

ВЛИЯНИЕ ИМПЛАНТАЦИИ ИОНОВ БОРА НА СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ И ЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПЛЕНОК ОЛОВО-ФУЛЛЕРИТ

Л.В. Баран

Белорусский государственный университет,

пр. Независимости, 4, 220030, Минск, Беларусь, тел. 2095480, e-mail: baran@bsu.by

Изменения структуры, фазового состава и локальных электрических свойств пленок олово-фуллерит, полученных из совмещенного атомно-молекулярного потока и подвергнутых имплантации ионами B^+ ($E = 80$ кэВ, $\Phi = 1 \cdot 10^{16}$ ион/см²), изучались методами атомно-силовой микроскопии, электросиловой микроскопии и рентгенофазового анализа. Методом электросиловой микроскопии выявлено, что свежеприготовленные пленки имеют нанокристаллическую гетерофазную структуру и неоднородное распределение вблизи поверхности z-составляющей градиента электрических сил, емкости и поверхностного потенциала. Установлено, что ионная имплантация пленок приводит к увеличению размера структурных элементов, образованию новой фазы Sn_xC_{60} . Локальные электрические свойства становятся более однородными.

Введение

Взаимодействие различных видов излучений с фуллеренсодержащими материалами представляет большой научный и практический интерес. С помощью ионной имплантации можно синтезировать эндодральные молекулы $Me@C_{60}$ различного состава [1-3], увеличивать проводимость фуллеритовых пленок за счет внедрения ионов металлов и образования новых фаз [4, 5].

Целью настоящей работы является исследование изменений структуры, фазового состава и электрических свойств пленок олово – фуллерит, имплантированных ионами бора.

Интерес к исследованиям пленок олово-фуллерит обусловлен возможной перспективой их использования в качестве анодного материала в литий-ионных аккумуляторах [6, 7].

Методика эксперимента

Пленки олово-фуллерит получены методом термического испарения в вакууме на установке ВУП-5М. В качестве подложек использовались окисленные монокристаллические пластины кремния с ориентацией поверхности (111). Испарение металла и сублимация фуллеренов происходили одновременно из двух источников. Сублимация фуллеренов осуществлялась из танталовой эффузионной ячейки, температура которой поддерживалась при $T = 770$ К. Толщина пленок $Sn-C_{60}$ составила 300 нм, атомная доля олова в образцах — 14 %. Исходные материалы C_{60} и Sn имели чистоту не хуже, чем 99,9 % и 99,999 % соответственно.

Пленки имплантировались ионами бора с энергией 80 кэВ. Доза имплантации составила $1 \cdot 10^{16}$ ион/см² при плотности ионного тока 3,5 мкА/см². Фазовый состав пленок контролировался на дифрактометре «ДРОН – 4.13» в медном K_α - излучении. Метод атомно-силовой микроскопии использовался для исследования топографии поверхности и локальных электрических свойств пленок олово-фуллерит [8]. Измерения проводились на сканирующем зондовом микроскопе «Solver P47 PRO» (ЗАО «НТ-МДТ», Зеленоград, Россия). В качестве зондовых датчиков использовались стандартные проводящие кантилеверы для полуконтактных методов (NSG10/TiN, $\omega = 266$ кГц, коэффициент

жесткости 11,5 Н/м, толщина покрытия TiN 20-30 нм, радиус закругления зонда 35 нм, электро-сопротивление 100 мкОм·см).

Результаты эксперимента

Свежеприготовленные пленки олово-фуллерит имеют гранулированную структуру с двумя характерными размерами гранул: 40-60 и 130-170 нм (рис. 1).

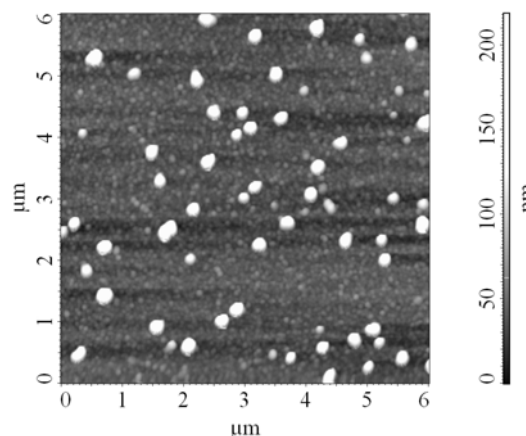


Рис. 1. Структура свежесконденсированных пленок олово-фуллерит

Методом рентгенофазового анализа установлено, что пленки $Sn-C_{60}$, полученные совместным осаждением, представляют собой гетерофазную структуру, состоящую из субкристаллического фуллерита гексагональной сингонии, нанокристаллического олова тетрагональной сингонии и отдельных нескоррелированных друг с другом молекул C_{60} , включенных в матрицу олова (рис. 2). Дифракционные пики олова уширены и смещены в сторону меньших углов по сравнению с соответствующими линиями, полученными в результате дифракции рентгеновского излучения на эталонном образце олова. Появление на дифрактограммах новых пиков с межплоскостным расстоянием 0,1570, 0,1465 нм может быть связано с образованием субструктур (упорядоченным чередованием слоев олова и фуллеренов) или интеркалированных фаз.

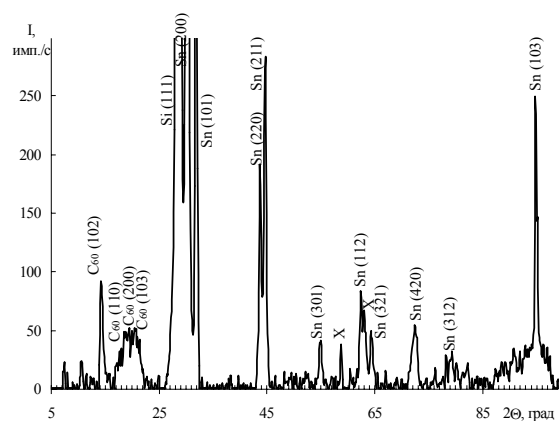


Рис. 2. Рентгенограмма свежеприготовленных пленок Sn – C₆₀

Распределение электрических сил и емкости вблизи поверхности пленок олово-фуллерит неоднородно, о чем свидетельствует наличие контраста на изображениях (рис. 3). На ЭСМ-изображениях выделяются области с различной проводимостью, что свидетельствует о наличии разных фаз. Темные области соответствуют фазе с меньшей проводимостью. Фуллерит обладает удельным электропротивлением 10^7 Ом·см [6], белое олово — 10 мкОм·см. Следовательно, темные области на ЭСМ-изображениях соответствуют фазе, обогащенной фуллеритом, или чистому фуллериту. Измерения емкости системы зонд-образец и поверхностного потенциала свежеприготовленных пленок коррелируют с распределением составляющей электрических сил.

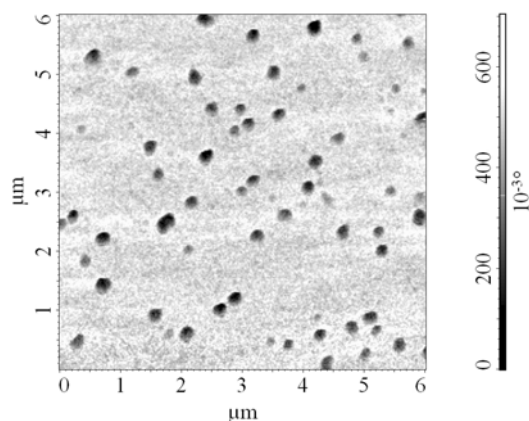
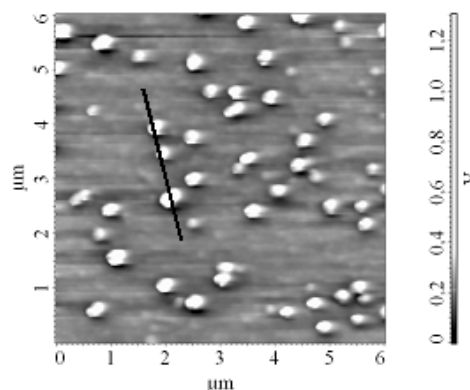


Рис. 3. ЭСМ-изображение распределения z-составляющей электрических сил вблизи поверхности пленок Sn – C₆₀

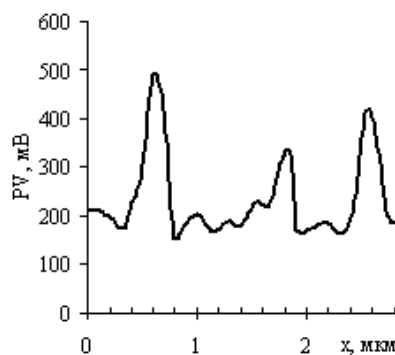
Среднее значение поверхностного потенциала свежеприготовленных пленок составляет 200 мВ, однако имеются области, в которых поверхностный потенциал составляет 500 мВ.

Полученные распределения емкости, поверхностного потенциала дают наглядную качественную характеристику локальных электрических свойств образцов. Появление ярких областей на изображениях емкости свидетельствует о присутствии диэлектрической фазы на поверхности. Этой фазой может быть фуллерит, островки ко-

торого появляются на поверхности при конденсации пленки из совмещенного атомно-молекулярного потока.



а)



б)

Рис. 4. ЭСМ-изображение распределения z-составляющей емкости (а) и профиля сечения емкости вдоль выделенной линии (б) системы зонд-пленка Sn – C₆₀

После ионной имплантации пленки олово-фуллерит сохраняют гранулированную структуру, при этом размер мелких гранул увеличивается в 2-3 раза и составляет 120-150 нм, крупные гранулы увеличиваются до 500 нм (рис. 5).

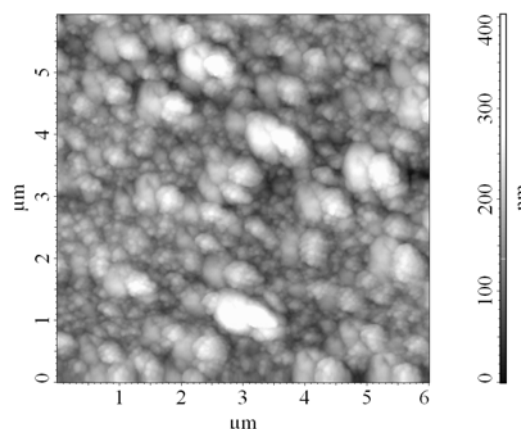


Рис. 5. Структура пленок олово-фуллерит после имплантации ионов В⁺ (E = 80 кэВ, Ф = $1 \cdot 10^{16}$ ион/см²)

На рентгенограммах имплантированных образцов уменьшается интенсивность линий, соответствующих дифракции рентгеновского излучения на решетке тетрагонального олова (рис. 6). Появляются новые рентгеновские рефлексы с межплоскостными расстояниями 0,2698, 0,2442, 0,1914, 0,1605, 0,1570, 0,1465, 0,1344 нм. Полученные экспериментальные данные свидетельствуют об образовании новой фазы Sn_xC_{60} .

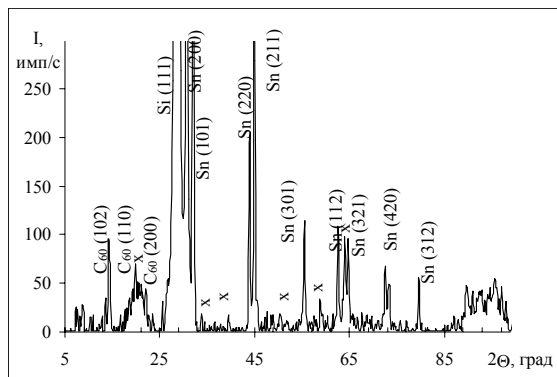


Рис. 6. Рентгенограмма пленок Sn – C_{60} после имплантации ионов B^+ ($E = 80$ кэВ, $\Phi = 1 \cdot 10^{16}$ ион/см²)

Локальные электрические свойства пленок олово-фуллерит после ионной имплантации становятся более однородными (рис. 7). Так, на ЭСМ-изображении z-составляющей градиента электрического поля равномерный серый фон свидетельствует об однородности фазового состава исследуемой части образца.

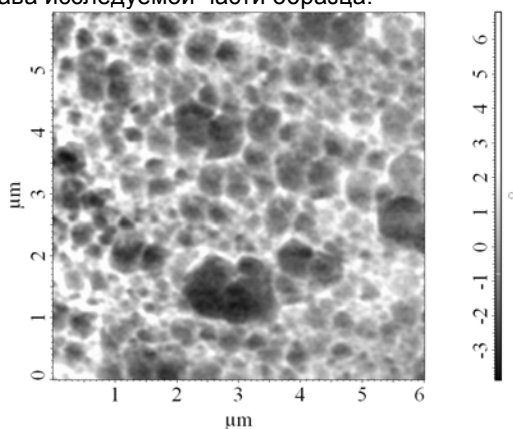


Рис. 7. ЭСМ-изображения распределения z-составляющей электрических сил вблизи поверхности пленок олово-фуллерит после имплантации ионов B^+ ($E = 80$ кэВ, $\Phi = 1 \cdot 10^{16}$ ион/см²)

Закключение

В результате проведенных исследований установлено, что при конденсации на окисленный монокристаллический кремний атомов олова и молекул фуллерена из совмещенного атомно-молекулярного потока формируется гранулированная структура пленки с двумя характерными размерами гранул: 40-60 и 130-170 нм.

Пленки олово-фуллерит состоят из тетрагонального олова и фуллерита гексагональной модификации. Методом электросиловой микроскопии установлено, что крупные гранулы размером 130-170 нм представляют собой диэлектрическую фазу, емкость которой и поверхностный потенциал в 3 и 2 раза соответственно больше значений емкости и поверхностного потенциала локальных участков пленки, образованных гранулами размером 40-60 нм.

Ионная имплантация бором пленок олово-фуллерит приводит к значительным структурно-фазовым изменениям в пленках: размер гранул увеличивается до 500 нм, образуется новая фаза Sn_xC_{60} , локальные электрические свойства становятся более однородными.

Список литературы

1. Ohno K., Maruyama Y., Esfarjani K., Kawazoe Y., Sato N., Hatakeyama R., Hirata T., Niwano M. // Physical review letters. - 1996. - V. 76. - 19. - P. 3590-3593.
2. Waiblinger M., Pietzak B., Almeida Murphy T., Hardt S., Mertesacker B., Weidinger A., Höhne M. // Ber. Hahn. - Meitner. Inst. - 1997. - 546. - P. 43.
3. Елецкий А.В. // Успехи физ. наук. - 2000. - Т. 170. - 2. - С. 113-142.
4. Riccò M., Belli M., Mazzani M., Pontiroli D., Quintavalle D., Jánosy A., Csányi G. // Physical Review Letters. - 2009. - 102. - 145901.
5. Narayanan K.L., Kojima N., Yanaguchi K., Ishikawa N., Yanaguchi M. // J. Mater. Sci. - 1999. - V. 34. - 21. - P. 5227.
6. Wei-Ming Zhang, Jin-Song Hu, Yu-Guo Guo, Shu-Fa Zheng, Liang-Shu Zhong, Wei-Guo Song, Li-Jun Wan. // Advanced Materials. - 2008. - V. 20. - 6. - P. 1160.
7. Guanglei Cui, Yong-Sheng Hu, Linjie Zhi, Dongqing Wu, Ingo Lieberwirth, Joachim Maier, Klaus Müllen. // Small. 2007. - V. 3. - 12. - P. 2066.
8. Миронов В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии. - М.: Техносфера, 2004. - 144 с.

BORON IONS IMPLANTATION INFLUENCE ON THE STRUCTURAL - PHASE CONDITION AND ELECTRIC PROPERTIES OF TIN – FULLERITE FILMS

Ludmila Baran

Belarusian State University, Nezavisimosti Ave. 4, 220030, Minsk, Belarus

e-mail: baran@bsu.by

Research of change of structure, phase composition and local electric properties of the tin – fullerite films, are submitted. The films received of the combined atomic-molecular stream and subjected implantation by B^+ ions ($E = 80$ keV, $F = 1 \cdot 10^{16}$ ions/sm²). By method of electric force microscopy are revealed, that just prepared a film have nanocrystalline heterophase structure and heterogeneous distribution near to the surface of the Z-making of the gradient of electric forces, capacities and surface potential. It is established, results of the ionic implantation of tin – fullerite films are the size of structural elements increases, formation of the new Sn_xC_{60} phase. Local electric properties become more homogeneous.

