

06,13,16

## Распыление и формирование рипплов на кристалле $\text{LiNbO}_3$ под действием кластерных ионов

© А.Е. Иешкин<sup>1</sup>, Т.С. Ильина<sup>2</sup>, Д.А. Киселев<sup>2</sup>, Б.Р. Сенатулин<sup>2</sup>,  
Е.А. Скрылева<sup>2</sup>, G. Suchanek<sup>3</sup>, Ю.Н. Пархоменко<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова,  
Москва, Россия

<sup>2</sup> Национальный исследовательский технологический университет „МИСиС“,  
Москва, Россия

<sup>3</sup> Solid-State Electronics Laboratory,  
TU Dresden, Dresden, Germany

E-mail: ieshkin@physics.msu.ru

Поступила в Редакцию 22 мая 2022 г.

В окончательной редакции 22 мая 2022 г.

Принята к публикации 23 мая 2022 г.

Работа посвящена формированию поверхностных структур на монокристаллах ниобата лития. Проведено исследование топографии его поверхности после распыления пучком газовых кластерных ионов. Закономерности возникновения на поверхности волнообразного рельефа (рипплов) проанализированы с использованием подхода, основанного на функции спектральной плотности мощности; обсуждается эволюция рипплов с увеличением флюенса облучения, а также влияние энергии кластерных ионов. Показано, что величина коэффициента распыления уменьшается с ростом шероховатости поверхности, указаны возможные причины этого явления. Проведено сравнение локального пьезоотклика исходной поверхности и поверхности с развитой топографией.

**Ключевые слова:** сегнетоэлектрики,  $\text{LiNbO}_3$ , газовые кластерные ионы, распыление, самоорганизация, АСМ, функция спектральной плотности мощности.

DOI: 10.21883/FTT.2022.10.53095.384

### 1. Введение

Пучки ускоренных кластерных ионов широко используются для модификации поверхности и анализа материалов. В последние два десятилетия внимание в этой области привлекают газовые кластерные ионы [1,2]. Кластер аргона  $\text{Ar}_n$  — это ансамбль из  $n$  атомов аргона, где  $n$  обычно лежит в диапазоне от нескольких десятков до нескольких тысяч. Атомы удерживаются вместе за счет слабого ван дер Ваальсовского взаимодействия. После ионизации такого кластера и ускорения его до энергии  $E_0$  порядка десятков keV каждый атом кластера обладает кинетической энергией всего в несколько eV. При столкновении с поверхностью твердого тела кластер легко разрушается, и почти вся его энергия выделяется в небольшой области глубиной в несколько атомных слоев. Очевидно, физические процессы, происходящие при облучении поверхности газовыми кластерными ионами, коренным образом отличаются от процессов, происходящих при использовании атомарных ионов [3–5].

Возможность точного выбора кинетической энергии атомов кластера и, таким образом, контроля характеристик взаимодействия кластеров с поверхностью, обуславливает использование пучков кластерных ионов в аналитических методиках. В масс-спектрометрии вторичных ионов (МСВИ), особенно органических образцов, кластерные ионы используются в качестве профи-

лирующего или анализирующего пучка, поскольку, в отличие от атомарных ионов, большие кластеры способны отделить молекулы аналита от поверхности практически без их разрушения [6,7]. В методике рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) кластерные ионы используются для очистки поверхности или для профилирования по глубине [8], хотя вопрос селективности распыления (и, следовательно, изменения состава поверхности) многокомпонентных веществ остается открытым [9,10].

В работе [11] было проведено исследование поверхности ниобата лития  $\text{LiNbO}_3$  методом РФЭС с использованием кластерных ионов. Кристаллы ниобата и танталата лития являются сегнетоэлектриками и используются в акустооптических и электрооптических устройствах [12]. Была продемонстрирована возможность переключения доменов с помощью электронного или ионного пучка, например, для записи информации [13]. Ниобат лития используется в качестве подложки для роста высококачественных эпитаксиальных пленок GaN и AlN благодаря близким параметрам кристаллических решеток [14]. Известны работы, посвященные исследованию возможности применения сегнетоэлектриков для осуществления химических реакций, контролируемых поляризацией [15]. Кроме собственных каталитических свойств,  $\text{LiNbO}_3$  может использоваться для контроля активности каталитического слоя для реализации мо-

лекулярных детекторов. Обширный обзор свойств и областей применения ниобата лития представлен в [16].

Практические приложения, как и развитие понимания фундаментальных свойств сегнетоэлектриков, требуют высокого качества поверхности и прецизионных способов ее исследования. В нашей предыдущей работе [11] было показано, что пучок кластерных ионов с низкой удельной энергией ( $4 \text{ eV/atom}$ ) позволяет осуществить профилирование по глубине с высоким разрешением без нарушения соотношения  $\text{Li/Ni}$ . С другой стороны, наклонное облучение кластерными ионами привело к развитию на поверхности волнообразного рельефа (так называемых рипплов). Такие рипплы ухудшают разрешение аналитической методики по глубине, однако они могут быть полезны, например, для создания устройств оптики, сенсорики, каталитических поверхностей [17]. В настоящей работе был исследован процесс распыления  $\text{LiNbO}_3$  газовыми кластерными ионами, в частности, закономерности формирования рипплов на его поверхности.

Хорошо известно, что при облучении поверхности твердого тела атомарными ионами могут формироваться упорядоченные структуры [18,19]. Их появление объясняется развитием неустойчивости Бредли–Харпера [20], которая возникает из-за зависимости коэффициента распыления от локальной кривизны поверхности: впадины распыляются быстрее, чем выступы. Для описания насыщения роста структур и других эффектов были предложены различные нелинейные члены [21]. Однако в случае кластерных ионов выступы распыляются быстрее, чем впадины [1]. В результате, при нормальном облучении кластерными ионами можно добиваться сглаживания поверхности до субнанометровых значений шероховатости. Еще одна причина эффекта сглаживания — стимулирование латерального движения атомов вдоль поверхности при столкновении кластера с веществом. Прецизионное сглаживание поверхности кластерными ионами может быть особенно востребовано в случае ниобата лития [22], принимая во внимание многочисленные работы по изготовлению наноструктур на его поверхности с помощью со-фокусированного ионного пучка (ФИП) [23] или реактивного травления [24], что обычно приводит к высокой шероховатости поверхности.

Подчеркнем, что эффект формирования рипплов наклонным пучком кластерных ионов на сегодняшний день не имеет полного теоретического объяснения. Можно отметить только работу [25], в которой в качестве причины их возникновения рассматривалось асимметричное латеральное движение атомов поверхности. Возникновение рипплов на металлах и полупроводниках (золото, медь, кремний) экспериментально исследовалось в [26–28], причем было показано, что рипплы, перпендикулярные плоскости падения пучка, возникают в некотором диапазоне углов падения (приблизительно от  $30^\circ$  до  $70^\circ$  от нормали к поверхности). В целом, их амплитуда и длина волны имеют порядок от десятков до сотен нанометров и возрастают с увеличением флюенса

облучения. Формирование рипплов можно контролировать, задавая температуру мишени и изменяя таким образом соотношение между сглаживанием за счет изотропной диффузии и развитием шероховатости за счет кластерного облучения [29,30].

Возникновение рипплов на диэлектриках изучено в гораздо меньшей степени. Недавно исследования с использованием монокристалла титанилфосфата калия ( $\text{KTiOPO}_4$ , КТР) [31,32] показали, что рипплы возникают в низкоэнергетическом режиме облучения ( $12.5 \text{ eV/atom}$ ) и не возникают при энергии  $110 \text{ eV/atom}$ . В работе Ямады и др. [33] продемонстрирован рост рипплов, возникающих на пленке  $\text{SiO}_2$  на кремнии, с увеличением флюенса. Коэффициент распыления также зависит от флюенса, то есть изменяется по мере развития рельефа. Такой эффект широко обсуждается для распыления атомарными ионами [34,35], однако нам не известны другие работы, описывающие его для распыления кластерными ионами. Более того, коэффициенты распыления  $Y$  (среднее количество атомов, выбиваемых падающим ионом) и их зависимости от энергии кластера известны только для ограниченного набора веществ, хотя такие данные исключительно полезны для осуществления травления кластерными ионами. Эмпирические зависимости, описывающие зависимость  $Y$  от удельной энергии  $E/n$  (кинетическая энергия, приходящаяся на атом кластера) для этого набора материалов при фиксированном угле падения предложены в [36,37]. При этом данные о зависимости  $Y$  от угла падения  $\theta$  достаточно противоречивы. Первые измерения такой зависимости для металлов ( $\text{Cu}$ ,  $\text{Au}$ ) показали монотонное убывание  $Y \propto \cos(\theta)$  [38]. Позднее при численном моделировании было получено, что зависимость  $Y(\theta)$  монотонна в случае распыления исходного идеального кристалла  $\text{Ag}$ , однако приобретает слабо выраженный максимум при  $\theta \sim 30^\circ$  после модификации его поверхности некоторой дозой облучения [39]. Зависимость для  $\text{SiO}_2$  напоминала аналогичную зависимость для случая атомарных ионов и имела максимум приблизительно при  $60\text{--}70$  градусах [33].

Для описания топографии поверхности обычно используют значения средней ( $R_a$ ) или среднеквадратичной ( $R_{\text{rms}}$ ,  $\sigma$  или  $RMS$ ) шероховатости. Однако зачастую единственная статистическая величина не может предоставить достаточно информации о структуре поверхности, ее периодичности и т.д. Так, поверхности с одинаковыми значениями  $R_{\text{rms}}$  могут иметь различный характер рельефа. Функция спектральной плотности мощности (ФСПМ, PSD) несет больше информации и описывает два аспекта шероховатости: разброс высот относительно средней плоскости и латеральные размеры соответствующих неровностей [40,41]. В настоящей работе был проведен анализ эволюции рельефа, сформированного на поверхности  $\text{LiNbO}_3$  пучком кластерных ионов, с помощью формализма ФСПМ, более подробно описанного в разделе 3. Определены коэффициенты распыления  $Y$  ниобата лития кластерными ионами аргона,

и исследовано влияние поверхностной топографии на величину  $Y$ .

## 2. Материал и методы

Для экспериментов использовались коммерческие полированные пластины  $\text{LiNbO}_3$  конгруэнтного состава толщиной 0.5 mm (ООО Элан, Санкт-Петербург). Пластины были ориентированы в полярном направлении  $z$ , в экспериментах использовалась отрицательная поверхность  $Z$  — (отметим, что в предыдущем исследовании [11] зависимости коэффициента распыления и рельефа поверхности от полярности  $Z$ -среза пластин не наблюдалось). Образцы отмывались в ультразвуковой ванне в течение 10 минут последовательно в изопропиловом спирте и деионизованной воде.

Эксперименты по распылению осуществлялись на установке PHI 5000 VersaProbeII (ULVAC-PHI), оборудованной источником кластерных ионов аргона с энергиями до 20 keV. Было реализовано две геометрии эксперимента: при угле падения пучка на образец  $\theta = 0^\circ$  (нормальное падение) и  $\theta = 55^\circ$  (наклонное падение). Средний размер кластеров  $n$  составлял 2500 атомов.

Для исследования топографии образцов, облученных с различными флюенсами кластерных ионов, использовалось ускоряющее напряжение 20 kV. Кроме того, для определения влияния энергии ионов использовалось напряжение 10 kV. Пучок кластерных ионов сканировался в пределах прямоугольной области на поверхности образца. Ток ионов, измеренный с металлического держателя образцов, составлял 88 nA при ускоряющем напряжении 20 kV и 29 nA при напряжении 10 kV. Давление в камере образца составляло не более  $3 \cdot 10^{-8}$  Pa перед экспериментом и порядка  $10^{-5}$  Pa во время облучения. Во всех экспериментах по распылению осуществлялась компенсация зарядки поверхности низкоэнергетическими потоками электронов и ионов.

Глубина кратеров травления измерялась с помощью стилусного профилометра Alpha-Step IQ. Измеренная ширина кратера на полувысоте (FWHM) использовалась для определения флюенса ионного облучения.

Топография поверхности определялась методами атомно-силового микроскопии (АСМ) с помощью системы MFP-3D Stand Alone (Asylum Research, USA) в контактном режиме. Использовались кантилеверы NSG30/Pt (Tipsnano, Estonia) с резонансной частотой 240 kHz и жесткостью  $k = 20$  N/m. Размеры сканов с разрешением  $512 \times 512$  точек составляли  $5 \times 5 \mu\text{m}$ ,  $10 \times 10 \mu\text{m}$  и  $20 \times 20 \mu\text{m}$ , скорость сканирования 0.8 Hz. Направление сканирования совпадало с направлением падения кластерного пучка. Изображения анализировались с помощью пакета Gwyddion 2.58 (<http://www.gwyddion.net>) [42]. Данные сканов с различными размерами использовались для расчета объединенной ФСПМ. Такой подход позволил рассматривать диапазон пространственных длин волн от 0.31 до  $80 \mu\text{m}^{-1}$ .

Кроме того, одновременно с записью топографического сигнала регистрировался сигнал пьезоотклика. Для этого на зонд подавалось напряжение 3 V.

Топография поверхности образцов наблюдалась также в растровом электронном микроскопе (РЭМ) Zeiss Ultra55 в режиме сбора вторичных электронов. Запись изображения при энергии электронов 5 keV осуществлялась достаточно быстро для предотвращения искажений, вызванных зарядкой.

## 3. Методика вычислений

Изображение топографии поверхности в АСМ позволяет непосредственно рассчитать значение  $\sigma^2$  как средний квадрат отклонений высот, измеренных в  $N$  точках поверхности, от средней высоты

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{n=1}^N (h_n - \langle h \rangle)^2}. \quad (1)$$

Для более полного описания можно использовать ФСПМ. Она представляет собой квадрат преобразования Фурье профиля поверхности. Таким образом, она содержит информацию как о высоте, так и о латеральных размерах поверхностных структур. Кроме того, ФСПМ позволяет выявить пространственные частоты, соответствующие периодическим особенностям топографии, таким как рипплы.

В литературе используется несколько типов ФСПМ, определяемых по-разному. Двумерную функцию  $PSD_{2D}(k_x, k_y)$  можно записать как преобразование Фурье от автокорреляционной функции или как квадрат модуля преобразования Фурье от функции  $h(x, y)$ , описывающей топографию поверхности. Она дает более полную информацию о поверхности. Для изотропных поверхностей можно ввести радиальную ФСПМ  $PSD_{2D}(|\vec{r}|)$ . В нашем случае сильно анизотропной поверхности использовалась одномерная ФСПМ  $PSD_{1D}(k_x)$ , представляющая собой интеграл от  $PSD_{2D}(k_x, k_y)$  по  $k_y$  (с множителем, зависящим от использованной нормировки). В соответствии с определениями, функции  $PSD_{2D}$  имеют размерность  $\text{m}^4$ , в то время как размерность  $PSD_{1D}$  —  $\text{m}^3$ .

Математически „площади“ под графиками ФСПМ каждого типа совпадают (так же как они совпадают для функций  $PSD_{1D}(k_x)$  и  $PSD_{1D}(k_y)$ ) и равняются квадрату  $R_{\text{rms}}$  (снова, с учетом множителя, зависящего от нормировки). На практике эти значения могут различаться из-за эффектов, связанных с полосой пропускания пространственных частот, особенно в случае анизотропных поверхностей.

Итак, все ФСПМ в дальнейших рассуждениях — это  $PSD_{1D}$ . Для определения экспериментальной объединенной ФСПМ каждого образца вычислялось среднее геометрическое отдельных ФСПМ, определенных для

частично перекрывающихся сканов  $5 \times 5 \mu\text{m}$ ,  $10 \times 10 \mu\text{m}$  и  $20 \times 20 \mu\text{m}$  [43]:

$$PSD_{combined} = \left[ \prod_{j=1}^3 PSD_j \right]^{1/3}. \quad (2)$$

Для простоты использовалась формула среднего геометрического без учета весов, поскольку ФСПМ различных сканов в области перекрытия частот различались не сильно.

Экспериментальные, объединенные ФСПМ аппроксимировались суммой двух аналитических моделей.  $K$ -корреляционная модель (или модель  $ABC$ ) описывает поверхность со случайной шероховатостью. ФСПМ, даваемая моделью  $ABC$ , выражается как [44]:

$$PSD_{ABC} = \frac{A/2\pi}{(1 + (B/2\pi)^2 k^2)^{C/2}}, \quad (3)$$

где  $A$ ,  $B$  и  $C$  — параметры модели,  $k$  — пространственное волновое число. Уравнение (3) описывает монотонно убывающую с ростом частоты ФСПМ (изображаемую обычно в двойном логарифмическом масштабе). Параметр  $A$  описывает низкочастотный предел спектра. Физический смысл пологой части этой кривой заключается в том, что при таких измерениях в прямом пространстве отсутствуют значительные отклонения высоты. Параметр  $B$  определяет корреляционную длину, за пределами которой флуктуации высоты не коррелированы, и параметр  $C$  определяет наклон ФСПМ.

Учитывая используемую в пакете Gwyddion нормировку, среднеквадратичную шероховатость  $\sigma_{ABC}$  и корреляционную длину  $\tau_{ABC}$  в рамках этой модели можно рассчитать как [43,44]:

$$\sigma_{ABC}^2 = \frac{4\pi A'}{B^2(C-1)}, \quad \tau_{ABC}^2 = \frac{2(C-1)^2 B^2}{C}, \quad (4)$$

где  $A'$  — параметр двумерной ФСПМ  $PSD_{2D}(|\vec{r}|)$  [44]:

$$A' = \frac{AB}{2\sqrt{\pi}} \frac{\Gamma\left(\frac{C+1}{2}\right)}{\Gamma\left(\frac{C}{2}\right)}, \quad (5)$$

а  $\Gamma(\xi)$  — гамма-функция. Необходимо отметить, что такое определение  $\sigma_{ABC}$  применимо только к изотропным поверхностям (очевидно, что в противном случае двумерная ФСПМ не может быть восстановлена по одномерной). Поэтому мы предполагаем, что случайная шероховатость, описываемая моделью  $ABC$ , достаточно изотропна.

Локальные максимумы на графике ФСПМ, соответствующие таким структурам, как рипплы, хорошо описываются функцией Гаусса с максимумом, смещенным к ненулевому пространственному волновому числу  $k_{sh}$  [43,45]:

$$PSD_{sh} = \frac{\sigma_{sh}^2 \tau_{sh}}{4\sqrt{\pi}} \exp\left[-\frac{\tau_{sh}^2 (k - k_{sh})^2}{4}\right]. \quad (6)$$

В этой формуле  $\sigma_{sh}$  и  $\tau_{sh}$  — среднеквадратичная шероховатость и корреляционная длина, соответственно, связанные с частью рельефа, описываемого гауссовой моделью. Модели соответствует автокорреляционная функция в виде произведения функции Гаусса, умноженной на гармоническую волну. Период последней соответствует периоду поверхностных структур и определяется  $k_{sh}$ .

Использование суммы  $k$ -корреляционной функции и функций Гаусса позволило достичь хорошего соответствия с экспериментальными объединенными ФСПМ:

$$PSD_{sum} = PSD_{ABC} + \sum_{j=1}^n (PSD_{sh})_j, \quad (7)$$

где  $n$  — номер локального максимума.

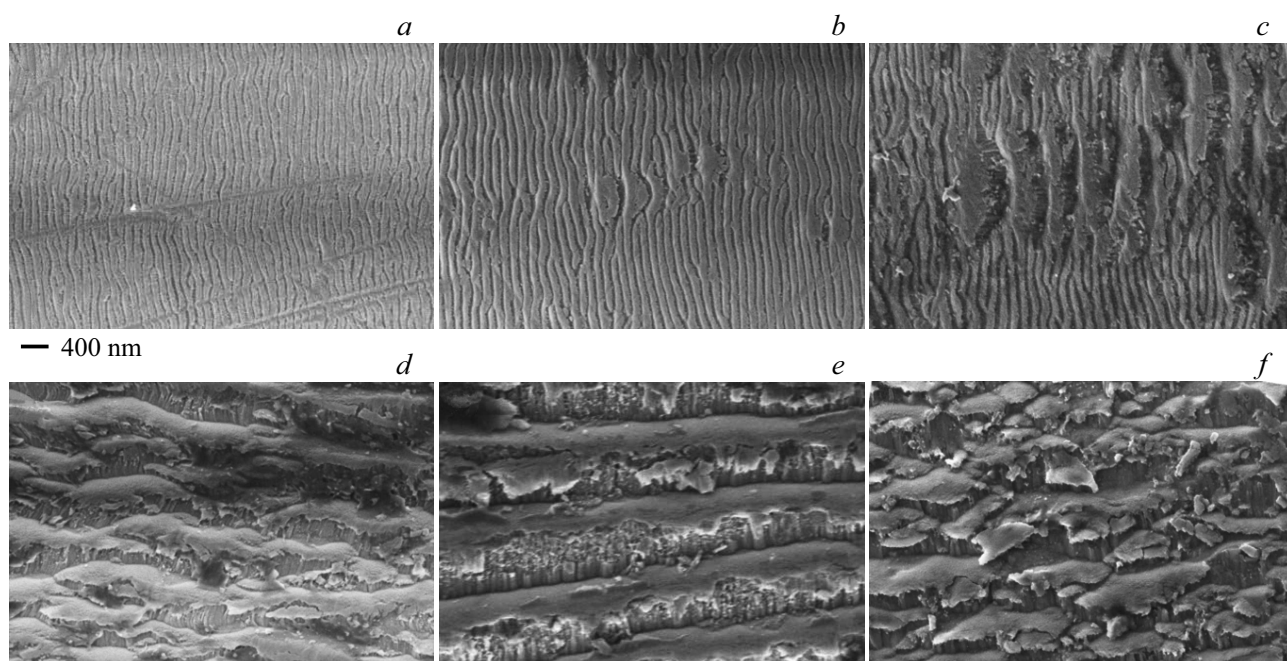
Подгонка параметров  $A$ ,  $B$ ,  $C$ ,  $k_{sh}$ ,  $\sigma_{sh}$ ,  $\tau_{sh}$  осуществлялась средствами EXCEL. пространственная длина волны  $\lambda_{sh}$  определялась как  $2\pi/k_{sh}$ .

## 4. Результаты и обсуждение

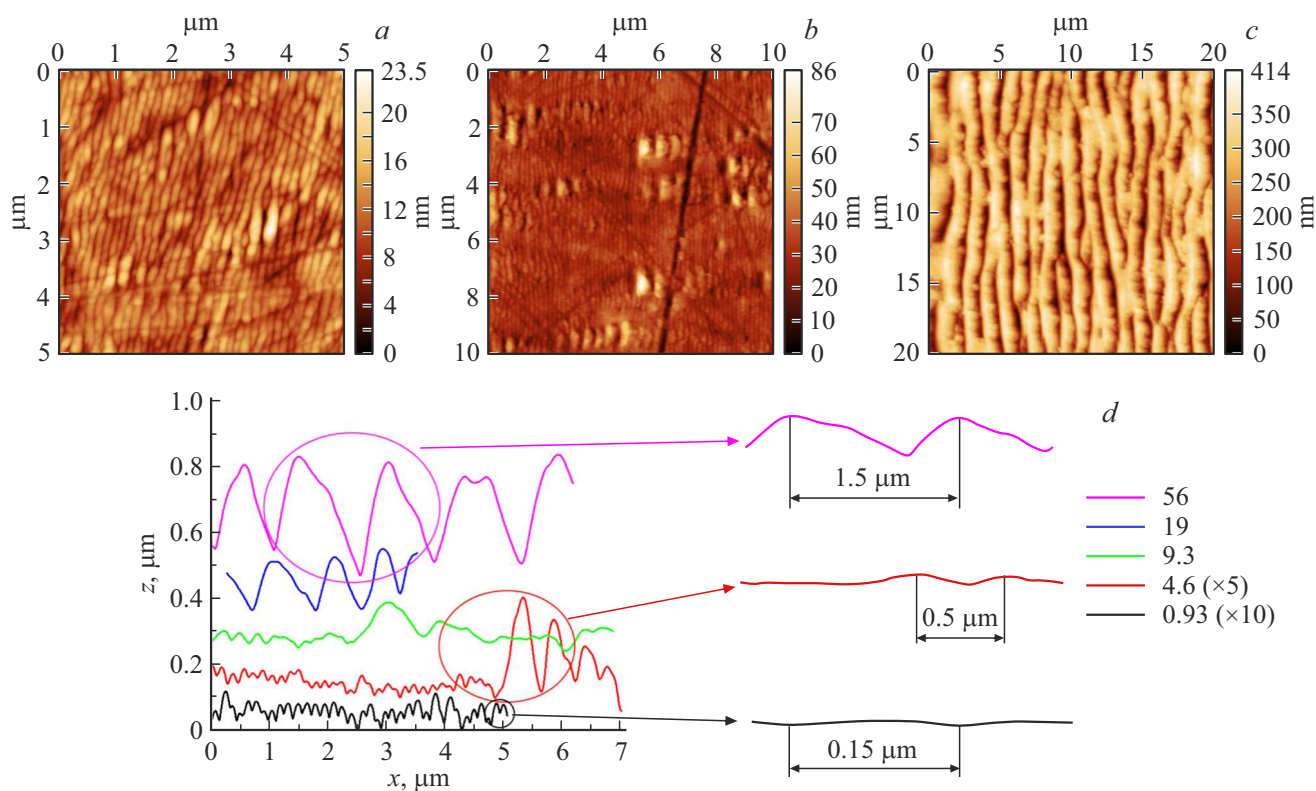
### 4.1. Топография поверхности

Прежде всего, рассмотрим эволюцию топографии поверхности при наклонном падении кластерных ионов и фиксированной их энергии. Изображения РЭМ поверхности ниобата лития после распыления кластерными ионами с энергией 20 keV при различных флюенсах показаны на рис. 1. Хотя такие изображения не дают количественной информации о топографии, они очень полезны для качественного наблюдения формы рельефа. Наименьший из использованных флюенсов ( $0.93 \cdot 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup>) привел к образованию упорядоченных рипплов со средней длиной волны около 100–150 nm. Их волновой вектор лежит в плоскости падения ионного пучка. Рипплы однородно покрывают всю поверхность. Видно несколько царапин, оставшихся после полировки поверхности, причем эти царапины не оказывают заметного влияния на форму рипплов.

С увеличением флюенса (рис. 1, *b, c*), возникает вторая мода рипплов с большей длиной волны. Интересно, что в отличие от первой моды, такие рипплы распределены по поверхности неоднородно. Их появление нельзя связать с царапинами или какими-либо другими изначально существовавшими зародышами, видимо, они развились в результате локальной неустойчивости. При наибольших флюенсах (рис. 1, *d, e*) рипплы снова становятся однородными, их длина волны около 0.5–1.5  $\mu\text{m}$ . Между гребнями волн на рис. 1, *d* видна тонкая структура в виде линий дрейфа [11,17,46], в то время как сторона волн, обращенная к ионному пучку, остается довольно гладкой. На рис. 1, *e* гребень верхней волны сломан, что говорит о том, что он нависал над поверхностью. Тонкая структура имеет вид линий дрейфа только в конце задних склонов волн.



**Рис. 1.** РЭМ изображения поверхности ниобата лития после распыления кластерными ионами при наклонном падении ( $\theta = 55^\circ$ ) с энергией 20 keV и флюенсами  $0.93 \cdot 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup> (a),  $4.6 \cdot 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup> (b),  $9.3 \cdot 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup> (c),  $19 \cdot 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup> (d),  $56 \cdot 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup> (e) и с энергией 10 keV и флюенсом  $33 \cdot 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup> (f). Направление падения ионов — слева для изображений (a–c) и сверху для изображений (d–e).



**Рис. 2.** АСМ изображения областей, облученных флюенсами  $0.93 \cdot 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup> (a),  $4.6 \cdot 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup> (b),  $56 \cdot 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup> (c). Профили поверхностей (d), флюенсы даны в единицах  $10^{16}$  ион/см<sup>2</sup>. Показаны реальные формы профилей. Направление падения ионов — слева.

**Таблица 1.** Параметры аппроксимации ФСПМ.  $\sigma$  — среднеквадратичная шероховатость,  $\tau$  — корреляционная длина,  $\lambda$  доминирующая длина волны рипплов,  $h$  — размах высоты рипплов, оцененный непосредственно из профилей АСМ.

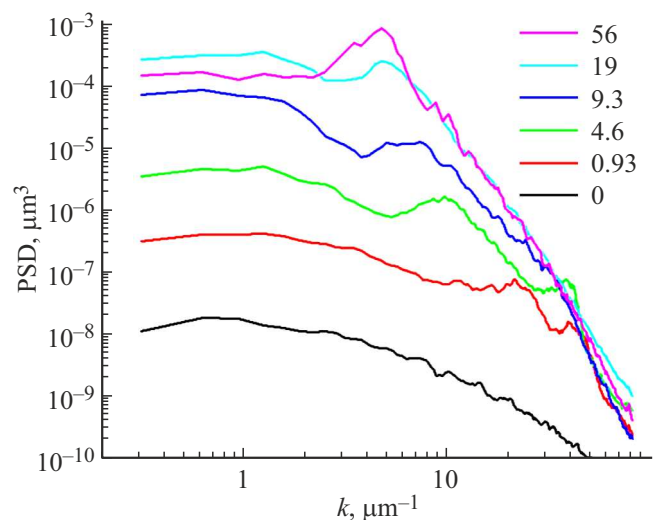
Флюенс, $10^{16}$ ions/cm <sup>2</sup>	$\sigma_{tot}$ , nm	$\sigma_{ABC}$ , nm	$\tau_{ABC}$ , nm	Характеристики рипплов, nm		
				$\lambda_{sh}$	$\sigma_{sh}$	$h$
0	0.43	0.4	245			
0.93	2.5	1.8	126	151	0.50	4–8
				286	0.85	
4.6	7.0	4.7	151	165	1.1	4–10
				650	3.2	20–60
9.3	20	12	201	220	1.4	20–40
				900	9.2	50–130
19	55	39	327	816	14	140–180
				1210	28	
56	69	39	282	1370	57	250–350
10 keV, $33 \cdot 10^{16}$ ions/cm <sup>2</sup>	18	19	276	546	4.2	25–60
				873	7.8	

На рис. 2 показаны атомно-силовые изображения этих же образцов и профили поверхности, полученные из данных АСМ. Размах высоты рипплов при наименьшем флюенсе составляет 4–8 nm. При увеличении флюенса высота рипплов слегка увеличилась, видно возникновение второй моды рипплов с большими длинами волн и высотой около 20–60 nm. При максимальном флюенсе размах высоты составляет 250–350 nm. Форма рипплов асимметричная. Сторона, обращенная к ионному пучку, становится практически перпендикулярной к его направлению, а противоположная сторона приближается к направлению падения пучка, то есть к такому состоянию, когда она затеняется гребнем волны.

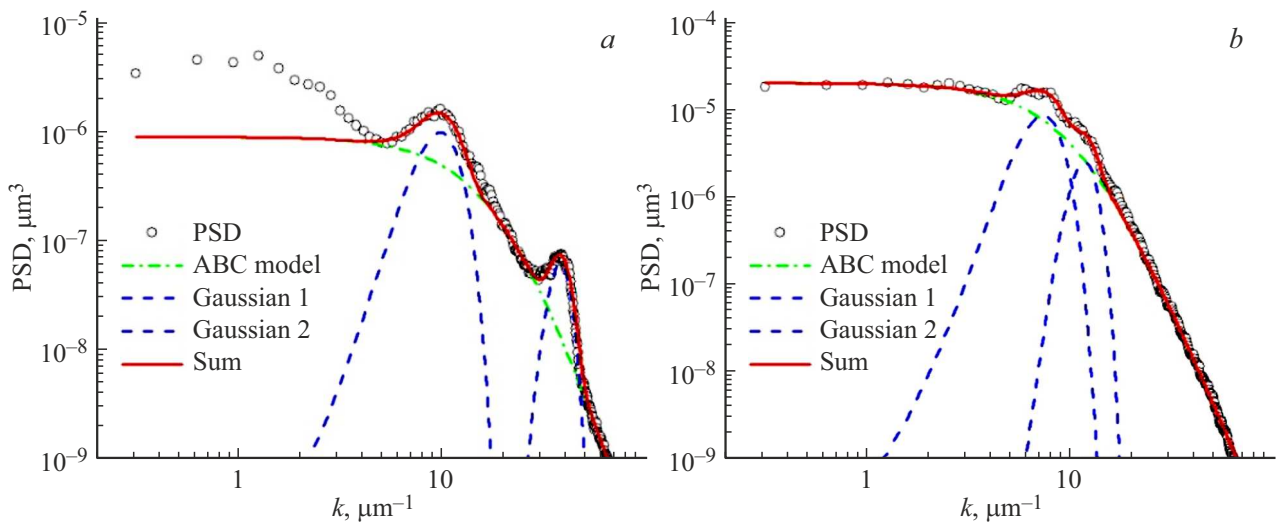
Приведенное описание может быть достаточно субъективным, в то время как статистический анализ позволяет определить количественные характеристики топографии. На рис. 3 показаны экспериментальные объединенные ФСПМ облученных образцов и исходной поверхности.

Все экспериментальные кривые демонстрируют черты модели ABC (3). Кроме того, локальные максимумы говорят о наличии периодических структур, то есть рипплов; они соответствуют гауссовым функциям (6). Увеличение флюенса приводит к росту амплитуды ФСПМ и сдвигу локальных максимумов в область больших длин волн. ФСПМ исходной поверхности на несколько порядков меньше, чем после облучения. Следовательно, начальная шероховатость полированной поверхности сама по себе не вносит вклад в функции спектральной плотности мощности, анализ которых приведен далее.

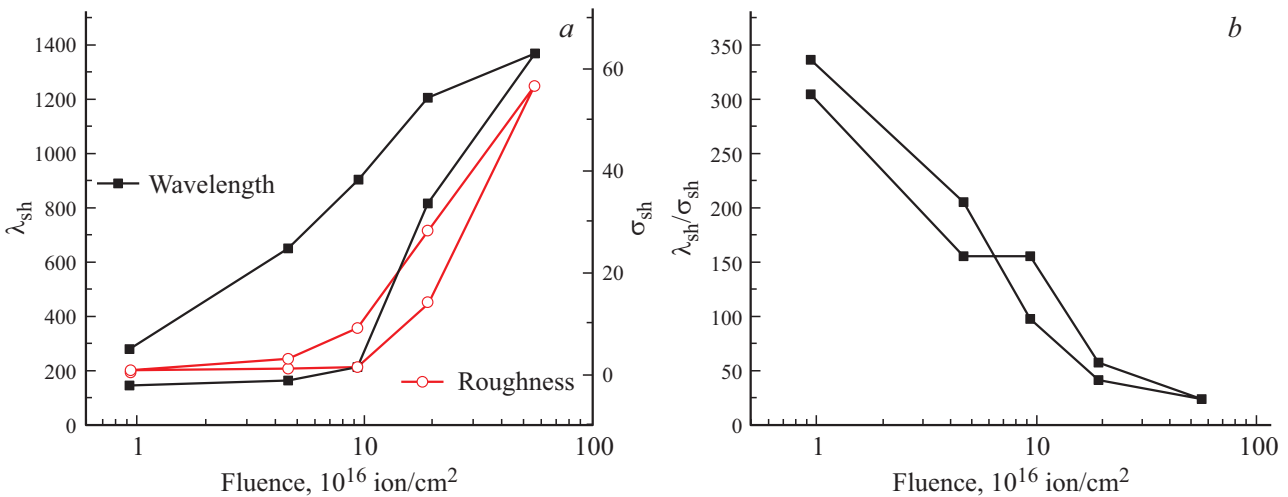
Суммирование  $k$ -корреляционной модели и гауссовых функций для аппроксимации экспериментальных ФСПМ, рис. 4, позволило получить хорошее качество аппроксимации, за исключением низкочастотной области для образцов с малыми флюенсами. Эта область частот от 0.3 до  $3 \mu\text{m}^{-1}$  соответствует длинам волн от 2.1 до  $21 \mu\text{m}$  и содержит первые 10 точек, которые наименее достоверны. Полученные параметры аппроксимации приведены в табл. 1. Значения  $\sigma_{tot}$ , приведенные



**Рис. 3.** Экспериментальные объединенные ФСПМ образцов ниобата лития, облученных кластерами  $\text{Ar}_{2500}^+$  с энергией 10 keV при наклонном падении (приведены флюенсы в единицах  $10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup>) и исходного образца (флюенс 0).



**Рис. 4.** Аппроксимация экспериментальной объединенной ФСПМ суммой  $k$ -корреляционной модели и гауссовых функций для образцов, облученных с флюенсами  $4.6 \cdot 10^{16} \text{ ion/cm}^2$  при 20 keV (a) и  $33 \cdot 10^{16} \text{ ion/cm}^2$  при 10 keV (b).



**Рис. 5.** Зависимость параметров рипплов от флюенса.

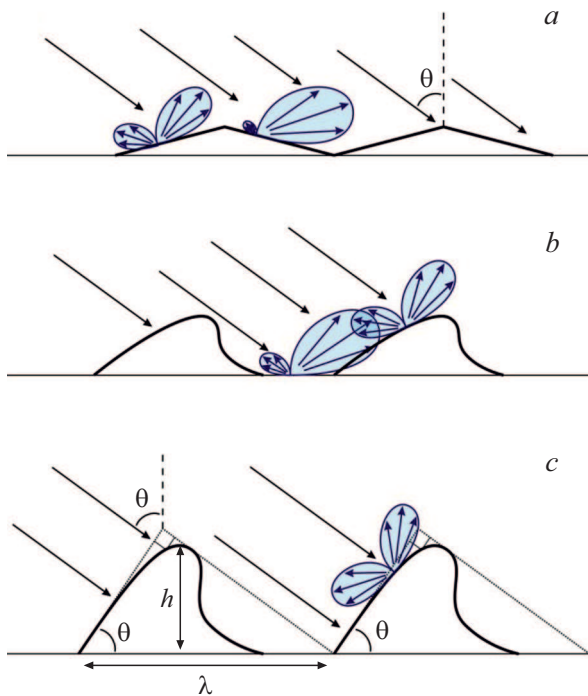
в таблице — это среднеквадратичные шероховатости, вычисленные по площади под соответствующей объединенной ФСПМ. В целом эти значения немного выше, чем значения, вычисленные из параметров аппроксимации как

$$\left( \sigma_{ABC}^2 + \sum_i (\sigma_{sh})_i^2 \right)^{1/2}, \quad (8)$$

в частности, из-за того, что сумма  $k$ -корреляционной модели и гауссовых функций недооценивает ФСПМ в нескольких первых точках, как показано на рис. 4, a. Значения  $\sigma_{tot}$  также хорошо соответствуют среднеквадратичной шероховатости, рассчитанной непосредственно из данных ACM с помощью (1), что говорит о корректности наших предположений относительно  $PSD_{1D}$ .

Как видно из табл. 1 и рис. 5, a, доминирующая длина волны рипплов ( $\lambda_{sh}$ ) и связанная с ними шероховатость

( $\sigma_{sh}$ ) возрастают с увеличением флюенса. Наблюдается переход от небольших рипплов с  $\sigma_{sh} \sim 0.5\text{--}0.85 \text{ nm}$  и длиной волны 150–300 nm к объединенным структурам с длиной волны более чем 500 nm, и затем к большим рипплам с  $\sigma_{sh} \sim 60 \text{ nm}$  и длиной волны более 1.2 μm. Значения  $\lambda_{sh}$ , приведенные в табл. 1, совпадают с предыдущим качественным описанием. Что касается значений  $\sigma_{sh}$ , напомним, что для гармонической волны размах высоты в 2.8 раз превышает среднеквадратичную шероховатость. Значения  $h$ , приведенные в табл. 1, более чем в 2 раза превышают соответствующие  $\sigma_{sh}$ , поскольку (i) форма рипплов в целом далека от гармонической (как видно из рис. 2) и (ii) рипплы не всегда покрывают поверхность полностью (как мода с  $\lambda_{sh} = 650 \text{ nm}$  при флюенсе  $4.6 \cdot 10^{16} \text{ ion/cm}^2$ , рис. 2, b). Таким образом,  $\sigma_{sh}$  можно использовать для описания статистических характеристик рипплов, но не их реальных высот. Наряду



**Рис. 6.** Схематическое изображение распыления и пересадки при малых флюенсах (*a*), промежуточных флюенсах (*b*) и при затенении гребнем волны при больших флюенсах (*c*). Стрелками показаны направления падения кластеров и распыленного вещества.

с рипплами, возрастает и шероховатость, связанная с  $k$ -корреляционной моделью.

Продолжая обсуждение полученных результатов, подчеркнем, что ни только АСМ, и ни только РЭМ не могут дать исчерпывающую картину топографии. Так, изображения РЭМ показывают, что при значительных флюенсах передняя часть волны довольно гладкая (хотя на ней видна структура, образованная, видимо, в результате перекрытия кратеров от отдельных кластеров). На заднем склоне видны линии дрейфа вдоль направления движения кластеров, образованные в результате пересадки и перераспределения атомов мишени.

Статистический анализ изображений АСМ дает количественную информацию о высотах рипплов (хотя их форма при высоком аспектном отношении может искажаться формой зонда). Передний склон волн при высоких флюенсах, практически перпендикулярен к поверхности. Геометрические вычисления показывают, что при угле падения  $\theta = 55^\circ$  выступ с высотой  $h$  затеняет начало следующего выступа, если расстояние между ними  $\lambda$  равняется  $2.13h$  (рис. 6, *c*). Измеренные отношения  $\lambda_{sh}/h$  уменьшаются с ростом флюенса от 25 до 4–5. Последние значения все еще больше, чем 2.13, но можно ожидать дальнейшего уменьшения  $\lambda_{sh}/h$  вплоть до выхода на стационарное значение. Конечно, это не значит, что в стационарном состоянии прекратится рост

высоты рипплов. Монотонное убывание  $\lambda_{sh}/\sigma_{sh}$  показано также на рис. 5, *b*.

Известно, что угловые распределения вещества, распыленного кластерными ионами имеют латеральный характер, то есть большая часть вещества эмитируется под большими углами от локальной нормали к поверхности. Угловые распределения становятся сильно асимметричными при наклонном падении кластеров [47]. Таким образом, эволюцию рипплов можно описать как показано на рис. 6. При больших  $\lambda/h$  (то есть малых флюенсах) вещество, распыленное из задних склонов волн, пересаживается на передние склоны таким образом, что впадины расплываются быстрее (ср. с [25]). Накопление этого вещества приводит к росту выступов, в некоторый момент их гребни начинают нависать над задним склоном. И наконец, когда отношение  $\lambda/h$  близко к условию затенения, общее направление потока пересаживаемого вещества меняется на противоположное. Это объясняет структуру между рипплами на рис. 1, *e*: появляются линии дрейфа, направленные вдоль заднего склона волны к ее гребню и взаимодействующие с линиями, изначально направленными от гребня вниз.

Рассмотрим далее, как на формирование рипплов влияет энергия кластеров. Из рис. 1, *f* видно, что при меньшей энергии форма рипплов сохраняет те же черты. Количественный анализ (рис. 4, *b*, рис. 5, *b* и табл. 1) позволяет получить параметры шероховатости. В целом, рипплы имеют достаточно большую длину и малую высоту. Однако имеет смысл сравнивать рипплы, полученные не при одинаковых флюенсах, а при одинаковом количестве распыленного вещества. Это позволило бы сравнить вклады распыления и пересадки в процесс формирования рельефа. Поэтому рассмотрим далее коэффициенты распыления ниобата лития газовыми кластерными ионами.

## 4.2. Коэффициенты распыления

Одной из задач работы было исследование коэффициентов распыления  $Y$  ниобата лития кластерными ионами и их связь с шероховатостью поверхности. Данные о  $Y$  позволяют лучше понять механизмы распыления кластерными ионами и формирования рипплов; кроме того, они ценны сами по себе для оптимизации процессов травления, сглаживания и очистки поверхности.

Коэффициент распыления кластерными ионами сильно меняется с увеличением их размера. Средний размер кластеров в наших экспериментах составлял 2500 атомов, однако даже для одинаковых средних размеров  $Y$  может различаться из-за различных распределений кластеров по размеру. Точное распределение кластеров в пучке, создаваемом источником ULVAC-PHI неизвестно. Поэтому для того, чтобы наши данные о коэффициентах распыления были более релевантны, также были проведены измерения коэффициента распыления материала с известной зависимостью  $Y(E/n)$  и проведено сравнение результатов с данными литературы.



**Таблица 2.** Коэффициенты распыления ниобата лития кластерными ионами  $\text{Ar}_{2500}^+$ 

Параметры распыления	Флюенс, $10^{16}$ ion/cm <sup>2</sup>	Глубина кратера, nm	$Y$ , at/ion	$\sigma_{tot}$ , nm
Исходная поверхность	0	–	$34 \pm 5$	0.43, царапины
10 keV, $0^\circ$	59	45	$0.72 \pm 0.1$	< 0.1, без царапин
10 keV, $55^\circ$	33	–20 (измеренная) 40 (оценка)	–	18
20 keV, $0^\circ$	97	2280	$22 \pm 2$	0.1, царапины
20 keV, $55^\circ$	0.93	34	$34 \pm 5$	2.5
	4.6	162	$30 \pm 4$	7.0
	9.3	300	$28 \pm 2$	20
	19	585	$25 \pm 2$	55
	56	1492	$23 \pm 2$	69

С этой целью были проведены измерения  $Y$  для пленок  $\text{SiO}_2$  толщиной 100 nm, термически выращенных на кремнии. В использованной методике измерений определяется объем удаленного материала. Если  $Y$  не меняется с флюенсом  $F_{ion}$ , толщина удаленного слоя  $z$  связана с коэффициентом распыления простым соотношением

$$z = \frac{F_{ion}}{n_{at}} Y = \frac{It/eS}{n_{at}} Y, \quad (9)$$

где  $I$  — измеренный ионный ток,  $t$  — время распыления,  $S$  — площадь кратера (по его размерам на полувысоте, определенным профилометром). В случае нелинейной зависимости  $z(F_{ion})$ ,  $Y(F_{ion})$  можно вычислить как локальный наклон этой зависимости (при расчете использовалось среднее от односторонних производных). В расчетах принималось, что каждый кластер переносит один элементарный заряд, атомная плотность  $n_{at}$  принималась равной  $6.6 \cdot 10^{22} \text{ cm}^{-3}$  для  $\text{SiO}_2$  и  $9.46 \cdot 10^{22} \text{ cm}^{-3}$  для  $\text{LiNbO}_3$ .

Флюенс, необходимый для удаления пленки  $\text{SiO}_2$  толщиной 100 nm (то есть при фиксированном  $z = 100 \text{ nm}$ ), оценивался с помощью измерений РФЭС, осуществлявшихся параллельно с распылением. Принималось, что он соответствует уменьшению интенсивности линии O 1s в два раза. Рассчитанные коэффициенты распыления равнялись 4.3 и 7.2 для 20 keV  $\text{Ar}_{2500}^+$  при нормальном падении ( $\theta = 0^\circ$ ) и наклонном падении ( $\theta = 55^\circ$ ), соответственно. Ямада и др. сообщали о значении  $Y = 3$  для 20 keV  $\text{Ar}_{3000}^+$  при нормальном падении и изменении  $Y$  с ростом флюенса (т.е. с развитием шероховатости) от 23 до 13 при  $\theta = 60^\circ$  [33]. Эмпирическая формула, предложенная Сихом [37], дает  $Y = 17.5$  для 8 eV/atom при  $\theta = 45^\circ$  (флюенс неизвестен). Данные о коэффициентах распыления проанализированы также в [48]. Таким образом, наши измерения коэффициента распыления  $\text{SiO}_2$  достаточно хорошо соответствуют данным литературы.

Кроме того, надо подчеркнуть, что на дне кратера, полученного при  $\theta = 55^\circ$ , наблюдались рипплы, что снижает точность определения  $Y$  методом, основанным на измерениях времени удаления пленки по сигналу РФЭС. Для определения  $Y$  пластины ниобата лития использовался стилусный профилометр и принимались во внимание размеры рипплов по данным АСМ, что повышает точность эксперимента.

Измерения коэффициентов распыления ниобата лития при нормальном падении дали значения 0.71 для энергии 10 keV и 22 для 20 keV. В обоих случаях поверхность стала более гладкой (табл. 2). Но хотя кластерами с энергией 20 keV было удалено гораздо больше материала, на поверхности остались заметны царапины. Облучение с энергией 10 keV позволило удалить царапины.

Формы кратеров, вытравленных на  $\text{LiNbO}_3$  кластерами с энергией 10 keV при нормальном и наклонном падении, показаны на рис. 7. Удивительно что при наклонном падении глубина кратера „отрицательна“ (что отражено также в табл. 2).

Такой результат легко интерпретировать как гребни рипплов, выросшие за пределы кратера. Латерального разрешения профилометра недостаточно для того, чтобы разрешить отдельные рипплы, и профилометр показывает выступ вместо кратера. Этот результат демонстрирует, что рост рипплов происходит не за счет различия в локальных коэффициентах распыления (как в теории Бредли–Харпера для атомарных ионов), а подразумевает интенсивное перераспределение вещества и его накопление в выступах. Вещество осаждается на выступы быстрее, чем распыляется из них. Еще один вывод заключается в том, что определение коэффициента распыления с помощью профилометра может значительно исказить результаты. То же можно сказать и о методах, основанных на измерении толщины пленок (эллипсометрия [48], определение флюенса, необходи-

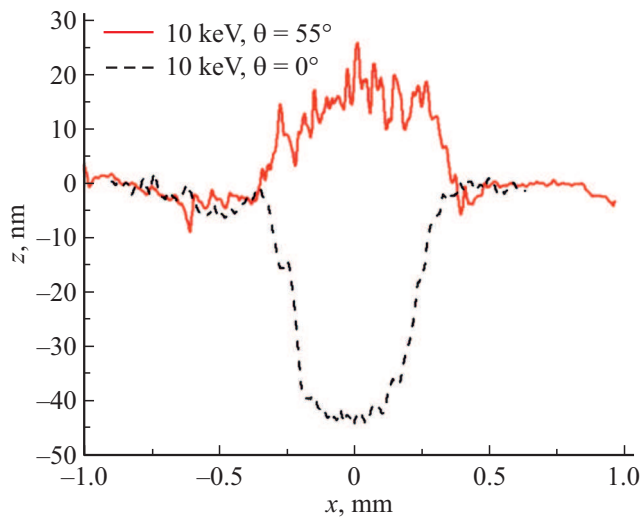


Рис. 7. Формы кратеров травления по данным профилометра.

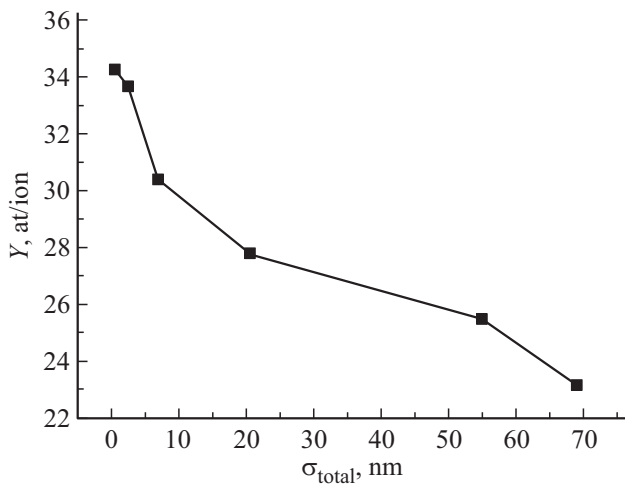


Рис. 8. Зависимость коэффициента распыления кластерами  $\text{Ar}_{2500}^+$  20 keV при  $\theta = 55^\circ$  от шероховатости поверхности.

мого для удаления пленки, с помощью МСВИ или РФЭС [49]). Методы, основанные на прямом измерении распыленной массы (кварцевый микробаланс [36]) более надежны в этом отношении.

Далее была исследована эволюция коэффициента распыления с ростом флюенса в случае наклонного падения кластеров с энергией 20 keV. Для более точного расчета  $Y$  принималась во внимание топография дна кратера по данным АСМ. При низком флюенсе  $Y(55^\circ) = 34$ , что в 1.5 раз выше, чем  $Y(0^\circ)$ . С ростом флюенса значение  $Y$  уменьшалось до 23, то есть практически до значения при нормальном падении, хотя, конечно, нельзя утверждать, что достижение значения  $Y(0^\circ)$  — это общее правило. Причина изменения коэффициента распыления — развитие шероховатости поверхности. Корреляция между среднеквадратичной шероховатостью и  $Y$  показана на рис. 8.

Теоретически рассматривая влияние топографии поверхности на коэффициент распыления атомарными ионами, Макеев и Барабаси [50] на основе теории Зигмунда провели интегрирование энерговклада иона в искривленную поверхность (аналогично тому, как рассматривается формирование рельефа в рамках теории Бредли–Харпера). Они обнаружили, что кривизна поверхности может как уменьшать, так и увеличивать  $Y$ . В случае кластерных ионов можно рассмотреть несколько механизмов, влияющих на коэффициент распыления шероховатой поверхности.

1) Зависимость  $Y$  от локального угла падения.

Считалось, что  $Y$  монотонно падает с увеличением угла [38]. Тем не менее, по крайней мере для таких материалов, как  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{KTiOPO}_4$  [31] and  $\text{LiNbO}_3$  теперь известно, что эта зависимость имеет выраженный максимум при ненулевых углах. Таким образом, при высоких флюенсах (рис. 6, с) кластерный ион, налетающий на переднюю сторону выступа, вызывает меньшее распыление. Предполагая, что для плоской поверхности  $Y(55^\circ)/Y(0^\circ) = 1.5$ , получим, что этот эффект приведет к уменьшению коэффициента распыления поверхности с выраженными рипплами в 1.5 раз.

2) Блокировка распыленных атомов.

Распределение вещества, распыленного кластерным ионом, является латеральным, поэтому захват этого вещества выступами на поверхности более значителен, чем в случае атомарных ионов. Для случая, показанного на рис. 6, с, до половины распыленного вещества будет переосаждаться, еще сильнее уменьшая коэффициент распыления.

3) Влияние кривизны поверхности.

Длина передних склонов рипплов (100–200 nm) заметно превосходит размер области взаимодействия кластера с веществом ( $\sim 10$  nm) [51]. Однако часть кластеров сталкиваются с вершинами выступов, что приведет к росту коэффициента распыления. Точный вид зависимости  $Y$  от кривизны поверхности неизвестен, поэтому вклад этого механизма оценить не представляется возможным.

Определение коэффициентов распыления позволяет сравнить эффективность формирования рипплов при различных энергиях кластеров. Считая, что  $Y(55^\circ, 20 \text{ keV})/Y(0^\circ, 20 \text{ keV}) = Y(55^\circ, 10 \text{ keV})/Y(0^\circ, 10 \text{ keV})$  (конечно, это достаточно грубая оценка), получим, что количество материала, удаленное при 10 keV,  $55^\circ$  соответствует глубине 40 nm (табл. 2). Различие между этой оценкой и измеренной глубиной (–20 nm) согласуется с высотой рипплов 60 nm, приведенной в табл. 1. Основные длины волн — 546 nm и 873 nm (табл. 1). Данные для распыления с энергией 20 keV показывают, что при этой энергии для образования рипплов с такой же длиной волны необходимо удалить 200–300 nm материала. То же самое можно сказать о значениях  $\sigma_{sh}$ . Таким образом, хотя для формирования рипплов при меньшей энергии кластеров требуются большие флюенсы, при этом необходимо распылить

меньшее количество материала. Перераспределение массы становится более значимым по сравнению с собственно распылением. По той же причине облучение поверхности кластерами при  $\theta = 0^\circ$ , 10 keV привело к удалению царапин в результате перераспределения массы. Влияние энергии на формирование рипплов можно сравнить с данными [32], где энергия и размер кластеров менялись одновременно, и в режиме высокой удельной энергии рипплов обнаружено не было.

#### 4.3. Локальный пьезоотклик поверхности с рипплами

На рис. 9 показаны распределения пьезооткликов исходной поверхности и поверхности с наиболее выраженными рипплами. Левое плечо кривой, соответствующей облученной поверхности, возникло из-за значительной шероховатости поверхности. Зонд реагировал на резкие перепады высот, что ошибочно интерпретировалось системой как результат деформации под действием приложенного напряжения.

Максимум распределения практически не изменил своего положения, следовательно, уровень пьезоотклика почти не изменился в результате образования рипплов с высотой 300 нм. Отметим, что разрешение методики по глубине на ниобате лития было исследовано в [52], где было показано, что поврежденный поверхностный слой толщиной  $0.4 \mu\text{m}$  полностью маскирует сигнал пьезоотклика, а гораздо более тонкий слой заметно ослабляет его. Поэтому можно сделать вывод, что поврежденный слой вещества, неизбежно покрывающий облучаемую поверхность, достаточно тонкий. Поверхность ниобата лития, покрытая рипплами, сохраняет пьезоэлектрические свойства и может использоваться в нелинейной оптике, устройствах на основе поверхностных акустических волн и т. д.

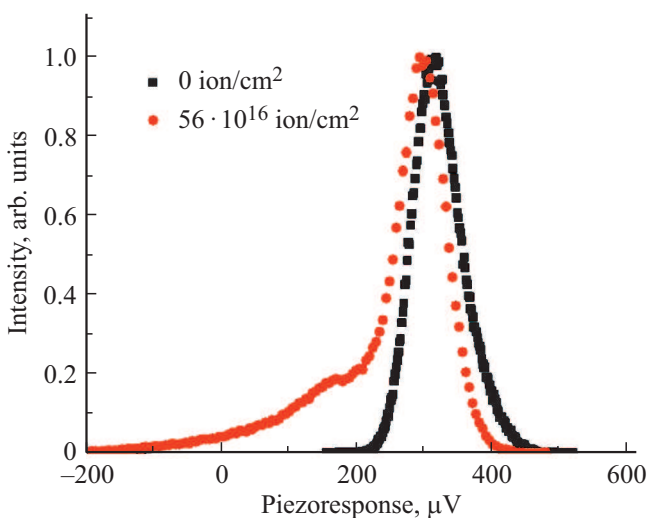


Рис. 9. Распределения сигнала пьезоотклика исходной поверхности и поверхности с наиболее выраженными рипплами.

## 5. Заключение

Детально исследованы рипплы, возникающие на поверхности ниобата лития при облучении кластерными ионами. Показан их рост до высоты 350 нм и длины волны  $1.4 \mu\text{m}$ . Отношение длины волны к высоте уменьшалось, хотя значение соответствующее условию затенения, достигнуто не было. С увеличением флюенса наклон переднего склона выступов приближался к перпендикуляру к направлению падения ионов, а задний склон ориентировался вдоль пучка. Обнаружено бимодальное распределение рипплов по длинам волн, особенно заметное при небольших флюенсах, и не наблюдавшееся ранее на других материалах.

Определены коэффициенты распыления ниобата лития кластерными ионами при углах падения  $0^\circ$  и  $55^\circ$  от нормали к поверхности. Коэффициент распыления при наклонном падении  $Y(55^\circ)$  в 1.5 раза превосходил  $Y(0^\circ)$ , причем по мере развития рипплов он уменьшался до значения  $Y(0^\circ)$ . Предложены механизмы, ответственные за такое изменение коэффициента распыления: это зависимость  $Y$  от локального угла падения, блокировка эмитированных атомов и влияние кривизны поверхности.

Рипплы, сформированные при энергии кластеров 10 keV, выступали из кратера травления, что привело к „отрицательной“ глубине кратера по данным стилусного профилометра. Этот результат подчеркивает, что рельеф поверхности особенно важно учитывать при определении коэффициентов распыления кластерными ионами. Кроме того, он показывает важность вклада процесса перераспределения материала в формирование рипплов по сравнению с собственно распылением.

Полученные результаты говорят в пользу механизма формирования рипплов, предложенного Поставой и др. [25] и основанного на зависящем от локальных углов перераспределении массы. Однако отметим, что при больших флюенсах нелокальное перераспределение в результате осаждения распыленного вещества преобладает над локальным. Важную роль играет также распыление: поскольку  $Y$  при прямом локальном угле падения кластера меньше, а при остром, в начале формирования рипплов их передний склон распыляется медленнее, чем противоположный.

По данным микроскопии пьезоотклика, поверхности ниобата лития, покрытые рипплами, сохранили пьезоэлектрические свойства практически без изменений.

#### Финансирование работы

Работы по облучению поверхности и атомно-силовые измерения поддержаны Министерством науки и высшего образования РФ в рамках государственного задания (фундаментальные исследования, проект FSME-2020-0031 (0718-2020-0031)).

Работы по исследованию образцов методами РЭМ и формальному анализу выполнены при поддерж-

ке Российского научного фонда, проект 21-79-10224, <https://rscf.ru/project/21-79-10224/>

### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

### Список литературы

- [1] I. Yamada. *Mater. Sci. Eng. R* **34**, 231 (2001). [https://doi.org/10.1016/S0927-796X\(01\)00034-1](https://doi.org/10.1016/S0927-796X(01)00034-1)
- [2] А.Е. Иешкин, А.Б. Толстогузов, Н.Г. Коробейшиков, В.О. Пеленович, В.С. Черныш. *УФН* **192**, (2022). <https://doi.org/10.3367/UFNr.2021.06.038994> [А.Е. Ieshkin, A.B. Tolstoguzov, N.G. Korobeishchikov, V.O. Pele-novich, V.S. Chernysh. *Uspekhi Fiz. Nauk.* (2022).] <https://doi.org/10.3367/UFNr.2021.06.038994>
- [3] I. Yamada, J. Matsuo, N. Toyoda, T. Aoki, E. Jones, Z. Insepov. *Mater. Sci. Eng. A* **253**, 249 (1998). [https://doi.org/10.1016/s0921-5093\(98\)00733-3](https://doi.org/10.1016/s0921-5093(98)00733-3)
- [4] А.Е. Иешкин, А.А. Шемухин, Ю.А. Ермаков, В.С. Черныш. *Вестн. МГУ. Физика, астрономия* **1**, 72 (2016). <https://doi.org/10.3103/S0027134916010082>
- [5] V.S. Chernysh, A.E. Ieshkin, D.S. Kireev, A. V. Nazarov, A.D. Zavgelsky. *Surf. Coatings Technol.* **388**, 125608 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.125608>
- [6] A. Delcorte, V. Delmez, C. Dupont-Gillain, C. Lauzin, H. Jefford, M. Chundak, C. Poleunis, K. Moshkunov. *Phys. Chem. Chem. Phys.* **22**, 17427 (2020). <https://doi.org/10.1039/d0cp02398a>
- [7] J.Y. Baek, S.M. Choi, S.J. Lee, B.K. Min, H.S. Kang, D.C. Choo, J.Y. Sung, J.S. Jin, M.C. Choi. *Appl. Surf. Sci.* **507**, 144887 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2019.144887>
- [8] O. Romanyuk, I. Gordeev, A. Paszuk, O. Supplie, J.P. Stoeckmann, J. Houdkova, E. Ukrainsev, I. Bartoš, P. Jiř íček, T. Hannappel. *Appl. Surf. Sci.* **514**, 145903 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2020.145903>
- [9] D.F. Yancey, C. Reinhardt. *J. Electron Spectros. Rel. Phenomena* **231**, 104 (2019). <https://doi.org/10.1016/j.elspec.2018.01.005>
- [10] А.Е. Иешкин, D.S. Kireev, А.А. Татаринцев, V.S. Chernysh, B.R. Senatulin, Е.А. Skryleva. *Surf. Sci.* **700**, 121637 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.susc.2020.121637>
- [11] Е.А. Skryleva, B.R. Senatulin, D.A. Kiselev, T.S. Ilina, D.A. Podgorny, Y.N. Parkhomenko. *Surf. Interfaces* **26**, 101428 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.surf.2021.101428>
- [12] В.Я. Шур, Е.В. Николаева, Е.И. Шишкин, В.Л. Кожевников, А.П. Черных. *ФТТ* **44**, 11, 2055 (2002).
- [13] К.Е. Озерова, А.А. Татаринцев, Э.И. Рау, К.Ф. Миннебаев, С.В. Зайцев. *Изв. РАН. Сер. физ.* **85**, 8, 1074 (2021).
- [14] G. Namkoong, K.K. Lee, S.M. Madison, W. Henderson, S.E. Ralph, W.A. Doolittle. *Appl. Phys. Lett.* **87**, 1 (2005). <https://doi.org/10.1063/1.2084340>
- [15] A. Kakekhani, S. Ismail-Beigi, E.I. Altman. *Surf. Sci.* **650**, 302 (2016). <https://doi.org/10.1016/j.susc.2015.10.055>
- [16] S. Sanna, W.G. Schmidt. *J. Phys. Condens. Matter.* **29**, 413001 (2017). <https://doi.org/10.1088/1361-648X/aa818d>
- [17] N. Toyoda, B. Tilakaratne, I. Saleem, W.K. Chu. *Appl. Phys. Rev.* **6**, 020901 (2019). <https://doi.org/10.1063/1.5030500>
- [18] R. Cuerno, J.S. Kim. *J. Appl. Phys.* **128**, 180902 (2020). <https://doi.org/10.1063/5.0021308>
- [19] Q. Huang, Q. jia, J. Feng, H. Huang, X. Yang, J. Grenzer, K. Huang, S. Zhang, J. Lin, H. Zhou, T. You, W. Yu, S. Facsko, P. Jonnard, M. Wu, A. Giglia, Z. Zhang, Z. Liu, Z. Wang, X. Wang, X. Ou. *Nature Commun.* **10**, 2437 (2019). <https://doi.org/10.1038/s41467-019-10095-2>
- [20] R.M. Bradley, J.M.E. Harper. *J. Vac. Sci. Technol. A* **6**, 2390 (1988). <https://doi.org/10.1116/1.575561>
- [21] J. Muñoz-García, L. Vázquez, M. Castro, R. Gago, A. Redondo-Cubero, A. Moreno-Barrado, R. Cuerno. *Mater. Sci. Eng. R* **86**, 1 (2014). <https://doi.org/10.1016/j.mser.2014.09.001>
- [22] S.Y. Siew, E.J.H. Cheung, H. Liang, A. Bettiol, N. Toyoda, B. Alshehri, E. Dogheche, A.J. Danner. *Opt. Express* **26**, 4421 (2018). <https://doi.org/10.1364/oe.26.004421>
- [23] M. Qu, Y. Shen, L. Wu, X. Fu, X. Cheng, Y. Wang. *Precis. Eng.* **62**, 10 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.precisioneng.2019.11.001>
- [24] A. Osipov, S. Alexandrov, V. Berezhenko, A. Speshilova, V. Alexandr, A. Osipov. *Sensors Actuators A* **337**, 113146 (2021). <https://doi.org/10.1016/J.SNA.2021.113146>
- [25] D. Maciazek, M. Kanski, Z. Postawa. *Anal. Chem.* **10**, 4379 (2020). <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.0c01219>
- [26] N. Toyoda, I. Yamada. *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* **849**, 109 (2005). <https://doi.org/10.1557/proc-849-kk7.9>
- [27] B.P. Tilakaratne, Q.Y. Chen, W.K. Chu. *Materials* **10**, 1056 (2017). <https://doi.org/10.3390/ma10091056>
- [28] O. Lozano, Q.Y. Chen, B.P. Tilakaratne, H.W. Seo, X.M. Wang, P.V. Wadekar, P. V. Chinta, L.W. Tu, N.J. Ho, D. Wijesundera, W.K. Chu. *AIP Adv.* **3**, 062107 (2013). <https://doi.org/10.1063/1.4811171>
- [29] Д.С. Киреев, А.Е. Иешкин, А.А. Шемухин. *Письма в ЖТФ* **46**, 9, 3 (2020). <https://doi.org/10.21883/PJTF.2020.09.49362.18021>
- [30] A. Ieshkin, D. Kireev, K. Ozerova, B. Senatulin. *Mater. Lett.* **272**, 127829 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2020.127829>
- [31] I. V. Nikolaev, N.G. Korobeishchikov, M.A. Roenko. *J. Phys. Conf. Ser.* **1382**, 3 (2019). <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1382/1/012162>
- [32] I.V. Nikolaev, N.G. Korobeishchikov. *Appl. Nano* **2**, 25 (2021). <https://doi.org/10.3390/applnano2010003>
- [33] K. Sumie, N. Toyoda, I. Yamada. *Nucl. Instrum. Meth. B* **307**, 290 (2013). <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2013.01.087>
- [34] H.M. Urbassek, R.M. Bradley, M.L. Nietiadi, W. Möller. *Phys. Rev. B* **91**, 165418 (2015). <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.91.165418>
- [35] V.I. Shulga. *Appl. Surf. Sci.* **458**, 18 (2018). <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2018.07.059>
- [36] P.J. Cumpson, J.F. Portoles, A.J. Barlow, N. Sano. *J. Appl. Phys.* **114**, 124313 (2013). <https://doi.org/10.1063/1.4823815>
- [37] M.P. Seah. *J. Phys. Chem. C* **117**, 12622 (2013). <https://doi.org/10.1021/jp402684c>
- [38] H. Kitani, N. Toyoda, J. Matsuo, I. Yamada. *Nucl. Instrum. Meth. B* **121**, 489 (1997). [https://doi.org/10.1016/S0168-583X\(96\)00556-3](https://doi.org/10.1016/S0168-583X(96)00556-3)
- [39] L. Rzeznik, R. Paruch, B.J. Garrison, Z. Postawa. *Nucl. Instrum. Meth. B* **269**, 1586 (2011). <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2010.11.098>
- [40] N.K. Sahoo, S. Thakur, R.B. Tokas. *Thin Solid Films* **503**, 85 (2006). <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2005.11.107>

- [41] A. Ieshkin, D. Kireev, V. Chernysh, A. Molchanov, A. Serebryakov, M. Chirkin. Surf. Topogr. Metrol. Prop. **7**, 025016 (2019). <https://doi.org/10.1088/2051-672X/ab1f49>
- [42] D. Nečas, P. Klapetek. Cent. Eur. J. Phys. **10**, 181 (2012). <https://doi.org/10.2478/s11534-011-0096-2>
- [43] A. Duparré, E. Quesnel, J. Ferré-Borrull. Appl. Opt. **40**, 13, 2190 (2001). <https://doi.org/10.1364/AO.40.002190>
- [44] E.L. Church, P.Z. Takacs. Proc. SPIE **1530**, 71 (1991). <https://doi.org/10.1117/12.50498>
- [45] G. Rasigni, F. Varnier, M. Rasigni, J.P. Palmari, A. Llebaria. Phys. Rev. B **27**, 819 (1983). <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.27.819>
- [46] X. Zeng, V. Pelenovich, B. Xing, R. Rakhimov, W. Zuo, A. Tolstogouzov, C. Liu, D. Fu, X. Xiao. Beilstein J. Nanotechnol. **11**, 383 (2020). <https://doi.org/10.3762/bjnano.11.29>
- [47] N. Toyoda, H. Kitani, N. Hagiwara, T. Aoki, J. Matsuo, I. Yamada. Mater. Chem. Phys. **54**, 262 (1998). [https://doi.org/10.1016/S0254-0584\(98\)00101-1](https://doi.org/10.1016/S0254-0584(98)00101-1)
- [48] N.G. Korobeishchikov, I.V. Nikolaev, M.A. Roenko, V.V. Atuchin. Appl. Phys. A **124**, 833 (2018). <https://doi.org/10.1007/s00339-018-2256-3>
- [49] L. Yang, M.P. Seah, I.S. Gilmore. J. Phys. Chem. C **116**, 23735 (2012). <https://doi.org/10.1021/jp307203f>
- [50] M.A. Makeev, A.L. Barabási. Nucl. Instrum. Meth. B **222**, 335 (2004). <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2004.02.028>
- [51] V.N. Popok, I. Barke, E.E.B.B. Campbell, K.H. Meiwes-Broer. Surf. Sci. Rep. **66**, 347 (2011). <https://doi.org/10.1016/j.surfrep.2011.05.002>
- [52] F. Johann, Y.J. Ying, T. Jungk, Á. Hoffmann, C.L. Sones, R.W. Eason, S. Mailis, E. Soergel. Appl. Phys. Lett. **94**, 3 (2009). <https://doi.org/10.1063/1.3126490>

Редактор Т.Н. Василевская