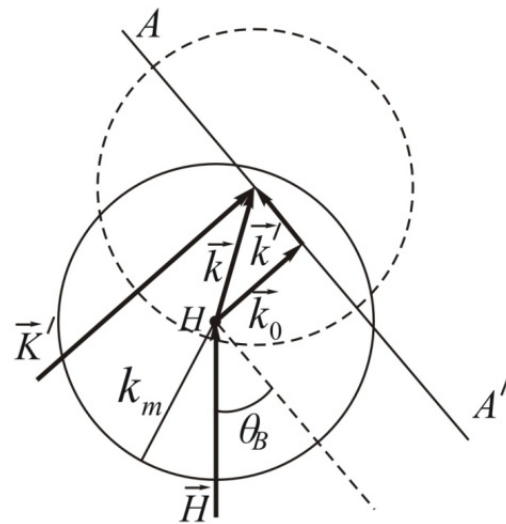


Рис. 2. Схематичне зображення імпульсного простору поблизу вузла оберненої ґратки H (AA' – лінія перетину площини дифракції (\vec{K}, \vec{H}) із сферою Евальда).

Вираз для $\mu_{ds}(\Delta\theta)$ згідно [13] можна записати в наступному вигляді:

$$\mu_{ds}(\Delta\theta) = cC^2 E^2 m_0 \left[\frac{1}{2} (J^1(k_0) + J^2(k_0)) \pm \pm W(1 + W^2)^{-1/2} \frac{1}{2} (J^1(k_0) + J^2(k_0)) \right], \quad (1)$$

де $W = -\left(\vec{K} + \frac{1}{2}\vec{H}\right)\vec{H} / CK^2 |\chi_H| e^{-L}$, $K = 2\pi/\lambda$ –

модуль хвильового вектора падаючої хвилі, $C=1$ для σ -поляризації, $C=\cos 2\theta_B$ для π -поляризації, k_0 – величина відхилення вузла оберненої ґратки (ОГ) H від сфери Евальда (рис.2),

$m_0 = \frac{\pi V_c}{4} \left(\frac{H |\chi_{Hr}|}{\lambda} \right)^2$, V_c – об'єм елементарної комірки кристала, λ – довжина хвилі

випромінювання, χ_{Hr} – дійсна компонента діелектричної сприйнятливості кристалу χ_H , $J'(k_0) = \frac{1}{\pi} \int dS_{\vec{k}'} F(\vec{q})$ – інтеграл по сфері Евальда поблизу вузла $O\Gamma$, $dS_{\vec{k}'}$ – елемент площі на площині, яка апроксимує сферу Евальда біля вузла $O\Gamma$, $F(\vec{q}) = |\vec{v}_{\vec{q}}|^2$, $\vec{v}_{\vec{q}} = \vec{H}\vec{u}_{\vec{q}}$, $\vec{u}_{\vec{q}}$ – фур'є-компонента поля зміщень довкола дефекту, $t=1, 2$.

Після усереднення по всіх можливих напрямках вектора Бюргера дислокаційних петель J^1 стає рівним J^2 і вираз (1) значно спрощується:

$$\mu_{ds}(\Delta\theta) = cC^2 E^2 m_0 J(k_0). \quad (2)$$

В зоні дифузного розсіяння Хуаня функція $F(\vec{q})$ визначається за формулою [9]:

$$F^H(\vec{q}) = \left(B_1 + \frac{B_2 (\vec{H}^0 \vec{q})^2}{q^2} \right) \frac{1}{q^2}, \quad (3)$$

де у випадку дислокаційних петель $B_1 = \frac{4}{15} \left(\frac{\pi b R_0^2}{V_c} \right)^2$, $B_2 = \beta B_1$, $\beta = \frac{1}{4} \left(\frac{-1 + 6\nu + 3\nu^2}{(1-\nu)^2} \right)$,

R_0 – радіус петлі, ν – коефіцієнт Пуассона.

В зоні дифузного розсіяння Стокса-Вільсона:

$$F^{SW}(\vec{q}) = F^H \frac{k_m^2}{q^2}, \quad (4)$$

де k_m – межа розділу областей дифузного розсіяння Хуаня і Стокса-Вільсона.

Авторами [9, 10] було отримано наступну систему для визначення $J(k_0)$ в припущенні, що дислокаційні петлі зустрічаються у всіх можливих кристалографічних площинах з однаковою ймовірністю:

$$J(k_0) = \begin{cases} J_H(k_0) + J_{H-SW}(k_0), & |k_0| < k_m \\ J_{SW}(k_0), & |k_0| \geq k_m \end{cases}. \quad (5)$$

Доданки в (5) мають вигляд:

$$J_H(k_0) = b_2 \ln \frac{k_m^2 + \mu^2}{k_0^2 + \mu^2} + (b_3 k_0^2 + b_4 \mu^2) \left(\frac{1}{k_m^2 + \mu^2} - \frac{1}{k_0^2 + \mu^2} \right),$$

$$J_{H-SW}(k_0) = \frac{k_m^2}{k_m^2 + \mu^2} \left(b_2 - \frac{1}{2} \frac{b_3 k_0^2 + b_4 \mu^2}{k_m^2 + \mu^2} \right),$$

$$J_{SW}(k_0) = \frac{k_m^2}{k_0^2 + \mu^2} \left(b_2 - \frac{1}{2} \frac{b_3 k_0^2 + b_4 \mu^2}{k_0^2 + \mu^2} \right),$$

$$\text{де } b_2 = B_1 + \frac{1}{2} B_2 \cos^2 \theta_B,$$

$$b_3 = B_2 + \left(\frac{1}{2} B_2 \cos^2 \theta_B - \sin^2 \theta_B \right),$$

$b_4 = B_2 + \left(\frac{1}{2} B_2 \cos^2 \theta_B - \sin^2 \Psi \right)$, Ψ – кут відхилення дифракційної площини від верхньої кристала.

Дані співвідношення враховують комплексний характер імпульсу $\vec{q} = \vec{k} + i\mu\vec{n}$ (де \vec{k} – відхилення вузла $O\Gamma$ від сфери Евальда, \vec{n} – внутрішня нормаль до входної поверхні кристала, μ – інтерференційний коефіцієнт поглинання), що робить їх коректними і у випадку великих дефектів.

Щоб врахувати анізотропію в орієнтації дислокаційних петель при розрахунку коефіцієнта екстинкції необхідно записати вираз для функції $F^H(\vec{q})$, в якому б врахувалась взаємна орієнтація вектора дифракції \vec{H} та векторів Бюргера наявних в кристалі петель \vec{b} :

$$F_t^H(\vec{q}) = \left(\frac{\pi b R_0^2}{V_c} \right)^2 \left[\left[2(\vec{H}^0 \vec{b}^0) \frac{(\vec{b}^0 \vec{q})}{|\vec{q}|} + \frac{\nu}{1-\nu} \frac{(\vec{H}^0 \vec{q})}{|\vec{q}|} - \frac{1}{1-\nu} \frac{(\vec{H}^0 \vec{q}) (\vec{b}^0 \vec{q})^2}{|\vec{q}|^2} \right] \right]^2 \frac{1}{|\vec{q}|^2}. \quad (6)$$

Щоб проінтегрувати $F_t(\vec{q})$, у виразі (6) необхідно позбутись квадрата модуля і комплексних величин. Зробивши необхідні перетворення та врахувавши, що $\vec{q} = \vec{k} + i\mu\vec{n} = \vec{k}' + \vec{k}_0 + i\mu\vec{n}$ та $|\vec{q}|^2 = k_0^2 + k'^2 + \mu^2$, отримаємо:

$$F_t^H(\vec{q}) = \left(\frac{\pi b R_0^2}{V_c} \right)^2 \{g_1 + g_2 + g_3 + g_4 g_5\} \frac{1}{p_3^2}. \quad (7)$$

Тут коефіцієнти $g_1 \dots g_5$ визначаються за формулами:

$$g_1 = 4(\vec{H}^0 \vec{b}^0)^2 p_1, \quad g_2 = \frac{v^2}{(1-v)^2} p_2,$$

$$g_3 = \frac{p_1 p_2}{(1-v)^2 p_3} \left(\frac{p_1}{p_3} - 2v \right),$$

$$g_4 = \frac{4}{1-v} (\vec{H}^0 \vec{b}^0) \left(v - \frac{p_1}{p_3} \right),$$

$$g_5 = \left((\vec{b}^0 \vec{k}') + (\vec{b}^0 \vec{k}_0) \right) \times \left((\vec{H}^0 \vec{k}') + (\vec{H}^0 \vec{k}_0) \right) + \mu^2 (\vec{b}^0 \vec{n}) (\vec{H}^0 \vec{n})$$

Коефіцієнти $p_1 \dots p_3$ мають наступний вигляд:

$$p_1 = (\vec{b}_\alpha^0 \vec{q})^2 = \left((\vec{b}_\alpha^0 \vec{k}') + (\vec{b}_\alpha^0 \vec{k}_0) \right)^2 + \mu^2 (\vec{b}_\alpha^0 \vec{n})^2,$$

$$p_2 = (\vec{H}^0 \vec{q})^2 = \left((\vec{H}^0 \vec{k}') + (\vec{H}^0 \vec{k}_0) \right)^2 + \mu^2 (\vec{H}^0 \vec{n})^2,$$

$$p_3 = |\vec{q}|^2 = k_0^2 + k'^2 + \mu^2.$$

Обчислення коефіцієнта $\mu_{ds}(\Delta\theta)$ зручно виконувати в системі координат, в якій вектор $\vec{k}' \equiv \vec{k}$ знаходиться в площині $x'O'y'$, вектор \vec{k}_0 напрямлений вздовж осі $O'z'$, а вектор дифракції \vec{H} знаходиться в площині $x'O'z'$ (рис. 3).

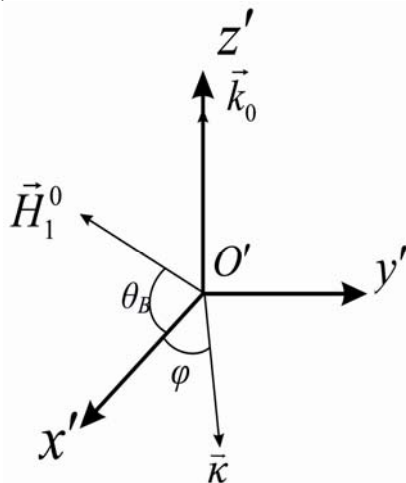


Рис. 3. Схематичне зображення взаємного розміщення векторів \vec{H}^0 , \vec{k}_0 та \vec{k} в системі координат $x'O'z'$.

Щоб перейти до такої системи координат, необхідно подіяти на вектори \vec{H}^0 і \vec{b}^0 почергово матрицями повороту довкола координатних осей. Координати векторів в новій системі координат будуть такі:

$$\vec{H}_1^0 = [\cos\theta_B \quad 0 \quad \sin\theta_B],$$

$$\vec{H}_2^0 = [\cos\theta_B \quad 0 \quad -\sin\theta_B],$$

$$\vec{k} = \vec{k}' / |\vec{k}'| = [\cos\varphi \quad \sin\varphi \quad 0],$$

$$\vec{k}_0 = k'_0 [0 \quad 0 \quad 1].$$

Вектор Бюргерса петлі для кожного конкретного випадку слід записувати в координатах нової системи координат.

Для демонстрації впливу ефектів анізотропії в орієнтації дислокаційних петель на вигляд кривих дифракційного відбивання, було змодельовано теоретичні криві для монокристала ГП з приповерхневим порушенням шаром, в якому є дислокаційні петлі радіусом 70 Å і концентрацією $1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$. Змодельовані криві представлено на рис. 4.

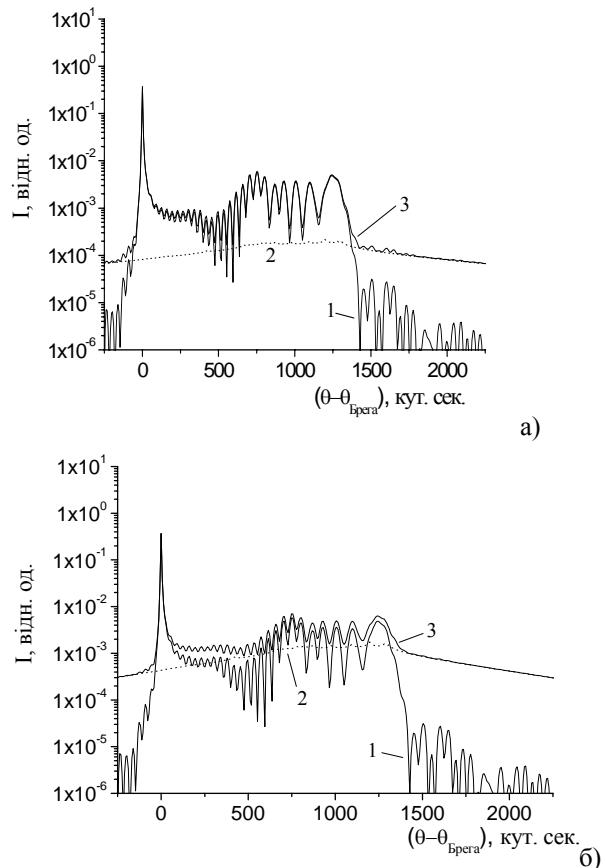


Рис. 4. Теоретичні КДВ (відбивання (444)), 1 – когерентна складова, 2 – дифузна, 3 – сумарна): розраховані без врахування ефектів анізотропії (з використанням усереднення по всіх ймовірних напрямках вектора Бюргерса призматичних дислокаційних петель) (а), з врахуванням ефектів анізотропії (для петель з вектором Бюргерса напрямку [111]) (б).

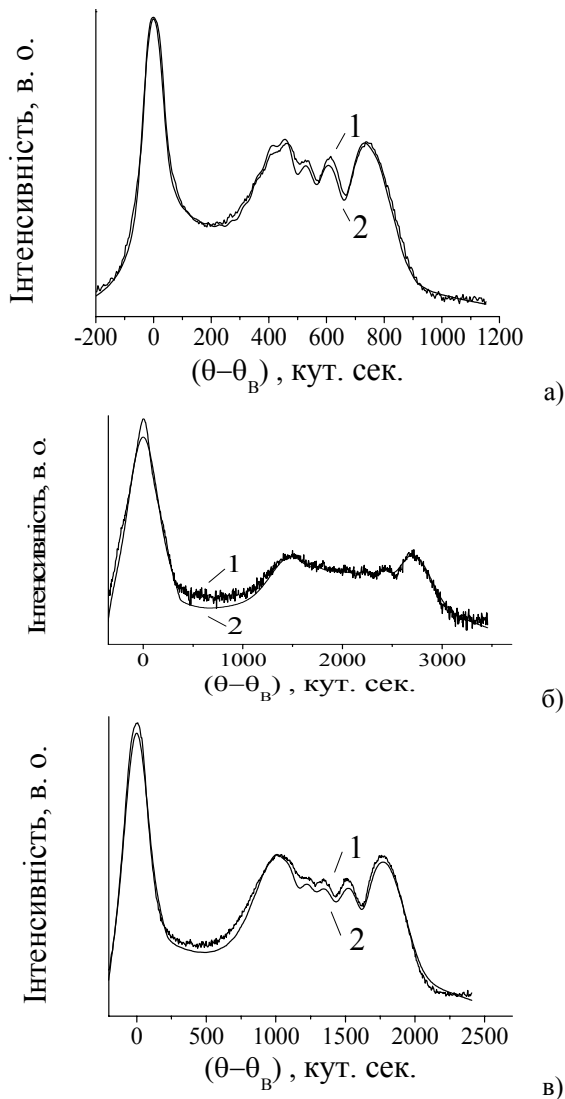


Рис. 5. Експериментальні (1) та теоретичні (2), змодельовані в припущенні наявності дислокаційних петель тільки в площинах (111), КДВ від монокристалів ГП, імплантованих іонами He^+ , відбивання (444) (а), відбивання (888) (б), відбивання (880) (в).

Зважаючи на те, що розподіл згенерованих під час іонної імплантації радіаційних дефектів є сильно неоднорідним, під час моделювання концентрація дефектів у приповерхневому порушеному шарі задавалася пропорційною профілю дефектів. Як видно з рис. 4, навіть при близьких до одиниці значеннях статичного фактора Дебая-Валлера, інтенсивність дифузного фону, обчисленого з врахуванням ефектів анізотропії, може відрізнятися від фону, отриманого з використанням усереднення по всіх ймовірних напрямках вектора Бюргерса призматичних

дислокаційних петель, майже на порядок.

Отримані співвідношення були застосовані при розшифруванні експериментальних кривих від монокристалів ГП, імплантованих іонами He^+ , про які ішла мова раніше. В моделювання закладалась наявність в порушеній імплантацією частині кристалу дислокаційних петель тільки в площинах (111). Теоретичні та експериментальні КДВ наведені на рис. 5.

Як бачимо, при даній моделі дефектної системи вдається досягнути одночасно задовільного наближення експериментальних кривих від симетричних та асиметричних рефлексів. При цьому необхідне значення інтенсивності дифузного фону досягається при менших значеннях концентрації дислокаційних петель, що пов'язане з тим, що і статичний фактор Дебая-Валлера, і коефіцієнт екстинкції для петель з вектором Бюргерса в напрямку [111] більший, ніж для петель з іншими орієнтаціями вектора Бюргерса. Зокрема, в даному випадку отримана концентрація на порядок менша від тієї, що отримувалась при застосуванні моделі, яка враховує наявність радіаційно-обумовлених дислокаційних петель у всіх еквівалентних кристалографічних площинах.

4. X-променеві структурні дослідження ФГП, імплантованих іонами бору

За результатами X-променевої дифрактометрії в деяких з досліджуваних плівок спостерігалася значна різниця в сталих ґратки плівки ($a_{\text{пл}}$) і підкладки ($a_{\text{пд}}$) (наприклад, $a_{\text{пд}}=12,383 \text{ \AA}$, $a_{\text{пл}}=12,343 \text{ \AA}$), однак їх стан в площині плівки згідно аналізу експериментально отриманих КОП є повністю напруженим, тобто параметри ґратки в площині росту плівки і підкладки співпадають. Варто зауважити, що повністю напружений стан гетероструктур спостерігався і в усіх інших Ві- та LaGa-заміщених монокристалічних епітаксійних плівках залізо-ітрієвих гранатів (ЗГ), які досліджувалися авторами. У незаміщених плівках ЗГ можливими є частково релаксовані чи перенапружені стани. Переважаючим типом ростових дефектів у епітаксійних плівках ферит-гранатів є дисло-

каційні петлі з середніми радіусами 25–60 Å та радіусом більше 5000 Å.

Іонна імплантація приводить до зміщення атомів матриці із своїх положень і зміни міжплощинної відстані в приповерхневому шарі, і на КДВ проявляється у вигляді додаткових піків та напливів. При використаних в даній роботі режимах імплантації відносна деформація не перевищує 0,3 %, що, для деяких плівок є співмірним або меншим ($(a_{\text{пд}} - a_{\text{пл}}) / a_{\text{пд}} \cdot 100\%$, тобто на КДВ додатковий

пік розміщений між головними бреггівськими піками плівки і підкладки. Згідно КОП, приповерхневий іонно-імплантований шар у паралельній до поверхні зразка площині є повністю напруженим, незважаючи на можливі великі значення відносної деформації (до 2,5 %) у напрямі перпендикулярному до площини зразка, а симетрія кристалічної ґратки іонно-імплантованого шару знижується з кубічної до ромбоєдричної, причому кут при вершині ромбоєдра $\alpha < 90^\circ$.

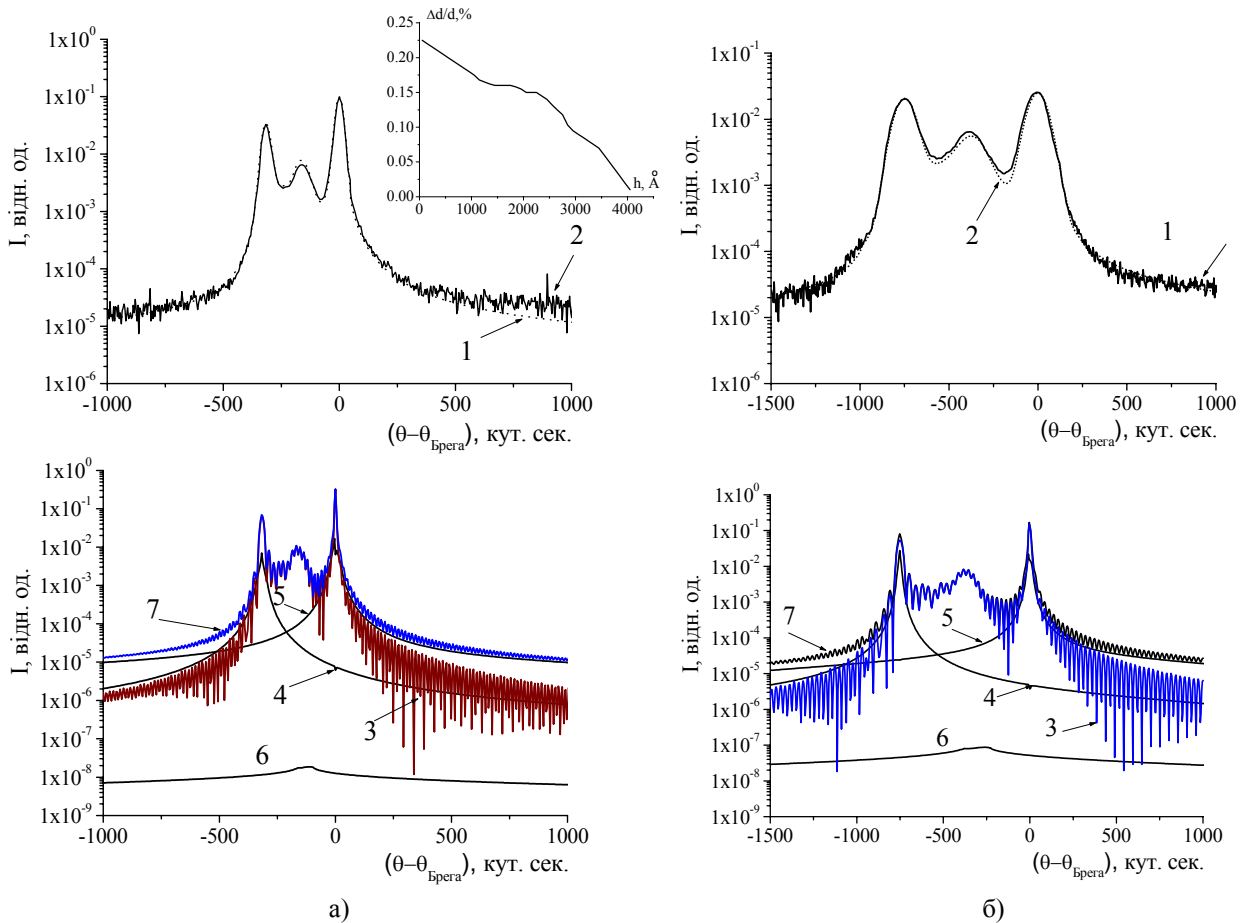


Рис. 6. КДВ (1 – експериментальна; 2 – теоретична з урахуванням апаратного уширення; 3 – когерентна складова; 4, 5, 6 – дифузні складові від плівки, підкладки та порушеного шару, відповідно, 7 – сумарна КДВ) від площини (444) (а) і (888) (б). На врізці – профіль відносної деформації.

Профілі деформації при малих дозах імплантації іонами B^+ ($\leq 1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$) монотонно спадають з глибиною, а при зростанні дози опромінення максимум деформації зміщується в область основних ядерних енергетичних втрат, тобто профілі деформації стають немонотонними. При використаних режимах імплантації профілі деформації є монотонно спадними, а на їх вигляд впли-

ває також накладання поля ростових механічних напруг, що виникають як за рахунок різниці в сталих ґратки плівки і підкладки, так і за рахунок різниці в їх термічних коефіцієнтах. Вказані механічні напруги приводять до зміщення деформованих областей в глибину плівки, причому, із ростом різниці в сталих ґратки плівки і підкладки величина зазначеного зміщення зростає. Зокрема,

для вище наведених різниць в сталих ґратки півки і підкладки зміщення деформованих областей вглиб півки відбувається на відстань більше 1000 \AA відносно обчисленого за допомогою програми *SRIM* [14] профілю розподілу дефектів. Встановлено, що основним типом складних радіаційних дефектів у приповерхневому порушеному шарі є розміщені в площині (111) дислокаційні петлі радіусом 30 \AA . Визначений профіль відносної деформації та експериментальні і теоретичні КДВ для двократно імплантованих ФГП представлено на рис. 6.

5. Оптичні властивості епітаксійних ФГП імплантованих іонами бору

Інтегральною характеристикою іонно-імплантованого шару, що відображає вплив радіаційних дефектів, є показник заломлення порушеного шару та оптичні спектри поглинання плівок у видимому діапазоні. Показник заломлення приповерхневого шару однократно імплантованих ФГП, в порівнянні з неімплантованими, зменшується. Зокрема, для півки, для якої в попередньому пункті подано значення сталих ґраток півки і підкладки, значення показника заломлення зменшується з 2,087 до 2,076, що є результатом зменшення густини матеріалу внаслідок дефектоутворення. Для двократно імплантованих плівок показник заломлення приповерхневого шару збільшується (для вище вказаної півки до 2,136), що пов'язане із зростанням поглинання (близько 9% для довжини хвилі 6500 \AA) за рахунок росту концентрації радіаційних дефектів та впроваджених іонів бору.

6. Магнітна мікроструктура епітаксійних ФГП, імплантованих іонами бору

Для отримання незалежної інформації про структуру ФГП, використовуючи метод конверсійної електронної месбауерівської спектроскопії, фіксувався вплив наведених механічних напруг на параметри магнітної мікроструктури приповерхневого шару. Експериментальні месбауерівські спектри неімплантованих та імплантованих іонами B^+ в режимах $E=80 \text{ кеВ}$, $D=1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ і $E=110$

кеВ , $D=1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ епітаксійних ФГП номінального складу $(\text{YSmCaBi})_3(\text{FeSi})_5\text{O}_{12}$, а також виділені в процесі апроксимації парціальні складові представлено на рис. 7.

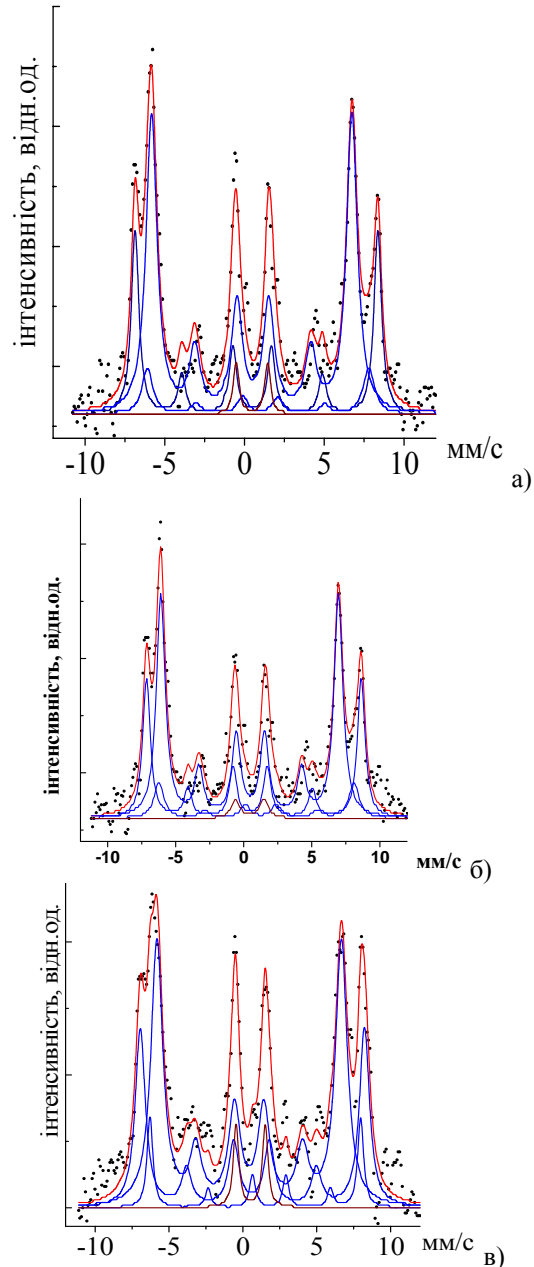


Рис. 7. Месбауерівські спектри Ві-заміщених ФГП: не імплантована (а), імплантована іонами B^+ в режимі $E=80 \text{ кеВ}$, $D=1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ (б), імплантована іонами B^+ в режимі $E=110 \text{ кеВ}$, $D=1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ (в).

На основі отриманих значень інтегральних інтенсивностей парціальних компонент було розраховано заселеність окремих підґраток катіонами заліза [15]:

$$n_d/n_a = (s_d/s_a)(f_a/f_d)$$

Тут S_a , S_d – інтегральні інтенсивності відповідних парціальних підспектрів, f_a , f_d – ймовірність ефекту Мессбауера для окта- і тетраположень відповідно. Відношення f -факторів для катіонів заліза в a - та d -положеннях в заміщених ЗІГ не залежить від ступеня заміщення іонів заліза і при кімнатній температурі рівне $0,94 \pm 0,02$. Розраховані на основі месбауерівських даних та на основі відносного вмісту оксидів у шихті значення заселеностей підгруп у межах точності розрахунків співпадають, що також підтверджує коректність обчислених для розрахунку теоретичних КДВ значень коефіцієнтів фур'є-поляризованостей для плівки.

У складі спектру фіксується наявність парамагнітної складової, яка однозначно пояснюється наявністю іонів Fe^{57} в a -позиції з числом магнітних сусідів ≤ 2 , і формує подвійну складову спектру з квадрупольним розщепленням $\Delta = 1,97$ мм/с, що відповідає зниженню валентності заліза з 3 до 2.

Математична обробка КЕМС-спектрів, застосовуючи відоме співвідношення інтенсивності ліній в секстетах $3 : x : 1 : 1 : x : 3$, де $x = 4 / (1 + 2 \text{ctg}^2 \alpha)$, дозволила розрахувати кут α між вектором магнітного моменту Fe^{57} окремих підгруп та нормаллю до площини плівки, яка співпадає з напрямком поширення γ -квантів. Встановлено, що для досліджуваних плівок значення кутів орієнтації намагніченості окремих підгруп є близько 32° .

Іонна імплантація приводить до появи у приповерхневому шарі магнітопружної анізотропії, в результаті чого кут між вектором магнітного моменту окремих підгруп та нормаллю до площини плівки зростає.

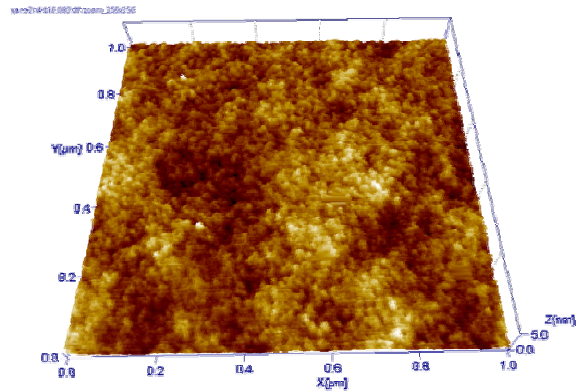
7. Дослідження поверхні Ві-заміщених епітаксійних плівок ферит-гранатів методами АСМ та МСМ

Вище вказані результати повністю узгоджується з отриманими методами атомно-силової мікроскопії та магнітно-силової мікроскопії даними про морфологію та доменну структуру плівок (рис. 8).

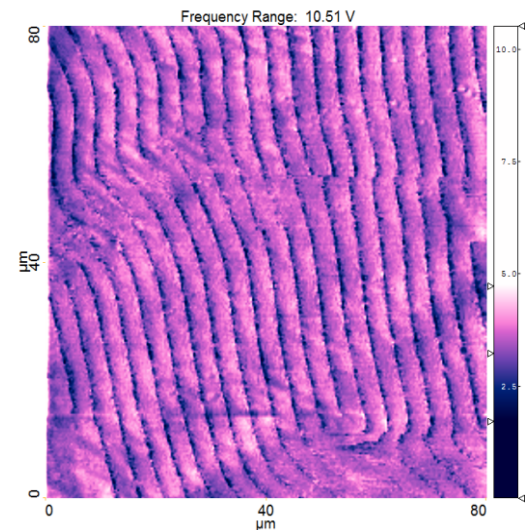
За даними АСМ перепад висот для неімплантованої плівки був рівним $0,282$ нм, для імплантованої енергією 80 кеВ – $0,199$ нм, а для подвійно імплантованої – $0,211$ нм. Отже,

можна констатувати, що імплантація іонами бору згладжує нерівності на поверхні, внаслідок чого перепад висот на поверхні зменшується приблизно на 30% .

МСМ-зображення доменної структури двократно імплантованої плівки представлено на рис. 8б. Для виключення впливу рельєфу на результат МСМ використовувалась двопрхідна методика вимірювань. У першому проході зонд реєстрував профіль рельєфу, після чого повертався у початкову точку даної лінії сканування, піднімався на задану висоту (в нашому випадку це 100 нм) та здійснював другий прохід, повторюючи зареєстрований перед цим профіль поверхні. Під час другого проходу і вимірювався градієнт магнітного поля.



а)



б)

Рис. 8. АСМ (а) та МСМ (б) зображення поверхні Ві-заміщених ФІП двократно імплантованої іонами B^+ в режимі $E=60$ кеВ, $D=1 \cdot 10^{14}$ cm^{-2} + $E=150$ кеВ, $D=0,7 \cdot 10^{14}$ cm^{-2} .

Період доменної структури неімплантованого зразка 3,86 мкм, а в іонно-імплантованих у всіх режимах знаходиться в межах 3,95–4,04 мкм, що є результатом наведених імплантацією механічних напруг та нахилу вектора намагніченості в доменах до площини плівки.

Висновки

1. У приповерхневих шарах іонно-імплантованих монокристалів ГГ та плівок феритгранатів спостерігається анізотропія в орієнтації радіаційно індукованих призматичних дислокаційних петель, яку необхідно враховувати при аналізі процесів, які відбуваються в даних матеріалах.

2. Для врахування вказаної анізотропії в рамках статистичної динамічної теорії дифракції X -променів і теоретичної моделі динамічної дифракції за Бреггом для кристалів довільної товщини, які містять дислокаційні петлі будь-якої орієнтації та розмірів, отримано функціональні залежності для розрахунку структурно чутливих до дефектів X -променевих параметрів, в яких враховано ефекти анізотропії в орієнтації дислокаційних петель.

3. Моделювання теоретичних КДВ від монокристалів з приповерхневим порушеним шаром показало, що навіть при близьких до одиниці значеннях статичного фактора Дебая-Валлера, інтенсивність дифузного фону, розрахованого з урахуванням та без урахування анізотропії в орієнтації дислокаційних петель може відрізнятися майже на порядок.

4. За результатами досліджень кристалічної структури, магнітної мікроструктури, морфології поверхні та оптичних властивостей ФГП, імплантованих бором, виявлено, що:

- плівка знаходиться в повністю напруженому стані;
- профілі відносної деформації є монотонно спадними, а деформовані іонною імплантацією області простягаються в глибину плівки на відстані, які значно (більше, ніж 1000 Å) перевищують проективний пробіг іонів-імплантантів;

- основним типом складних радіаційних дефектів у приповерхневому порушеному шарі є розміщені в площині (111) дислокаційні петлі радіусом 30 Å;
- механічні напруги в іонно-імплантованому шарі приводять до росту періоду смугових доменів та збільшення кута між напрямком вектора намагніченості та нормаллю до поверхні плівки;
- показник заломлення іонно-імплантованого шару за рахунок зростання поглинання світла на дефектах із ростом кількості впроваджених іонів-імплантантів змінюється немонотонно: незалежно від енергії імплантації (80–110 кеВ), він зменшується, а при рості сумарної дози опромінення (більше $1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$) – зростає.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Ющук С.И. Монокристаллические феррогранатовые пленки для микроволновой электроники // Технология и конструирование в электронной аппаратуре. – 1998. – (1). – С.35–38.
2. Рандошкин В.В. Прикладная магнитооптика. – М.: Энергоатомиздат, 1990.
3. Syvorotka I.M., Ubizskii S.B., Kucera M. etc. Growth and characterization of Bi,Pr- and Bi,Sc-substituted lutetium iron garnet films with planar magnetization for magneto-optic visualization // Journal of Physics D: Applied Physics. – 2001. – **34**. – P.1178–1187.
4. Molodkin V.B., Olikhovskii S.I., Kislovskii E.N. etc. Bragg diffraction of X -rays by single crystals with large microdefects. I. Generalized dynamical theory // Phys. Stat. Sol. B. – 2001. – **227**(2). – P. 429–447.
5. Olikhovskii S.I., Molodkin V.B., Kislovskii E.N. et al. Bragg diffraction of X -rays by single crystals with large microdefects. II. Dynamical diffuse scattering amplitude and intensity // Phys. Stat. Sol. B. – 2002. – **231**(1). – P. 199–212.
6. Пилипів В.М., Оліховський С.І., Владімірова Т.П. та ін. Динамічна дифрактометрія структурних дефектів і деформацій в гранатовій плівковій системі $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}/\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$ // Металлофізика и новейшие технологии. – 2011. – **33**(9). – С. 1147–1174.
7. Паняев И.С., Санников Д.Г. Техника измерений спектральных и материальных параметров тонких пленок ЖИГ // Известия Самарского научного центра Российской академии наук. – 2012. – **14**(4). – С.1092–1095.
8. Ostafychuk B.K., Yaremyi I.P., Yaremyi S.I. etc. Modification of the Crystal Structure of Gadolinium Gallium Garnet by Helium Ion Irradiation // Crystallography Reports. – 2013 – **58**(7). – P. 1017–1022.

9. Молодкін В.Б., Шпак А.П., Ковальчук М.В. и др.. Многопараметрическая кристаллография на основе многообразности картины многократного рассеяния брэгговских и диффузных волн (метод стоячих диффузных волн) // УФН. – 2011. – **181**(7). – С. 681-712.
10. Ольховський С.Й., Кисловський Є.М., Молодкін В.Б. та ін. Диференційна рентгенівська дифракційна діагностика складної дефектної структури в монокристалах кремнію // Металлофиз. новейшие техн. – 2000. – **22**(6). – С. 3-19.
11. Томин У.О. Врахування анізотропних ефектів в орієнтації радіаційних дефектів під час розрахунку статичного фактора Дебая-Валлера // Вісник Прикарпатського національного університету імені Василя Стефаника. Хімія. – 2013. – **16**. – С. 57-62.
12. Остафійчук Б.К., Яремій І.П., Томин У.О. та ін. Врахування ефектів анізотропії в орієнтації радіаційних дефектів під час розрахунку статичного фактора Дебая-Валлера та коефіцієнта екстинкції // Науковий вісник Чернівецького університету. Фізика. Електроніка. – 2012. – **2**(1). – С. 93-102.
13. Dederics P.H. Effect of defect clustering on anomalous X-ray transmission // Physical review B. – 1970. – **1**(4). – P. 1306-1317.
14. Ziegler J. F., Biersack J. P., Littmark U. The Stopping and Range of Ions in Solids. – New-York: Pergamon Press, 1985.
15. Камзин А.С., Мальцев Ю.Н. Исследование распределения катионов в приповерхностном слое и объеме пленок замещенных феррит-гранатов // ФТТ. – 1997. – **39**(7). – С.1248-1252.