

02;05;10;11;12

КАНАЛИРОВАНИЕ ПРОТОНОВ СРЕДНИХ ЭНЕРГИЙ В МОНОКРИСТАЛЛЕ $YBa_2Cu_3O_{7-x}$

© В.В.Афросимов,¹ Г.О.Дзюба,¹ Р.Н.Ильин,¹ М.П.Панов,¹
В.И.Сахаров,¹ И.Т.Серенков,¹ Е.А.Ганза²

¹ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,
194021, Санкт-Петербург, Россия

² НПО Радиевый институт им. В.Г. Хлопина,
194021, Санкт-Петербург, Россия
(Поступило в Редакцию 4 октября 1995 г.)

Развит метод исследования состава и структуры тонких (до 500 нм) пленок и слоев твердого тела, основанный на анализе обратно рассеянных ионов средних энергий (100–250 кэВ) и возбуждаемого ими мягкого рентгеновского излучения. Эксперимент дополнен модельными расчетами по методу Монте-Карло. Показано, что методики анализа структуры и модели непрерывного потенциала применимы при энергиях от 120 кэВ и выше. Анализ приповерхностных слоев монокристалла $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ показал, что в нем основным видом дефектов являются точечные.

Введение

Для исследования состава и структуры слоев твердого тела и тонких пленок толщиной порядка микрометров широко используются методы анализа, основанные на зондировании исследуемых объектов пучками ионов с энергиями порядка мегаэлектрон-вольт с последующей регистрацией ионов, претерпевших рассеяние на ядрах атомов образца, продуктов ядерных реакций или же квантов рентгеновского излучения, возбуждаемого ионами [1,2]. Достижимое при этом разрешение по глубине Δh ограничено разрешением по энергии ΔE полупроводниковых детекторов, применяемых для регистрации частиц. Так, хорошие детекторы с разрешением $\Delta E \approx 10$ кэВ позволяют получать $\Delta h \geq 10$ нм. Повысить разрешение по энергии обратно рассеянных ионов (ОРИ) и, следовательно, по глубине можно используя для анализа ионы средних энергий (от 100 кэВ и выше) и электростатические энергоанализаторы. При этом сохраняются все основные методики, использующие резерфордское обратное рассеяние ионов МэВ энергий, а для анализа входящих в соединение легких элементов используется возбуждаемое теми же ионами мягкое рентгеновское

излучение (МРИ). Использование ионов средних энергий позволяет также уменьшить радиационные повреждения исследуемого образца, поскольку сечение обратного рассеяния зависит от энергии как E^{-2} , а сечение возбуждения мягкого рентгеновского излучения на порядки величины больше сечений ядерных процессов, используемых в традиционной методике при исследовании легких элементов. Снижение радиационных нагрузок важно, например, при исследовании материалов и структур, обладающих высокотемпературной сверхпроводимостью (ВТСП), чувствительных к повреждению ионными пучками [3].

Нами был развит метод анализа приповерхностных слоев твердого тела ионами средних (100–240 кэВ) энергий [4] с регистрацией ОРИ и возбуждаемого ионами МРИ [5]. Этот метод был использован для исследования перераспределения вещества при отжиге в тонких пленках состава Bi–Sr–Ca–Cu–O [6] и изучения структуры подрешеток элементов в тонких ВТСП пленках [5]. В последней работе были использованы методики, основанные на каналировании ионов вблизи одного из основных кристаллографических направлений. Эти методики достаточно хорошо развиты для ионов высоких энергий и рассмотрены в ряде монографий, например [2]. При использовании метода каналирования информация о структуре получается на основе измеренной экспериментально угловой зависимости выхода (УЗВ) рассеянных ионов, рентгеновских квантов или продуктов ядерных реакций. При интерпретации результатов используются теоретические представления, основанные на развитой Линдхардом модели непрерывного потенциала [7]. Полученные в [7] из первых принципов аналитические выражения в дальнейшем были уточнены Барреттом [8] на основе модельных расчетов. Основными параметрами, характеризующими свойства кристалла, при каналировании являются ширина УЗВ на полувысоте $\Psi_{1/2}$ и минимальный выход потока исследуемых частиц χ , измеренный при прохождении первичного пучка строго параллельно кристаллографической оси и отнормированный на выход при неориентированном движении пучка. Согласно [8,9]

$$\Psi_{1/2} = 0.8 \left\{ [Z_1 Z_2 e^2 / E_0 d] \ln \left[(3a^2 / 1.42 U_1^2) + 1 \right] \right\}^{1/2}, \quad (1)$$

где Z_1 и Z_2 — заряды ядер снаряда и мишени, e — заряд электрона, E_0 — энергия ионов в пучке, d — расстояние между атомами в цепочке, $a = 0.8853_0 (Z_1^{1/2} + Z_2^{1/2})^{-2/3}$ — радиус экранирования Томаса–Ферми [10], a_0 — борковский радиус, u_1 — среднеквадратичная одномерная амплитуда тепловых колебаний.

Минимальный выход у поверхности

$$\chi = 6N d \pi u_1^2 \left(1 + \frac{\Psi_{1/2} \cdot d}{2.2 u_1} \right)^{1/2}, \quad (2)$$

где N — концентрация атомов в образце.

Эти формулы, согласно [7], справедливы при достаточно больших энергиях, когда

$$E_0 \geq 2Z_1 Z_2 e^2 d / a^2 \quad (3)$$

при меньших же энергиях $\Psi_{1/2}$ должна быть, согласно [7], пропорциональна не $E^{-1/2}$, а $E^{-1/4}$.

Из соотношения (3) следует, что при энергии протонов 100 кэВ соотношение (1) применимо для легких элементов, но может быть неверным для тяжелых, например бария и редких земель. Поэтому, чтобы применять методики, использующие каналирование ионов больших энергий при средних энергиях, нужно определить область применимости модели непрерывного потенциала путем сравнения основанных на ней соотношений (1), (2) с результатами эксперимента или расчетов основанных на модели парных столкновений и проводимых методом Монте-Карло.

Исходя из этого, задачей данной работы являлось получение УЗВ ОРИ и МРИ при каналировании протонов средних энергий (85–240 кэВ) в кристаллах соединения ВТСП $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ путем экспериментальных измерений и модельных расчетов и проверка на этой основе соотношений (1), (2) для различных подрешеток. Модельные расчеты позволяли, в частности, определить ряд деталей процесса каналирования, которые трудно получить из эксперимента, например глубины установления равновесия по поперечным составляющим скорости каналирующей частицы или относительный вклад в регистрируемый сигнал МРИ, возбужденного на различных глубинах.

Экспериментальная установка

Экспериментальная установка состояла из ускорительной части, позволяющей получать пучок ионов (обычно H^+) с энергией $50 \leq E_0 \leq 240$ кэВ, разбросом по энергии $\Delta E \simeq 0.05$ кэВ, расходимостью менее 0.05° и размером пятна на образце 1.5×1.5 мм. Измерительная часть по сравнению с описанной в [4,6] была модернизирована. Энергоанализ ионов, рассеянных на углы 120 и 178° , производился либо спектрометрическим детектором с высоким разрешением [11], либо сферическим электростатическим анализатором с разрешением $\Delta E/E \leq 0.005$, регистрирующим ионы, рассеянные на угол 122° . МРИ регистрировалось детектором из особо чистого кремния типа HP-Si [12], охлаждаемым до температуры жидкого азота с помощью введенного в вакуумную камеру хладопровода. Конструкция детектора допускает многократное термоциклирование, что необходимо для удаления намораживающейся на рабочую поверхность детектора пленки из H_2O , CO_2 и т. п. Для понижения порога регистрации γ -квантов по энергии ($E_\gamma < 500$ эВ) были приняты специальные меры, обеспечивающие высокое качество поверхности под золотым электродом, а также минимизирована толщина этого золотого слоя (менее 15 нм). Разрешающая способность детектора для квантов с $E_{кв} = 5.89$ кэВ составляла 186 эВ (на полувысоте). Детектор был установлен под углом 135° к направлению пучка и имел телесный угол сбора $\Omega = 4.6 \cdot 10^{-3}$ ср. Для подавления фона от обратно рассеянных протонов перед детектором был установлен фильтр из бериллия толщиной 3 мкм. На рис. 1 показан рентгеновский спектр, полученный при облучении монокристалла $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ протонами с энергией 234 кэВ. На рисунке показаны также разложение спектра на линии отдельных элементов и огибающая, полученная методом наименьших квадратов. Разрешение детектора совместно с

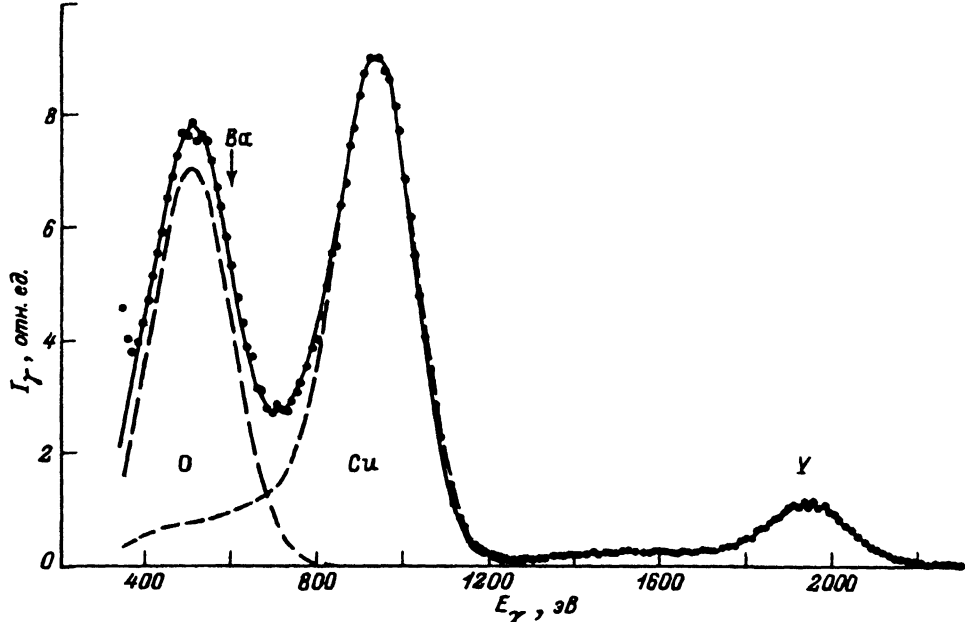


Рис. 1. Спектр МРИ кристалла $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$.

I_γ — интенсивность излучения, E_γ — энергия квантов; точки — эксперимент, сплошная кривая — огибающая, штриховые — линии элементов.

усилительным трактом составляло $\Delta E_{\text{КВ}} \leq 250$ эВ. Основными линиями в спектре являлись K -линия кислорода (525 эВ), L_α и L_β -линии меди (932 и 952 эВ), а также I -линии иттрия (1921 и 1994 эВ). M -линии бария (600–610 эВ) имели малую интенсивность и их определение на фоне линий K_O и L_{Cu} было ненадежным.

Исследуемый кристалл размером 3×3.5 мм был ориентирован так, чтобы направление пучка было близким к направлению $\langle 001 \rangle$. Угол α между осью пучка и осью $\langle 001 \rangle$ кристалла в дальнейшем будет называться углом наклона, а плоскость, содержащая эти оси, — плоскостью наклона пучка. При такой ориентации ионы взаимодействовали с четырьмя видами атомных рядов: YBa_2 , Cu_3O_2 , O_3 и O_2 . Плоскость наклона пучка составляла с плоскостью (100) азимутальный угол φ , выбор которого был связан с процедурой нормировки УЗВ, т. е. получения отношения величины сигнала для исследуемого эффекта при угле наклона пучка α к такой же величине, получающейся в случае неориентированного движения ионов. Согласно анализу, проделанному в работе [13], эту последнюю можно получить усреднением выхода по азимуту в пределах по крайней мере $0 \leq \varphi \leq 90^\circ$ при достаточно большом угле наклона α . Проведенные нами модельные расчеты [14] показали, что такое усреднение для углов $\alpha = 6$ и 12° дает практически одинаковые результаты и, кроме того, существуют такие азимутальные углы ($\varphi = 13, 22, 30^\circ$ и т. д.), при которых выход практически совпадает с величиной, полученной при усреднении по φ . Поэтому при определении величины выхода для неориентированного пучка с целью уменьшения радиационных повреждений вместо усреднения по φ мы производили усреднение по углу наклона в пределах $5 \leq \alpha \leq 8^\circ$ при постоянном азимутальном угле $\varphi = 13^\circ$.

Радиационные повреждения, производимые зондирующими пучками, характеризуются средним числом смещений на атом (СНА) вещества и зависят от энергии, флюенса ионного пучка и энергетического порога смещения, который для $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ составляет 20 эВ [15]. Как показано в работах [3,15,16], изменение температуры перехода T_c для $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ начинается с $2 \cdot 10^{-3}$ СНА, а минимальный выход χ возрастает на величину 0.1 при 0.01 СНА. В нашем случае при энергии протонов 200 кэВ для получения числа отсчетов, обеспечивающих точность 2% для ОРИ и 6% для МРИ, при измерении спектра требовался флюенс $5 \cdot 10^{14} \text{ Н}^+/\text{см}^2$ и для получения УЗВ — $1.5 \cdot 10^{15} \text{ Н}^+/\text{см}^2$, что соответствовало $5 \cdot 10^{-5}$ и $1.5 \cdot 10^{-4}$ СНА, т.е. без заметных повреждений можно было получить серию УЗВ для различных энергий. В традиционных методах с использованием ионов мегаэлектро-вольтного диапазона радиационные повреждения гораздо сильнее. Так, для получения спектра ОРИ ионов He^+ с начальной энергией 2 МэВ требовался флюенс $3 \cdot 10^{15} \text{ He}^+/\text{см}^2$, что соответствовало $2 \cdot 10^{-3}$ СНА [3], т.е. началу повреждений.

Модельные расчеты

Вычислительный эксперимент по каналированию протонов в монокристалле $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ выполнялся по методу Монте-Карло на основе модели парных столкновений. За основу были взяты подходы и структура программы, предложенные Барреттом [8] и использованные в ряде работ [17]. Новым моментом было получение в результате расчета зависимости вероятности W сближения ядер иона и атома от расстояния сближения r_c . Зависимость $W(r_c)$ использовалась далее для определения выхода рентгеновского излучения.

Расчет для $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ проводился следующим образом. Рассматривалось движение протона, падающего на поверхность кристалла под углом α к оси c в плоскости, повернутой на угол φ относительно плоскости (100), и проходящего последовательно ячейки кристалла. Ячейка представляла собой прямоугольный параллелепипед, длина ребер которого равнялась постоянным решетке ($a = 0.386 \text{ нм}$, $b = 0.388 \text{ нм}$ в горизонтальной плоскости и $c = 1.173 \text{ нм}$ — высота). Два атома бария и один атом иттрия располагались на вертикальной оси, проходящей через центр прямоугольника ab , прочие же атомы — на ребрах ячейки (медь, кислород) и на боковых гранях (кислород). Всего ячейка содержала 1 атом Y, 2 — Ba, 16 — Cu и 20 атомов — O. Каждая ячейка разделялась плоскостями, проходящими через узлы решетки и перпендикулярными оси c , при этом считалось, что каждая плоскость содержит атомы только одного вида. Плоскость, содержащая атомы O и Cu, рассматривалась, как совокупность двух плоскостей с очень малым (10^{-10} нм) расстоянием между ними. Атомы в каждом узле совершают тепловые колебания в этих плоскостях со средней амплитудой u_1 , величина которой бралась из работы [17,18], причем предполагалось, что колебания атомов в плоскости изотропны и некоррелированы. В момент пересечения протоном плоскости происходит изменение его поперечного импульса за счет взаимодействия с ближайшими атомами решетки. Это взаимодействие рассчитывалось с использованием

так называемого “универсального” потенциала [19]. Уменьшение энергии вследствие торможения и изменение поперечного импульса за счет многократного рассеяния на электронах определялись после прохождения ячейки, причем для сокращения времени расчетов предполагалось, что тормозная способность изотропна по всему сечению канала. Последовательность точек прохождения каждого протона через плоскости составляла его траекторию. В каждой такой точке определялось расстояние между протоном и ближайшим атомом решетки r_c . Значение функции $W(r_c)$ для данного вида атомов решетки и для выбранного слоя кристалла определялось с точностью до постоянного множителя как количество протонов, прошедших этот слой и попавших в интервал расстояний от атомов данного вида $r_c \pm \Delta r_c$, где Δr_c — постоянная величина, причем атомы кислорода в O-O и O-Si цепочках считались атомами разного вида. Обычно расчет велся для пленки толщиной 350 нм, разбитой на 7 слоев. Эта толщина соответствовала глубине сбора мягкого рентгеновского излучения в эксперименте. Глубина сбора МРИ определяется, с одной стороны, поглощением излучения в вышележащих слоях при выходе, а с другой стороны, падением сечения возбуждения с уменьшением энергии, обусловленным торможением протонов. В частности, для кислорода ослабление излучения в ϵ раз происходит на толщине 95 нм при энергии протонов 120 кэВ, 126 нм при 180 кэВ и 148 нм при 240 кэВ. Интенсивность возбуждения МРИ в слое определялась, как произведение $W(r_c)I(r_c)$, где $I(r_c)$ — зависимость вероятности ионизации соответствующей внутренней оболочки от параметра столкновения, рассчитанная и табулированная в работе [20]. Для получения выхода МРИ из каждого слоя и из пленки в целом использовались коэффициенты поглощения из сводки данных [21].

Вероятность ОРИ считалась пропорциональной произведению сечения резерфордского рассеяния на вероятность нахождения атома в окрестности точки пересечения траектории протона с горизонтальной плоскостью, содержащей данный атом. Интенсивность сигнала ОРИ получалась суммированием вероятностей ОРИ по всем плоскостям, содержащим атомы данного вида и входящим в рассматриваемый слой.

УЗВ ОРИ и МРИ определялись для одного или нескольких слоев как отношение интенсивности под данным углом α к интенсивности для неориентированного пучка. Последняя определялась как средняя величина интенсивности для интервала азимутальных углов $0 \leq \varphi \leq 45^\circ$ при угле наклона $\alpha = 6^\circ$. В связи с такой нормировкой не было необходимости в учете геометрии опыта и абсолютных величин выхода флюоресценции и интенсивности сигнала ОРИ.

Расчеты УЗВ ОРИ и МРИ были выполнены для энергий 87, 120, 150, 190, 234 и 500 кэВ при $\varphi = 22.5^\circ$ и для 150 кэВ при нескольких значениях φ .

Результаты и их обсуждение

На рис. 2 сравниваются рассчитанные и экспериментально измеренные УЗВ ОРИ для совокупности атомов Y, Ba и Cu, лежащих в приповерхностных слоях, и УЗВ МРИ кислорода при энергии протонов 150 кэВ. Между расчетом и экспериментом имеется удовлетворительное согласие по форме зависимостей и их ширине на полувысоте.

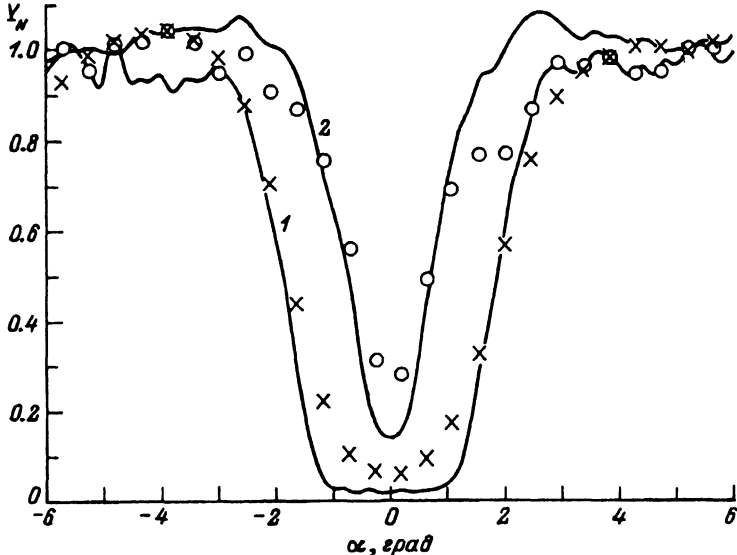


Рис. 2. Зависимость нормированного выхода Y_N протонов, рассеянных на совокупности атомов Y, Ba и Cu (1) и возбужденного протонами рентгеновского излучения атомов хлора (2) от угла падения пучка α .
o, x — эксперимент; сплошные кривые — расчет.

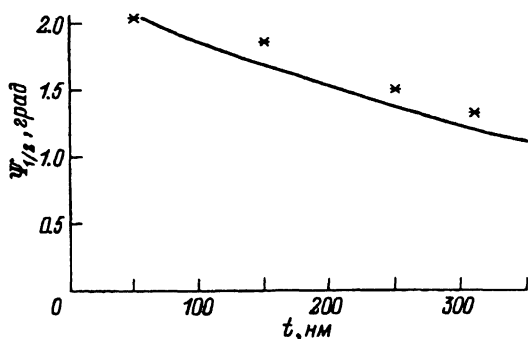


Рис. 3. Зависимость ширины УЗВ ОРИ от глубины в монокристалле $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ при энергии протонов 170 кэВ.

* — эксперимент, сплошная кривая — расчет.

В то же время величина минимального выхода в эксперименте больше рассчитанной. Такое превышение отмечается и в других работах [15] и связывается с дефектами образца. Подробнее этот вопрос обсуждается ниже.

На рис. 3 сравниваются рассчитанные и измеренные зависимости полуширины УЗВ ОРИ от глубины, на которой произошло рассеяние, $\Psi_{1/2}(t)$. Изменение $\Psi_{1/2}$ с глубиной происходит из-за рассеяния протонов на электронах и атомах кристалла на малые углы. Удовлетворительное согласие расчета с экспериментом свидетельствует о правильности учета этих эффектов в расчете.

О применимости модели непрерывного потенциала [7] можно судить по энергетической зависимости ширины УЗВ $\Psi_{1/2}$, поскольку эта ве-

личина в основном определяется движением ионов в решетке и слабо зависит от характера процесса, регистрируемого в эксперименте. Для ОРИ зависимость величины $\Psi_{1/2}$ от энергии для заданной решетки и достаточно быстрых ионов определяется соотношением (1). В случае сложных соединений в это выражение нужно представлять значение \bar{Z}_2 , усредненное вдоль оси решетки, параллельной пучку [22].

Возбуждение мягкого рентгеновского излучения возможно при прохождении иона на расстояниях, больших, чем в случае ОРИ, определяемых не только амплитудой тепловых колебаний атомов решетки u_1 , но и параметром столкновения, ведущего к ионизации, b_1 . В этом случае выражение (1) преобразуется к виду

$$\Psi_{1/2} = 0.8 \left\{ [Z_1 Z_2 e^2 / E_0 d] \ln \left[(3a^2 / [1.42(u_1^2 + b_1^2)]) + 1 \right] \right\}^{1/2}. \quad (4)$$

Поскольку u_1 — одномерная амплитуда тепловых колебаний, то в (4), согласно [23], следует подставлять одномерный средний параметр столкновения, определяемый из соотношения

$$\int_0^{b_1} I(r) dr^2 = 0.5 \int_0^{\infty} I(r) dr^2. \quad (5)$$

Если модель непрерывного потенциала применима и выражение (4) верно, то экспериментальные точки должны ложиться на линейную зависимость приведенной ширины УЗВ

$$\Psi_{\text{red}} = \Psi_{1/2} \left\{ \ln \left[(3a^2 / [1.42(u_1^2 + b_1^2)]) + 1 \right] \right\}^{-1/2}$$

от энергетического параметра $\varepsilon = (Z_1 \bar{Z}_2 / Ed)^{1/2}$. Поскольку выражение (1) и (4) получены из модели непрерывного потенциала, то средний заряд на единицу длины \bar{Z}_2/d для ОРИ и МРИ Y брался для ряда YBa₂, для МРИ Cu — для ряда Cu₃O₂, а для МРИ O — средним по трем рядам O₃, O₂ и Cu₃O₂. Следует отметить, что УЗВ для кислорода является суммой УЗВ для различных рядов со своими различными величинами $\Psi_{1/2}$ и χ и различным вкладом в суммарный сигнал. Как показали расчеты, для каналирования протона с энергией 100–200 кэВ вдоль оси с вклад цепочки Cu₃O₂ в общий сигнал кислорода составляет при угле падения $\alpha < 1^\circ$ менее 10% в широком интервале азимутальных углов и лишь при $\alpha > 2^\circ$ приближается к статистическому значению 28%.

Зависимость $\Psi_{\text{red}}(\varepsilon)$ приведена на рис. 4, где значки — результат наших экспериментальных измерений УЗВ ОРИ на совокупности атомов Y, Ba и Cu из слоя 50 нм и УЗВ МРИ Y, Cu и O со всей глубины сбора. Имеется удовлетворительное согласие результатов эксперимента с ожидаемым ходом вплоть до 120 кэВ. Начиная со 120 кэВ и ниже результаты для МРИ Cu и Y отклоняются вниз от прямой. Это может быть связано с отклонением от модели непрерывного потенциала или же с возрастающим к малым энергиям многократным рассеянием. Величины минимального выхода χ более чувствительны к особенностям

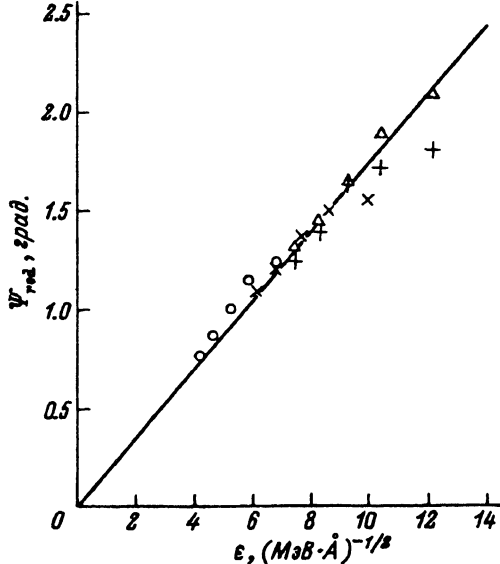


Рис. 4. Зависимость полуширины УЗВ ОРИ и МРИ для протонов в кристалле $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ от энергии в приведенных единицах. Δ — ОРИ $\text{Y} + \text{Ba} + \text{Cu}$, + — МРИ Y , x — МРИ Cu , o — МРИ O ; сплошная линия — расчет по формуле (4).

регистрируемого процесса (ОРИ или МРИ) и к наличию дефектов в образце. На рис. 5 показано сравнение результатов модельного расчета и экспериментальных измерений величины минимального выхода ОРИ протонов с энергией 170 кэВ для различных глубин рассеяния. Возрастание величины χ с глубиной в расчете связано с многократным рассеянием на малые углы на атомах решетки и электронах. Кроме того, в эксперименте минимальный выход выше, чем в расчете, из-за несовершенства кристалла. Для анализа возможных дефектов может быть полезна зависимость минимального выхода от энергии $\chi(E)$. Такие зависимости, рассчитанные и измеренные, приведены на рис. 6 для ОРИ в приповерхностном слое 50 нм на атомах металлов и для МРИ атомов Y , Cu и O со всей глубины сбора. Во всех случаях наблюдается более или менее выраженный рост величины χ к малым энергиям. В идеальном кристалле основная причина такого роста связана с увеличением радиуса конуса тени. Как показано в работах [8, 23], данный фактор важен при невысоких энергиях, когда этот радиус становится сравнимым с амплитудой тепловых колебаний. Для МРИ на эту зависимость накладывается противоположная тенденция — уменьшение величины χ из-за уменьшения среднего параметра столкновения с энергией [23], однако в рассматриваемом случае первая тенденция оказывается сильнее.

Мы полагаем, что наш расчет достаточно хорошо описывает ход зависимости $\chi(E)$ для идеального кристалла, а рассчитанные величины χ для ОРИ близки к измеренным в монокристаллах высокого качества [24].

О дефектах исследованного нами кристалла можно судить по разности между экспериментальными и расчетными значениями минимального выхода $\Delta\chi$. Эта величина в случае ОРИ падает с ростом энергии

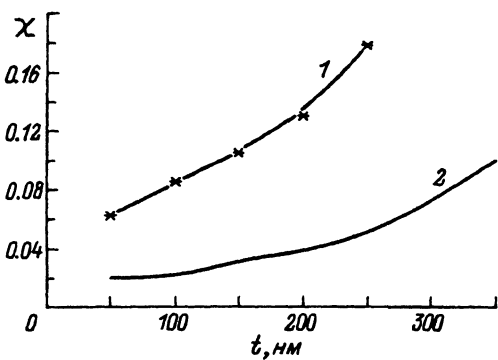


Рис. 5. Минимальный выход ОРИ с различных глубин.
1 — эксперимент, 2 — расчет.

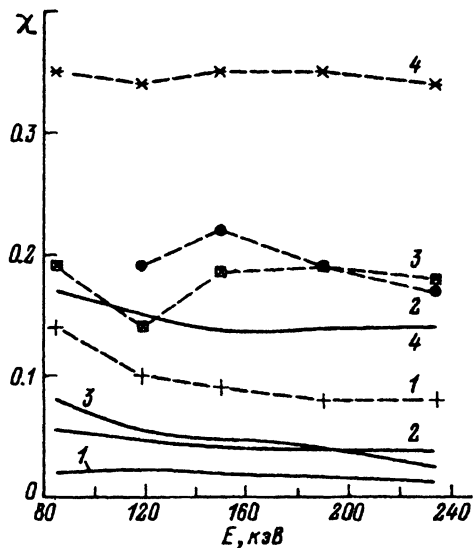


Рис. 6. Зависимости минимального выхода от энергии протонов.
Сплошные кривые — расчет, штриховые — эксперимент; 1 — ОРИ Y + Ba + Cu, 2 — МРИ Cu, 3 — МРИ Y, 4 — МРИ O.

с 0.12 до 0.07 в интервале $85 \leq E \leq 234$ кэВ, а для МРИ в пределах точности расчетов и измерений заметно не меняется и составляет около 0.14 для Y и Cu и 0.19 для O. Близкие величины были получены для таких же кристаллов методом возбуждения рентгеновского излучения в работе [25] и ядерными методами для кислорода в [25, 26]. В ряде работ [2, 8] увеличение χ связывается с наличием поверхностного аморфного слоя. Сравнение измеренной нами величины поверхностного пика с расчетами показало, что толщина аморфного слоя составляет величину, меньшую одной постоянной решетки с, т. е. $\Delta\chi$ следует отнести за счет дефектов в объеме. Приращение выхода $\Delta\chi$ за счет дефектов при малой концентрации последних определяется соотношением [2]

$$\Delta\chi = n_d(t)/N + \int_0^t \sigma_d n_d(z) dz, \quad (6)$$

где $n_d(t)$ — концентрация дефектов по глубине; N — атомная концентрация; σ_d — фактор деканалирования, который определяется типом дефекта и может зависеть от энергии.

Первый член (6) характеризует возрастание выхода за счет прямого столкновения иона со смещенным атомом с рассеянием первого или возбуждением последнего. Этот член является определяющим в случае точечных дефектов, но вносит малый вклад при протяженных дефектах, таких как дислокации, двойники, дефекты упаковки. Второй член связан с деканалированием — рассеянием ионов на углы, превышающие $\Psi_{1/2}$. Этот член является определяющим для протяженных

дефектов [3]. Для точечных дефектов он вносит заметный вклад при обратном рассеянии, но слабо проявляется при возбуждении МРИ, так как это возбуждение происходит при повторном столкновении на больших глубинах, при выходе с которых излучение сильно ослабляется. Фактор деканализирования σ_d для ОРИ на точечных дефектах обратно пропорционален энергии, для дислокаций растет как $E^{1/2}$, а для других видов дефектов от энергии почти не зависит.

Причиной увеличения минимального выхода может быть такой макродфект, как разориентация кристаллитов, входящих в исследуемый кристалл [27]. Однако в этом случае зависимость $\Psi_{\text{red}}(\varepsilon)$ пересекала бы ось ординат в точке, отличной от начала координат. Поэтому результаты, приведенные на рис. 4, свидетельствуют против такого предположения.

Исходя из вышесказанного, можно считать, что в исследованном кристалле основной причиной повышения минимального выхода являются точечные дефекты. В этом случае глубина сбора МРИ будет убывать с энергией одинаково как для каналирующих, так и для неканалирующих пучков и величина χ практически не должна меняться. Для ОРИ с ростом энергии возможно убывание $\Delta\chi$ из-за обратной пропорциональности σ_d энергии. Другие виды дефектов дали бы иную картину. Величины $\Delta\chi$ для дислокаций убывали бы с энергией из-за зависимости $\sigma_d \sim E^{1/2}$ и уменьшения глубины сбора. При наличии двойнирования $\Delta\chi$ было бы близко к 0.5, за исключением случая, когда направление каналирования совпадает с осью поворота блоков. Этот последний случай нашим методом не обнаруживается. Следует отметить, что под термином "точечные дефекты" мы понимаем не только смещенные атомы, но также кластеры и зерна примесных фаз с размерами, значительно меньшими, чем толщина исследуемого слоя.

О распределении дефектов по глубине можно судить по энергоспектрам ОРИ и полученной из них зависимости $\chi(t)$, но только для подрешеток тяжелых элементов. Из рис. 5 видно, что при толщине, соответствующей сбору основной части регистрируемого МРИ (~ 200 нм), для ОРИ $\Delta\chi \simeq 0.1$, что несколько ниже, чем $\Delta\chi$ для тех же элементов в МРИ. Это можно объяснить вкладом в χ параметра столкновения, т. е. заменой величины u_1^2 в формуле (2) на $u_1^2 + b_1^2$. Зависимость $\Delta\chi(t)$ отличается от линейной, по-видимому, из-за вклада процесса деканализирования (второе слагаемое в (6)). Для кислородной подрешетки $\Delta\chi$ заметно больше, чем для подрешеток металлов. Это, скорее всего, связано с большой подвижностью атомов кислорода в $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$. Большая величина χ для подрешетки кислорода не связана с использованием МРИ. В работах [22,23] эта величина измерялась различными ядерно-физическими методами и обычно составляла 0.25–0.4. Описанный в работе [28] низкотемпературный отжиг кислородной подрешетки наблюдался и в наших экспериментах. Исследованный монокристалл, имевший до опыта $\chi = 0.29$ для кислородной подрешетки, после облучения с флюенсом $4 \cdot 10^{16} \text{H}^+/\text{см}^2$ в течение нескольких часов имел $\chi = 0.39$, однако после хранения на атмосфере в течение нескольких дней минимальный выход для кислорода опустился до $\chi = 0.32$.

Развит метод исследования качества кристаллической структуры для приповерхностных слоев ($t \leq 50$ нм) зондированием пучками ионов средних энергий (100–240 кэВ) с регистрацией обратно рассеянных ионов и возбужденного ионами мягкого рентгеновского излучения. Показано, что модель непрерывного потенциала применима при энергиях протонов, начиная со 120 кэВ и выше, и методы диагностики кристаллов на основе каналирования ионов могут быть использованы при возбуждении мягкого рентгеновского излучения с учетом величины параметров столкновения.

Метод был использован для анализа качества кристаллической структуры монокристаллов сложного соединения $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$. Показано, что основным видом дефектов в кристалле являются точечные дефекты.

Авторы выражают благодарность П.П. Сырникову за предоставленные образцы кристаллов ВТСП соединений.

Работа выполнена в рамках проектов № 91038 “Рентген” и № 94051 “Интерфейс” Государственной программы по исследованию высокотемпературной сверхпроводимости.

Список литературы

- [1] *Chu W.K., Meyer J.W., Nicolett M.A.* Backscattering Spectrometry. New York: Academic Press, 1978. 377 p.
- [2] *Feldman L.C., Mayer J.W., Picraux S.R.* Material Analysis by Ion Channeling. New York: Academic Press, 1982. 300 p.
- [3] *Linker G., Geerk J., Kroener T.* et al. // Nucl. Instr. and Meth. 1991. Vol. B-59/60. Pt II. P. 1458–1462.
- [4] *Афросимов В.В., Дзюба Г.О., Ильин Р.Н.* и др. Препринт ФТИ им. А.Ф. Иоффе АН СССР. № 1395. Л., 1989. 19 с.
- [5] *Афросимов В.В., Дзюба Г.О., Ильин Р.Н.* и др. Материалы XXIII Межнационального совещания по физике взаимодействия заряженных частиц с кристаллами. М., 1994. С. 113–115.
- [6] *Афросимов В.В., Дзюба Г.О., Ильин Р.Н.* и др. // СФХТ. 1991. Т. 4. Вып. 9. С. 1767–1777.
- [7] *Lindhard J.* // Mat.-Phys. Midd. Dan. Vid Selsk. 1965. Vol. 34. N 14. P. 1–64.
- [8] *Barrett J.H.* // Phys. Rev. 1971. Vol. B-3. N 5. P. 1527–1546.
- [9] *Comedi D., Kalish R., Barrett J.H.* // Nucl. Instr. and Meth. Vol. B-63. N 4. P. 451–461.
- [10] *Фирсов О.Б.* // ЖЭТФ. 1957. Т. 33. Вып. 3. С. 696–699.
- [11] *Вербицкая Е.М., Еремин В.К., Малащенко А.М.* // Письма в ЖТФ. 1986. Т. 12. Вып. 20. С. 1254–1258.
- [12] *Ганза Е.А., Чарнацки В.В.* Препринт ИЯИ. № 1NR 1898/SLDP/PS/A. Варшава, 1980.
- [13] *Dygo A., Lennard W.N., Mitchell I.V.* // Nucl. Instr. and Meth. 1994. Vol. B-84. N 1. P. 457–561.
- [14] *Афросимов В.В., Ильин Р.Н., Панов М.Н.* и др. // Изв. РАН. 1995. Т. 59. Вып. 10. В печати.
- [15] *Meyer O., Kroener T., Rimmel J.* et al. // Nucl. Instr. and Meth. 1992. Vol. B-65. N 1–4. P. 539–545.
- [16] *Rehn L.E., Sharma R.P., Baldo P.M.* et al. // Nucl. Instr. and Meth. 1991. Vol. B-59/60. Pt II. P. 1463–1466.
- [17] *Barrett J.H.* // Nucl. Instr. and Meth. 1990. Vol. B-44. N 3. P.363–372.
- [18] *Sharma R.P., Rotella F.J., Jorgensen J.D.* et al. // Physica C. 1991. Vol. 174. N 4–6. P. 409–422.
- [19] *Biersack J.P., Ziegler J.F.* // Nucl. Instr. and Meth. 1982. Vol. 194. N 1–3. P. 93–100.
- [20] *Hansteen J.M., Johnsen O.M., Kocbach L.* // At. Data Nucl. Data Tables. 1975. Vol. 15. N 4. P. 305–317.

- [21] *Henke B.L., Gullikson E.M., Davic J.C.* // *At. Data Nucl. Data Tables.* 1993. Vol. 54. N 2. P. 181-342.
- [22] *Gemmel D.S., Mikkelson R.C.* // *Phys. Rev.* 1972. Vol. B-6. N 5. P. 1613-1635.
- [23] *Andersen J.U., Davies J.A.* // *Nucl. Instr. and Meth.* 1976. Vol 132. N 1/3. P. 179-189.
- [24] *Haga T., Yamaga K., Abe Y.* // *Phys. Rev.* 1990. Vol B-41. N 1. P. 826-829.
- [25] *Remmel J., Geerk J., Linker G. et. al.* // *Nucl. Insrt. and Meth.* 1992. Vol. B-64. N 1-4. P. 174-178.
- [26] *Stoffel N.G., Morris P.A., Bonner W.A.* // *Phys. Rev.* 1988. Vol. B-37. N 4. P. 2297-2300.
- [27] *Ishiwara H., Furucawa S.* // *J. Appl. Phys.* 1976. Vol. 47. N 4. P. 1686-1689.
- [28] *Xiong G.C., Li H.C., Linker G. et al.* // *Phys. Rev.* 1988. Vol. B-38. N 1. P. 240-243.
-