

Исследование интеркалированных фуллереновых пленок методом рассеяния ионов средних энергий

© В.В. Афросимов, И.Б. Захарова*, Р.Н. Ильин, Т.Л. Макарова, В.И. Сахаров, И.Т. Серенков

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,
194021 Санкт-Петербург, Россия

* Санкт-Петербургский государственный технический университет,
195251 Санкт-Петербург, Россия

E-mail: r.ilin@pop.ioffe.rssi.ru

Методом рассеяния ионов средних энергий (РИСЭ) исследованы пленки фуллеренов и их соединений с галогенами, осажденные на слюду и кремний. Определены неоднородности толщины пленок. Обнаружено значительное повышение концентрации галогенов в области интерфейса, связанное с условиями осаждения пленок. Показана возможность определения методом РИСЭ состава отдельных слоев пленки.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 99-02-18170) и государственной научно-технической программы "Фуллерены и атомные кластеры" (проект "Пленка").

Метод рассеяния ионов средних энергий (РИСЭ) позволяет исследовать пленки нанометровой толщины различного состава и, в частности, определять неразрушающим способом толщину пленки и ее неоднородность, элементный состав и его распределение по глубине [1]. Метод включает в себя регистрацию энергетических спектров обратнорассеянных ионов (ОРИ) и определение параметров пленки на основе сопоставления измеренных спектров с расчетными или эталонными, полученными при исследовании пленок известного состава.

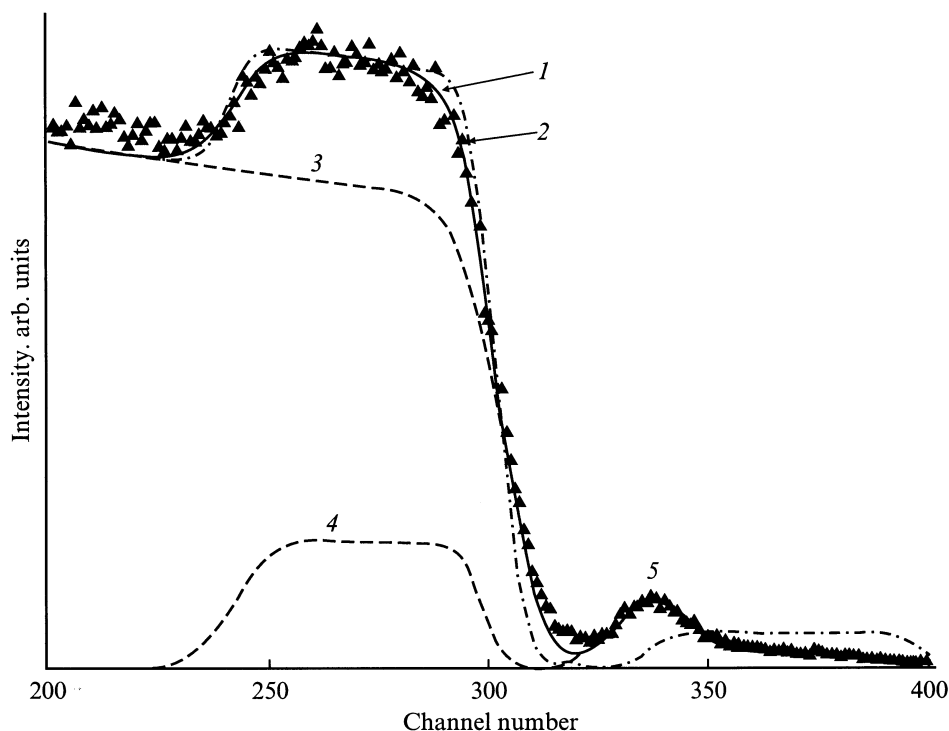
Задачей данной работы являлось исследование пленок чистых и интеркалированных галогенами фуллеренов C_{60} , полученных методом термического испарения в квазизамкнутом объеме [2]. Пленки чистого фуллерена осаждались на подложки из слюды и кремния, а интеркалированные — на кремнии (111). Для получения интеркалированных фуллеренов испарялись соединения $C_{60}Br_{24}$ и $C_{60}Cl_{12}$. Температура испарителя была 500–520°C, температура подложки — 200–250°C.

Для зондирования пленок использовались ионы H^+ и He^+ с энергиями 190–230 keV. Обратнорассеянные ионы регистрировались спектрометрическим полупроводниковым детектором и электростатическим анализатором, при этом разрешение по глубине в первом случае составляло 5–10 nm в приповерхностной области, а во втором — 0.5–1 nm. Толщина пленки определялась как количество атомов на cm^2 и переводилась в линейную толщину, исходя из плотности мишени, которая для C_{60} полагалась равной $1.7 g/cm^3$.

Для отработки методики изготовления фуллереновых пленок были исследованы четыре пленки C_{60} , осажденные на слюде, и четыре пленки на кремнии, в том числе три пленки с примесью галогенов состава $C_{60}Br_x$ и $C_{60}Cl_x$. Данные о пленках содержатся в таблице. Для всех пленок определялась толщина, ее разброс, а для галогеносодержащих пленок — распределение примеси по глубине. Из таблицы следует, что относительный разброс толщины пленок как на слюде, так и на кремнии

Характеристики фуллереновых пленок

| № | Состав, подложка | Толщина, nm | Разброс толщин | | Покрытие, % | Интервал глубин, nm | Состав по глубине |
|---|-------------------|-------------|----------------|----|-------------|-----------------------------|---|
| | | | nm | % | | | |
| 1 | C_{60} / слюда | 390 | 35 | 9 | 100 | | |
| 2 | C_{60} / слюда | 290 | 35 | 12 | 100 | | |
| 3 | C_{60} / слюда | 270 | 12 | 5 | 100 | | |
| 4 | C_{60} / слюда | 130 | 30 | 23 | 90 | | |
| 5 | C_{60} / Si | 400 | 18 | 5 | 100 | | |
| 6 | $C_{60}Cl_x$ / Si | 270 | 12 | 5 | 100 | 0–175 175–213 213–270 | C_{60} $C_{60}Cl_3$ $C_{60}Cl_6$ |
| 7 | $C_{60}Br_x$ / Si | 145 | 12 | 8 | 100 | 0–58 58–138 138–145 | $C_{60}Br_{0.1}$ $C_{60}Br_{0.3}$ $C_{60}Br_{10}$ |
| 8 | $C_{60}Br_x$ / Si | 55 | 18 | 33 | 100 | 0–45 45–55 | C_{60} $C_{60}Br_{20}$ |



Энергетический спектр протонов с начальной энергией 230 keV, рассеянных в пленках состава $C_{60}Br_x$ толщиной 145 nm. Точки — экспериментальный спектр. 1 — расчетный суммарный спектр с учетом неоднородности толщины и состава, 2 — то же в предположении однородной толщины и состава пленки, 3–5 — парциальные спектры элементов Si, C и Br соответственно.

падает с ростом толщины. Пленки на слюде, имеющие, по данным рентгеновского анализа, преимущественную ориентацию $\langle 111 \rangle$, обладают более совершенной структурой и вместе с тем для них характерен больший разброс толщины, чем для пленок на кремнии, что связано с пирамидальным характером роста на слюдяной подложке [3]. На кремниевой подложке рост пленок имеет поликристаллический характер [4], и этим можно объяснить практически постоянный разброс толщины (12–18 nm).

На рисунке представлен пример энергетического спектра ОРИ, полученного в эксперименте, для пленки $C_{60}Br_x$ на кремнии (№ 7 в таблице). Этот спектр сравнивается с расчетными суммарными спектрами, складывающимися из парциальных спектров элементов. Спектры получены в двух предположениях. Первое — пленка имеет постоянную толщину и равномерное распределение брома по глубине. Второе — пленка имеет неоднородность толщины и состоит из слоев с меняющимся содержанием брома. Из рисунка видно, что модель неоднородной пленки дает лучшее согласие с экспериментом.

Для галогеносодержащих пленок обнаружена сильная неоднородность состава по глубине. Наибольшая концентрация галогенов наблюдается у интерфейса. В направлении от интерфейса к поверхности концентрация быстро падает вплоть до нулевых значений. Это видно и на спектре для образца № 7, приведенном на рисунке, где парциальный спектр брома оказывается существенно более узким, чем парциальный спектр углерода. Причиной неоднородности распределения примеси является

различная скорость испарения C_{60} и галогенов в процессе осаждения пленок. Изменения скорости может быть вызвано разложением шихты при нагревании [5], которое происходит уже при 170°C, что существенно ниже рабочей температуры испарения C_{60} . По-видимому, осаждение соединений фуллеренов с галогенами требует взрывного испарения либо специальных устройств для регулирования потоков наносимых компонентов.

В заключение можно отметить, что исследования методом РИСЭ пленок фуллеренов и их соединений с галогенами позволили определить неразрушающим способом толщину пленок и ее неоднородность, обнаружить повышение концентрации галогенов вблизи интерфейса и установить среднюю стехиометрию различных слоев пленок, что необходимо для совершенствования технологии их получения.

Список литературы

- [1] В.В. Афросимов, Р.Н. Ильин, С.Ф. Карманенко, В.И. Сахаров, А.А. Семенов, И.Т. Серенков, Д.В. Яновский. ФТТ **41**, 4, 28 (1999).
- [2] T.L. Makarova, N.V. Seleznev, I.B. Zakharova, T.I. Zubkova. Mol. Mat. **10**, 105 (1998).
- [3] D. Stifter, H. Sitter. Thin Solid Films **280**, 1, 83 (1996).
- [4] G. Gensterblum, L.-M. Yu, J.-J. Pireaux, P.A. Thiru, R. Caudano, J.-M. Themlin, S. Bouzidi, F. Coletti, J.-M. Debever. Appl. Phys. **A56**, 175 (1993).
- [5] D. Heymann, F. Cateldo, R.F.K. Kens, N.M.M. Nibbering. Fullerene Sci. Technology **7**, 2, 159 (1999).