

М.А. Шерметова, аспирант
Н.Н. Герасименко, д.ф.-м.н., профессор
(НИУ «Московский Институт Электронной Техники», г. Зеленоград, г. Москва)
e-mail: shermetova.madina@mail.ru

НАНОПОРОШОК КРЕМНИЯ ОБЛУЧЁННЫЙ ВЫСОКОЭНЕРГИЧНЫМИ ЭЛЕКТРОНАМИ

Развитие научных подходов и технологий в промышленных, научно-исследовательских и оборонных направлениях заставляет решать задачи исследования и создания новых материалов для микро- и нанoeлектроники с повышенной радиационной стойкостью. В последние годы наблюдается повышенный интерес к свойствам нанопорошков и возможности их использования в электронной технике.

Наиболее распространенными методами получения порошков с наноразмерными параметрами являются плазмохимический метод, взрывной метод, метод газофазных реакций, метод осаждения, метод механохимического синтеза, метод диспропорционирования. Использованный в работе нанопорошок кремния был получен методом механохимии.

Образцы нанопорошка кремния представляют собой агломераты наноразмерных частиц, покрывающих поверхность крупных микронных кристаллов кремния и диоксида кремния (рисунок 1).

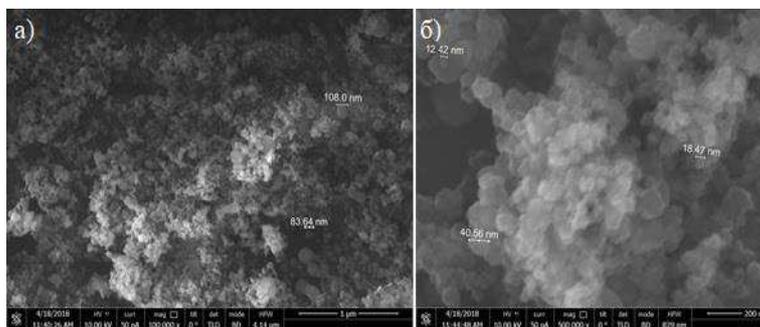


Рисунок 1 – РЭМ снимок кремниевого порошка. а) увеличение 10000х, б) увеличение 500000х

Для обнаружения эффекта увеличения радиационной стойкости в образцах нанопорошка, размеры зерен должны быть меньше размерного порога, составляющего величину порядка 30 нм. для кремния [1]. Для получения более точной информации о размерах порошинок был определен усредненный размер зерен по всему объему нанопорошка методом малоуглового рентгеновского рассеяния (МУРР).

Измерения МУРР проводились на многофункциональном рентгеновском дифрактометре «Минилаб-6». Система монохроматоров и детекторов позволяет проводить измерение сразу на 2-х длинах волн $\text{CuK}\alpha$ (1.54\AA) и $\text{CuK}\beta$ (1.39\AA). В результате измерения получается зависимость интенсивности рассеянного излучения от угла поворота детектора. Используя полученную зависимость установлено, что средний размер рассеивающих объектов, т.е. кремниевых зерен в порошке, составляет $29,2$ нм. Проведенные рентгеновские исследования позволяют с большой степенью однозначностью заключить, что представленный образец является кристаллическим нанопорошком кремния. Основная масса нанокристаллитов порошка имеет размеры, находящиеся в пределах $20\text{-}40$ нм.

Облучение проводилось на линейном ускорителе электронов УЭЛВ-10-10. Энергия бомбардирования электронами для всех образцов была одинаковой и составляла 6 МэВ, а максимальная доза – $1,2 \cdot 10^{16}$ см^{-2} . Исследовались образцы до облучения (контрольные) и после облучения.

Для каждого дифракционного пика и для каждого образца была произведена аппроксимация функцией Войта (сумма функции Гаусса и Лоренца) и расчет FWHF (ширина на половине высоты максимума пика) по формуле (1)

$$FWHF = 0.5346wL + \sqrt{0.2166(wL)^2 + 2\ln 2(wG)^2},$$

(1)

где wL – ширина кривой Лоренца, wG – ширина кривой Гаусса

Результаты расчета и исходные данные представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Исходные данные и результаты расчета FWHF.

Номер образца	Параметр	Значение для плоскости (111)	Значение для плоскости (220)
Контрольный	wG, град.	$2,7 \cdot 10^{-5}$	0,4544
	wL, град.	0,64132	0,0982
	FWHF, град.	0,64132	0,5894
№1	wG, град.	$3,5 \cdot 10^{-6}$	0,216
	wL, град.	0,403	0,3111
	FWHF, град.	0,403	0,4593
№2	wG, град.	$5,9 \cdot 10^{-6}$	0,224
	wL, град.	0,4029	0,2682
	FWHF, град.	0,4029	0,4567

	град.		
№4	wG, град.	$9,1 \cdot 10^{-8}$	0,2656
	wL, град.	0,4753	0,2715
	FWHF, град.	0,4753	0,4828
№5	wG, град.	$3,4 \cdot 10^{-7}$	0,402
	wL, град.	0,4022	0,122
	FWHF, град.	0,4022	0,5281
№6	wG, град.	$1,2 \cdot 10^{-15}$	0,1674
	wL, град.	0,4035	0,4302
	FWHF, град.	0,4035	0,5109

На рисунке 2 представлена зависимость параметра FWHF от дозы облучения (номера образца).

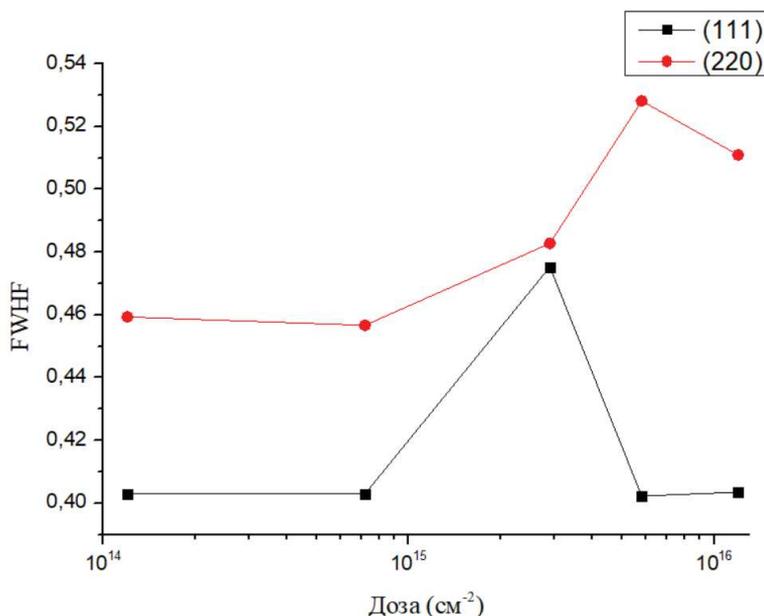


Рисунок 2 –Зависимость FWHF от дозы облучения

Заметно, что ширина на полувысоте меняется для двух кристаллографических ориентациях по-разному. Для (111) она незначительно, в то время как для (220) изменения более существенно.

Авторы работы [2] показали, что значения ширины на полувысоте пика позволяет разделять эффекты уширения дифракционных линий, связанные с малыми размерами и микродеформацией, а в некоторых случаях оценить концентрацию дефектов упаковки. Задача существенно упрощается, если использовать ширину на половине высоты максимума, линий

дифракции, где интегральная ширина примерно на 10 % больше полуширины [3]. Кристаллы малого размера вызывают уширение линий дифракции и интегральная ширина профиля дифракционной линии обратно пропорциональна размеру кристаллитов в образце.

В результате на образцах после облучения совершенная область, на которой идет дифракция, увеличилась, что в свою очередь означает уменьшение количества дефектов в кристаллах. Это можно связать с увеличением размеров кристаллита (связанно с слипанием/спеканием нанопорошинок в кластеры/конгломераты) и из-за радиационного отжига дефектов при облучении высокоэнергичными электронами [4,5]. Взаимодействие высокоэнергичных электронов с кристаллической решеткой образца создает подвижные собственные дефекты, которые в процессе своей эволюции формируют более крупные дефектные кластеры меньшей концентрации, тем самым увеличивая общее структурное совершенство образца. Увеличение области когерентного рассеивания свидетельствует о том, что у образца повышается структурная радиационная стойкость.

ЛИТЕРАТУРА

1 Герасименко Н. Н. и др. Особенности формирования рельефа при травлении кремния фокусированным ионным пучком // Письма в ЖТФ. – 2010. – Т. 36. – №. 21. – С. 38-45.

2 Lutterotti L., Scardi P. Simultaneous structure and size-strain refinement by the Rietveld method // Journal of Applied Crystallography. – 1990. – Т. 23. – №. 4. – С. 246-252.

3 Иверонова В. И., Ревкевич Г. П. Теория рассеяния рентгеновских лучей: Учебное пособие. – МГУ, 1972.

4 Герасименко Н.Н., Двуреченский А.В., Качурин Г.Ф., Придачин Н.Б., Смирнов Л.С. Радиационный отжиг дефектов, образующихся при бомбардировке кристаллов ионами. // ФТП. – 1972 г. – Т.6. – С. 1834 – 1835.

5 Mikhailov M. M. et al. Absorption band of Y₂O₃ micro- and nanopowders induced by proton and electron bombardment // Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques. – 2017. – Т. 11. – №. 4. – С. 827-831.

УДК 541.13