

**РАДИАЦИОННЫЕ ПОВРЕЖДЕНИЯ В КРИСТАЛЛАХ InP,  
ОБЛУЧЕННЫХ ИОНАМИ КСЕНОНА С ЭНЕРГИЕЙ 595 МэВ**

Damage in InP crystals irradiated with swift xenone ions had been investigated by selective etching. The threshold value of specific electronic energy losses for track formation in crystalline InP had been estimated as 19 keV/nm for continuous tracks and 16 keV/nm for discontinuous tracks. Thermal stability of tracks delineated in this material by selective etching had been estimated.

Установлено, что во многих твердых телах при прохождении быстрых ионов могут формироваться треки – вытянутые вдоль траектории ионов макродефектные области, в которых вещество матрицы претерпевает структурные и/или химические изменения. На примере щелочно-галогидных кристаллов и аморфных металлических сплавов [1, 2] показано, что формирование треков обусловлено высоким уровнем возбуждения электронной подсистемы твердого тела при прохождении быстрых ионов. Однако условия формирования треков и их внутренняя структура (фазы) различны для металлов, диэлектриков и полупроводников, кристаллических и аморфных веществ, пленок и объемных материалов. Ни одна из существующих моделей не может удовлетворительно объяснить зависимость трекообразования от типа и структурных особенностей материала, особенно это касается кристаллических полупроводников. Если в квазиаморфных (мелкодисперсных) Si и Ge зарегистрированы кристаллические треки [3, 4], то до настоящего времени облучение при комнатной температуре кристаллов Si, Ge, GaAs быстрыми ионами не приводило к специфическим эффектам, обусловленным высокой интенсивностью электронных возбуждений. Напротив, в ряде работ по облучению полупроводниковых кристаллов быстрыми тяжелыми ионами вместо формирования треков в области высоких потерь энергии в электронной подсистеме отмечается отжиг дефектов, предварительно введенных облучением легкими ионами. Так, в монокристаллическом кремнии наблюдался эффект интенсивного отжига введенных протонами дефектов под действием облучения ионами  $\text{Xe}^+$  с  $E=340$  МэВ при флюэнсе  $1 \times 10^{12} \text{ см}^{-2}$  [5]. В монокристаллах Ge, GaAs, GaP *in-situ* регистрировался отжиг нарушений [6–9], хорошо коррелирующий с высокими значениями энергии, выделенной в электронную подсистему. В то же время результаты работы [10] показывают, что имплантация ионов  $\text{Si}^+$  с  $E=90$  МэВ в кремний в интервале флюэнсов  $1,25\text{--}5 \times 10^{14} \text{ см}^{-2}$  приводит к созданию значительного числа дефектов, и даже при самом высоком флюэнсе ионов не происходит отжиг созданных дефектов. Все эти противоречивые сведения свидетельствуют о том, что процессы трекообразования, формирования или отжига дефектов за счет электронных возбуждений зависят от материала и плотности энергии, выделенной на электронные возбуждения около траектории иона.

Что касается полупроводников  $A^3B^5$ , то процессы трекообразования детально изучены в кристаллах InP, облученных ионами  $\text{Xe}^+$  с энергиями 250 и 340 МэВ [11–15].

Для потенциальных применений процессов трекообразования в полупроводниковой наноэлектронике и оптоэлектронике важна детальная информация по условиям формирования, морфологии и отжига треков. Изучение особенностей дефекто- и трекообразования в полупроводниках тре-

бует прямых наблюдений дефектов. Электронная микроскопия поперечных сечений высокого разрешения позволяет выявить микроструктуру трековых областей и охарактеризовать природу дефектов в треках. Однако данный метод чрезвычайно трудоемкий и требует уникального оборудования. Кроме методических сложностей в подготовке образцов для такой микроскопии, малый объем исследуемого материала не позволяет в одном эксперименте получить информацию о распределении повреждений на всем пути ионов в кристалле. Альтернативным и/или дополняющим электронную микроскопию поперечного сечения методом выявления треков в твердом теле является селективное травление. Этот экспрессный метод достаточно прост и в то же время чувствителен к микродефектам, трекам и изменениям концентрации примесных атомов в кристаллической матрице. Кроме того, селективное травление поперечного сечения образца позволяет в одном эксперименте получить информацию о распределении повреждений вдоль всех траекторий прохождения ионов.

В настоящей работе представлены результаты по исследованию методом селективного травления повреждений в InP, облученном быстрыми ионами  $\text{Xe}^+$ , и по оценке термостабильности выявленных в данном материале треков.

Ионы  $\text{Xe}^+$  с энергией 595 МэВ имплантировались при комнатной температуре дозой  $1 \times 10^{12} \text{ см}^{-2}$  в вырезанные из подложки полуизолирующего (100) InP образцы на циклотроне У-300 в Объединенном институте ядерных исследований (г. Дубна). Интенсивность пучка ионов составляла  $2 \times 10^8 \text{ см}^{-2} \text{ с}^{-1}$ , чтобы избежать нагрева образцов. Для обеспечения надежного теплового контакта образцы укреплялись на массивном металлическом держателе с помощью теплопроводящего клея.

Термообработка части облученных образцов фосфида индия проводилась в резистивной печи при температурах 350 и 650 °С в течение 15 мин в атмосфере азота. Поверхность образцов защищалась пластиной монокристаллического InP, контроль с помощью оптического микроскопа Leica INM-100 показал отсутствие деградации поверхности образцов.

Для получения поперечных сечений кристаллы скалывались перпендикулярно поверхности по плоскостям (110). В качестве травителя использовался раствор состава  $\{\text{CrO}_3 (10 \text{ г}) + \text{H}_2\text{O} (20 \text{ мл}) + \text{HF} (10 \text{ мл}) + \text{AgNO}_3 (0,08 \text{ г})\}$  [16], применяемый в технологии материалов  $A^3B^5$  для выявления границ эпитаксиальных слоев и областей с различной концентрацией носителей заряда, примесей или дефектов [17–20]. Свежесколотые образцы обрабатывались в травителе при температуре 60–70 °С в течение 3 мин, а затем исследовались под микроскопом. Результаты измерений глубины залегания выявленных структурных нарушений сравнивались с проективным пробегом и распределением выделенной ионами энергии  $dE/dx$ , приведенными на рис. 1.

На рис. 2 представлены микрофотографии протравленных сколов кристалла InP, облученного ионами  $\text{Xe}^+$  с энергией 595 МэВ дозой  $1 \times 10^{12} \text{ см}^{-2}$ .

Как видно из рис. 2 а, на сколе образца InP в результате облучения ксеоном формируются две области нарушений. Первая простирается от поверхности до глубины ~24 мкм и содержит выявленные селективным травлением следы треков ионов  $\text{Xe}^+$  (здесь и далее глубины выявленных нарушений даются с учетом слоя материала толщиной около 2 мкм, удаленного при обработке в травящем растворе). От поверхности до глубины ~14 мкм видны непрерывные следы треков, представляющие собой перпендикулярные поверхности фигуры травления в форме трубок до 10–14 мкм длиной.

Под ними находится полоса фигур травления шириной ~10 мкм в виде коротких разветвленных сегментов, которые мы приписываем прерывистым трекам.

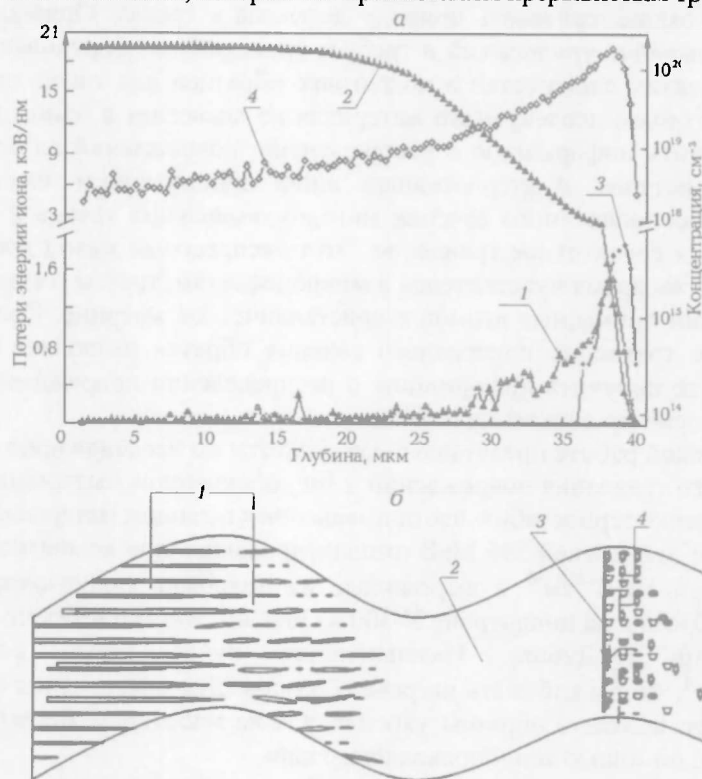


Рис. 1. Расчетные (TRIM'97 [21]) профили распределений по глубине кристалла упруго и неупруго выделенной энергии внедренных атомов и вакансий для образцов InP, облученных ионами He<sup>+</sup> ( $E=595$  МэВ,  $\Phi=1 \times 10^{12}$  см<sup>-2</sup>) – а (1 – упругое торможение, 2 – неупругое торможение, 3 – концентрация примеси, 4 – концентрация вакансий), и схема выявленных селективным травлением повреждений структуры на всем пути пробега ионов – б (1 – треки, 2 – зона без нарушений, 3 – область локализации внедренных атомов, 4 – область крупных кластеров)

Вторая область нарушений расположена на глубине от 40 до ~47–49 мкм и представляет собой сильно нарушенный в результате упругих ядерных столкновений материал [11–13]. Сверху к этой области примыкает полоса светлого контраста, глубина локализации которой ~40 мкм хорошо совпадает с глубиной максимальной концентрации внедренных ионов (см. рис. 1). Эти две нарушенные области разделены зоной слабо поврежденного материала шириной ~16 мкм без фигур травления.

Следует отметить, что в проведенном эксперименте доза облучения была в пять раз меньше пороговой дозы трекообразования, определенной из данных электронной микроскопии в работе [12], для кристаллов InP, облученных ионами He<sup>+</sup> с энергией 250 МэВ ( $5 \times 10^{12}$  см<sup>-2</sup>). Это в первую очередь обусловлено более высоким энерговыделением в электронную подсистему кристалла для условий нашего эксперимента. Во-вторых, селективное травление выявляет структурные повреждения кристаллической решетки на более ранних стадиях их формирования, чем просвечивающая электронная микроскопия. Возможно, в треках, выявляемых селективным травлением, при исследовании методом электронной микроскопии высокого разрешения

еще не обнаружилось бы наличия аморфных областей или искажений решетки типа двойниковых ламелей. Однако сравнение чувствительности методов селективного травления и электронной микроскопии при обнаружении скрытых треков выходит за рамки данной работы и требует анализа большого объема экспериментальных данных по трекообразованию в полупроводниках, которые к настоящему времени еще не накоплены. И в-третьих, нужно учитывать различный уровень дефектности (различное состояние примесно-дефектной системы) исходных кристаллов: в нашем эксперименте и в работе [12] использовались кристаллы от разных производителей.

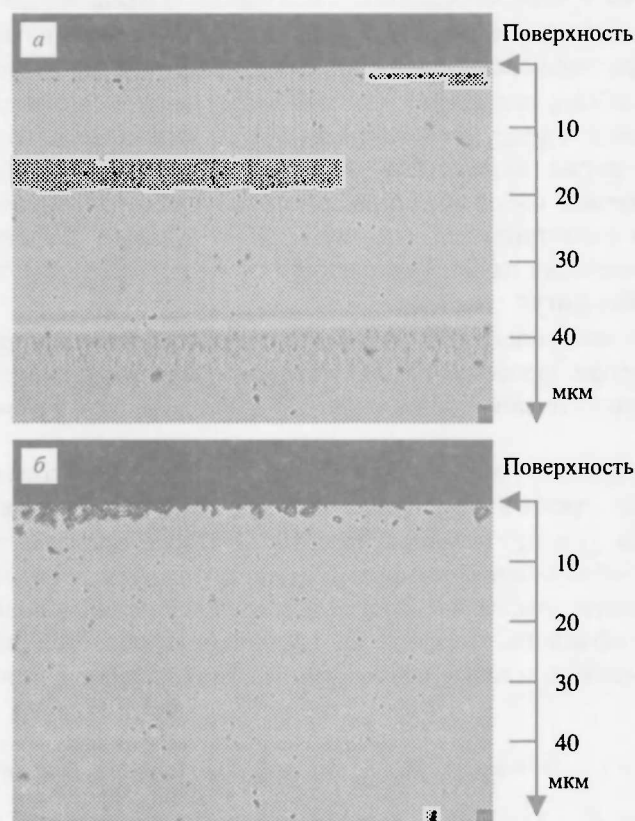


Рис. 2. Микрофотографии повреждений вдоль траекторий ионов  $\text{Xe}^+$  ( $E=595$  МэВ,  $\Phi=1 \times 10^{12} \text{ см}^{-2}$ ), выявленных селективным травлением на плоскостях (110) кристалла InP сразу после облучения (а) и после отжига облученного образца при  $650^\circ\text{C}$  в течение 15 мин в атмосфере азота (б)

Для оценки термостабильности трековых областей был проведен стационарный печной отжиг части облученных образцов InP ( $350$  и  $650^\circ\text{C}$ , 15 мин в атмосфере азота). Исследование протравленных сколов отожженных образцов показало, что отжиг при  $350^\circ\text{C}$  приводит к “выцветанию” (снижению контрастности) всей картины выявленных повреждений. Тем не менее дефектные зоны еще различимы: приповерхностные области непрерывных и прерывистых треков, полоса светлого контраста на глубине  $\sim 40$  мкм, соответствующая максимальной концентрации внедренных ионов, и в конце пробега ионов на глубинах свыше  $40$  мкм область повреждений, вызванных упругими потерями энергии ионов. Отжиг при  $650^\circ\text{C}$  приводит

к исчезновению с картины травления всех деталей, кроме светлой полосы, выявляющей зону локализации внедренного ксенона (рис. 2 б, показана стрелкой).

Сравнение выявленных селективным травлением повреждений в кристалле InP, облученном быстрыми ионами  $\text{Xe}^+$ , с распределением потерь энергии ионов свидетельствует о следующем:

- формирование треков в приповерхностной области обусловлено высоким уровнем возбуждения электронной подсистемы кристалла, вызванным большой величиной сечения неупругого торможения (см. рис. 1);
- морфология треков определяется величиной и равномерностью выделения энергии иона в электронную подсистему кристалла: зона непрерывных треков, простирающаяся до глубины  $\sim 14$  мкм, соответствует области, где значение  $(dE/dx)_e$  составляет  $\sim 19$  кэВ/нм; с увеличением глубины проникновения ионов в кристалл величина  $(dE/dx)_e$  уменьшается, одновременно изменяется форма выявленных дефектов, которые в этой области кристалла представляют собой короткие сегменты, соответствующие прерывистым трекам и регистрируемые на глубинах 14–24 мкм; значения  $(dE/dx)_e$  для данного интервала глубин изменяются от 19 до 16 кэВ/нм; ниже находится область без фигур травления;
- пороговые по отношению к возможности формирования треков в монокристаллическом фосфиде индия удельные неупругие потери энергии для непрерывных треков составляют 19 кэВ/нм, а для прерывистых – 16 кэВ/нм.

При термообработке облученных образцов распад дефектных комплексов, образующих треки и зону повреждений в конце пробега ионов, становится заметным уже при температуре 350 °С. После прогрева при 650 °С эти дефектные образования полностью отжигаются. Для детальной оценки термостабильности трековых областей и зоны нарушений в конце пробега ионов и идентификации морфологии нарушенных областей необходимы дополнительные комплексные исследования с привлечением методов ПЭМ, DLTS и ФЛ.

1. Trautmann C., Schwartz K., Steckenreiter T. // Nucl. Instr. and Meth. 1999. Vol. B156. P. 162.
2. Trautmann C., Toulemonde M., Dufour C., Paumier E. // Nucl. Instr. and Meth. 1996. Vol. B108. P. 94.
3. Izui K. // J. Phys. Soc. Japan. 1965. Vol. 20. P. 915.
4. Furuno S., Otsu H., Hojou K., Izui K. // Nucl. Instr. and Meth. 1996. Vol. B107. P. 223.
5. Antonova I.A., Dvurechenskii A.V., Koronovich A.A. et al. // Phys. Stat. Sol. (a). 1995. Vol. 147. P. K1.
6. Mikou M., Carin R., Bogdanski P., Madelon R. // Nucl. Instr. and Meth. 1996. Vol. B107. P. 246.
7. Proc. of the 3 d Int. Symp. on Swift Heavy Ions in Matter, Caen, 1995 // Nucl. Instr. and Meth. 1996. Vol. B107.
8. Karamayan S. A. // Nucl. Instr. and Meth. 1990. Vol. B51. P. 354.
9. Wesch W., Wendler E., Bachmann T., Herre O. // Nucl. Instr. and Meth. 1995. Vol. B96. P. 290.
10. Chavan S.T., Brave P.S., Bhoraskar V.N., Kanjial D. // J. Appl. Phys. 1995. Vol. 78. P. 2328.
11. Власукова Л.А., Комаров А.А., Комаров Ф.Ф. // Труды IX Международного совещания «Радиационная физика твердого тела»: В 2 т. М., 1999. Т. 1. С. 252.
12. Herre O., Wesch W., Wendler E. et al. // Phys. Rev. 1998. Vol. B58. P. 4832.
13. Wesch W., Herre O., Gaiduk P.I. et al. // Nucl. Instr. and Meth. 1998. Vol. B146. P. 341.

14. Gaiduk P.I., Komarov F.F., Wesch W. // Nucl. Instr. and Meth. 2000. Vol. B164–165. P. 377.
15. Gaiduk P.I., Komarov F.F., Tishkov V.S. et al. // Phys. Rev. 2000. Vol. B61. P. 15785.
16. Abrahams M.S., Buiocchi C.J. // J. Appl. Phys. 1965. Vol. 36. № 9. P. 2855.
17. Olsen G.H., Eittenberg M. // J. Appl. Phys. 1974. Vol. 45. P. 5112.
18. Wright P.D., Rezek E.A., Holonyak N. // J. Cryst. Gr. 1977. Vol. 41. P. 254.
19. Sin Y. K., Hwang Y., Zhang T., Kolbas R. M. // J. Electron. Mater. 1991. Vol. 20. P. 465.
20. Власукова Л. А. // Неорган. материалы. 1993. Т. 29. С. 1597.
21. Ziegler J.F., Biersack J.P., Littmark U. The Stopping and Range of Ions in Solids. New York, 1985.

Поступила в редакцию 25.03.2002.

*Людмила Александровна Власукова* – кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник кафедры физической электроники.

*Фадей Фадеевич Комаров* – доктор физико-математических наук, профессор, член-корреспондент НАН Беларуси, заведующий кафедрой физической электроники.

*Александр Юрьевич Дидык* – доктор физико-математических наук, профессор (Лаборатория ядерных реакций Объединенного института ядерных исследований (г. Дубна)).

УДК 541.423

*Ж.И. БУЛОЙЧИК, К.И. ЧЕРВЯКОВСКИЙ, Н.А. ЮДИНА*

## АНАЛИЗ ЗУБНЫХ ПАСТ МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

Sample preparation methods for an analysis of tooth pastes have been developed. Quantitative determination of the content of particular heavy metals in them has been performed by the atomic-emission method.

Состояние окружающей среды является важным фактором, влияющим на здоровье населения. Огромную опасность представляют загрязнения окружающей среды соединениями тяжелых элементов и радионуклидов. В последнее время определился новый источник поступления тяжелых элементов в организм человека – предметы санитарии и гигиены. Так, проведенный нами качественный анализ 25 образцов гигиенических и лечебно-профилактических зубных паст показал наличие в некоторых из них ряда тяжелых металлов. Поэтому в современных условиях приобретают особую актуальность вопросы нормирования и санитарного контроля содержания вредных и токсичных элементов в различных предметах сангигиены, разработки единых критериев оценки гигиенических средств и изучения соответствия качества таких средств этим критериям.

Особо следует отметить, что и в настоящее время применяются санитарные нормы, в которых определяется суммарное количество тяжелых элементов без указания на предельно допустимую величину содержания каждого в отдельности, в том числе и наиболее токсичных [1]. Разработка методик количественного экспресс-анализа тяжелых металлов в такого рода объектах является важной практической и научной проблемой.

Использование большинства современных универсальных методов исследования зубных паст на практике часто ограничено не только сложностью и даже уникальностью применяемой при этом аппаратуры, но и трудностями создания стандартных образцов. Не лишены недостатков и существующие в настоящее время визуально-колориметрический и электрофо-

