

УДК 53.086

## ИССЛЕДОВАНИЕ КРЕМНИЯ И ПЕРЕХОДНОГО СЛОЯ ОКСИД ТИТАНА–ТИТАН МЕТОДОМ АТОМНО-ЗОНДОВОЙ ТОМОГРАФИИ С ЛАЗЕРНЫМ ИСПАРЕНИЕМ

© 2020 г. О. А. Разницын<sup>a, b, \*</sup>, А. А. Лукьянчук<sup>a, b</sup>, И. А. Разницына<sup>a</sup>, А. С. Шутов<sup>a, b</sup>,  
А. А. Хомич<sup>a, b</sup>, В. В. Хорошилов<sup>a, b</sup>, А. А. Никитин<sup>a, b</sup>, А. А. Алеев<sup>a, b</sup>, С. В. Рогожкин<sup>a, b</sup>

<sup>a</sup>Институт теоретической и экспериментальной физики

Национального исследовательского центра “Курчатовский институт”, Москва, 117218 Россия

<sup>b</sup>Национальный исследовательский ядерный университет МИФИ, Москва, 115409 Россия

\*e-mail: Oleg.Raznitsyn@itep.ru

Поступила в редакцию 11.12.2019 г.

После доработки 14.01.2020 г.

Принята к публикации 17.01.2020 г.

Контроль характеристик наноразмерных объектов является необходимым этапом при разработке новых материалов и сложных низкоразмерных систем. Атомно-зондовая томография является одним из немногих методов, позволяющих проводить атомно-масштабные исследования наноразмерных объектов сложного химического состава. Однако для наиболее точного определения характеристик исследуемого образца необходим предварительный подбор приборных параметров для каждого материала. В данной работе для отработки анализа структур типа металл–полупроводник методом атомно-зондовой томографии представлены результаты оптимизации мощности лазерных импульсов для анализа кремния и переходного слоя титан–оксид титана с помощью атомно-зондового томографа с лазерным испарением ПАЗЛ-3D. Определена оптимальная мощность лазерных импульсов для исследования смеси данных материалов. Визуализирована атомная структура межфазного слоя оксид титана–титан, получены концентрационные профили ионов Ti и TiO<sub>x</sub> в переходном слое.

**Ключевые слова:** атомно-зондовая томография, микроскопия, масс-спектрометрия, лазерное испарение, кремний, титан, оксид титана, переходный слой.

**DOI:** 10.31857/S1028096020090150

### ВВЕДЕНИЕ

Современные технологии разработки новых конструкционных материалов, обладающих уникальными свойствами, предполагают контроль особенностей низкоразмерных структур, в том числе на наномасштабах. Одним из методов исследования материалов на данном уровне является атомно-зондовая томография (АЗТ). Данный метод объединяет в себе принципы полевой автоионной микроскопии и времяпролетной масс-спектрометрии, примененной к каждому атому образца, испаренному в сильных электрических полях [1]. В отличие от других методов исследования материалов, АЗТ визуализирует 3D-структуру распределения атомов одновременно с определением их химической природы.

Ввиду своих уникальных возможностей АЗТ используется для исследования нано-особенностей материалов с характерными размерами 0.3–

100 нм [2]. Например, анализируя образцы, подвергнутые различным термическим и радиационным воздействиям, с помощью АЗТ удается проследить динамику роста или растворения нановыделений, эволюцию локального химического состава и распределение элементов кластерной структуры [3, 4].

В настоящее время появился ряд новых задач исследования особенностей на наномасштабах в области разработки комплементарных устройств на структурах металл–оксид–полупроводник (КМОП), которые требуют контроля нано-структуры, концентрации и распределения легирующих элементов в переходных слоях для оптимизации характеристик, в частности, быстродействия и энергопотребления [5]. Естественно, тенденция к уменьшению технологического процесса изготовления структур КМОП [6] стимулирует поиск новых химических соединений с заданными электрофизическими свойствами.

Ряд проблем, возникающих при использовании ультратонких диэлектрических слоев  $\text{SiO}_2$  (туннельный ток, экспоненциально увеличивающийся с уменьшением толщины диэлектрика, низкий барьер, препятствующий диффузии легирующих элементов и др.), сделали актуальным поиск альтернативных материалов для затворного контакта полевого транзистора на основе металл-оксид-полупроводник (МОП). Известен ряд работ, в которых с этой целью используются титановые включения. Например, в работе [7] рассматривается структура, в которой пленка  $\text{TiO}_2$  отделена от кремниевой подложки тонким слоем  $\text{SiO}_2$ . В работе [8] представлены дизайн, технология изготовления и характеристики атомных нанополупроводниковых кремниевых кольцевых модуляторов с покрытием аморфного оксида титана ( $\alpha\text{-TiO}_2$ ). Также в качестве диэлектрика с высокой диэлектрической проницаемостью стали рассматриваться трехкомпонентные оксиды, например,  $\text{Ti}_{0,3}\text{Al}_{0,7}\text{O}_y$  [9].

Исходя из сказанного выше, методика исследования материалов, способная проанализировать имеющуюся трехмерную структуру материала на масштабах, близких к атомарным, способна решить вопросы, возникающие при проектировании и дальнейшей эксплуатации перспективных наноструктур. Inoue с коллегами [10–13] провели исследования распределения легирующих элементов в различных частях МОП транзистора, показав при этом, что АЗТ может служить методом количественного химического и структурного анализа, в частности, распределения легирующей примеси в канале полевых МОП-транзисторов, что важно для подавления изменчивости характеристик при изготовлении электронных устройств нового поколения.

Целью данной работы стала отработка методики исследования полупроводниковых структур на примере кремния, оксидной пленки титановых сплавов, переходных слоев оксид титана–титан методом атомно-зондовой томографии с лазерным испарением. Полученная информация позволит определить необходимые параметры прибора для исследования сложных структур на основе кремния и титана.

## МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

В НИЦ “Курчатовский Институт” – ИТЭФ был разработан прототип атомно-зондового томографа с лазерным испарением (ПАЗЛ-3D) [14]. В отличие от томографов с высоковольтным импульсным испарением, данный прибор способен исследовать наноразмерные особенности не только

в металлах, но и в полупроводниках и диэлектриках [15].

При восстановлении масс-спектра, а также 3D-структуры образца материала методом АЗТ, может возникнуть ряд артефактов, снижающих точность химической идентификации атома и порождающих ошибки в определении пространственных координат атомов. Уменьшить вклад данных артефактов в восстановленные данные можно путем варьирования условий анализа (в основном, мощности лазерного импульса), которые необходимо подбирать для каждого материала [16, 17].

Объектами настоящего исследования являются кремний (чистота ~99%), как основной материал для изготовления КМОП-структур, титановый сплав  $\text{Ti-6Al-4V}$ , способный образовывать прочный оксидный слой толщиной в сотни нанометров и обладающий низкой проводимостью. Подбор оптимальных параметров установки для исследования сложных сплавов проводился на сплаве  $\text{Ti-20Zr-4Al-1.5Mo}$ . Выбор данных материалов обусловлен задачей характеристики особенностей структуры и химического состава границы полупроводник–проводник методом АЗТ.

Изготовление образцов проводилось на установке Helios Nanolab 600 (FEI Inc., USA) при помощи фокусированного ионного пучка (ФИП) по методике, описанной в [18]. Вершины образцов титановых сплавов не покрывались каким-либо покрытием, останавливающим окисление материала. Дополнительная обработка образцов кремния также не проводилась.

## ПОДБОР ПАРАМЕТРОВ ИСПАРЕНИЯ

Для оптимизации параметров анализа материалов и минимизации артефактов, связанных с мультисобытиями (испарением двух и более атомов за один лазерный импульс) на атомно-зондовом томографе с лазерным испарением, прежде всего, необходимо провести подбор мощности лазера  $P_{\text{las}}$  для каждого материала [17].

В ряде случаев в сложных материалах идентифицировать пики масс-спектров от разных ионов затруднительно из-за наличия уширения этих пиков, обусловленного недостаточно быстрым охлаждением вершины образца после попадания импульса лазерного излучения (иногда говорят о появлении “тепловых хвостов” на масс-спектрах), характерного для АЗТ с лазерным испарением [19]. Применительно к предмету исследования данной статьи, “тепловые хвосты” от пиков двукратно ионизованного титана  $\text{Ti}^{2+}$  (основной

пик 23.97 а. е. м.) могут вносить вклад в ошибки определения количества событий однократно ионизованного кремния  $\text{Si}^+$  (основной пик 27.98 а. е. м.). Если подобрать условия испарения так, что преимущественно будет испаряться однократно ионизованный кремний  $\text{Si}^+$  и однократно ионизованный титан  $\text{Ti}^+$  (основной пик 47.95 а. е. м.), то взаимное влияние будет минимальным, и химическая природа атомов материала будет определена с максимальной точностью.

Для кремния был проведен анализ отношения числа событий  $\text{Si}^+$  к  $\text{Si}^{2+}$  при различных  $P_{\text{las}}$ : 1.1, 1.5, 1.9, 2.8, 4.0, и 5.9 мВт. Анализируемая статистика данных – по 400 тыс. событий на состояние. При этом отслеживалось, чтобы число мультисобытий не превышало 10% от общего числа событий. Анализ образцов проводился при следующих параметрах прибора: температура образца 50 К, интенсивность испарения 100 событий/с, частота воздействий лазером – 25 кГц. Длительность импульса 300 фс. Вышеуказанные параметры прибора далее считаются стандартными, если не указано иное.

Для отработки методики исследования титановых сплавов был проведен аналогичный подбор мощности лазера для  $\text{Ti}-20\text{Zr}-4\text{Al}-1.5\text{Mo}$  с целью анализа зависимостей вклада ионов титана с различными степенями ионизации в общий спектр и числа мультисобытий от мощности лазерного излучения  $P_{\text{las}}$ . Для титана степень ионизации  $2^+$  является наиболее выгодной для испарения [1], поэтому в задачи подбора мощности лазера также входило исключение испарения ионов со степенями ионизации  $1^+$  и  $3^+$ . Исследования проводились при  $P_{\text{las}}$  равных 4, 6, 10 и 15 мВт. Анализируемая статистика данных – по 390 тыс. событий на состояние.

В качестве простейшей модели структуры полупроводник-проводник представлен сплав  $\text{Ti}-6\text{Al}-4\text{V}$ , из которого был приготовлен необходимый для АЗТ исследования образец, окисленный на воздухе при нормальных условиях. Для визуализации особенностей в распределении  $\text{Ti}$  и  $\text{TiO}_x$  были построены атомные карты переходного слоя. Анализ проводился при стандартных параметрах, за исключением мощности лазера, составляющей 12.5 мВт. Анализировалось около 1 млн событий.

Восстановление 3D-распределения атомов материалов, анализ их масс-спектров и числа мультисобытий проводились при помощи программного комплекса КВАНТМ-3D, разработанного в НИЦ “Курчатовский Институт” – ИТЭФ [20, 21].

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

### *Оптимизация параметров испарения кремния*

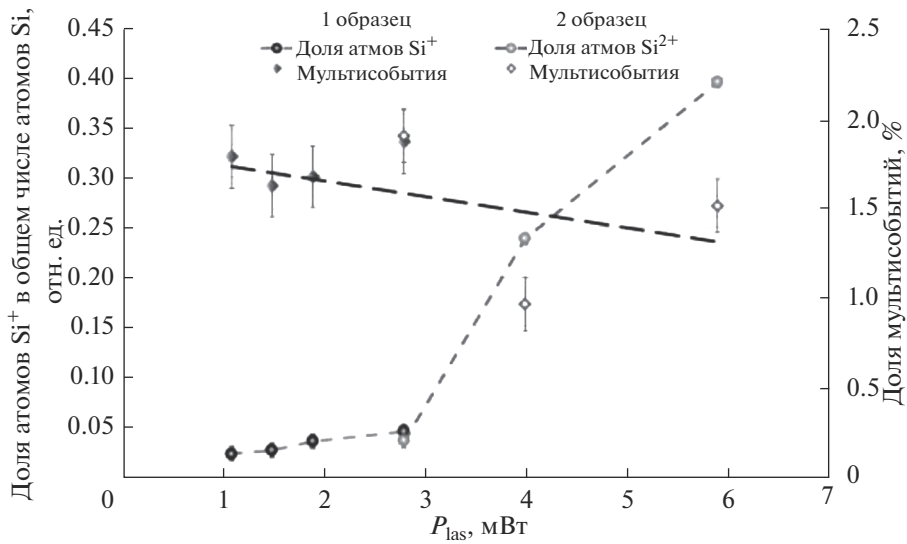
На рис. 1 представлены доли однократно ионизованных атомов кремния в общем числе зарегистрированных атомов кремния, а также вклады мультисобытий для каждого исследования. Для выбранного диапазона мощности лазера относительное число мультисобытий не превышало 4% и имело тенденцию к уменьшению с ростом  $P_{\text{las}}$ , что свидетельствует о проведении сбора данных в допустимых диапазонах мощностей. Данная тенденция известна в литературе, в том числе для полупроводников [23]. Ввиду того, что для кремния величина поля испарения минимальна для двукратно ионизованных ионов, ионы  $\text{Si}^{2+}$  испаряются в первую очередь [22]. Тем не менее, полученные данные показывают, что при увеличении мощности лазерного излучения до 6 мВт значительно растет число однократно ионизованных ионов кремния, при этом доля мультисобытий практически не меняется.

Из этого можно сделать вывод, что для исследований сложных материалов, в состав которых входит кремний, допустимо использовать несколько большую мощность, если это необходимо для оптимального испарения других компонентов материала. Например, при наличии в кремниевой матрице включений элементов, для которых отношение массы к заряду лежит в диапазоне 28–30 а. е. м. ( $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$  и т.д.), наиболее выгодным будет использование малых мощностей лазера (1–2 мВт), если при этом испарение интересующих элементов происходит также при незначительном числе мультисобытий (менее 10%). В противном случае мощность лазера можно повышать до 6 мВт, что, как показано, не приведет к нарушению химической идентификации кремния вследствие увеличения числа мультисобытий. Однако при этом следует учитывать, что излишний нагрев поверхности исследуемого образца может вызвать снижение пространственного разрешения [24].

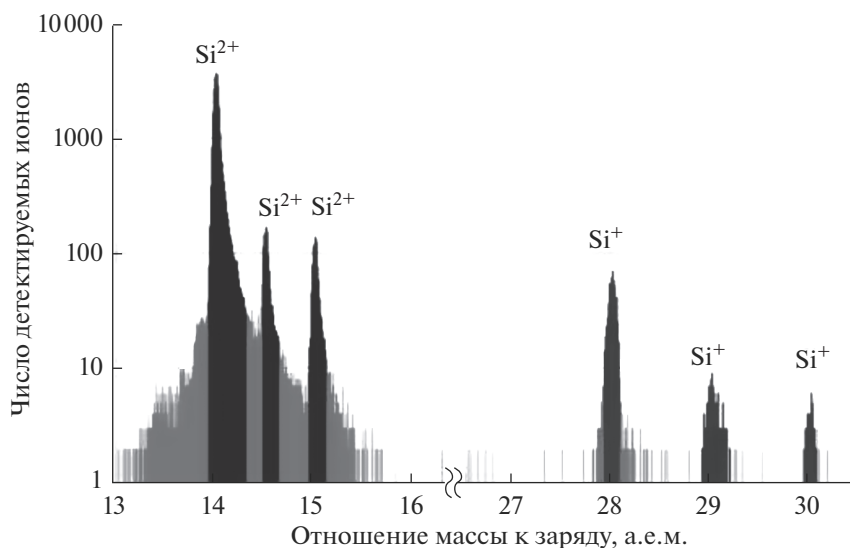
Масс-спектр образца кремния при минимальной используемой мощности лазерного излучения представлен на рис. 2. В данном случае разрешение по массе  $M/\Delta M_{10\%}$  основного пика при мощности лазерного излучения 1.1 мВт равен 118 отн. ед.,  $M/\Delta M_{50\%} = 292$  отн. ед.

### *Оптимизация параметров испарения титанового сплава*

Характерный масс-спектр исследованного фрагмента титанового сплава  $\text{Ti}-20\text{Zr}-4\text{Al}-1.5\text{Mo}$



**Рис. 1.** Доля атомов  $\text{Si}^+$  в общем числе зарегистрированных атомов кремния (основная шкала), а также доля мультисобытий (вспомогательная шкала) для двух исследованных образцов кремния при различных мощностях лазерного излучения  $P_{\text{las}}$ . Использование двух образцов обусловлено необходимостью набора достаточной статистики. В качестве погрешностей указан статистический разброс [22]. Зависимость доли мультисобытий от мощности лазерного излучения аппроксимирована линейной функцией для наглядности.



**Рис. 2.** Масс-спектр образца кремния, полученный при мощности лазера 1.1 мВт.

представлен на рис. 3. Анализируя полученный масс-спектр можно заметить, что однократно ионизованный титан испаряется, в основном, в форме гидрида. Учитывая особенности лазерного испарения в АЗТ, можно выделить две возможные причины данного эффекта – испарение водорода, который находился в исследуемом образце титанового сплава, и испарение остаточного водорода из вакуумной системы АЗТ установки. Детектируемый поток водорода, обусловленный

остаточным содержанием молекул водорода в камере, является характерной особенностью лазерного испарения в АЗТ и обычно не учитывается при анализе состава исследуемого материала. В данном случае испарение гидрида титана не является фактором, нарушающим какие-либо зависимости, и в дальнейшем испарение  $\text{TiH}^+$  будет считаться эквивалентным испарению  $\text{Ti}^+$ . Еще одним важным замечанием является наложение пиков масс-спектра элементов  $\text{Zr}^{2+}$ ,  $\text{Ti}^+$ ,  $\text{TiH}^+$  и

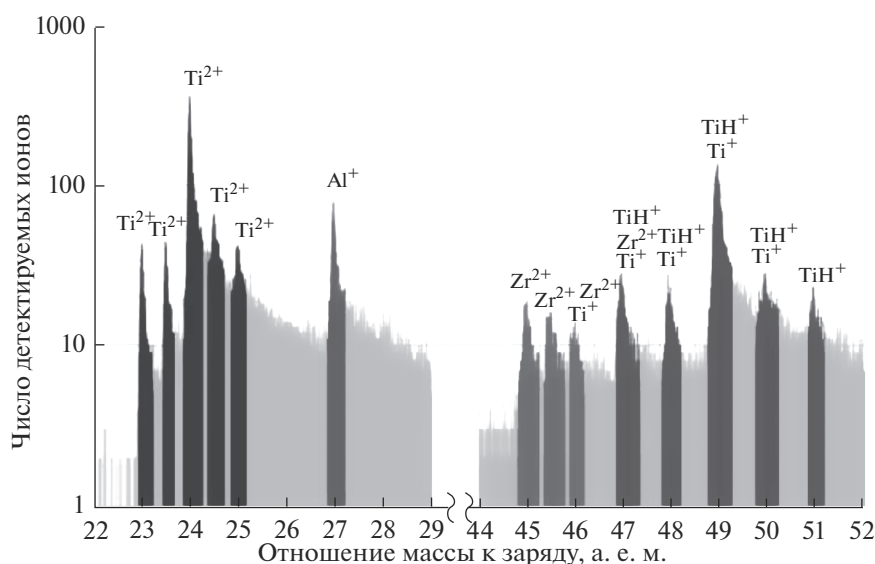


Рис. 3. Масс-спектр сплава Ti–20Zr–4Al–1.5Mo, полученный при мощности лазера 15 мВт.

$\text{Mo}^{2+}$ , которое может затруднить расчеты реальных концентраций различных атомов в образце. Тем не менее, ввиду того что в данном материале концентрация молибдена составляет около 1.5%, и только 24.2% его атомов попадают в пик масс-спектра на 49 а. е. м. (рис. 3), будем считать вклад атомов Mo в данный пик несущественным с точки зрения анализа отношения атомов  $\text{Ti}^+$  и  $\text{Ti}^{2+}$ . Таким образом, отношение числа событий  $\text{Ti}^+$  к  $\text{Ti}^{2+}$  будет рассчитано по их основным максимумам (28 и 49 а. е. м. соответственно).

Необходимо отметить, что при уменьшении мощности лазера до 4 мВт максимумы основных элементов титанового сплава были трудно различимы, а число случайно испаренных атомов превышало 85% от общего числа зарегистрированных событий. Поэтому дальнейшее уменьшение мощности не проводилось. Соотношение числа атомов  $\text{Ti}^+$  и  $\text{Ti}^{2+}$ , а также число мультисобытий для диапазона мощностей лазера 6–15 мВт представлены на рис. 4.

Выбранный диапазон является допустимым для исследования титановых сплавов, так как число мультисобытий при данных условиях не превышает 6%, и основные пики титана хорошо различимы. Было обнаружено, что доля мультисобытий также падает с ростом  $P_{\text{las}}$ , аналогично соответствующей зависимости для кремния. Для проводников данная тенденция ранее была показана в работе [16].

#### АНАЛИЗ ПЕРЕХОДНОГО СЛОЯ ОКСИД–МЕТАЛЛ СПЛАВА Ti–6Al–4V

С целью демонстрации анализа структур металл–полупроводник был исследован переходный слой оксид–металл титанового сплава Ti–6Al–4V. Из данного сплава методикой ФИП был подготовлен образец для атомно-зондового анализа. При нахождении на воздухе в течение ~5 ч на поверхности образца сформировалась оксидная пленка. Далее образец был проанализирован

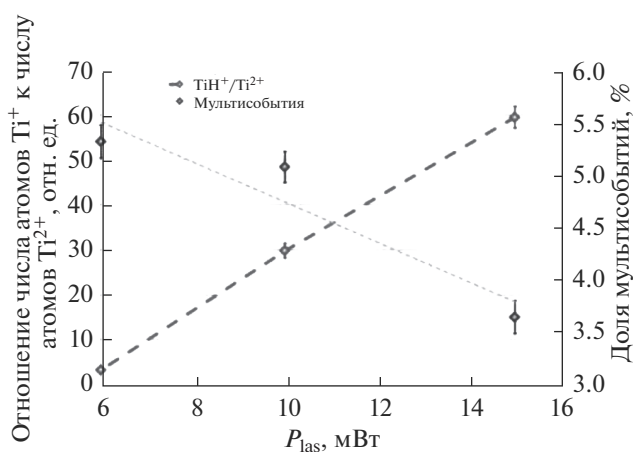


Рис. 4. Отношение числа атомов  $\text{Ti}^+$  к числу атомов  $\text{Ti}^{2+}$  (основная шкала) и доля мультисобытий (вспомогательная шкала) при различных мощностях лазерного излучения. Указан статистический разброс [22] и линейная аппроксимация зависимости доли мультисобытий от мощности лазерного излучения.

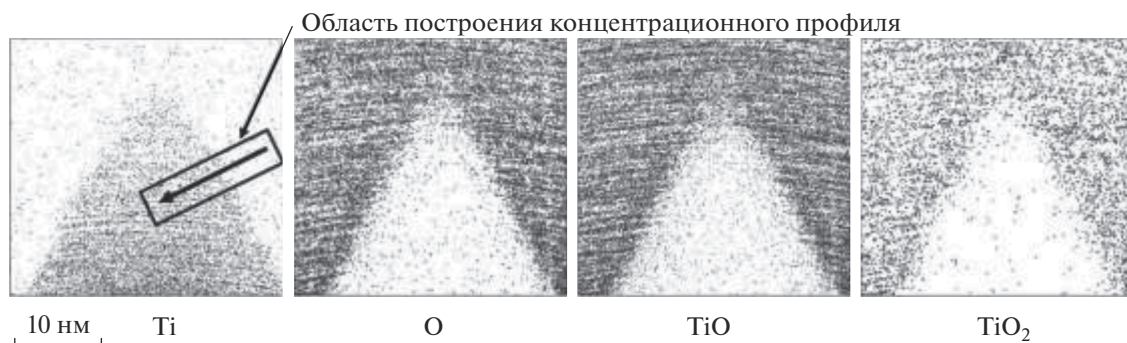


Рис. 5. Распределение атомов титана и кислорода в виде испаренных ионов Ti, O, TiO и TiO<sub>2</sub> в образце сплава Ti–6Al–4V.

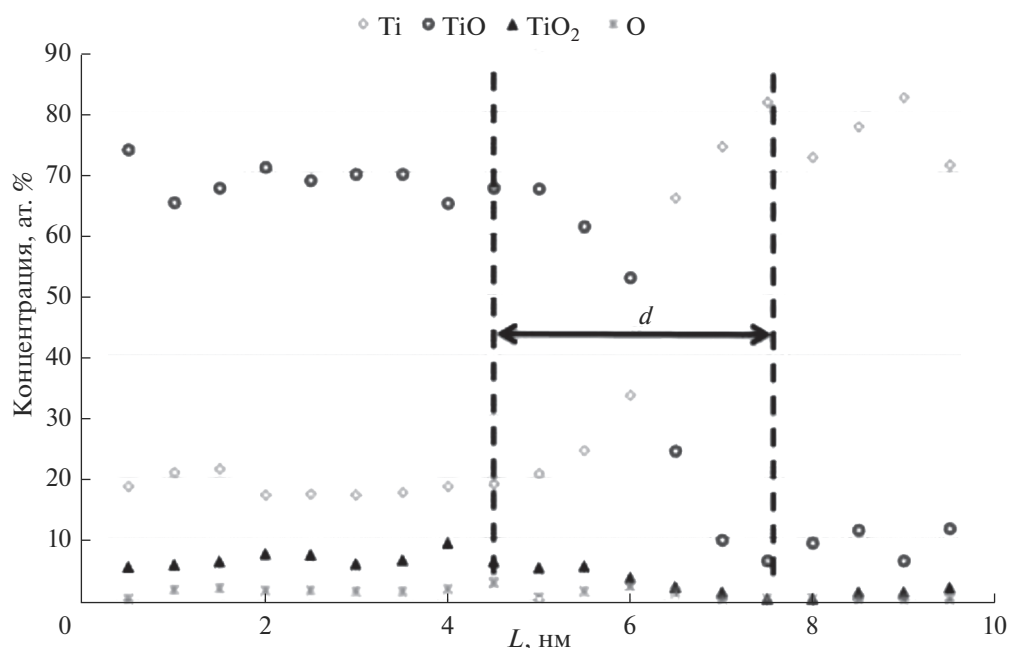


Рис. 6. Линейные концентрационные профили основных химических элементов, зарегистрированных в виде ионов Ti, O, TiO и TiO<sub>2</sub> вдоль выделенного фрагмента на рис. 5.

при помощи АЗТ. Атомно-зондовое изображение распределения испаренных ионов титана, кислорода и оксидов титана в нем показано на рис. 5. Концентрационные профили ионов Ti, O, TiO и TiO<sub>2</sub> для выделенного фрагмента образца представлены на рис. 6.

При окислении титана оксидная пленка может образоваться с нестехиометричным отношением титана и кислорода TiO<sub>0,8</sub>–TiO<sub>1,22</sub> [25]. Исходя из полученных данных, испарение сформировавшегося оксида проходило преимущественно путем

испарения сложных ионов TiO, но в некоторых случаях происходило испарение TiO<sub>2</sub>, а также титана и кислорода отдельно. Полученное среднее соотношение кислорода и титана составило ~TiO<sub>0,9</sub>. Соединение с таким составом является полупроводником, проводимостью порядка 10<sup>-4</sup> Ом · см [25]. По полученным концентрационным профилям можно оценить толщину переходного слоя: в выделенном фрагменте: толщина *d* составила примерно 3 нм (рис. 6).

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В данной работе проведена оптимизация параметров сбора данных методом атомно-зондовой томографии на установке ПАЗЛ-3D по мощности лазерного излучения для образцов из кремния, оксида титана и титана. Было определено, что оптимальная мощность лазерного излучения для одновременного исследования всех элементов гетероструктур, содержащих одновременно кремний и компоненты титанового сплава, составляет ~6 мВт. Получены масс-спектры исследуемых объектов, визуализирован переход оксид–металл титанового сплава, показаны концентрационные профили данного межфазного слоя. Полученные результаты показывают применимость приборов, аналогичных ПАЗЛ-3D, для исследования сложных многокомпонентных сред, в том числе, полупроводников, на нано- масштабных уровнях.

## БЛАГОДАРНОСТИ

Анализ материалов методом атомно-зондовой томографии выполнен на оборудовании Центра коллективного пользования КАМИКС (<http://kamiks.itep.ru/>) НИЦ “Курчатовский институт” – ИТЭФ.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Miller M.K., Forbes R.G. // London: Springer. 2014. 423 p. <https://doi.org/10.1007/978-1-4899-7430-3>
2. Stender P., Oberdorfer C., Artmeier M., Pelka P. et al. // Ultramicroscopy. 2007. V. 107. № 9. P. 726. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2007.02.032>
3. Рогожкин С.В., Искандаров Н.А., Лукьянчук А.А., Шутов А.С. и др. // Перспективные материалы. 2017. № 11. С. 5–17.
4. Rogozhkin S.V., Khomich A.A., Nikitin A.A., Raznitsyn O.A. et al. // Physics of Atomic Nuclei. 2018. V. 81. № 11. P. 1563. <https://doi.org/10.1134/S1063778818120049>
5. Kim S., Kim T.Y., Lee K.H., Kim T.H. et al. // Nature Communications. 2017. V. 8. P. 15891. <https://doi.org/10.1038/ncomms15891>
6. Arden W.M. // Curr Opin Solid. M. 2002. V. 6. № 5. P. 371. [https://doi.org/10.1016/S1359-0286\(02\)00116-X](https://doi.org/10.1016/S1359-0286(02)00116-X)
7. Albertin K.F., Valle M.A., Pereyra I. // J. Int. Cir. Systems. 2007. V. 2. P. 89.
8. Djordjevic S.S., Shang K., Guan B., Cheung S.T. et al. // Optics Express. 2013. V. 21. № 12. P. 13958.
9. Алехин А.П., Лапушкин Г.И., Маркеев А.М., Сугарев А.А. и др. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2010. № 5. С. 23.
10. Inoue K., Yano F., Nishida A., Tsunomura T. et al. // Appl. Phys. Lett. 2008. V. 92. № 10. P. 103506. <https://doi.org/10.1063/1.2891081>
11. Inoue K., Yano F., Nishida A., Takamizawa H. et al. // Appl. Phys. Lett. 2009. T. 95. № 4. P. 043502. <https://doi.org/10.1063/1.3186788>
12. Inoue K., Yano F., Nishida A., Takamizawa H. et al. // Ultramicroscopy. 2009. V. 109. № 12. P. 1479. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2009.08.002>
13. Takamizawa H., Shimizu Y., Inoue K., Toyama T. et al. // Appl. Phys. Lett. 2011. V. 99. № 13. P. 133502. <https://doi.org/10.1063/1.3644960>
14. Рогожкин С.В., Алеев А.А., Лукьянчук А.А. и др. // Приборы и техника эксперимента. 2017. № 3. С.25. <https://doi.org/10.7868/S0032816217020227>
15. Kelly T.F., Miller M.K. // Rev. Scient. Instrum. 2007. V. 78. № 3. P. 031101. <https://doi.org/10.1063/1.2709758>
16. Разницын О.А., Лукьянчук А.А., Шутов А.С. и др. // Масс-спектрометрия. 2017. Т. 14. № 1. С. 33.
17. Разницын О.А., Лукьянчук А.А., Шутов А.С., Рогожкин С.В. и др. // Ядерная физика и инжиниринг. 2017. Т. 8. № 2. С. 138. <https://doi.org/10.1134/S2079562917020208>
18. Хорошилов В.В., Корчуганова О.А., Лукьянчук А.А., Разницын О.А. и др. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2018. № 1. С. 101–108. <https://doi.org/10.7868/S020735281801016X>
19. Kelly T.F., Vella A., Bunton J.H., Houard J. et al. // Current Opinion in Solid State and Materials Science. 2014. V. 18. № 2. P. 81. <https://doi.org/10.1016/j.cossms.2013.11.001>
20. Шутов А.С., Лукьянчук А.А., Рогожкин С.В., Разницын О.А. и др. // Ядерная физика и инжиниринг. 2017. Т. 8. № 2. С. 141. <https://doi.org/10.1134/S2079562917020221>
21. Алеев А.А., Рогожкин С.В., Лукьянчук А.А., Шутов А.С. и др., Программный комплекс по восстановлению, обработке и анализу томографических атомно-зондовых данных “КВАНТМ-3D” V1.0.0. Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ № 2018661876, пер. 20.09.2018.
22. Gault B., Moody M.P., Cairney J.M., Ringer S.P. // Atom Probe Microscopy (Vol. 160). N.Y.: Springer Science & Business Media, 2012. 396 p. <https://doi.org/10.1007/978-1-4614-3436-8>
23. Muller M., Saxey D.W., Smith G.D.W., Gault B. // Ultramicroscopy. 2011. V. 111. P. 487.
24. Cerezo A., Clifton P.H. // Ultramicroscopy. 2007. V. 107. P. 720.
25. Лазарев В.Б., Соболев В.В., Шапльгин И.С. Химические и физические свойства простых оксидов металлов. М.: Наука, 1983. 239 с.

## Study of Silicon and of Transition Layer between Titanium and Titanium Oxide by Laser-Assisted Atom Probe Tomography

O. A. Raznitsyn<sup>1, 2, \*</sup>, A. A. Lukyanchuk<sup>1, 2</sup>, I. A. Raznitsyna<sup>1</sup>, A. S. Shutov<sup>1, 2</sup>, A. A. Khomich<sup>1, 2</sup>, V. V. Khoroshilov<sup>1, 2</sup>, A. A. Nikitin<sup>1, 2</sup>, A. A. Aleev<sup>1, 2</sup>, S. V. Rogozhkin<sup>1, 2</sup>

<sup>1</sup>*NRC “Kurchatov Institute” – ITEP, Moscow, 117218 Russia*

<sup>2</sup>*National Research Nuclear University MEPhI, Moscow, 115409 Russia*

*\*e-mail: Oleg.Raznitsyn@itep.ru*

Monitoring the characteristics of nanoscale objects is a necessary step in the development of new materials and complex low-dimensional systems. Atom probe tomography is one of the few methods that allow studies nanoscale objects with complex chemical composition. However, a preliminary optimization of instrument parameters for each material is necessary to obtain the most accurate characteristics of materials. This paper presents the results of optimizing the analysis conditions for silicon and for transition layer between a titanium and titanium oxide to refine a technique for tomographic atom probe analysis of metal-semiconductor structures with the use of the atomic probe tomograph APPLE-3D. The optimal power of laser pulses was determined for investigation composite of these materials. The atomic structure of the titanium oxide – titan interphase layer is visualized; the concentration profiles of evaporated ions Ti and TiO<sub>x</sub> in the transition layer are obtained.

**Keywords:** atom probe tomography, mass spectrometry, microscopy, laser evaporation, silicon, titan, titanium oxide, transition layer.