

І.П. Яремій, Б.К. Остафійчук

ДЕФЕКТИ СТРУКТУРИ ПРИПОВЕРХНЕВИХ ШАРІВ ЙОННО-ІМПЛАНТОВАНИХ ЕПІТАКСІЙНИХ ПЛІВОК ТА МОНОКРИСТАЛІВ ГРАНАТУ

*Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника
вул. Шевченка, 57, м. Івано-Франківськ, 76025, Україна*

Показано, що в йонно-імплантованих приповерхневих шарах досліджуваних матеріалів формування дислокаційних петель за рахунок об'єднання точкових радіаційних дефектів відбувається тільки в площинах, паралельних до поверхні зразка. Для коректного аналізу вказаної системи дефектів в рамках статистичної динамічної теорії виведено функціональні залежності та обчислено значення структурно чутливих до дефектів X -променевих параметрів, в яких враховано ефекти анізотропії в орієнтації дислокаційних петель.

Отримано інформацію про структуру та характеристики дефектів в неімплантованих та імплантованих монокристалах та плівках, встановлено зв'язок між характеристиками дефектів та параметрами магнітної мікроструктури досліджуваних матеріалів. Показано, що стан вирощених на підкладках гадоліній-галієвого гранату плівок є повністю напруженим. У приповерхневих шарах при йонній імплантації утворюються, в основному, точкові дефекти та дислокаційні петлі з середніми розмірами 30 – 70 Å. Із збільшенням дози опромінення зростає концентрація і зменшується радіус дислокаційних петель, а приповерхневий йонно-імплантований шар у площині, паралельній до поверхні кристалу, є повністю напруженим, незважаючи на великі значення (до 3 %) відносної деформації у перпендикулярному до площини поверхні кристалу напрямі.

Ключові слова: монокристали, гадоліній-галієвий гранат, ферит-гранатові плівки, йонна імплантація, радіаційні дефекти, приповерхневий шар, профілі відносної деформації, X -променева дифрактометрія, мессбауерівська спектроскопія.

I.P. Yaremiy, B.K. Ostafiychuk

DEFECTS IN THE STRUCTURE OF THE SUBSURFACE LAYERS OF ION-IMPLANTED EPITAXIAL FILMS AND SINGLE CRYSTALS OF GARNET

*Vasyl Stefanyk' Precarpathion National University
57, Shevchenko St., Ivano-Frankivsk, 76025, Ukraine*

It was shown that the formation of dislocation loops by the point radiation defects association in the ion-implanted subsurface layers of the investigated materials occurs only in parallel to the sample surface planes. For correct analysis of the system of defects within the statistical dynamical theory the functional dependencies were derived and the values of structurally sensitive to defects X -ray parameters were calculated taking into account the effects of anisotropy in the orientation of dislocation loops.

The information about structure and characteristics of defects in unimplanted and implanted single crystals and films was obtained. The relationships between the characteristics of defects and the parameters of magnetic microstructure of the investigated materials were found. It was shown that the state of grown on gadolinium-gallium garnet substrates films is totally strained. Point defects and dislocation loops with an average size of 30 – 70 Å mainly formed in the subsurface layers during ion implantation. With radiation dose increasing the concentration of the dislocation loops increases and their radius decreases. The ion-implanted subsurface layer in the parallel to the crystal surface plane is totally strained, despite the large value (to 3%) of relative deformation in perpendicular to the crystal surface plane direction.

Keywords: GGG single crystals, garnet ferrite films, ion implantation, radiation defects, subsurface layer, straining profiles X -ray diffractometry, Mössbauer spectroscopy.

Вступ

Широке дослідження і практичне застосування монокристалів та епітаксійних плівок із структурою гранату, як матеріалів для функціональної електронної техніки, розпочалося у 80-х роках і було обумовлено їх високою радіаційною стійкістю. На даний час вони використовуються в якості

активного середовища для пристроїв НВЧ-техніки, як елементи твердотільних лазерів, магнітооптичні пристрої, сенсорні пристрої візуалізації та вимірювання магнітних полів, можуть використовуватися в якості матеріалів для систем енергонезалежної магнітної пам'яті. Останнім часом з'являються розробки, спрямовані на використання ферит-гранатових плівок (ФГП) у приладах нового покоління спінової наноелектроніки на надвисоких частотах. Монокристали гранатів, зокрема гадоліній-галієвого гранату (ГГ) широко використовуються як матеріал оптоелектронної техніки (хвилеводи, люмінофори для світлодіодів), а також в якості підкладок для епітаксійних ферит-гранатових плівок.

Одним із ефективних методів впливу на приповерхневі шари монокристалів та плівок ферит-гранатів є йонна імплантація. Особливістю йонної імплантації легкими йонами є можливість одержання різного ступеня деформації приповерхневих шарів при незначному руйнуванні структури матриці. Тому, дослідження процесів, які відбуваються в приповерхневих шарах монокристалічних матеріалів при йонній імплантації є необхідним для цілеспрямованої зміни їх властивостей.

Відразу після генерації точкові радіаційні дефекти мігрують, анігалують та утворюють комплекси, однак, публікації про складні структурні дефекти в імплантованих легкими йонами приповерхневих шарах матеріалів зі структурою гранату відсутні. Тим не менше, структурні неоднорідності, зумовлені як ростовими так і радіаційно спричиненими дефектами, мають суттєвий вплив на властивості матеріалів. Також вони приводять до виникнення механічних напруг, які впливають як на структуру приповерхневих шарів, так і плівок в цілому, приводячи до зміни симетрії кристалічної ґратки, пониження енергії дефектоутворення та зміни магнітних і оптичних властивостей матеріалів. Крім того, наявність ростових та наведених йонною імплантацією механічних напруг сприяє процесам старіння, що призводить до зміни робочих параметрів елементів пристроїв у процесі експлуатації. Тому, вивчення змін у структурі монокристалів та плівок ферит-гранатів після їх модифікації та з часом, визначення кількісних характеристик радіаційних дефектів та встановлення механізмів їх релаксації має як практичне, так і наукове значення, і є необхідною передумовою отримання матеріалів із визначеними стабільними фізичними властивостями.

Для коректного опису параметрів дефектної підсистеми кристалів необхідно використовувати високоточні та інформативні методи її дослідження. Одним з таких методів є високороздільна X -променева дифрактометрія. Найбільш адекватний опис процесів розсіяння X -променів у монокристалах можливий засобами узагальненої динамічної теорії дифракції, за допомогою якої можна проводити аналіз як когерентної, так і дифузної складових розсіяння X -променів, визначати типи переважаючих структурних дефектів, їх концентрацію та розміри. Незважаючи на значну кількість праць по дослідженню монокристалів та плівок із структурою гранату, вказані підходи практично не використовувалися для аналізу приповерхневих шарів даних матеріалів після модифікації їх імплантацією легкими йонами. Завдяки значній структурній досконалості монокристалів ГГ та вирощених на них епітаксійних плівок дані матеріали є зручними модельними зразками із складним базисом для дослідження впливу структурних дефектів в об'ємі та приповерхневих шарах на дифракцію X -хвиль, та для розробки нових методів X -хвильової діагностики. При цьому для коректного аналізу виникає необхідність врахування у вище вказаній теорії можливих ефектів анізотропії у розміщенні структурних дефектів.

Таким чином, дослідження дефектної структури монокристалів ГГ та вирощених на них ФГП, а також вплив на їх структуру і властивості йонної імплантації легких та середніх йонів, є перспективною і актуальною задачею.

I. Об'єкти та методи дослідження

Монокристали ГГ були вирощені методом Чохральського. Після різання та подальшої обробки за допомогою механічного шліфування, механічного, хіміко-механічного та хімічного полірування, які забезпечили 14 клас шорсткості поверхні, вони мали вигляд пластин з площиною зрізу (111). Йонна імплантація проводилася на імплантаторі МРВ-202 фірми "Balzers" в режимі, що виключає каналування.

X -променеві структурні дослідження проводилися методами дво- та трикристалічної дифрактометрії на установках ДРОН-3 (монохроматор ГГ чи двокристалічний монохроматор Ge (у взаємно дисперсійних положеннях)) та високороздільному трикристалічному дифрактометрі PANanalytical X'Pert PRO MRD XL (двокристалічний монохроматор Ge (220) з прорізом) у бездисперсійній схемі з використанням $CuK_{\alpha 1}$ випромінювання.

Для визначення параметрів дефектів в неімплантованих та імплантованих монокристалах та плівках на різних етапах досліджень проводилося моделювання дифракції X -променів в неідеальних кристалах засобами кінематичної теорії розсіяння X -променів, динамічних теорій, які ґрунтуються на рівняннях Такаґі та засобами статистичної динамічної теорії розсіяння X -променів, яка дає можливість враховувати наявність у структурі конкретних типів дефектів та не накладає обмеження на розмір дефекта. Для цього, використовуючи мови програмування Fortran та C++, було розроблено відповідне програмне забезпечення, яке дало можливість моделювати теоретичні криві дифракційного відбивання (КДВ) при даних параметрах дефектів, а також, використовуючи комплекс методів мінімізації, проводити наближення експериментальних КДВ теоретичними. Для моделювання дифракції X -хвиль в йонно-імплантованому шарі неоднорідний приповерхневий шар розділявся на підшари, в кожному з яких дефекти вважалися розподіленими однорідно, параметри дефектів, деформація та ступінь аморфізації – сталими.

Ефективним і неруйнівним методом аналізу магнітної мікроструктури приповерхневих шарів ФГП є метод конверсійної електронної мессбауерівської спектроскопії. Він дозволяє провести аналіз зумовлених локальним оточенням надтонких взаємодій на ядрах Fe^{37} , причому інформація отримується із співрозмірного з глибиною пошкоджень внаслідок йонної імплантації приповерхневого шару. Спектри комбінаційної електронної мессбауерівської спектроскопії (КЕМС) отримувалися при кімнатній температурі з використанням джерела γ -квантів Co^{57} в хромовій матриці за допомогою γ -резонансного спектрометра ЯГРС-4М. Калібровка спектрів проводилася відносно $\alpha-Fe^{37}$.

Відладка методик визначення структурних та магнітних характеристик за даними X -променевої дифрактометрії та мессбауерівської спектроскопії проводилася на полікристалічних феритових матеріалах із структурою гранату та шпінелі.

Аналіз морфології та магнітної мікроструктури поверхні плівок здійснювався скануючим зондовим мікроскопом NanoScope IIIa Dimension 3000.

II. Результати дослідження та їх обговорення

Зважаючи на те, що якість підкладок є одним із визначальних факторів якості вирощених на них методом рідкофазної епітаксії плівок, було проведено дослідження пластин монокристалів ІІІ (товщиною 0,5 мм з орієнтацією (111)), на яких вирощувалися досліджувані в роботі плівки.

На основі аналізу отриманих в режимах $\omega/2\theta$ сканування по трикристальній схемі та ω сканування по дво- та трикристальній схемі КДВ від неімплантованих монокристалів ІІІ засобами статистичної динамічної теорії дифракції X -променів встановлено, що основними типами ростових дефектів є точкові дефекти, а також малі (50 Å) і великі (6000 Å) дислокаційні петлі. При цьому малі дислокаційні петлі найбільше впливають на далекі від головного брегівського піка частини КДВ, а великі – в області головного брегівського піка. Співпадання теоретичних та експериментальних КДВ, отриманих різними методами сканування та від різних рефлексів підтверджує достовірність отриманих результатів.

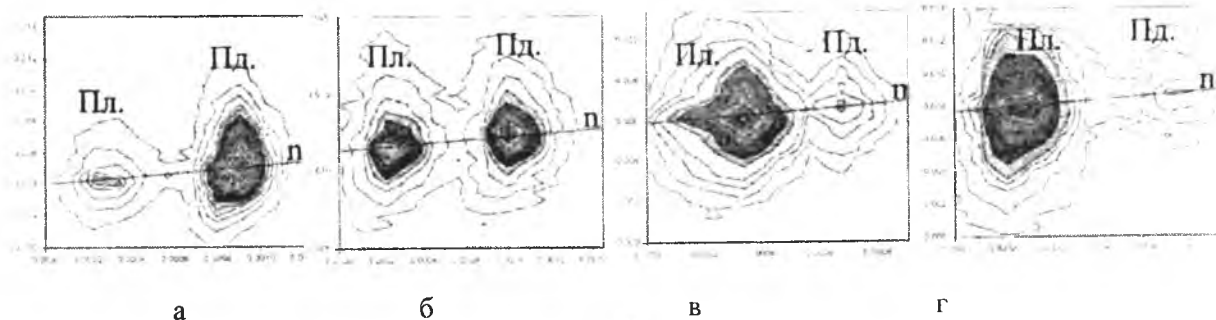


Рис. 1. Картобнений простір (КОП) плівок ЗІГ поблизу вузла (880): а – товщина плівки $h = 0,49$ мкм; б – 0,95; в – 2,9 мкм; г – 5,11 мкм. Лінія n – нормаль до поверхні плівки.

Особливості структури плівок залізо-ітрієвого гранату (ЗІГ) в залежності від їх товщини, а також вплив ростових напруг на їх доменну структуру вивчалися методами X -променевої дифрактометрії та атомно- і магнітносилової мікроскопії. Для встановлення ступеня релаксації ґратки ФГП було отримано карти оберненого простору поблизу вузла (880) (для досліджуваних гетероструктур це є

асиметричний рефлекс, який містить інформацію про зміни міжплощинної відстані як по нормалі до площини плівки, так і в латеральному напрямку). КОП плівки ЗГ різної товщини представлені на рис. 1, з якого видно, що плівки товщиною 0,49 мкм, 0,95 мкм та 5,11 мкм є повністю напруженими (зображення вузлів оберненої ґратки на КОП розміщені вздовж напрямку нормалі n до поверхні плівки), а в плівці товщиною 2,9 мкм спостерігається часткова релаксація. Вказана відмінність даної плівки приводить до суттєвої різниці в зображеннях магнітосилової мікроскопії (МСМ-зображеннях) (рис. 2). Так, якщо для всіх інших досліджуваних плівок доменна структура характеризується широкими полосами, які є ознакою відхилення кута вектора намагніченості в доменах від нормалі до поверхні зразка, то в плівці ЗГ товщиною 2,9 мкм спостерігаємо типову доменну структуру (рис. 2 б), характерну для плівок з переважаючою одновісною магнітною анізотропією, при якій вектор намагніченості напрямлений по нормалі до поверхні плівки.

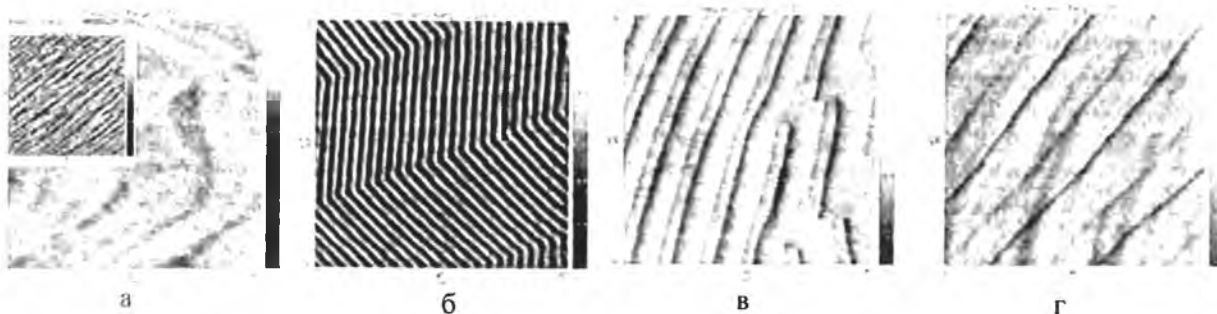


Рис. 2. МСМ-зображення плівок ЗГ різної товщини:
а – 0,49 мкм, б – 2,9 мкм, в – 10,3 мкм, г – 24 мкм

Для зменшення різниці в сталих ґратки плівки і підкладки, а також керування величиною намагніченості, проводять заміщення частини іонів Y^{3+} йонами La^{3+} , а Fe^{3+} – йонами Ga^{3+} . Встановлено, що в інтервалі заміщень 0-0,2 La та 0-0,8 Ga на формульну одиницю всі плівки товщинами 0,5-5,5 мкм є в повністю напруженому стані. За результатами месбауєрівської конверсійної електронної спектроскопії в плівках складу $Y_{2,8}La_{0,2}Fe_{4,545}Ga_{0,455}O_{12}$ та $Y_{2,8}La_{0,2}Fe_{4,2}Ga_{0,8}O_{12}$ вектор намагніченості лежить в площині плівки (рис. 3, а), що проявилось в практичній тотожності зображень атомно-силової мікроскопії (АСМ) та МСМ.

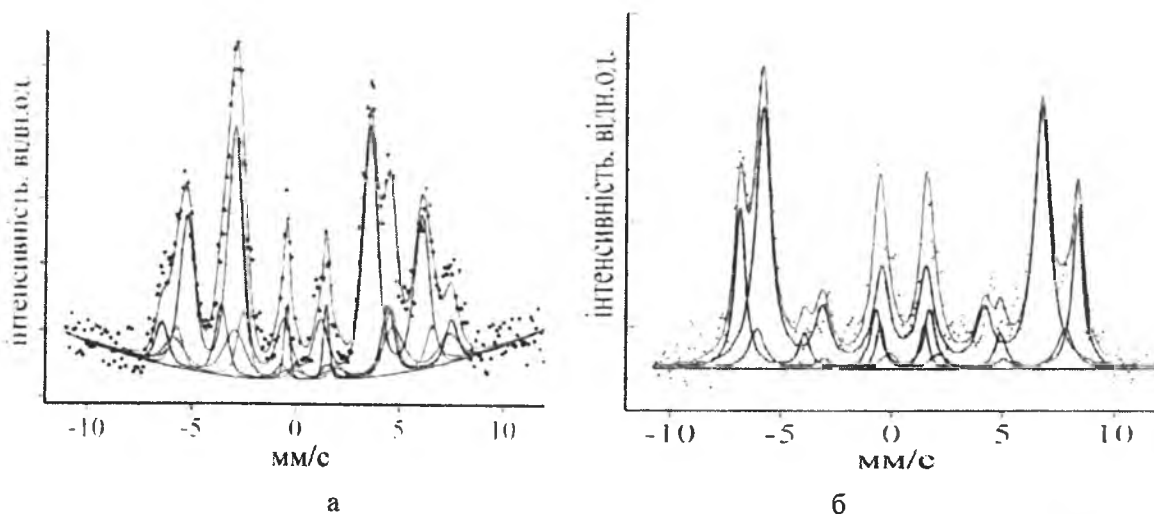


Рис. 3. Експериментальні месбауєрівські спектри $LaGa$ -заміщених – а, Bi -заміщених – б ферит-гранатових плівок (точки) та виділені при апроксимації їх компоненти (суцільні лінії)

Bi -заміщені ФП використовуються в магнітооптиці у зв'язку із характерним для них сильним ефектом Фарадея. Оскільки магнітооптичний йон Bi^{3+} має великий йонний радіус, то разом з ним вводять елементи з малими йонними радіусами. Плівки номінального складу $(YSmBiCa)_3(FeSi)_5O_{12}$ та $(YSmBiCa)_3(FeGeSi)_5O_{12}$, товщинами 0,5-3 мкм, як і у попередніх випадках, теж знаходяться у

повністю напруженому стані, хоча різниця в сталих ґратки деяких із них досягала 0,040 Å (більше 0,3 % сталої ґратки підкладки). За даними КЕМС (рис. 3, б) вектор намагніченості нахилений на кут $\approx 32^\circ$ від нормалі до площини плівки і його напрям залежить від складу плівки. Доменні смуги мають ширину ≈ 40 Å, а їх характерний вигляд підтверджує наявність горизонтальної складової намагніченості в плівках. Перепад висот на АСМ-зображеннях складає $\approx 2,8$ Å.

На основі аналізу КДВ, отриманих методами дво- та трьохкристальної дифрактометрії (ДКД та ТКД), а також КОП та результатів моделювання дифракції X-променів у йонно-імплантованих монокристалічних матеріалах із структурою гранату засобами статистичної динамічної теорії встановлено, що об'єднання радіаційно індукованих точкових дефектів у дислокаційні петлі відбувається не в усіх еквівалентних кристалографічних площинах. В монокристалах ПГ з площиною зрізу (111) та плівках, вирощених на них, формування дислокаційних петель за рахунок об'єднання точкових радіаційних дефектів відбувається тільки в площинах, паралельних до поверхні зразка. Для коректного аналізу імплантованих приповерхневих шарів це необхідно враховувати у теоретичних підходах X-променевої дифрактометрії, що стало причиною пошуку для структурно чутливих до дефектів параметрів відповідних функціональних залежностей, які враховуватимуть характеристики дефектів та відхилення падаючого променя від точної умови Вульфа-Брега.

Для врахування анізотропії в орієнтації дислокаційних петель було обчислено коефіцієнт $\eta(\vec{H}^0, \vec{b}^0)$, що входить в формулу статичного фактора Дебая-Валлера та містить в собі інформацію про взаємну просторову орієнтацію вектора Бюргерса петлі \vec{b} та вектора оберненої ґратки \vec{H} [1]. У припущенні про однакову ймовірність формування призматичних дислокаційних петель у всіх кристалографічних площинах $\eta \approx 0,5$, однак для конкретного відбивання та конкретного напрямку вектора Бюргерса петлі значення η значно відрізняються від 0,5. Зокрема, якщо в кристалі наявні дислокаційні петлі з векторами Бюргерса паралельними до напрямку [111], то у випадку відбивання з вектором дифракції, паралельним до напрямку [111] (симетричне відбивання для типових ФГП), величина коефіцієнта $\eta(\vec{H}^0, \vec{b}^0) = 1,028$, а при відбиванні з вектором дифракції паралельним до напрямку [110] (один із найінтенсивніших асиметричних доступних для зйомки в геометрії Брега рефлексів), величина коефіцієнта $\eta(\vec{H}^0, \vec{b}^0) = 0,768$. Коли ж $\vec{b} \perp \vec{H}$, величина коефіцієнта $\eta(\vec{H}^0, \vec{b}^0)$ є значно меншою 0,5 і для відбивання з вектором дифракції, паралельним до напрямку [110], є рівною 0,188.

Вираз для коефіцієнта поглинання внаслідок дифузного розсіяння (коефіцієнта екстинкції) $\mu_{\text{д}}(\Delta\theta)$ вперше записано в [2] та незалежно в [3]. Пізніше авторами [4] було враховано відхилення падаючого променя від точної умови Вульфа-Брега, різний характер дифузного розсіяння в області Хуаня і Стокса-Вільсона та комплексний характер переданого при дифузному розсіянні імпульсу $\vec{q} = \vec{k} + i\mu\vec{n}$, де \vec{k} – відхилення хвильового вектора від вузла оберненої ґратки, \vec{n} – внутрішня нормаль до вхідної поверхні кристала, μ – інтерференційний коефіцієнт поглинання.

Для врахування ефектів анізотропії полів зміщень призматичних дислокаційних петель при обчисленні коефіцієнта екстинкції функцію $F^H(\vec{q})$, яка описує поведінку дифузного розсіяння в області Хуаня, було записано в наступному вигляді:

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

Функцію $F^H(\vec{q})$ слід проінтегрувати по сфері Евальда поблизу вузла оберненої ґратки. Вираз (2) є дуже громіздким і складним до використання, тому було здійснено ряд математичних перетворень, в результаті чого отримали функціональну залежність:

$$F_i^H(\vec{q}) = \left(\frac{\pi b R_0^2}{V_c} \right)^2 \{g_1 + g_2 + g_3 + g_4 g_5\} \frac{1}{p_3^2} \quad (3)$$

$$\text{де } g_1 = 4(\bar{H}^0 \bar{b}^0)^2 p_1, \quad g_2 = \frac{\nu^2}{(1-\nu)^2} p_2, \quad g_3 = \frac{p_1 p_2}{(1-\nu)^2 p_3} \left(\frac{p_1}{p_3} - 2\nu \right), \quad g_4 = \frac{4}{1-\nu} (\bar{H}^0 \bar{b}^0) \left(\nu - \frac{p_1}{p_3} \right),$$

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

$$p_1 = (\bar{b}^0 \bar{q})^2 = \left((\bar{b}^0 \bar{k}') + (\bar{b}^0 \bar{k}_0) \right)^2 + \mu^2 (\bar{b}^0 \bar{n})^2, \quad p_2 = (\bar{H}^0 \bar{q})^2 = \left((\bar{H}^0 \bar{k}') + (\bar{H}^0 \bar{k}_0) \right)^2 + \mu^2 (\bar{H}^0 \bar{n})^2,$$

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

Для спрощення розрахунків у матеріалах із структурою гранату, що містять дислокаційні петлі з векторами Бюргерса в напрямку [111], виведено наближені функціональні залежності коефіцієнта екстинкції, обчисленого з врахуванням ефектів анізотропії, від таких параметрів, як кутове відхилення падаючого променя від точного положення Брега $\Delta\theta$, радіуса R та концентрації c дислокаційних петель.

Для демонстрації впливу ефектів анізотропії в орієнтації дислокаційних петель на вигляд кривих гойдання засобами статистичної динамічної теорії розсіяння X-променів було розраховано КДВ для випадків порушеного шару у вигляді сходинки (аналог плівки і підкладки) та типового профілю деформації у вигляді асиметричної гаусіани (концентрація дефектів у приповерхневому порушеному шарі задавалася пропорційною профілю дефектів). У випадку монокристала ГТТ з площиною зрізу (111), коли в порушеному шарі є тільки дислокаційні петлі радіусом 50 Å і концентрацією $4 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ з вектором Бюргерса, паралельним до напрямку (111), для відбивання (444), при якому фактор Дебая-Валлера майже рівний одиниці, інтенсивність дифузного фону може відрізнитися майже на порядок (рис. 4).

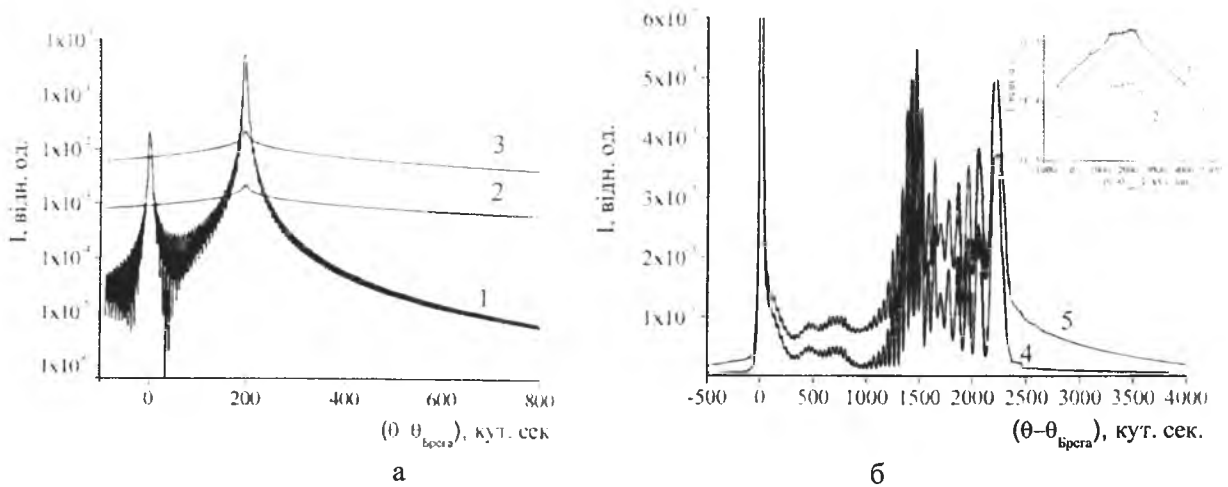


Рис. 4. Теоретичні КДВ (444): 1 – когерентна складова, 2, 4 – дифузна складова та сумарна КДВ, розраховані без врахування ефектів анізотропії (з використанням усереднення по всіх імовірних напрямках вектора Бюргерса призматичних дислокаційних петель), 3, 5 – відповідно дифузна складова та сумарна КДВ, розраховані з врахуванням ефектів анізотропії (для петель з вектором Бюргерса у напрямку [111])

За результатами моделювання КДВ для різних відбивань, радіусів, концентрацій та орієнтацій дефектів встановлено, що при дозах імплантації, для яких профіль деформації можна вважати пропорційним розподілу радіаційних дефектів, на інтенсивність КДВ величина коефіцієнта екстинкції найбільш відчутно впливає за межами додаткової осциляційної структури, а величина статичного фактора Дебая-Валлера – в межах останніх осциляцій додаткової осциляційної структур, які відповідають максимальній деформації. При цьому різниця інтенсивностей КДВ, розрахованих з різних модельних уявлень про орієнтацію дислокаційних петель, суттєво переважає експериментальну похибку і чітко фіксується засобами високороздільної X-променевої дифрактометрії.

В рамках комбінованого підходу до діагностики дефектів запропоновано та апробовано

методику для визначення характеристик дефектів у йонно-імплантованих приповерхневих шарах кристалів, згідно якої: профілі деформації визначаються із рефлексів для яких E та μ_{LK} мінімальні; уточнення параметрів дефектів проводиться шляхом одночасної обробки експериментальних КДВ від ряду симетричних та асиметричних рефлексів; перевіряється однозначність визначення профілів деформації та параметрів дефектів.

Йонна імплантація монокристалів ГГГ проводилася з енергією 100 кеВ у діапазоні доз $1 \cdot 10^{15}$ – $1 \cdot 10^{16}$ см⁻². Наявність імплантованого шару в пластинах монокристалів проявляється на КДВ у вигляді малоінтенсивних осциляцій від розсіяних на приповерхневому деформованому шарі X-променів.

Для одержання інформації про напружений стан деформованого шару проводилося вимірювання карт оберненого простору поблизу вузла (880). Встановлено, що, незважаючи на значну зміну міжплощинної відстані в перпендикулярному до площини пластини напрямі (до 2,6 %), міжплощинна відстань вздовж площини імплантованого шару залишається незмінною, тобто стан йонно-імплантованих шарів монокристалів ГГГ у площині пластини є повністю напруженим. Деформація приповерхневих йонно-імплантованих шарів монокристалів ГГГ із площиною зрізу (111) приводить до трансформації кристалічної ґратки із кубічної в ромбоєдричну, що підтверджується результатами математичної обробки КДВ, отриманими в різних режимах сканування засобами ДКД та ТКД.

Для визначення профілів деформації використовувалася спеціально складена на мові С програма, яка дозволяє проводити одночасну обробку всіх експериментальних КДВ від даного зразка, тобто моделювати дифракцію X-променів у кристалі одночасно для декількох відбивань.

Профіль відносної деформації у приповерхневих шарах монокристалів ГГГ, імплантованих йонами He^+ [5], задавався у вигляді суми асиметричної та спадної гаусіан. Причому, при розрахунку профілів враховувалося те, що при низьких дозах опромінення профілі відносної деформації пропорційні відповідним профілям радіаційних дефектів, які, у свою чергу, можна представити сумою двох складових: перша з них є результатом ядерних енергетичних втрат (описується асиметричною гаусіаною), а друга – електронних енергетичних втрат (описується спадною гаусіаною).

Залежність величини відносної максимальної деформації від дози імплантації має лінійний характер (вставка на рис. 5, а), а при дозах опромінення вищих $6 \cdot 10^{15}$ см⁻² лінійність порушується, що вказує на початок перекриття каскадів зміщених атомів. Товщина порушеного шару в монокристалі ГГГ із збільшенням величини дози зростає від 5600 Å до 6000 Å, а положення максимальної деформації зміщується до поверхні зразка. Незважаючи на зміни фактично всіх параметрів, профілі

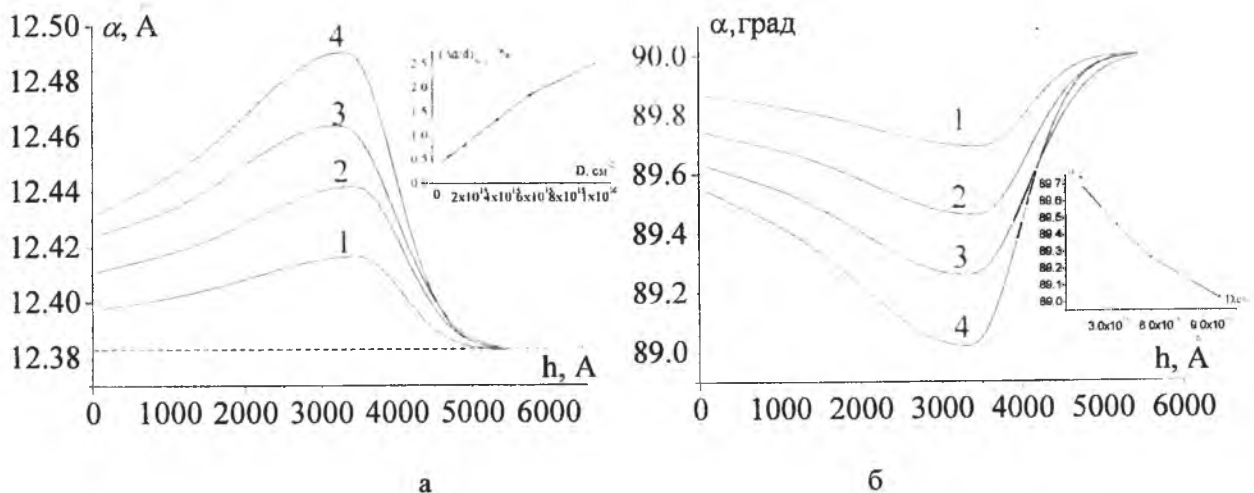


Рис. 5. Зміна сталої ґратки a_p в приповерхневому шарі монокристалів ГГГ імплантованому йонами He^+ ($E = 100$ кеВ, $D = 2 \cdot 10^{15}$ см⁻² – 1, $4 \cdot 10^{15}$ см⁻² – 2, $6 \cdot 10^{15}$ см⁻² – 3, $1 \cdot 10^{16}$ см⁻² – 4) – (а). На вставці – дозова залежність максимальної відносної деформації. Зміна кута α при вершині ромбоєдра з глибиною – (б). На вставці – залежність значення кута при вершині ромбоєдра в максимально деформованому шарі від дози опромінення йонами гелію

відносної деформації у всьому досліджуваному інтервалі доз є однотипними.

За обчисленими профілями відносної деформації, врахувавши повністю напружений стан йонно-імплантованого шару, розраховувалися профілі ромбоєдрично деформованих сталих ґраток a_p та значень кута α при вершині ромбоєдра (рис. 5). Із ростом дози опромінення у максимально деформованому шарі стала ґратки a_p зростає, а кут α при вершині ромбоєдра зменшується, тобто ґратка за рахунок радіаційних дефектів витягується вздовж нормалі до площини зрізу. Варто зауважити, що хоча зміна міжплощинної відстані в перпендикулярному до площини зрізу зразка напрямку досягає $\sim 2,6\%$ (див. вставку на рис. 5, а), зміна сталої ґратки майже в 3 рази менша. Цей факт, очевидно, сприяє тому, що ґратка в порушеному шарі деформується, змінює сингонію, але не руйнується.

Наявність дефектів в йонно-імплантованому шарі приводить також до вигину пластин монокристалів ПГ. Визначений за допомогою вимірювання кутової відстані між відбиваннями X-променів для довжин хвиль $K_{\alpha 1}$ і $K_{\alpha 2}$ радіус кривизни пластин монокристалів рівний 43 м для $D = 4 \cdot 10^{15} \text{ см}^2$ та 34 м для $D = 1 \cdot 10^{16} \text{ см}^2$. Розраховані за значеннями радіусів кривизни пластин монокристалів ПГ величини механічних напруг в йонно-імплантованому шарі із збільшенням дози опромінення зростають від $1,0 \cdot 10^9 \text{ Па}$ до $1,3 \cdot 10^9 \text{ Па}$, відповідно.

При моделюванні теоретичних КДВ від монокристалів із порушеним приповерхневим шаром враховувалися також дефекти неімплантованої частини монокристалів. Складні дефекти в йонно-імплантованому шарі моделювалися дислокаційними петлями, радіус та концентрація яких вважалися пропорційними відповідним профілям дефектів, обчисленим за допомогою програми SRIM. Тому для отримання однозначної інформації про дефекти, моделювання дифракції X-променів проводилося одночасно для відбивань (444), (888) і (880). Для відбивань (888) значення статичного фактора E в порівнянні з відбиваннями (444) є меншими на $\sim 20\%$, що проявляється у зниженні інтенсивності когерентної та зростанні інтенсивності дифузної складових, і призводить до підвищення точності визначення параметрів дефектної підсистеми. При обчисленні теоретичних КДВ для відбивань (880) в значній мірі буде проявлятися вплив описаної в попередньому розділі анізотропії в розміщенні дефектів, що також буде сприяти однозначній інтерпретації X-променевої дифракційних даних. Розраховані з експериментальних КДВ параметри дислокаційних петель при різних дозах опромінення представлено на рис. 6. Із збільшенням дози опромінення радіус дислокаційних петель зменшується, а їх концентрація зростає.

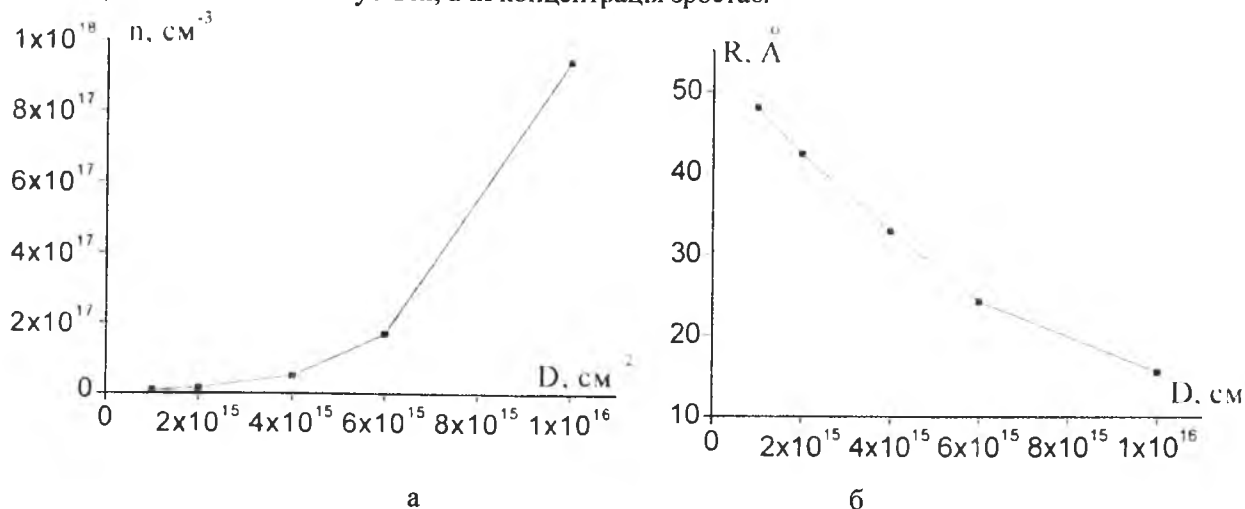


Рис. 6. Залежність концентрації (а) та радіуса дислокаційних петель (б) у максимально деформованому шарі монокристалів ПГ, імплантованих йонами He^+ ($E = 100 \text{ кеВ}$), від величини дози йонної імплантації

Приклад КДВ, які відповідають параметрам дефектів при найкращому наближенні теоретичної КДВ до експериментальної для відбивання (444), представлено на рис. 7.

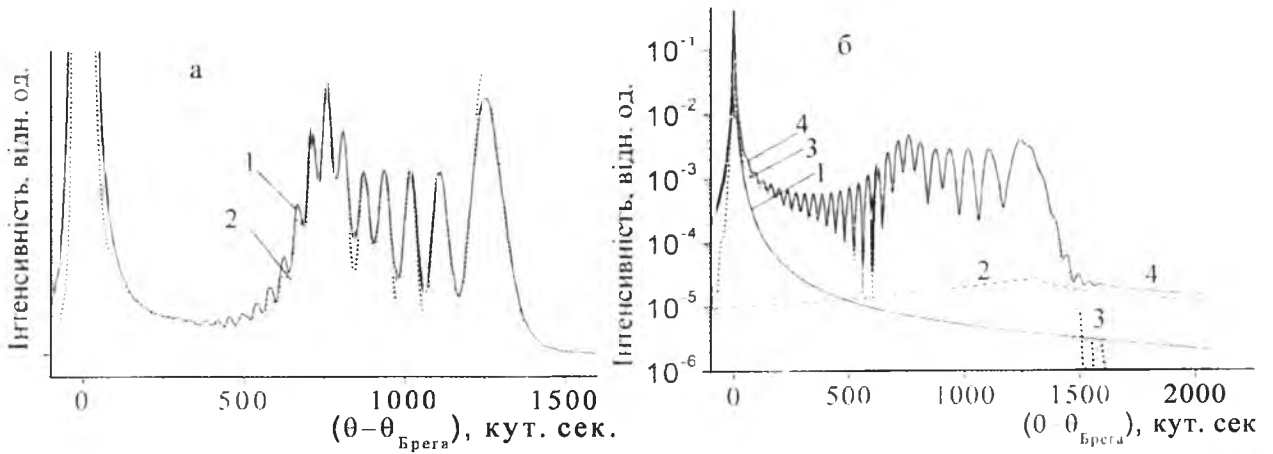


Рис. 7. КДВ (444) від монокристала ГГГ, імплантованого йонами He^+ з енергією 100 кеВ і дозою $4 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$: а – експериментальна (1) та теоретична із урахуванням апаратного уширення (2); б – теоретична КДВ без врахування апаратного уширення (4) та її складові: когерентна (3) та дифузна від недеформованої частини монокристала (1) і деформованого шару (2)

Згідно моделювання процесу йонної імплантації за допомогою програми SRIM встановлено, що 95 % енергетичних втрат складають електронні ($27,7 \text{ eV/\AA}$), а ядерні – $\approx 5\%$ ($0,5 \text{ eV/\AA}$). При цьому 65 % вторинних каскадів атомних зміщень складається з одного атома матриці (пара Френкеля), 16 % – із двох атомів, 6 % – із трьох. Близько 1,5 % каскадів містять більше 20 вибитих атомів матриці. Саме ці великі розупорядковані зони стають центрами виникнення дислокаційних петель. Із набором дози опромінення кількість вказаних центрів зростає, а розмір утворених із них дислокаційних петель зменшується за рахунок зростання кількості можливих стоків для одиничних дефектів.

З часом параметри деформованого шару монокристалів ГГГ зазнають змін: замість очікуваного монотонного спадання з часом величина максимальної деформації спочатку протягом деякого часу зростала, і тільки потім почала зменшуватися. Тому процес перебудови структури приповерхневого порушеного шару можна розділити на два етапи: I етап – максимальна деформація в порушеному шарі зростала (до 38 місяців для доз $\leq 6 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$), II етап – максимальна деформація в порушеному шарі спадала (після 38 місяців). Для дози опромінення $1 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ I етап продовжувався більше 50 місяців. На першому етапі старіння товщина порушеного шару та відстань від поверхні до максимально деформованого шару зменшуються ($\approx 3,5\%$), на II етапі – незначно зростають.

При розрахунках вважалося, що з часом змінюються тільки розміри дефектів, а концентрація для кожної окремої дози імплантованих йонів He^+ залишається сталою, що є оправдано при кімнатних температурах. Середні радіуси дислокаційних петель у максимально деформованому шарі для різних значень доз опромінення представлено на рис. 8. Виходячи з результатів X-променевого аналізу,

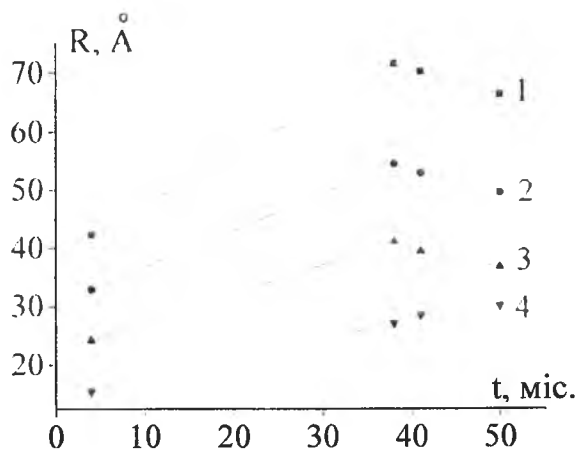


Рис. 8. Зміна з часом радіусів дислокаційних петель у максимально деформованому шарі монокристалів ГГГ для різних величин доз імплантації йонами He^+ (1 – $2 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$, 2 – $4 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$, 3 – $6 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$, 4 – $1 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$)

спостерігається кореляція в зміні з часом величини радіуса дислокаційних петель у максимально деформованому шарі монокристалів ГТ та величини максимальної відносної деформації.

Вказані зміни у порушеному імплантацією приповерхневому шарі монокристалів ГТ можна пояснити наступним чином: одразу ж після виникнення радіаційні дефекти мігрують, анігілюють, утворюють різні скупчення або залишаються одиничними і стійкими. Скупчення міжвузельних атомів утворюють дислокаційні петлі міжвузельного типу, а скупчення вакансій – дислокаційні петлі вакансійного типу або вакансійні пори. Так як енергія міграції міжвузельних атомів менша за енергію міграції вакансій, то утворений в каскаді міжвузельний атом може мігрувати на більшу відстань від місця свого утворення, ніж вакансія.

На I-му етапі старіння у монокристалах ГТ притік міжвузельних атомів у область максимально деформованого шару переважає над процесом їх анігіляції шляхом приєднання до дислокаційних петель, результатом чого є зростання величини відносної максимальної деформації та зсування положення максимальної деформації до поверхні монокристалів.

На II-му етапі домінуючим є процес анігіляції точкових дефектів, що призводить до зменшення максимальної деформації. При цьому вакансії анігілюють як на міжвузельних атомах, так і на дислокаційних петлях міжвузельного типу, а положення максимальної деформації при цьому зміщується вглиб кристалу.

Імплантація ФГП номінального складу $(YSmCaBi)_3(FeSi)_5O_{12}$ та монокристалів ГТ проводилася йонами B^+ в діапазоні енергій $E=60-150$ кеВ та дозою $D = 1 \cdot 10^{14} \text{см}^{-2}$. Особливістю експериментальних КДВ від імплантованих у зазначеному режимі кристалів є мала кутова довжина додаткової осциляційної структури, що приводить до пониження однозначності визначення профілів деформації і вимагає одночасного аналізу багатьох асиметричних відбивань. КОП біля вузла (880) імплантованого йонами бору з енергією 150 кеВ монокристалу ГТ представлена на рис. 9, з якого можна зробити висновок, що при низькодозовій імплантації порушений шар знаходиться в повністю напруженому стані.

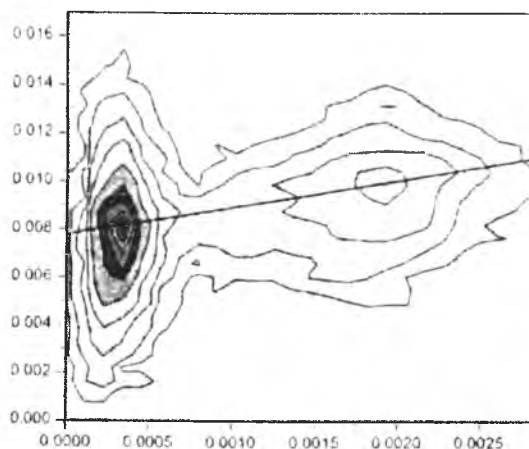


Рис. 9. КОП монокристалу ГТ поблизу вузла (880). Імплантація йонами B^+ з $E=150$ кеВ (4), $D=1 \cdot 10^{14} \text{см}^{-2}$

Як і при імплантації йонами He^+ , при визначенні профілів деформації монокристалів імплантованих йонами B^+ , використовувалася модель, яка передбачає дефектоутворення як за рахунок ядерних, так і за рахунок електронних енергетичних втрат. Обчислені профілі відносної деформації для всіх розглянутих енергій імплантації зразків є монотонно-спадними, а максимум деформації припадає на приповерхневий шар. Таким чином, визначальну роль у створенні деформації в йонно-імплантованому шарі відіграє складова профілю, пов'язана з електронними енергетичними втратами. Із ростом енергії імплантації, за рахунок збільшення проективного пробігу йонів-імплантантів, профілі зміщуються в глибину кристалу.

Для вивчення можливостей керування розподілом радіаційних дефектів у йонно-імплантованому шарі було проведено дослідження впливу на кристалічну структуру ФГП номінального складу $(YSmCaBi)_3(FeSi)_5O_{12}$ двократної імплантації. Для дослідження було вибрано режими $E=150$ кеВ, $D=1 \cdot 10^{14} \text{см}^{-2}$ + $E=60$ кеВ, $D=7 \cdot 10^{13} \text{см}^{-2}$ та $E=60$ кеВ, $D=1 \cdot 10^{14} \text{см}^{-2}$ + $E=150$ кеВ, $D=7 \cdot 10^{13} \text{см}^{-2}$, при яких максимуми профілів дефектів змодельованих за допомогою програми SRIM, є зміщеними один відносно одного по глибині. При виборі режиму повторної імплантації було взято до уваги, що

структура вже частково зруйнована первинною імплантацією і доза опромінення повторної імплантації повинна бути дещо меншою.

Профілі відносної деформації ферит-гранатових плівок модифікованих йонами *B* в даному режимі доз імплантації є монотонно спадними. При порівнянні їх із обчисленими профілями розподілу дефектів за допомогою програми SRIM, спостерігається зміщення деформованих областей на відстань більше 1000 Å вглиб плівки, що свідчить про накладання поля ростових механічних напруг на поле напруг наведених йонною імплантацією. Встановлено, що основним типом складних радіаційних дефектів у приповерхневому порушеному шарі є дислокаційні петлі радіусом 30 Å. Експериментальні та теоретичні КДВ для двократно імплантованої ФГП представлено на рис. 10.

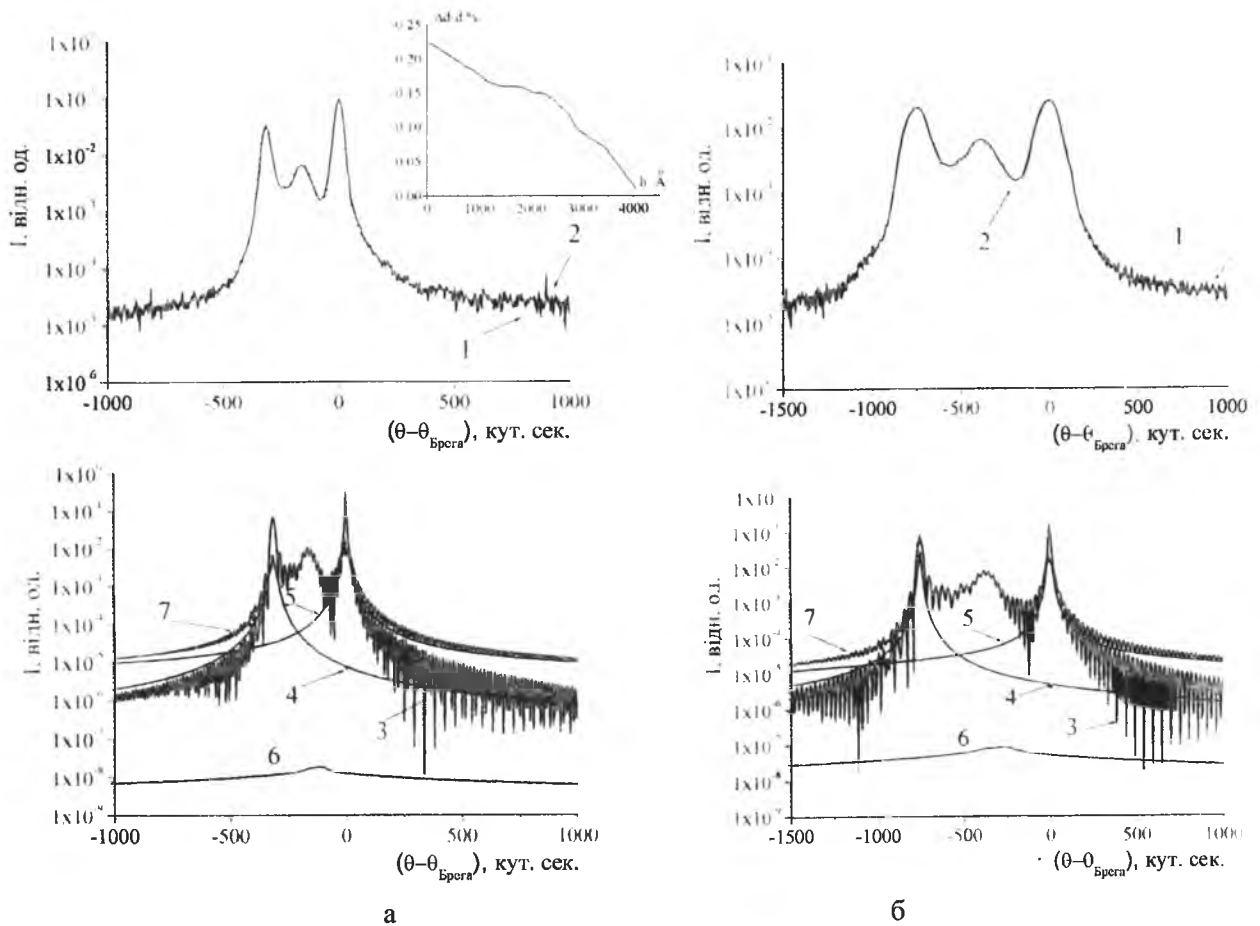


Рис. 10. КДВ (1 – експериментальна; 2 – теоретична з урахуванням апаратного уширення; 3 – когерентна складова; 4, 5, 6 – дифузні складові від плівки, підкладки та порушеного шару, відповідно, 7 – сумарна КДВ від площини (444) – а та (888) – б

Для інтегральної характеристики впливу радіаційних дефектів на порушений шар, було отримано оптичні спектри поглинання плівок у видимому діапазоні та значення показника заломлення порушеного шару. Виявлено, що величини показника заломлення приповерхневого шару суттєво залежить від режиму імплантації: однократна імплантація ФГП приводить до його зменшення на ~ 1 %, а двократна імплантація – до збільшення на ~ 5 %.

Наведені йонною імплантацією механічні напруги впливають на параметри магнітної мікроструктури приповерхневого шару, що фіксувалося методом КЕМС (рис. 11). Визначений кут між вектором магнітного моменту окремих підграток та нормаллю до площини плівки близький до 32°. Йонна імплантація приводить до появи у приповерхневому шарі магнітопружної анізотропії, в результаті чого кут між вектором магнітного моменту окремих підграток та нормаллю до площини плівки зростає.

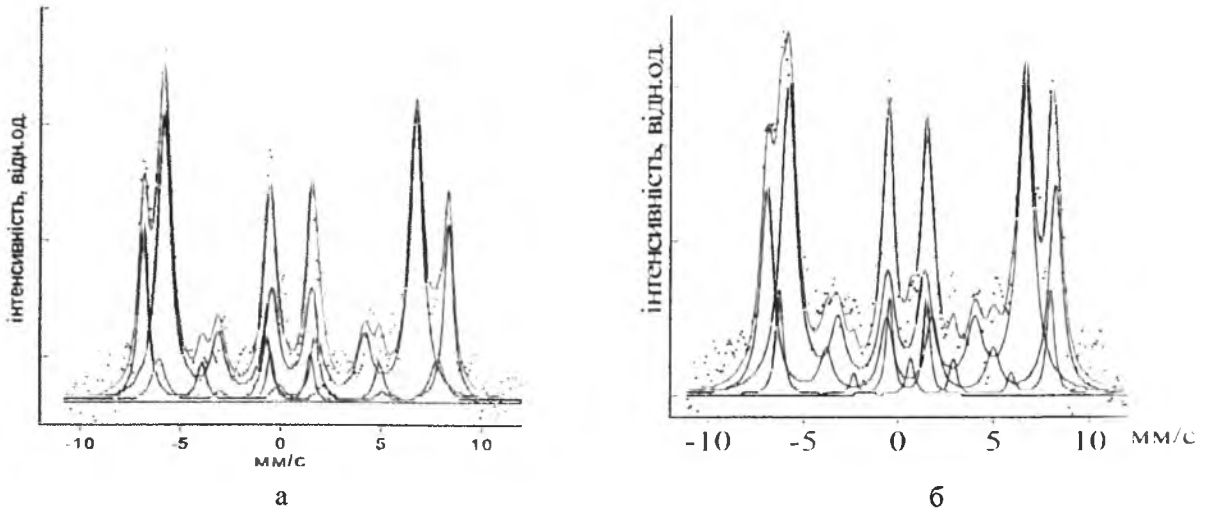


Рис. 11. Месбауерівські спектри Ві-заміщених ФГП: а – неімплантована, б – імплантована в режимі $E = 80$ кеВ, $D = 1 \cdot 10^{14}$ см⁻²

Цей результат повністю узгоджується з отриманими методами АСМ та МСМ даними про морфологію та доенну структуру плівок (рис. 12). Перепад висот для неімплантованої плівки рівний 2,8 Å, а для імплантованих – близько 2,0 Å, тобто імплантація йонами бору згладжує нерівності поверхні приблизно на 30 %. Період доенної структури неімплантованого зразка 3,86 мкм, а в йонно-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.

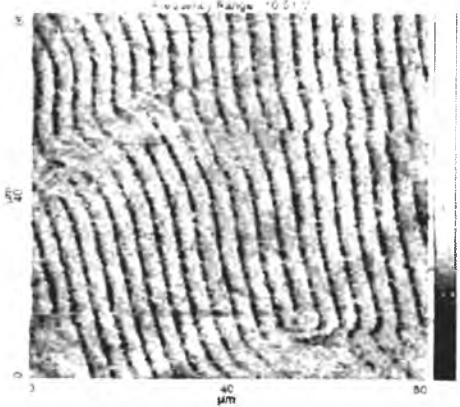


Рис. 12. МСМ-зображення поверхні Ві-заміщеної ФГП, двократно імплантованої йонами В'

Епітаксійні плівки ферогранатів складу $Y_{2,95}La_{0,05}Fe_5O_{12}$ імплантувалися йонами азоту N з енергією $E=50$ кеВ та дозами $0,5 \cdot 10^{18}$ см⁻² і $5 \cdot 10^{18}$ см⁻² (плівка товщиною 21,9 мкм) та дозою $1,5 \cdot 10^{18}$ см⁻² (плівка товщиною 76,4 мкм) [6, 7].

Після високодозової йонної імплантації відбулося значне зменшення ширини лінії феромагнітного резонансу (визначає електромагнітні втрати надвисокочастотного

сигналу): для плівки товщиною 76,4 мкм – на 18 %, а для плівки товщиною 21,9 мкм – більше, ніж у 2 рази. Таким чином, виникло запитання щодо фізичної природи таких змін.

За результатами моделювання процесу йонної імплантації встановлено, що найбільш імовірним (≈ 50 %) є процес генерації френкелівських пар, імовірність розвитку каскаду зіткнень із двох атомів ≈ 15 %, із трьох – ≈ 8 %, зустрічаються також каскади, в яких є 70-100 зміщених атомів. При дозі опромінення $5 \cdot 10^{18}$ см⁻² товщина розпиленого шару складає ≈ 1200 Å.

На брегівських піках неімплантованих плівок спостерігається асиметрія, яка пов'язана з перехідним шаром плівка-повітря. Перехідний шар має товщину близько 1800 Å і максимальну деформацію на поверхні $\approx -0,04$ %, яка плавно зменшується в глибину плівки. На відміну від плівок товщиною 76,4 мкм, для яких спостерігалася повна кореляція між КДВ отриманими в режимі θ -2 θ - та ω -сканування з широкою щілиною, на отриманих в режимі ω -сканування КДВ (рис. 13) від плівок товщиною 21,9 мкм спостерігаються напливи, яких немає на аналогічних КДВ, отриманих в режимі θ -2 θ -сканування.

Для пояснення вказаної різниці між КДВ та більш детального вивчення структури плівок проведено вимірювання КОП (рис. 14) та проаналізовано їх перерізи розподілу інтенсивності вздовж вузлів оберненої ґратки. Для плівок товщиною 21,9 мкм на КОП спостерігаються інтенсивні сателіти, якими і пояснюється різниця в θ -2 θ - і ω -сканах, а зважаючи на те, що дані КОП отримані при симетричних відбиваннях (444) та (888), причиною утворення сателітів у цьому випадку може бути латеральна періодичність деяких структурних елементів чи наявність на поверхні плівки

розорієнтованих на певний кут блоків. На користь другої версії свідчать вигини сателітів та зміщення максимумів сателітів відносно основного максимуму півки вздовж осі q_z , що є результатом деформації блоків по всій їх товщині. При цьому вигин вказує на залежність величини деформації блоків від їх нахилу; деформація у відхилених на максимальний кут блоках $\approx 0,018\%$.

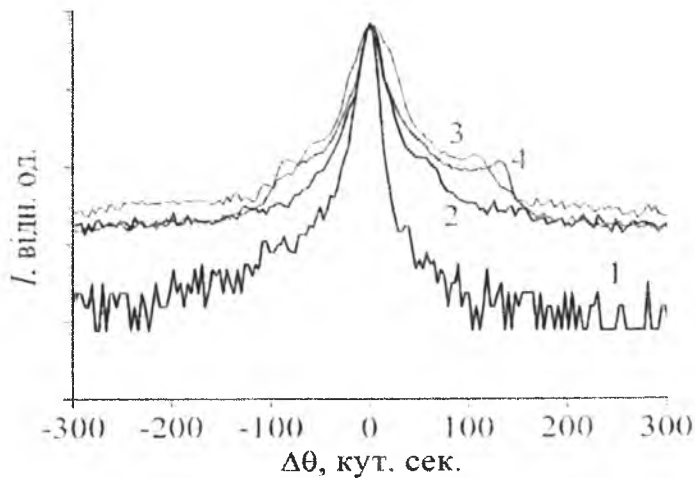


Рис. 13. КДВ (444) від плівок товщиною 21,9 мкм: 1, 2 – до імплантації, 3, 4 – після імплантації з дозами $5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ та $5 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ відповідно (1 – θ - 2θ -сканування, 2, 3, 4 – ω -сканування з широкою щілиною перед лічильником)

З порівняння чисельних значень максимальної деформації і нахилів блоків, визначених з КОП (рис. 14) і КДВ (режим ω -сканування) (рис. 13), можна зробити висновок, що існує анізотропія у нахилах блоків, тобто нахили блоків є тільки вздовж одного напрямку. Найбільш інформативними при цьому є КОП та КДВ, в яких площина дифракції співпадає з нормальною до поверхні плівки площиною, що проходить вздовж напрямку анізотропії.

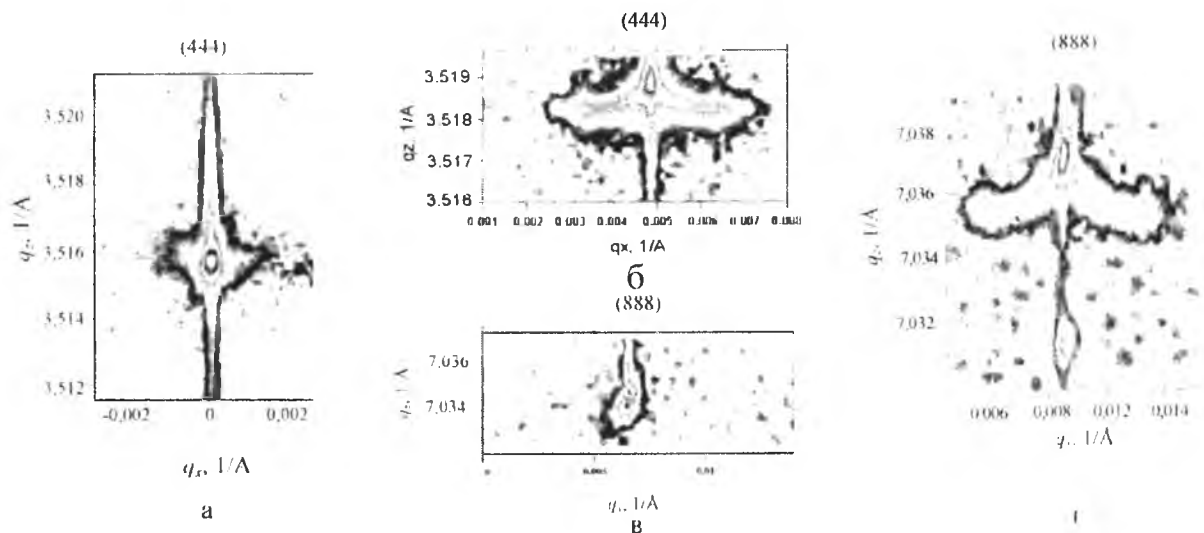


Рис. 14. КОП від плівок товщиною 76,4 мкм – а, в та 21,9 мкм – б, г

Для отримання точнішої інформації про структуру приповерхневих шарів досліджуваних ФГП проводилося моделювання КДВ. В моделі мозаїчного шару вважалося, що блоки є однорідно деформовані по товщині, а їх ступінь деформації залежить від кута повороту. Із моделювання отримано функцію розподілу кількості блоків від кута їхнього нахилу (рис. 15).

видно з рисунка, більшість блоків має незначні кути повороту (до 20°), хоча ця частина розподілу має досить умовний характер, так як відповідальна за неї ділянка КДВ від мозаїчного шару накладається на значно інтенсивніший головний брегівський пік плівки. Частина розподілу з $\varphi > 20^\circ$ є надійно встановлена, що підтверджується добрим співпаданням теоретичної та експериментальної КДВ (рис. 16). Максимум на функції розподілу при 111° пояснюється особливостями вирощування ФГП на підкладках ГГ, а саме: неспівпаданням площини зрізу підкладок ГГ з кристалографічними площинами, і, відповідно, заданням напрямку анізотропії в структурі плівки та приповерхневого мозаїчного шару. Розрахована з експериментальних КДВ товщина блоків мозаїки в приповерхневому шарі неімплантованої плівки складає $\approx 9700 \text{ \AA}$.

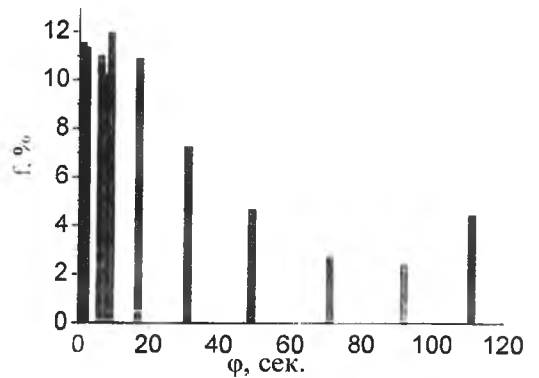


Рис. 15. Функція розподілу кількості блоків від кута їхнього повороту

Таким чином, зменшення ширини лінії феромагнітного резонансу плівки товщиною $21,9 \text{ мкм}$ майже у 2 рази пов'язане із частковим розпиленням та аморфізацією верхньої неоднорідної частини мозаїчного шару, який виник у ФГП в процесі епітаксійного росту і має блочну структуру з чітко вираженою анізотропією.

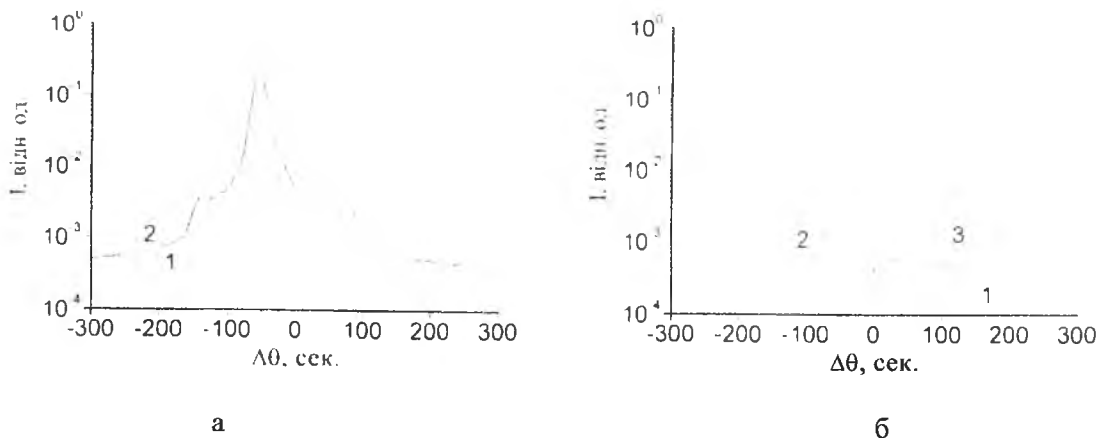


Рис. 16. Експериментальна (1) та теоретична з урахуванням апаратного уширення (2) КДВ від імплантованої йонами N^+ з дозою $5 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ плівки $La:Zn$ (ω -сканування (444)) – а, та когерентна (1) і дифузна (2) складові теоретичної КДВ, та їх сума (3) – б

Описана складна структура плівок відповідним чином проявляється і на доменній структурі. Так, МСМ-зображення плівок $La:Zn$ товщиною $21,9 \text{ мкм}$ складається з рядів чітких паралельних смуг у вигляді складних візерунків, які мають однакову ширину $\sim 9 \text{ мкм}$. В загальному випадку подібна картина не повинна була спостерігатися у плівках даної товщини, однак, приповерхневий шар цих плівок має складну мозаїчну структуру, яка призводить до формального зниження критичної товщини плівки за рахунок неоднорідностей магнітних властивостей по товщині плівки, розгалуження основних і утворення поверхневих доменів, та орієнтації доменів вздовж одного напрямку. Високодозова імплантація йонами азоту приводить до впорядкування рядів магнітних доменів. Частково з'єднані ряди поверхневих доменів на світлому і темному фоні при дозі імплантації $5 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ стають чітко розділеними, що свідчить про вплив на розподіл доменів як аморфізованого та розпиленого приповерхневого шару плівок, так і наведеної імплантацією магнітострикції. МСМ-зображення плівок товщиною $76,4 \text{ мкм}$ є характерними для магнітних смугових доменів, вектор намагніченості в яких, як і в незаміщених Zn лежить під кутом до нормалі плівки.

Вплив імплантації йонами F^+ на кристалічну структуру та магнітну мікροструктуру $LaGa$ -заміщених Zn вивчався на плівках складу $Y_{2,8}La_{0,2}Fe_{4,55}Ga_{0,45}O_{12}$ та $Y_{2,8}La_{0,2}Fe_{4,2}Ga_{0,8}O_{12}$ [8].

Згідно моделювання процесу йонної імплантації імовірність генерації френкелівських пар $\approx 60\%$, каскаду зіткнень з двох атомів $\approx 20\%$. До дози опромінення $1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ максимальна деформація зростає, при вищих дозах відбувається взаємодія між дефектами та часткова аморфізація порушеного шару із подальшим зменшенням максимальної деформації.

Профілі відносної деформації при малих дозах імплантації ($1 \cdot 10^{13} - 2 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$) монотонно спадають з глибиною, а при зростанні дози максимум деформації на даних профілях зсувається в область основних ядерних енергетичних втрат (рис. 17). Причиною цього є різні механізми

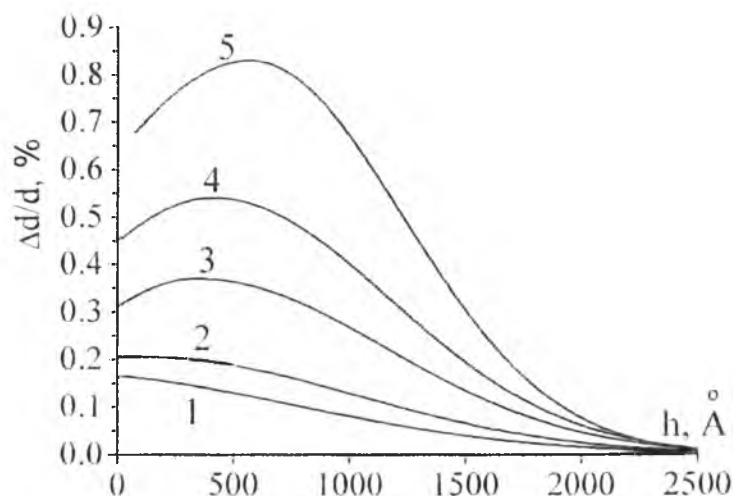


Рис. 17. Профілі відносної деформації для LaGa-заміщених плівок, опромінені йонами F^+ дозами: 1 - $1 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$; 2 - $2 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$; 3 - $4 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$; 4 - $6 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$; 5 - $1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$

дефектоутворення при імплантації ФГП йонами фтору на різних відстанях від поверхні зразка. Так, у приповерхневому шарі кожен йон віддає в електронну підсистему енергію, більшу за критичну, тому відбувається утворення окремих приповерхневих аморфних ділянок. В глибині порушеного шару енергія, передана як у ядерну, так і в електронну підсистему мішені, не перевищує критичної, тобто розупорядкування відбувається з набором дози в результаті накопичення радіаційних дефектів.

Розупорядкування кристалічної структури LaGa-заміщених ферит-гранатових плівок у результаті імплантації йонів F^+ знаходить своє відображення в спектрах КЕМС. Ріст величини дози імплантації приводить до збільшення кількості кисневих вакансій та порушення непрямої обмінної взаємодії і, як наслідок, до зменшення величини магнітних полів на ядрах заліза та зростання ширин ліній парціальних підспектрів. При досягненні величини дози імплантації $2 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ інтегральна інтенсивність дублетної компоненти різко зростає, що є ознакою взаємодії дефектів та утворення дрібнодисперсних сильно розупорядкованих областей.

Висновки

1. Показано, що у монокристаліях гадоліній-галієвого гранату та ферит-гранатових плівках домінують дефекти I класу за класифікацією Кривоглаза. Встановлено, що основним типом ростових дефектів у вирощених за методом Чохральського монокристаліях гадоліній-галієвого гранату є дислокаційні петлі з середнім радіусом 50 \AA та 6000 \AA . Переважаючим типом ростових дефектів у епітаксійних плівках ферит-гранатів є дислокаційні петлі з середніми радіусами $25-60 \text{ \AA}$ та радіусом більше 5000 \AA . Структура монокристалічних La, Ga та Bi заміщених епітаксійних плівок залізо-ітрієвих гранатів є повністю напруженою, тобто в площині росту параметри ґратки плівки і підкладки співпадають. У незаміщених плівках залізо-ітрієвих гранатів можливими є частково релаксовані чи перенапружені стани.

2. Показано, що в йонно-імплантованих приповерхневих шарах монокристалів об'єднання точкових радіаційних дефектів у дислокаційні петлі відбувається не у всіх еквівалентних

кристалографічних площинах. Зокрема, в монокристалах із структурою гранату з площиною зрізу (111) формування дислокаційних петель за рахунок об'єднання точкових радіаційних дефектів відбувається тільки в площинах, паралельних до поверхні зразка. Достовірність даного висновку забезпечена тим, що:

- різниця в значеннях структурно чутливих параметрів статистичної динамічної теорії розсіяння X -променів (статичного фактора Дебая-Валлера E та коефіцієнта екстинкції μ_{ds}), розрахованих для конкретних відбивань і напрямів та із використанням усереднення по всіх кристалографічно еквівалентних напрямках вектора Бюргерса, на КДВ проявляється у відмінності інтенсивностей, яка суттєво переважає експериментальну похибку і чітко фіксується засобами високороздільної X -променевої дифрактометрії;

- при дозах імплантації, для яких профіль деформації можна вважати пропорційним розподілу індукованих дефектів, на інтенсивність КДВ величина коефіцієнта екстинкції найбільш відчутно впливає за межами додаткової осциляційної структури, а величина статичного фактора Дебая-Валлера – в межах останніх осциляцій, які відповідають максимальній деформації. Таким чином, при аналізі експериментальних КДВ від йонно-імплантованих монокристалів є можливість розділення впливу фактора Дебая-Валлера та коефіцієнта екстинкції;

- при аналізі експериментальних КДВ від йонно-імплантованих монокристалів використовувався розроблений та апробований оригінальний комбінований підхід до діагностики дефектів.

3. В рамках статистичної динамічної теорії і теоретичної моделі динамічної дифракції за Брегом у кристалах довільної товщини, які містять дислокаційні петлі будь-якої орієнтації та розмірів, враховуючи існування двох областей дифузного розсіяння та комплексний характер переданого за рахунок розсіяння на спотвореннях імпульсу, виведено функціональні залежності для розрахунку значень E та μ_{ds} , в яких враховано ефекти анізотропії полів зміщень атомів матриці, викликаних призматичними дислокаційними петлями з певною орієнтацією в кристалічній ґратці для складних систем із структурою гранату.

4. При імплантації монокристалів гадоліній-галієвого гранату та епітаксійних ферит-гранатових плівок середніми по масі йонами (B , N^+ , F^+) встановлено такі загальні закономірності:

- приповерхневий йонно-імплантований шар у паралельній поверхні зразка площині є повністю напруженим, незважаючи на великі значення відносної деформації (до 2,5%) у напрямі перпендикулярному до площини зразка, а симетрія кристалічної ґратки йонно-імплантованого шару знижується з кубічної до ромбоєдричної (кут при вершині ромбоєдра $\alpha < 90^\circ$);

- профілі відносної деформації при малих дозах імплантації монотонно спадають з глибиною, а при зростанні дози опромінення максимум деформації зміщується в область основних ядерних енергетичних втрат, тобто профілі відносної деформації стають немонотонними;

- при йонній імплантації у приповерхневих шарах утворюються, в основному, точкові дефекти та дислокаційні петлі з середніми розмірами 30 – 70 Å. Із збільшенням дози опромінення відбувається зменшення радіуса дислокаційних петель та ріст їх концентрації.

5. Простежено зміни структури приповерхневого шару монокристалів гадоліній-галієвого гранату із ростом дози імплантованих йонів He^+ та в процесі природного старіння, зокрема:

- товщина порушеного шару із збільшенням величини дози імплантації зростає незначно, положення максимальної деформації зміщується до поверхні, при цьому профілі відносної деформації монокристалів в межах доз $1 \cdot 10^{15}$ – $1 \cdot 10^{16}$ см⁻² є однотипними. В межах доз $1 \cdot 10^{15}$ – $6 \cdot 10^{15}$ см⁻² зміна величини відносної максимальної деформації та деформації на поверхні має лінійний характер, який порушується із подальшим набором дози імплантації, що свідчить про початок взаємодії радіаційних дефектів між собою;

- релаксаційні процеси у приповерхневих шарах монокристалів гадоліній-галієвих гранатів імплантованих йонами He^+ відбуваються у два етапи. Перший етап характеризується домінуванням дифузії міжвузельних атомів у напрямку максимально деформованого шару над механізмом об'єднання їх у петлі. Внаслідок цього, профіль деформації зміщується до поверхні, а величина максимальної деформації та радіуси дислокаційних петель – зростають. На другому етапі переважає анігіляція вакансій із міжвузельними атомами та дислокаційними петлями міжвузельного типу. В результаті, величина максимальної деформації, а також радіуси дислокаційних петель зменшуються, а профіль деформації зміщується у глибину.

6. Встановлено, що для імплантованих йонами B^+ Ві-заміщених ферит-гранатових плівок:

– механічні напруги в йонно-імплантованому шарі приводять до росту періоду смугових доменів та збільшення кута між напрямком вектора намагніченості та нормаллю до поверхні плівки;

– показник заломлення йонно-імплантованого шару за рахунок зростання поглинання світла на дефектах із ростом кількості впроваджених йонів-імпламентів 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.

7. Показано, що при імплантації йонами N^+ епітаксійних плівок *La*-заміщених залізо-ітрієвих гранатів встановлено, що:

– епітаксійні плівки можуть формувати складну шарувату структуру: основна частина плівки є монокристалічною, а приповерхневий шар – мозаїчний. Наявність мозаїчного шару на поверхні плівки приводить до її сильної магнітної неоднорідності, результатом чого є формальне зниження критичної товщини плівки і її поведінка в магнітному відношенні як масивного магнетика із розгалуженням основних та утворенням поверхневих доменів. Це, а також наявність анізотропії у поворотах блоків мозаїки підтверджується дослідженнями методом магнітносилової мікроскопії – доменна структура формується із чітких паралельних смуг у вигляді складних візерунків;

– встановлено, що при наявності на поверхні *La*-заміщених ЗІГ мозаїчних шарів високодозова імплантація йонами азоту приводить до зменшення ширини лінії феромагнітного резонансу майже у 2 рази, що пов'язано із усуненням приповерхневого перехідного шару плівка-повітря за рахунок його аморфізації та розпилення. Йонна імплантація ФІП без мозаїчного шару приводить до незначного (< 20 %) зменшення ширини лінії феромагнітного резонансу.

8. Для випадку імплантованих йонами F^+ *LaGa*-заміщених ферит-гранатових плівок встановлено що:

– розупорядкування кристалічної структури *LaGa*-заміщених ферит-гранатових плівок приводить до збільшення кількості кисневих вакансій та порушення непрямої обмінної взаємодії і, як наслідок, до зменшення величини магнітних полів на ядрах заліза та зростання ширин ліній парціальних підспектрів. При досягненні величини дози імплантації $2 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ інтегральна інтенсивність дублетної компоненти різко зростає, що є ознакою взаємодії дефектів та утворення дрібних сильно розупорядкованих областей і підтверджується даними *X*-променевої дифрактометрії.

в плівках складу $Y_{2,8}La_{0,2}Fe_{4,545}Ga_{0,455}O_{12}$ та $Y_{2,8}La_{0,2}Fe_{4,2}Ga_{0,8}O_{12}$ як до, так і після імплантації йонами F^+ , вектор намагніченості лежить в площині плівки, що проявилось в практичній тотожності зображень атомно- та магнітносилової мікроскопії. Показник заломлення йонно-імплантованого шару із ростом дози імплантованих йонів зростає від 2,15 до 2,30.

1. Ozgur U. Microwave ferrites, part 1: fundamental properties / Ozgur U., Alivov Ya., Morkoc H. // J Mater Sci: Кривоглаз М.А. Дифракция рентгеновских лучей и нейтронов в неидеальных кристаллах / М.А. Кривоглаз. – К.: Наук. думка, 1983. – 408 с.
2. Dederics P. H. Effect of defect clustering on anomalous x-ray transmission / P.H. Dederics // Physical review B. – 1970. – V. 1, № 4. – P. 1306-1317.
3. Молодкин В.Б. Влияние диффузного рассеяния на эффект Бормана / В.Б. Молодкин, Е.А. Тихонова // Физика металлов и металловедение. – 1967. – Т. 24, № 3. – С. 385-394.
4. Молодкин В.Б. Многопараметрическая кристаллография на основе многообразности картины многократного рассеяния брэгговских и диффузных волн (метод стоячих диффузных волн) / В.Б. Молодкин, А.П. Шпак, М.В. Ковальчук [и др.] // Успехи физических наук. – 2011. – Т. 181, № 7. – С. 681-712.
5. Implantation of single crystalline iron garnet thin films with He^+ , B^+ and Si^+ ions / В. К. Ostafiychuk, V. D. Fedoriv, I. P. Yaremiv, O.Z. Garpul, V.V. Kurovets, and I.C. Yaremiv // Physica Status Solidi A 208. – 2011. – №. 9. – P. 2108–2114.
6. Рентгеновская дифрактометрия структуры легированных лантаном железо-итриевых гранатов после ионной имплантации / И.М. Фодчук, В.В. Довганюк, И.И. Гуцуляк, И.П. Яремий, А.Ю. Бончик, Г.В. Савицкий, И.М. Сыворотка, Е.С. Скакунова // Металлофизика и новейшие технологии. – 2013. – Т. 35. – № 9. – С. 1209-1222.
7. Влияние высокодозового облучения ионами N^+ на кристаллическую структуру $Y_{2,95}La_{0,05}Fe_5O_{12}$ / И.М. Фодчук, И.И. Гуцуляк, Р.А. Заплитный, И.П. Яремий, А.Ю. Бончик, И.И. Сыворотка // Металлофизика и новейшие технологии. – 2013. – Т. 35, № 7. – С. 993-1004.
8. Характеристика дефектной структуры плівок $Y_{2,95}La_{0,05}Fe_5O_{12}$ після йонної імплантації / І.М. Фодчук, Р.А. Заплітний, І.І. Гуцуляк, І.П. Яремій, О.Ю. Бончик, Г.В. Савицький, У.О. Томин // Фізика і хімія твердого тіла. – 2013. – Т. 14, № 3. – С. 547-552.

Яремій Іван Петрович – кандидат фізико-математичних наук, доцент кафедри матеріалознавства і новітніх технологій ДВНЗ «Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника»;
Остафійчук Богдан Костянтинович – член-кореспондент НАН України, доктор фізико-математичних наук, професор, завідувач кафедри матеріалознавства і новітніх технологій ДВНЗ «Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника».

Рецензент

Галій П.І. – доктор фізико-математичних наук, професор кафедри фізики напівпровідників Львівського національного університету імені Івана Франка.