

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования «Уральский федеральный университет имени
первого Президента России Б.Н. Ельцина»

На правах рукописи



ЮШКОВ Антон Александрович

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ТОНКИХ ПЛЕНОК
ТИПА A^V - B^{VI} И СУЛЬФИДНЫХ НАНОПОРОШКОВ
МЕТОДАМИ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

1.3.8. Физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени кандидата
физико-математических наук

Екатеринбург – 2022

Работа выполнена на кафедре физики конденсированного состояния и наноразмерных систем Института естественных наук и математики Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина»

Научные руководители: доктор физико-математических наук, профессор, **БАБУШКИН Алексей Николаевич**;
кандидат физико-математических наук, доцент, **КОЛОСОВ Владимир Юрьевич**

Официальные оппоненты: **ЛАЧИНОВ Алексей Николаевич**, доктор физико-математических наук, профессор, Институт физики молекул и кристаллов – обособленное структурное подразделение ФГБНУ Уфимский федеральный исследовательский центр Российской академии наук, г. Уфа, главный научный сотрудник, заведующий лабораторией электроники наносистем;

КАЗАНЦЕВА Наталия Васильевна, доктор физико-математических наук, ФГБУН Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, г. Екатеринбург, главный научный сотрудник лаборатории аддитивных технологий;

ЮРОВСКИХ Артем Сергеевич, кандидат технических наук, доцент, ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», доцент кафедры термообработки и физики металлов

Защита состоится « 28 » октября 2022 г. в 15:00 ч на заседании диссертационного совета УрФУ 1.3.02.06 по адресу: 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19, ауд. И-420 (зал Ученого совета)

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина» <https://dissovet2.urfu.ru/mod/data/view.php?d=12&rid=3795>

Автореферат разослан « _____ » _____ 2022 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета



Ищенко Алексей Владимирович

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность и степень разработанности темы исследования

Аморфное состояние вещества характеризуется наличием лишь ближнего порядка атомов при отсутствии дальнего порядка кристаллического состояния и является метастабильным. Переход аморфная фаза-кристалл в твердых телах, особенно в тонких пленках, может происходить без изменения агрегатного состояния вещества. Такие материалы в англоязычной литературе имеют название *phase-change materials*. Русскоязычная адаптация этого термина – *фазопереходные материалы* [1-2]. Важно различать такой фазовый переход и перекристаллизацию вещества пленки через плавление. Постоянство агрегатного состояния вещества, в том числе, обуславливает некоторые аспекты применения фазопереходных материалов. Речь идет о хранении информации – как в виде записываемых дисков, твердотельных носителей. Для современных материалов фазопереходной памяти характерны близкие значения температур аморфизации и кристаллизации.

Изменения микроструктуры, морфологии пленок так же необходимо учитывать для прогнозирования механической и электрической целостности устройств на их основе. Для вынужденной кристаллизации исходно аморфных пленок и обратного перевода в аморфное состояние применяют различные энергетические воздействия: лазерный пучок, вакуумный отжиг, электрический ток, электронный пучок. Кристаллизация в аморфном материале распространяется из исходно существующих, либо возникающих, спонтанно или под внешним воздействием, центров кристаллизации. Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) позволяет выявлять такие центры, наблюдать процесс их возникновения, в т.ч. в реальном времени.

В качестве образцов для исследования были выбраны тонкие пленки висмута и сурьмы и материалов на их основе. Для пленок этих веществ характерна спонтанная кристаллизация. Кристаллизация и свойства тонких пленок данных материалов активно исследуется в последние годы: [3-6].

Аморфное состояние характеризуется наличием лишь ближнего порядка атомной структуры. В случае наночастиц, имеющих размер порядка единиц-десятков нанометров, методом электронной микроскопии высокого разрешения (ВРЭМ) можно определить принадлежность отдельной частицы к аморфной или кристаллической фазе. Халькогенидные нанопорошки, такие, как сульфиды цинка, свинца, кадмия и их композиты, являются важными материалами в задачах солнечной энергетики, электрохимии, фотокатализа, производстве электроники, электролюминесцентных материалов [7-8]. Нередко частицы таких порошков, насыщенные дефектами кристаллической ячейки, имеющие значительную долю атомов в поверхностном слое, по данным рентгенофазового анализа и электронной микроскопии, имеют структуру, близкую к аморфной. Свойства таких наноматериалов во многом определяются структурой дефектов и размерными эффектами.

Целями работы являются:

- установление закономерностей зарождения и роста кристаллической фазы в тонких аморфных пленках типа A^V-B^{VI} (Bi-Te, Sb-Te, Sb-Se, Ge-Sb-Te, Sb, Bi), полученных методами термического осаждения и магнетронного напыления;
- установление условий кристаллизации указанных тонких пленок, определение их кристаллографических ориентировок, степени дефектности кристаллической решетки;
- определение особенностей поведения рассматриваемых пленок в условиях контролируемого и фиксируемого в реальном времени воздействия электронным пучком на образцы;

- определение морфологии, фазового состава и структуры дефектов в образцах нанопорошков ZnS, ZnS-Sc, PbS, CdS, полученных методом химической конденсации.

Для достижения поставленных целей были поставлены и решены следующие **задачи:**

- Изучение морфологии, микро- и наноструктуры тонких пленок типа A^V-B^{VI} средствами электронной микроскопии.
- Определение фазового состав, кристаллографических ориентировок в образцах, распределения химических элементов.
- Выявление закономерностей кристаллизации исходно аморфных пленок в зависимости от градиента толщины, химического состава, морфологии, наличия неоднородностей пленки, применяемых воздействий.
- Оценка степени дефектности кристаллизованных пленок посредством определения изгиба кристаллической решетки методом изгибных экстинкционных контуров. Определение закономерности формирования и изменения изгиба.
- Исследование кристаллической структуры, фазового состава образцов сульфидных нанопорошков, полученных методом химической конденсации из водных растворов прекурсоров, выявление и классификация дефектов кристаллической структуры.
- Исследование процессов вынужденной кристаллизации и рекристаллизации вышеназванных тонких пленок под действием электронного пучка и термического отжига, сравнение со спонтанной кристаллизацией.

Научная новизна работы состоит в следующем:

Впервые исследованы особенности структуры кристаллизуемых исходно аморфных тонких пленок типа A^V-B^{VI} , таких как Sb, Bi, Sb-Te, Bi-Te, Sb-Se, Ge-Sb-Te.

Определены структурно-морфологические зависимости, фазовый состав и преобладающие кристаллографические ориентировки в указанных пленках. Оценена дефектность формируемых кристаллов: измерен локальный внутренний изгиб решетки, интегральный изгиб, для ряда образцов оценена толщина кристаллизованного слоя.

Проведены оригинальные *in situ* эксперименты по воздействию на образцы пленок и сульфидных нанопорошков электронным пучком в колонне ПЭМ.

Определены фазовый состав и особенности структуры частиц нанопорошков PbS, CdS, ZnS, ZnS+Sc, полученных методом химического осаждения, и формируемых ими агломератов.

Теоретическая значимость работы

Выявлены закономерности кристаллизации тонких аморфных пленок типа A^V-B^{VI} , тенденции роста кристаллов в них в зависимости от толщины, состава и условий воздействия.

При исследовании пленок с градиентом толщины обнаружено наличие критической толщины аморфной пленки при термическом вакуумном напылении при развитии спонтанной или вынужденной (под воздействием температуры или электронного пучка) кристаллизации. Предложен возможный механизм зарождения и распространения фронта кристаллизации в объеме тонкой пленки.

Практическая значимость работы

Показана применимость метода изгибных контуров для оценки степени дефектности структуры новых кристаллических материалов, полученных методами термического осаждения и магнетронного напыления.

Проанализирована структура дефектов кристаллических решеток сульфидных наночастиц.

Экспериментально показана возможность контролируемого создания кристаллических микро- и наноструктур в тонких аморфных пленках посредством наблюдаемого в реальном времени воздействия электронного пучка ПЭМ. Локальность формируемых структур зависит от материала пленки и используемого метода фокусировки пучка.

Положения, выносимые на защиту

В тонких пленках Bi_2Te_3 , Sb , Sb-Se , Sb-Te с градиентом толщины спонтанная кристаллизация начинается обычно в отдельных центрах в наиболее толстой части пленки и распространяется в области наименьшей толщины.

При кристаллизации тонких пленок типа $\text{A}^{\text{V}}\text{-B}^{\text{VI}}$ под действием электронного пучка в образцах формируются поликристаллические области без преимущественной кристаллической ориентировки. При кристаллизации под действием вакуумного отжига в пленках протекают процессы нуклеации и роста кристаллов. С увеличением температуры процесс нуклеации преобладает над ростом отдельных кристаллов.

В тонких кристаллизуемых пленках типа $\text{A}^{\text{V}}\text{-B}^{\text{VI}}$ наблюдается сильная внутренняя разориентировка кристаллической решетки, до порядка 100 град/мкм. Спонтанная кристаллизация не происходит при толщине пленки менее критической (порядка 5 нм).

В составе нанопорошков ZnS и PbS выявлены частицы, содержащие две кристаллические фазы, разделенные кристаллическим интерфейсом. В нанопорошках сульфида цинка выявлены так же частицы фазы, обладающей ближним кристаллическим порядком (переходной к аморфной).

Достоверность полученных результатов обеспечивается применением современного сертифицированного исследовательского оборудования, методов интерпретации результатов, аттестованных образцов.

Апробация результатов

Полученные в ходе работы результаты доложены и обсуждены на конференциях: "Физика. Технологии. Инновации ФТИ-2016", Екатеринбург, 2016 г; XXVII Российская конференция по электронной микроскопии РКЭМ 2016, Зеленоград, 2016 г; X Международная конференция "Аморфные и микрокристаллические полупроводники", Санкт-Петербург, 2016 г; European Microscopy Congress, Лион, Франция, 2016 г; «Химия твердого тела и функциональные материалы», Екатеринбург, 2016 г; XX Менделеевский съезд по общей и прикладной химии, Екатеринбург, 2016 г; Забабахинские научные чтения, Снежинск, 2017 г; «Стекло: наука и практика» GlasSP2017, Санкт-Петербург, 2017 г; "Физика. Технологии. Инновации ФТИ-2017", Екатеринбург, 2017 г; Microscience Microscopy Congress, Манчестер, Великобритания, 2017 г; 24th Congress & General Assembly of the International Union of Crystallography, Хайдерабад, Индия, 2017 г; EUROMAT 2017, European Congress on advanced materials and processes, Тессалоники, Греция, 2017 г; 2-й Международный форум по электронно-лучевым технологиям для микроэлектроники, Москва, 2017 г; Уральская минералогическая школа, Екатеринбург, 2017 г; "Физика. Технологии. Инновации ФТИ-2018", Екатеринбург, 2018 г; 5-ая школа молодых учёных «Современные методы электронной и зондовой микроскопии в исследованиях органических, неорганических наноструктур и нано-биоматериалов»,

Черноголовка, 2018 г; 16th International IUPAC Conference on High Temperature Materials Chemistry HTMC XVI, Екатеринбург, 2018 г; Microscopy Conference 2019, Берлин, Германия, 2019 г; «Электронно-лучевые технологии» КЭЛТ – 2019, Черноголовка, 2019 г; 3rd International Conference «Modern Synthetic Methodologies for Creating Drugs and Functional Materials» (MOSM2019), Екатеринбург, 2019 г; "Физика. Технологии. Инновации ФТИ-2019", Екатеринбург, 2019 г; "Физика. Технологии. Инновации ФТИ-2020", Екатеринбург, 2020 г; 7th International School and Conference "Saint-Petersburg OPEN 2020", Санкт-Петербург, 2020 г; 4th International Conference «Modern Synthetic Methodologies for Creating Drugs and Functional Materials» (MOSM2020), Екатеринбург, 2020 г; 12я международная конференция «Аморфные и микрокристаллические полупроводники» AMS12, Санкт-Петербург, 2021 г.

Личный вклад автора состоит в участии в постановке целей и задач исследования, самостоятельном проведении экспериментов, обработке и интерпретации данных, подготовке публикаций, выступлении с докладами на конференциях.

Публикации

Основное содержание диссертационного исследования изложено в 25 научных работах, в их числе 13 статей в рецензируемых научных изданиях, определенных ВАК РФ и Аттестационным советом УрФУ и индексируемых базами данных Scopus и Web of Science.

Структура и объем работы

Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав, заключения и списка литературы. Работа содержит 140 страниц, 87 рисунков, 4 таблицы (а также рисунки и таблицы в Приложении); список литературы состоит из 80 наименований.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснованы актуальность работы, определены научная новизна, теоретическая и практическая значимость полученных результатов.

В первой главе приведен выбор объектов и методов исследования. Приведен обзор предшествовавших исследований тонкопленочных фазопереходных материалов и сульфидных нанопорошков, дано описание основных использованных в работе средств и методов исследования, способов получения образцов.

Съемки и эксперименты проводились на ПЭМ JEOL JEM-2100 с CCD- камерой Gatan Orius и рентгеновским энергодисперсионным микроанализатором Bruker XFlash 6T130.

Большинство образцов тонких пленок было получено в Лаборатории электронной микроскопии методом термического напыления в вакууме с использованием системы масок на подложке для создания градиентов толщины. Пленки Sb_2Te получены методом магнетронного напыления в Рейнско-Вестфальском техническом университете Ахена (ФРГ), пленки $Ge_2Sb_2Te_5$ (GST225) были получены магнетронным напылением в Институте общей и неорганической химии, Москва. Образцы сульфидных нанопорошков были получены в Институте химии твердого тела УрО РАН методом конденсации из водных растворов прекурсоров.

Степень дефектности решетки кристаллов выявляли и оценивали по методу изгибных экстинкционных контуров (ИК). Контуров проявляются в виде изогнутых линий дифракционного контраста различной яркости и являются характерной особенностью микроструктуры исследованных образцов пленок на ПЭМ снимках. Контуров при сильном изгибе решетки кристалла возникают в виде пары, соответствующей противоположным рефлексам $\Delta G\ hkl$ и $\bar{h}\bar{k}\bar{l}$ и взаимно разориентированным плоскостям решетки, Рис. 1. Наличие ИК в кристаллах свидетельствует о сильном внутреннем напряжении в образцах,

возникающем вследствие механической деформации или при переходе аморфная-кристаллическая фаза. Исторически метод ИК применяли для оценки механического изгиба тонких пленок и фольг. Ранее было показано, что ИК формируются в том числе и при кристаллизации из аморфного состояния [9-10]. Радиус внутреннего изгиба решетки можно найти из измерений расстояний между двумя яркими контурами в паре hkl и $\overline{h\bar{k}\bar{l}}$, снятыми в режиме светлого поля (с.п.). Для таких контуров (параллельных оси изгиба кристалла или изгиба его решётки) согласно закону дифракции Вульфа-Брэгга, можно записать:

$$N = R \cdot 2 \Theta, \quad (1)$$

где N – расстояние между контурами в паре на с.п. изображении, R – радиус изгиба кристаллической решетки вокруг оси, лежащей в плоскости образца, Θ – угол между плоскостями hkl и $\overline{h\bar{k}\bar{l}}$ в отражающем положении.

С учетом (1) можно записать выражение для определения радиуса изгиба решетки через измеряемые на снимках величины:

$$R = 2N/\lambda D, \quad (2)$$

где λ - длина волны электрона (0,0025 нм при 200 кВ), D - расстояние между парой противоположных рефлексов на ЭГ выбранной области.

Пересекающиеся пары изгибных контуров образуют зонно-осевые картины (ЗОК), соответствующие той или иной кристаллографической ориентировке. Поскольку пары ИК формируются вдоль определенных кристаллографических направлений, система пересекающихся ИК и смежных ЗОК является отображением на плоскость образца стереографической проекции кристалла. Совмещая светло- и темнопольную съемку и дифракцию, сопоставляя рефлексам электронограмм (ЭГ) определенные пары ИК в составе ЗОК, становится возможным быстрое визуальное определение встречающиеся в образцах кристаллографические ориентировки с высокой локальностью.

Сопоставление пар контуров рефлексам ЭГ проводится по снимкам в режиме темного поля (т. п.), Рис. 2. В ходе измерений строились кривые в соответствующих точках на снимках. Величина внутреннего изгиба часто варьируется вдоль длины пары ИК, поэтому измерения проводили на нескольких участках контуров, обычно на двух-трех. По значению радиуса изгиба рассчитывали внутренний изгиб решётки на единицу длины - локальный удельный изгиб, измеряемый в град/мкм.

В случае присутствия на снимках ИК в т.п. динамических эффектов дифракции, проявляющихся в виде вторичных максимумов интенсивности, согласно [3], становится возможной оценка толщины кристалла по формуле

$$t = d_{hkl}^2 \cdot N/\lambda k \quad (3)$$

где d_{hkl} – межплоскостное расстояние, k – расстояние между побочными (либо главным и первым побочным) максимумами интенсивности на изображении.

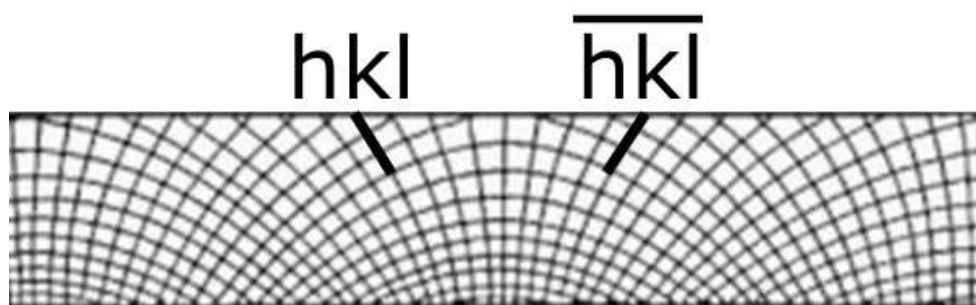


Рисунок 1. Схема кристалла с искривленной решеткой и обозначением пары взаимно разориентированных плоскостей $\pm hkl$, отвечающих симметричной паре рефлексов на ЭГ и паре ИК на ПЭМ-изображении.

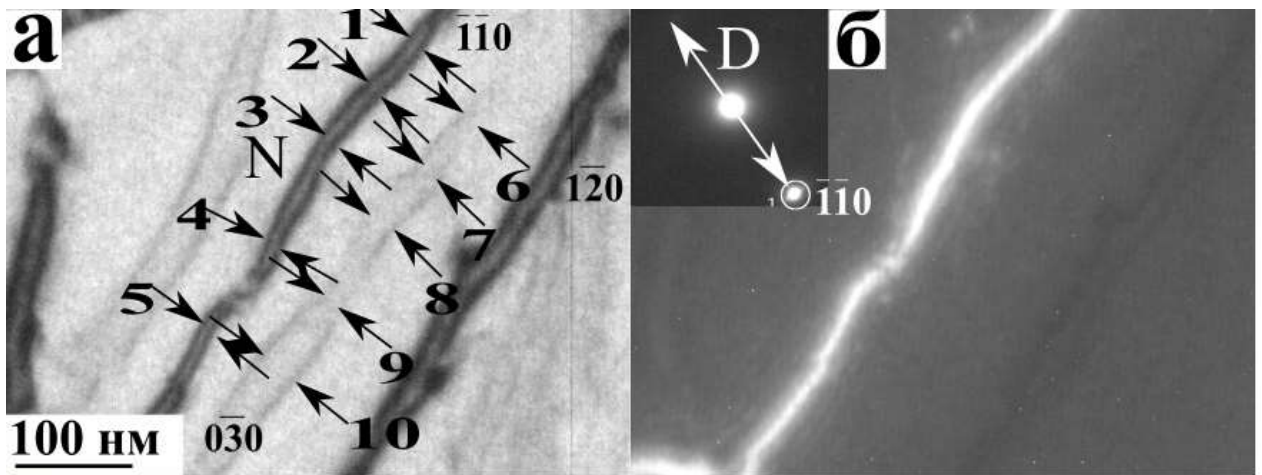


Рисунок 2. Измерение локального изгиба кристаллической решетки по методу ИК. а – с.п. снимок участка с проиндцированными контурами, стрелками и номерами показаны места измерений N для двух пар контуров, ± 110 (точки 1-5) и $\pm 1-20$ (точки 6-10). б – т.п. снимок области на Рис. 2 а, полученный от одного из рефлексов пары (указан белым кругом) на ЭГ от области на Рис. 2 а на врезке (стрелкой обозначена величина D, симметричный рефлекс слабый). Видно яркое высвечивание одного из контуров пары, что позволяет идентифицировать контур с рефлексом ЭГ.

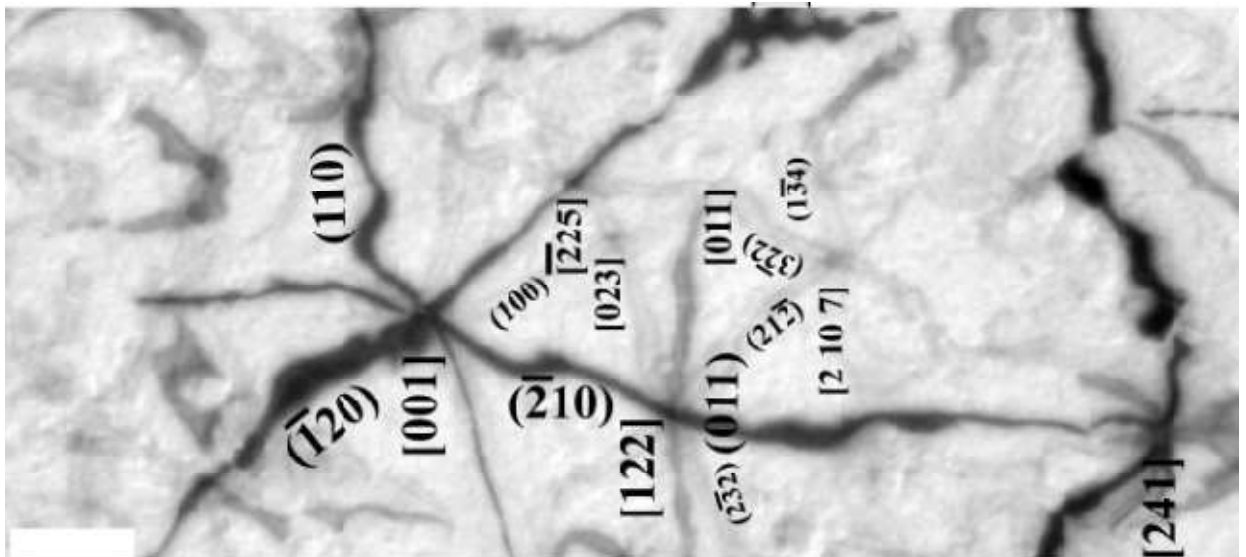


Рисунок 3. ПЭМ-снимок кристалла в пленке Sb_2Te с идентифицированными ЗОК, (индексы в квадратных скобках) и изгибными контурами (в круглых скобках). Осям кристалла соответствуют проиндцированные ЗОК, парам ИК (для более ярких – слившимся парам контуров) - соответствующие плоскости.

Во второй главе приведены результаты измерений внутреннего изгиба в тонких спонтанно кристаллизовавшихся пленках Bi, Bi_2Te_3 , Sb, Sb-Se, Sb-Te. Также произведен расчет ЭГ и определены фазовый состав и кристаллографические ориентировки образцов, рассмотрены особенности морфологии.

Пленка Vi сформирована ограниченными кристаллитами различных форм, нередко гексагонального мотива огранки, размерами до 200 нм. Поверх них часто встречаются отдельные ромбовидные или гексагональные кристаллы размером десятки нанометров. Преимущественная ориентировка в пленке - $[001]$. Внутренний изгиб решетки достигает 110 град/мкм. Явной зависимости между величиной внутреннего изгиба и толщиной пленки не выявлено.

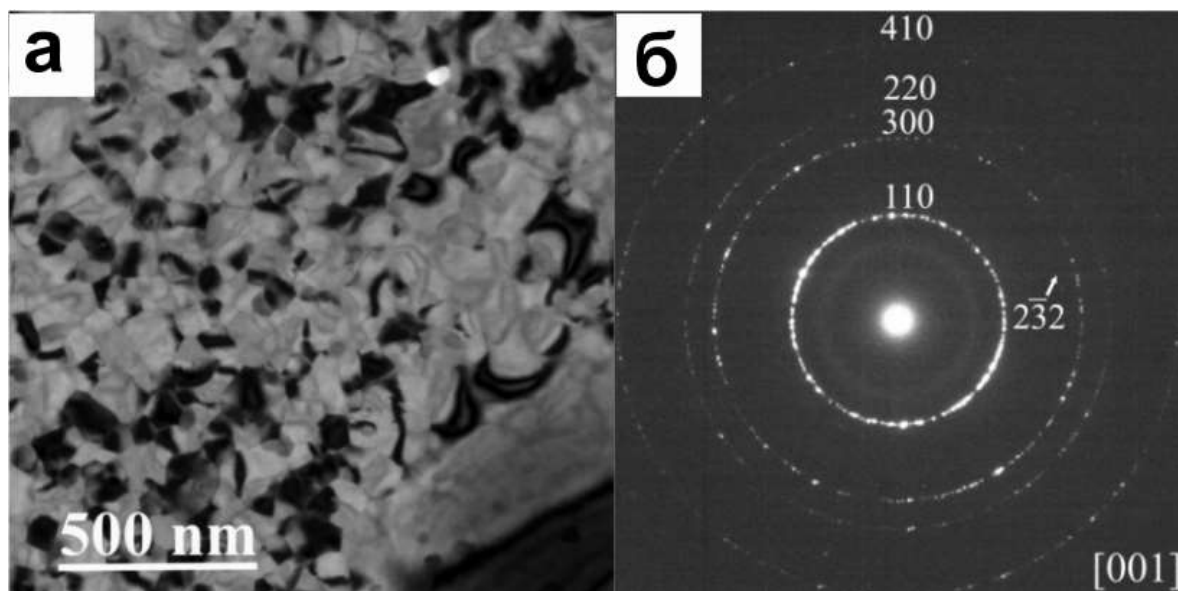


Рисунок 4. а – ПЭМ-снимки участков поликристаллической пленки висмута; б – проиндицированная кольцевая ЭГ области на Рис. 4 а

В градиентных образцах Vi_2Te_3 локальный изгиб решетки достигает 150 град/мкм. Наблюдается изменение микроструктуры пленки вдоль градиента толщины. В начале градиента вещество осаждается в виде кристаллических островков размерами до 20 нм. В данной области обнаруживается фаза Vi_2Te_3 . В областях большей толщины формируется сплошная пленка, кристаллизованная в фазе Te , основные ориентировки $[100]$ и $[2\bar{2}1]$.

В градиентных образцах пленок Sb спонтанная кристаллизация распространяется из центров, расположенных в областях наиболее толстой пленки. Центры кристаллизации часто связаны с дефектами пленки. Вблизи центров кристаллическая фаза имеет вид замощения вытянутыми лентовидными кристаллитами, переходящими в домены ориентировки (соседствующие монокристаллические области, границы которых различимы в режиме темного поля от определенного рефлекса электронограммы) в областях меньшей толщины. Фронт кристаллизации останавливается в связанной островково-лабиринтной структуре. С уменьшением толщины напыления Sb конденсируется в виде островков-капель уменьшающихся размеров и количества на поверхности подложки. Преобладающие в образце кристаллографические ориентировки - $[\bar{1}11]$ (вблизи центров кристаллизации) и $[001]$ (в областях доменов ориентировки). Наблюдается тенденция к росту внутреннего изгиба кристаллической решетки с уменьшением толщины пленки. Он достигает 120 град/мкм.

В образцах системы Sb-Se картина кристаллизации аналогична таковой в чистой сурьме. Локальный изгиб в наиболее толстых областях образцов достигал 150 град/мкм (что сопоставимо с максимальными значениями для образцов чистой сурьмы в областях наименьшей толщины), принимая меньшие значения в областях меньшей толщины. Присутствие селена не сказывается на морфологии большей части образцов. Исключение - области наименьшей толщины пленки, где вблизи границы аморфной и кристаллической фаз в островково-лабиринтной структуре формируются частицы типа «ядро-оболочка» Sb@Se . Так же частицы селена обнаруживаются на фоне пленки сурьмы по всей площади образцов.

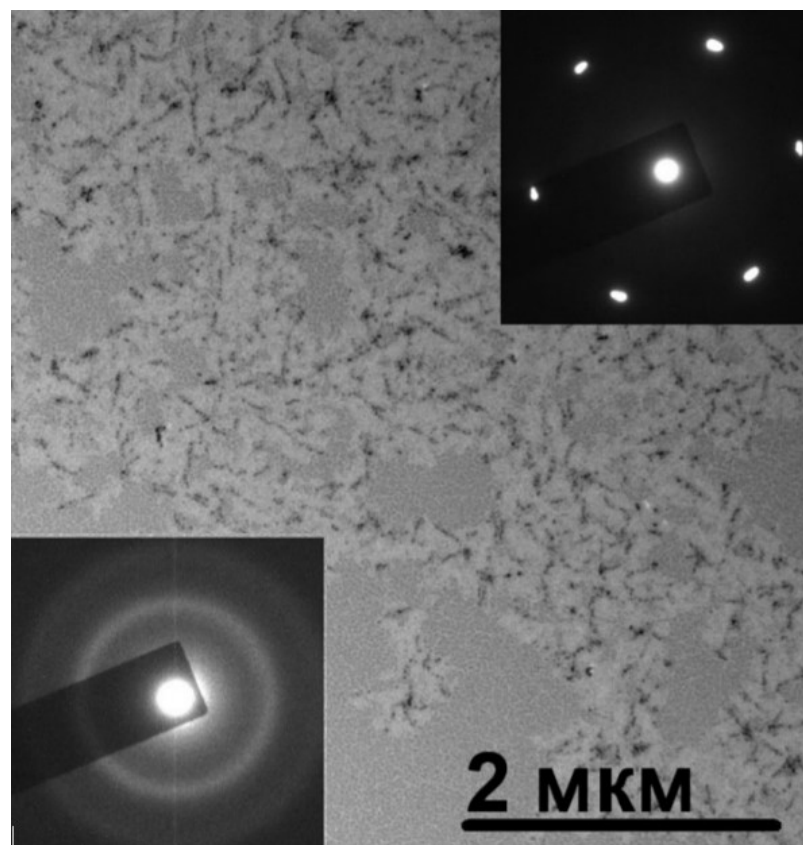


Рисунок 5. Участок неоднородной границы кристаллической (вверху) и аморфной фаз (снизу) в пленке сурьмы, с соответствующими ЭГ на врезках.

В образцах Sb-Te имеют место существенные изменения морфологии и фазового состава пленок вдоль градиента толщины. В начале градиента вещество осаждается в виде островков со структурой ядро-оболочка $Sb@Te$, аналогично образцам Sb-Se. В этой области располагается граница аморфной и кристаллической фаз. В кристаллизованной островково-лабиринтной структуре выявляются фазы Sb_2Te_3 и Te. В областях большей толщины формируется сплошная пленка, кристаллизованная в фазе Te. Наблюдается зависимость кристаллографических ориентировок от толщины пленки. Преобладающие ориентировки кристаллитов - $[110]$ (в средней части градиента толщины) и $[120]$ (в области наибольшей толщины). Локальный изгиб в области наибольшей толщины достигает 190 град/мкм.

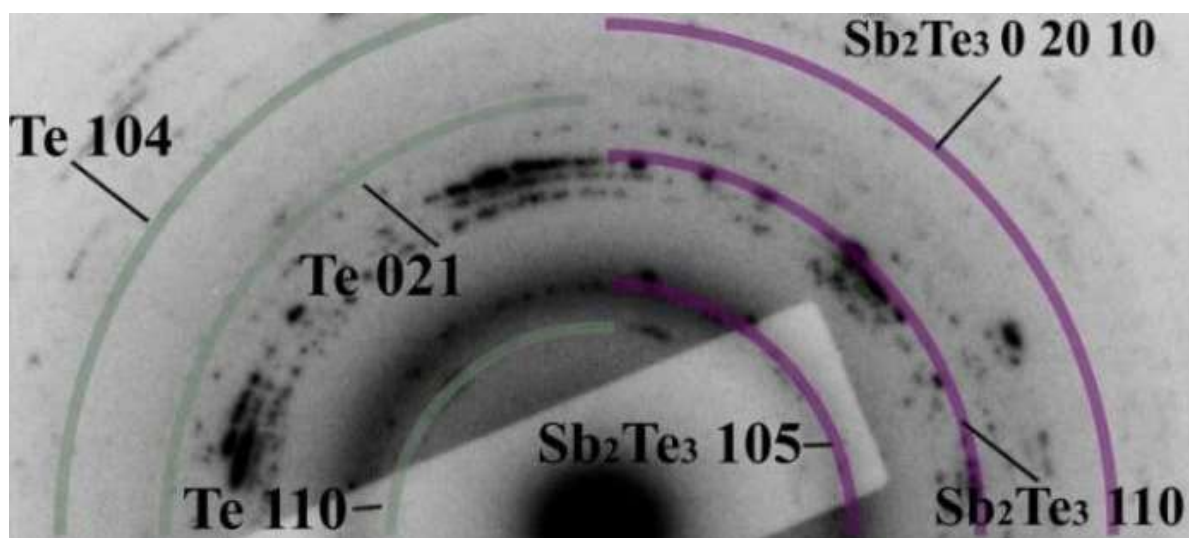


Рисунок 6. Кольцевая ЭГ от области островково-лабиринтной структуры в образце Sb-Te с характерными проиндексированными кольцевыми рефлексами фаз Sb_2Te_3 и Te.

Достигнутые значения изгиба кристаллической решетки свыше сотни град/мкм превышают возможные значения механического изгиба и указывают на внутреннюю разориентировку кристаллических плоскостей. Значения в десятки град/мкм принципиально возможны для механического изгиба кристалла как целого, однако, он бы проявился в топологии пленок, чего не наблюдается – рассмотренные пленки на участках измерений плоские.

Основными тенденциями спонтанной кристаллизации являются распространение фронта кристаллизации из областей наибольшей толщины пленки образца в области наименьшей толщины, а также зависимость определяемой кристаллической фазы от толщины, и зависимость от толщины пленки степени дефектности кристаллов (определяемой по внутреннему изгибу кристаллической решетки).

В третьей главе приведены результаты исследований фазового состава, дефектов кристаллической структуры и морфологии образцов сульфидных нанопорошков CdS, PbS, ZnS, ZnS-Sc, полученных методом химического осаждения.

Образец нанопорошка CdS представлен крупными, до нескольких мкм, скоплениями частиц. Большая часть площади скоплений непрозрачна для пучка ПЭМ. Скопления стабильны под электронным пучком. По совокупности данных расшифровки ЭГ и прямых измерений на ВРЭМ-снимках можно сделать вывод о преобладании в образце кубической фазы CdS (JCPDS 42-1411). Видимые на ВРЭМ-снимках частицы редко имеют дефекты кристаллической решетки.

Образец PbS-1 представлен крупными неупорядоченными разряженными коллоидными скоплениями размером до сотен нанометров. Составляющие скопления частицы имеют размеры в пределах 10 нм. Скопления и частицы легко испаряются под электронным пучком. По данным расшифровки ЭГ, в образце преобладает фаза кубического PbS (JCPDS 05-0592). При анализе ВРЭМ-снимков выявляется так же тетрагональная фаза PbS₂ (JCPDS 20-0596). Наночастицы малодефектны, в некоторых случаях на ВРЭМ-снимках отмечаются дефекты типа смещения рядов кристаллической решетки. Образец PbS-2 представлен крупными неупорядоченными коллоидными скоплениями частиц диаметром несколько нанометров. Скопления и составляющие их частицы невосприимчивы к воздействию электронного пучка обычной интенсивности. По данным расшифровки ЭГ, в образце преобладает фаза кубического PbS (JCPDS 05-0592). При анализе ВРЭМ-снимков выявляется так же тетрагональная фаза PbS₂ (JCPDS 20-0596). Наночастицы малодефектны, но в ряде случаев на ВРЭМ-снимках видны дефекты типа интерфейс.

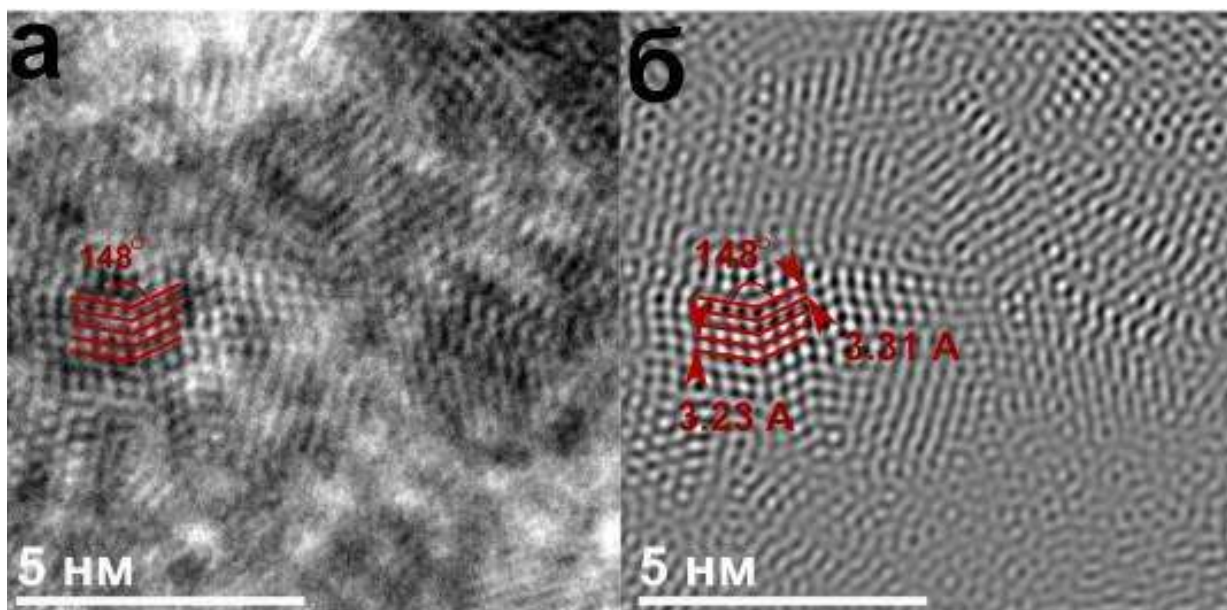


Рисунок 7. а-б — агломераты частиц порошка PbS-1 на углеродной пленке-подложке при увеличениях ПЭМ $\times 25$ - $\times 50$ к.

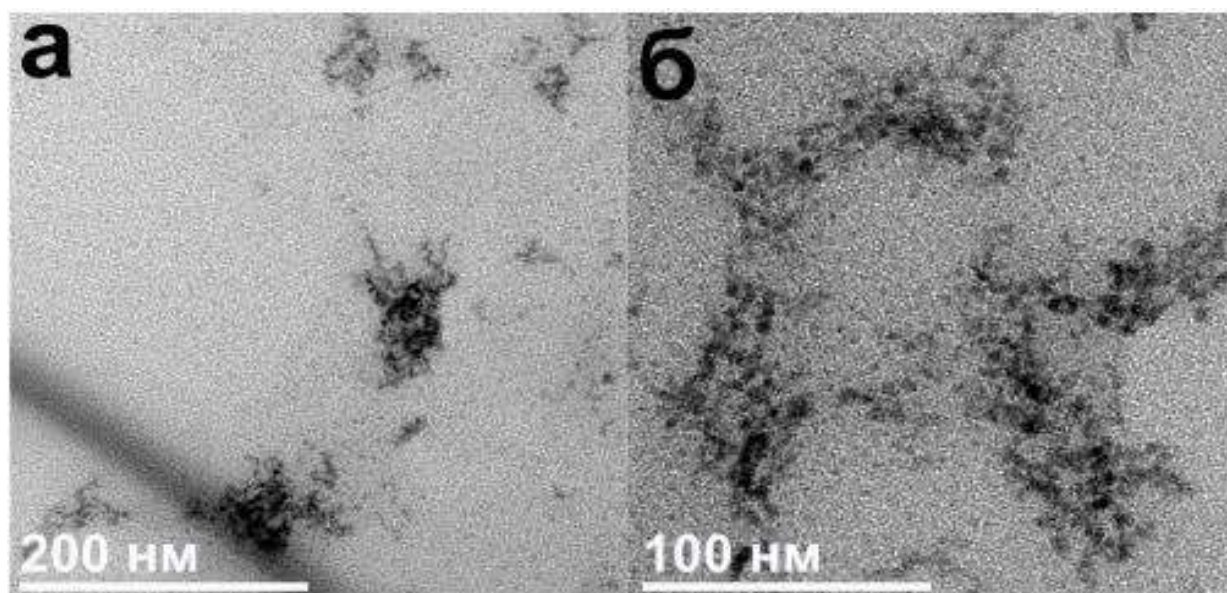


Рисунок 8. а — ВРЭМ-снимки частиц образца ZnS, содержащих дефект типа интерфейс; б — соответствующее фурье-фильтрованное изображение, с приведенными измерениями межплоскостных расстояний в двух частях дефектной частицы и угла между ними.

Образец ZnS представлен рыхлыми агломератами размерами десятки нанометров, образующими скопления размерами до сотен нанометров. Входящие в состав агломератов частицы неправильной формы, размерами от единиц до свыше 10 нм. Агломераты и частицы стабильны под электронным пучком обычной интенсивности. Согласно результатам расшифровки ЭГ, в образце преобладает гексагональная фаза вюрцита, так же возможно присутствие кубического сфалерита. Сопоставление ВРЭМ-снимков с параметрами модельных ячеек так же указывает на присутствие как вюрцитной, так и сфалеритной фаз. Структура наночастиц образца содержит высокую концентрацию дефектов: дислокации, искривления рядов решетки, интерфейсы, точечные дефекты. В некоторых случаях концентрация дефектов столь высока, что можно говорить о структуре, переходной между аморфной и кристаллической.

Образец ZnS-Sc представлен округлыми агломератами размерами десятки нанометров, одиночными, либо образующими скопления из нескольких субъединиц. Большинство агломератов представляют собой собранную из наночастиц полую сферообразную оболочку. Входящие в состав агломератов частицы неправильной формы, имеют размеры порядка 10-20 нм. Также встречаются отдельные крупные агломераты, размерами до нескольких мкм, покрытые исходно непрозрачной аморфной оболочкой. Под действием электронного пучка оболочка истончается и становится частично прозрачной, но все ещё заметной на снимках в режимах сканирования. В остальных случаях объекты в образце стабильны под электронным пучком обычной интенсивности. Согласно результатам расшифровки ЭГ и измерений на ВРЭМ-снимках, в образце преобладает фаза гексагонального вюрцита; по сравнению с образцом чистого ZnS, присутствие сфалеритной фазы менее очевидно. Структура наночастиц образца высокодефектна, однако, концентрация дефектов ниже, чем в образце ZnS. Дефекты представлены, в основном, дислокациями и искривлениями атомных рядов.

В результате синтеза сульфидных нанопорошков методом осаждения из растворов прекурсоров формировались наночастицы размером единицы-десятки нм, формирующие агломераты и скопления преимущественно сферической морфологии. Общими признаками этих наночастиц выступают дефектность кристаллической структуры и соседство различных кристаллических фаз, нередко в рамках одной частицы. Наиболее часто встречающиеся дефекты, наблюдаемые в режиме ВРЭМ – интерфейсы, дислокации. Наибольшая степень дефектности, вплоть до аморфизации, присуща частицам ZnS, наименьшая – частицам PbS.

В четвертой главе представлены результаты экспериментов по воздействию *in situ* электронным пучком на образцы Bi, Bi-Te, Sb, Sb-Se, Sb-Te, Sb₂Te (для данных образцов так же рассматривался термический отжиг), GST225.

Пленка Bi оказалась наиболее устойчивой к воздействию, что может быть объяснено высокой тепло- и электропроводностью, приводящим к рассеянию энергии пучка, несмотря на низкую температуру плавления. При рекристаллизации в этой пленке произошли наиболее заметные морфологические изменения – появление кристаллов-наплывов и капель висмута, появление участков голы подложки, сетки аморфного Bi. В рекристаллизованной пленке сохранились некоторые структуры исходной, такие, как ограниченные нанокристаллы.

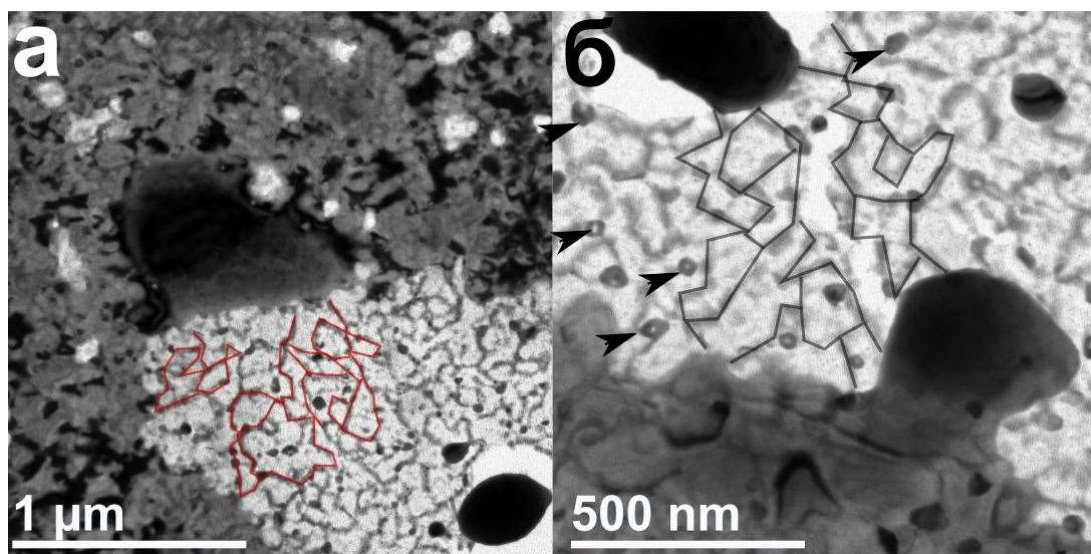


Рисунок 9. а, б — ПЭМ-снимки граничных участков областей в образце Bi, в которых имеется «лабиринтная» структура (обозначена ломанными линиями). Так же, на Рис. 9 б стрелками выделены некоторые присутствующие небольшие ограниченные кристаллы.

Экспонирование аморфных пленок системы Vi-Te привело к слабому росту кристаллической фазы в аморфной матрице. В случае кристаллической пленки оно привело к некоторым изменениям структуры - увеличению доли мелкокристаллической фазы.

В пленке сурьмы под действием пучка ПЭМ возобновился процесс роста фронта кристаллизации, остановленный с прекращением спонтанного начального процесса.

Воздействие на аморфную пленку системы Sb-Se пучком в режиме ВРЭМ приводило, для области однородной пленки с равными долями селена и сурьмы, к росту поликристаллической фазы. Дальнейшее экспонирование приводило к росту отдельных монокристаллов Sb_2Se_3 в аморфной матрице на границе фаз. В случае островково-лабиринтной структуры с преобладанием селена пучок в режиме ВРЭМ приводил к локальной кристаллизации островков сурьмы и оболочек частиц $Sb@Se$

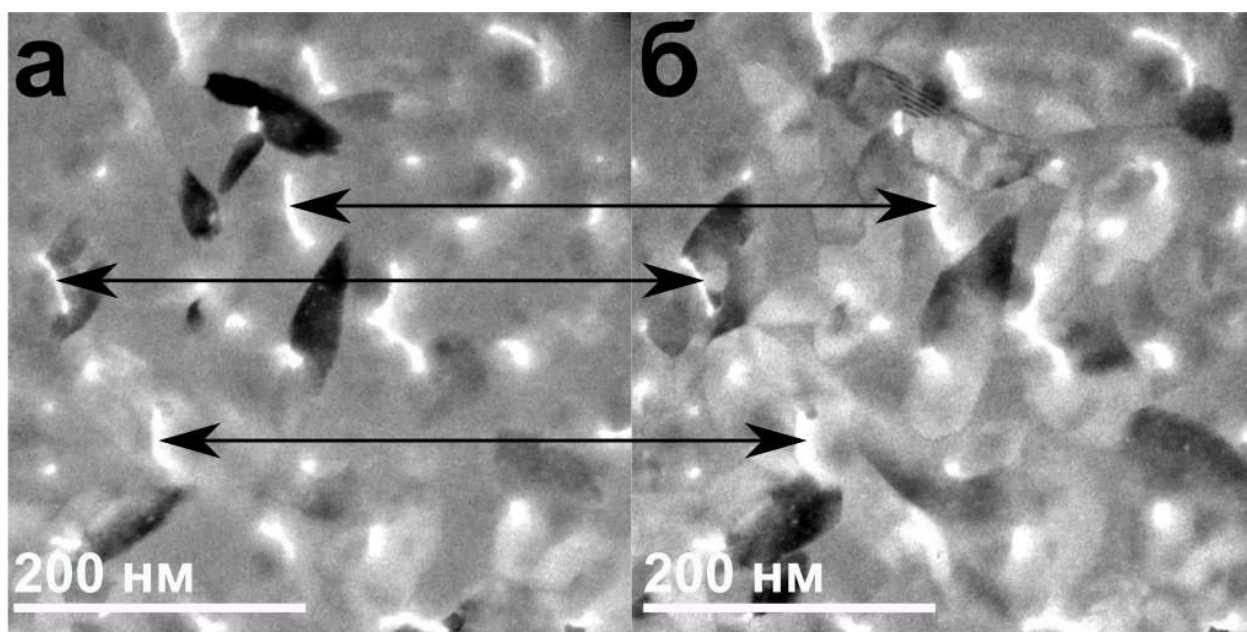


Рисунок 10. Кадры из ПЭМ-видеосъемки, демонстрирующие рост кристаллов в аморфной пленке Sb-Se, а — $t = 0$ с, б — $t = 20$ с. Стрелками соединены некоторые неизменные элементы пленки — исходно существовавшие отверстия.

Экспонирование кристаллической пленки Sb-Te методом пучка максимальной яркости приводило к локальному изменению морфологии или кристаллографической ориентировки. В образцах Sb_2Te не наблюдалось спонтанной кристаллизации. Кристаллизация происходила при термическом отжиге или воздействии пучка ПЭМ. Вещество кристаллизуется в фазе, изоморфной фазе сурьмы. Морфология растущих в пленке кристаллов сильно отличалась от таковой в спонтанно кристаллизовавшейся пленке Sb. При термической кристаллизации пленки отжигались при температурах от 120 до 200 °C. Для более высоких температур отжига характерен рост более мелких кристаллов на всем протяжении градиента толщины, особенно в наиболее тонких областях, что указывает на нуклеационный механизм кристаллизации. Для более продолжительного времени отжига и меньшей температуры характерен рост более крупных кристаллов (кристаллизация роста), формирование более сильных интегрального и локального изгибов решетки. Это можно объяснить зарождением меньшего числа центров кристаллизации при меньшей температуре. Общей тенденцией для всей группы образцов является увеличение размеров формируемых кристаллитов и их плотности расположения на пленке с увеличением толщины. Наибольшие значения изгиба решетки характерны для образца, отжигавшегося при температуре 120°C в течение полутора часов. Суммарный интегральный изгиб кристаллической решетки в нем достигает 70 град/мкм, локальный - 135 град/мкм. Преобладающая ориентировка - [001], так же [122], $\bar{2}25$, $\bar{1}11$. Характер

кристаллизации пленки методом пучка максимальной яркости существенно отличается от термической. В данном случае формируется поликристаллическая область, примерно соответствующая области воздействия пучка. В центре области, диаметром порядка 300 нм, наблюдаются кристаллиты размером до десятков нанометров. Это указывает на нуклеационный механизм. За пределами центральной области видны кристаллиты размерами сотни нанометров, вытянутые в радиальном направлении. Это указывает на механизм кристаллизации роста.

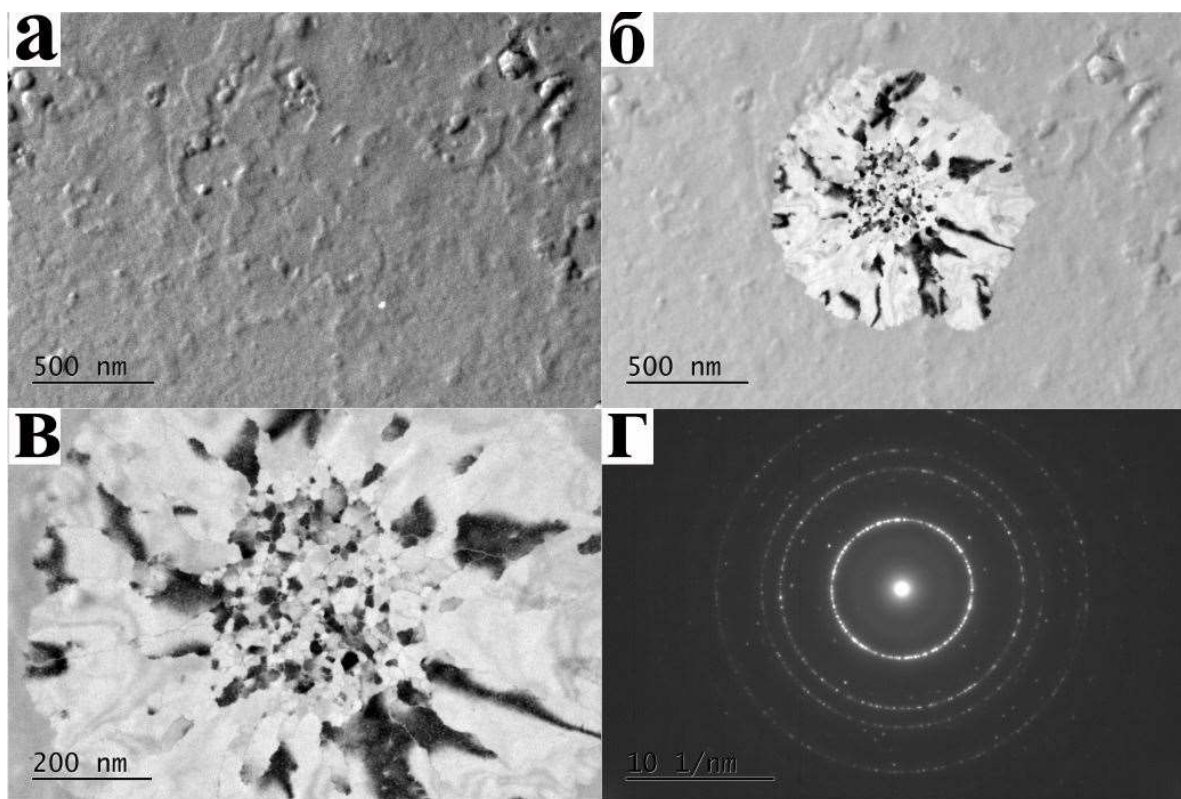


Рисунок 11. а – ПЭМ участка аморфной пленки Sb_2Te до экспонирования электронным пучком; б – ПЭМ участка после экспонирования сфокусированным электронным пучком (диаметр структуры около 1 мкм); в – кристаллическая структура, выросшая в аморфной матрице под воздействием пучка; г - ЭГ от структуры на Рис. 11 в.

Аморфное состояние чистой пленки сурьмы наименее стабильно среди всех рассмотренных образцов. Спонтанная кристаллизация в ней происходит уже при нормальных условиях. То же справедливо и для образцов с преобладанием сурьмы в составе – $Sb-Se$, $Sb-Te$. Однако, при уменьшении доли сурьмы в образце до 60% и ниже аморфные пленки остаются стабильными – образцы Sb_2Te , GST225, пленка с равным содержанием сурьмы и селена. При этом в них по-прежнему легко вызвать кристаллизацию нагревом до относительно невысоких температур или экспонированием электронным пучком. Для термической кристаллизации, как и для спонтанной, более характерен механизм роста монокристаллов. Для кристаллизации пучком ПЭМ более характерен нуклеационный механизм. Также нуклеация усиливается в наиболее тонких пленках при повышенных температурах отжига. Авторы [11] в контексте модели трансротационного кристалла говорят о поверхностной нуклеации. Действительно, поверхность пленки, как граница раздела, обладает более высоким потенциалом для зарождения центров кристаллизации. Однако, не видится причин исключать и объемную нуклеацию, особенно в случае термического отжига образцов. Механизм прорастания кристаллов из объема пленки так же может приводить к сильному внутреннему изгибу решетки кристалла, в соответствие с моделью. Это подтверждается наблюдениями кристаллов с изгибными контурами в

пленках Sb_2Te , где число кристаллов растет с увеличением толщины образца и с увеличением температуры отжига.

Так же в пленках на основе сурьмы наблюдался эффект влияния связности структуры и размера её элементов на процесс кристаллизации. Спонтанная и вынужденная кристаллизация прекращалась в области градиента толщины, переходящей от лабиринтной структуры к отдельным или слабосвязанным аморфным островкам. Так же, островки оставались стабильно аморфными и стойкими к пучку. В островках-частицах $Sb@Se$, $Sb@Te$ под ВРЭМ-пучком имела место кристаллизация ядер и, частично, оболочек. Предел толщины роста кристалла, исходя из измерений профилей аморфных островков, порядка 5 нм. Это может служить косвенным свидетельством того, что нуклеация происходит в объеме, а не на поверхности образца – при толщине меньше критической вероятность формирования центра кристаллизации становится крайне малой.

Наиболее восприимчивой к воздействию пучка стала пленка GST. Использование пучка максимальной яркости приводило к повреждениям пленки в результате локального оплавления. Метод экспонирования с использованием пучка в режиме ВРЭМ приводил к формированию поликристаллических областей. Образцы пленок висмута и $Bi-Te$ также имеют высокую способность к кристаллизации. В исходных образцах не было выявлено наличия аморфных участков. В пленке Bi аморфные структуры были обнаружены только после плавления и испарения большей части вещества с поверхности подложки. В этом случае так же можно предполагать существование критической толщины кристаллизации, порядка единиц нанометров. Пленка $Bi-Te$ не продемонстрировала каких-либо эффектов влияния толщины или связности, кристаллизованы были даже островки размером единицы нм в начале градиента толщины.

Рост кристаллов в пленках при наличии центров кристаллизации требует меньших энергозатрат – этот процесс наблюдался в ходе съемки ПЭМ в режимах обычной и пониженной интенсивности. Перекристаллизация образцов была сопряжена с более высокими энергетическими затратами (большее время экспонирования пучком ПЭМ) и не приводила к критическим изменениям морфологии. Метод пучка в режиме ВРЭМ отличается большей стабильностью результатов, и позволяет запустить кристаллизацию в большинстве случаев. С его помощью можно создавать кристаллические зоны в аморфных образцах с высокой локализацией.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Определены закономерности кристаллизации рассмотренных исходно аморфных пленок A^V-B^{VI} . В случае градиентного напыления, кристаллизация начинается, обычно, в центрах, расположенных в наиболее толстой части пленки, и распространяется в область наименьшей толщины, где останавливается фронт спонтанной кристаллизации.
2. Определена критическая толщина пленки для кристаллизации рассмотренных пленок – порядка 5 нм. При меньших значениях толщины спонтанной кристаллизации не происходит. Внутренняя разориентировка решетки кристаллов имеет величину до порядка 100 град/мкм и коррелирует с толщиной пленок.
3. Проанализированы процессы вынужденной кристаллизации тонких пленок под действием температуры или электронного пучка. Для кристаллизации электронным пучком характерно формирование поликристаллических областей без преимущественной ориентировки (нуклеационный механизм). При термической кристаллизации конкурентно протекают процессы нуклеации и роста – возникновение множества центров кристаллизации на поверхности и в объеме образца, и разрастание кристаллической фазы в аморфные области, свободные от соседних кристаллов. Центр кристаллизации может быть контролируемо создан практически в любой области пленки; так же может быть возобновлен остановившийся спонтанный рост кристаллов. Это открывает возможности

создания аморфно-кристаллических областей заданной конфигурации в целях экспериментов *in situ*.

4. Определен фазовый состав и кристаллическая структура нанопорошков сульфидов цинка, свинца, скандия, полученных химическим осаждением. В частицах образцов ZnS выявлена фаза с близким кристаллическим порядком, переходная к аморфной. В составе образцов ZnS и PbS обнаружены двухфазные частицы, фазы в которых разделяет кристаллический интерфейс.

Работа выполнена при финансовой поддержке грантов РФФИ 19-32-90255 и РНФ 17-79-20165 и в рамках госзадания МНИВО РФ ФЕУЗ-2020-0051.

СПИСОК ЦИТИРУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Meinders, E. R. Determination of the Crystallisation Kinetics of Fast-Growth Phase-Change Materials for Mark-Formation Prediction / Meinders, E. R. and Lankhorst, M. H. R. // *Japanese Journal of Applied Physics*. – 2003. - V. 42. - pp. 809–812.
2. Song, S. A. In situ dynamic HR-TEM and EELS study on phase transitions of Ge₂Sb₂Te₅ chalcogenides / Song, S. A., Zang, W., Jeong, H. S., Kim, J.-G., Kim, Y.-J. // *Ultramicroscopy*. – 2008. – V. 108. – pp. 1408-1419.
3. Zhang, H. nanostructure and thermal power of highly-textured and single-crystal-like Bi₂Te₃ thin films / Zhang, H., Momand, J., Levinsky, J. et. al // *Nano Research*. – 2022. – V. 15. – pp. 2382–2390.
4. Rimini, E. Crystallization of sputtered-deposited and ion implanted amorphous Ge₂Sb₂Te₅ thin films / Rimini, E., De Bastiani, R., Carriaet, E. et. al // *Journal of Applied Physics*. – 2009. – V. 105. – 123502.
5. Eising, G. Competing Crystal Growth in Ge-Sb Phase-Change Films / Eising, G., Niebuur, B.-J., Pauza, A. and Kooi, B. J. // *Advanced Functional Materials*. – 2014. – V. 24. – pp. 1687-1694.
6. Liu, G. The investigations of characteristics of Sb₂Te as a base phase-change material / Liu, G., Wu, L. et al. // *Solid-State Electronics*. – 2017. – V. 135. - pp. 31-36.
7. Lee, G.-J. Recent developments in ZnS photocatalysts from synthesis to photocatalytic applications - A review // Lee, G.-J. and Wu, J. J. // *Powder Technology* 2017 – V.318 – pp. 8–22.
8. Smet, P. F. Luminescence in Sulfides: A Rich History and a Bright Future – Review / Smet, P. F., Moreels, I., Hens, Z. and Poelman, D. // *Materials*. – 2010. – V. 3. – pp. 2834-2883.
9. Bolotov, I. E. Electron Microscope Investigation of Crystals Based on Bend-Contour Arrangement. I. Relationship between Bend-Contour Arrangement and Bend Geometry / Bolotov, I. E. and Kolosov, V. Yu. // *Physica Status solidi (A)*. – 1982. – V. 69. – pp. 85-96.
10. Bolotov, I. E. Electron Microscope Investigation of Crystals Based on Bend-Contour Arrangement II. Bending Phenomena of the Crystal Growth in an Amorphous Film / Bolotov, I. E., Kolosov, V. Yu and Kozhyn, A. V. // *Physica Status solidi (A)*. – 1982. - V. 72a. – pp. 645-654.
11. Kolosov, V. Yu. Transmission electron microscopy studies of the specific structure of crystals formed by phase transition in iron oxide amorphous films / Kolosov, V. Yu. and Thölné, A. R. // *Acta Mater*. – 2000. - V. 48. – pp. 1829-1840.

СПИСОК РАБОТ, ОПУБЛИКОВАННЫХ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Статьи, опубликованные в рецензируемых научных журналах и изданиях, определенных ВАК РФ и Аттестационным советом УрФУ

1. Kozhevnikova, N. S. One-pot inorganic route to highly stable water-dispersible Ag₂S quantum dots / Kozhevnikova, N. S., Vorokh, A. S., Shalaeva, E. V., Baklanova, I. V., Tyutyunnik, A. P., Zubkov, V. G., **Yushkov, A. A.** & Kolosov, V. Y. // Journal of Alloys and Compounds. – 2017. – V. 712. - 0,44 п.л./0,06 п.л. (Scopus и Web of Science)
2. Moskalev M. E. Structural investigation of magnetron sputtered Ta/Ni_xMn_{100-x}/Ta thin films / Moskalev, M. E., Lepalovskij, V. N., **Yushkov, A. A.**, Kolosov, V. Yu. and Vas'kovskiy, V. O. // AIP Conference Proceedings. – 2018. – V. 2015. - 020062. - 0,25 п.л./0,04 п.л. (Scopus и Web of Science)
3. Kolosov, V. Yu. Recrystallization and investigation of bismuth thin films by means of electron beam in transmission electron microscope / Kolosov, V. Yu., **Yushkov, A. A.** & Veretennikov, L. M. // Journal of Physics: Conference Series. – 2018. – V. 1115, Iss. 3. – 032087. - 0,38 п.л./0,17 п.л. (Scopus и Web of Science)
4. Kolosov, V. Yu. Thin bismuth film study by means of transmission electron microscopy / Kolosov, V. Yu., **Yushkov, A. A.** & Bokunyaeva, A. O. // AIP Conference Proceedings. – 2018. – V. 2015. – 020042. - 0,38 п.л./0,12 п.л. (Scopus и Web of Science)
5. Kozhevnikova, N. S. Low-Temperature Sol–Gel Synthesis and Photoactivity of Nanocrystalline TiO₂ with the Anatase/Brookite Structure and an Amorphous Component / Kozhevnikova, N. S., Ul'yanova, E. S., Shalaeva, E. V., Zamyatin, D. A., Bokunyaeva, A. O., **Yushkov, A. A.**, Kolosov, V. Yu., Buldakova, L. Yu, Yanchenko, M. Yu, Gorbunova, T. I., Pervova, M. G., Enyashin, A. N., Vorokh, A. S. // Kinetics and Catalysis. – 2019. – V. 60. – pp. 325-336. - 0,75 п.л./0,07 п.л. (Scopus и Web of Science)
6. Melnikova, N. V. Synthesis and microstructure of thin amorphous films of the Ag– Sn– Sb– S system / Melnikova, N. V., Kolosov, V. Yu., Zarubin, V. Yu., **Yushkov, A. A.**, Novoselov, E. S. and Pryakhina, V. I. // AIP Conference Proceedings. – 2019. – V. 2174 – 020040. - 0,31 п.л./0,06 п.л. (Scopus и Web of Science)
7. Kozhevnikova, N. S. Study of structural, spectroscopic and photo-oxidation properties of in-situ synthesized Sc-doped titania / Kozhevnikova, N. S., Ulyanova, E. S., Shalaeva, E. V., Gorbunov, T. I., Bokunyaeva, A. O., **Yushkov, A. A.**, Buldakova, L. Yu, Yanchenko, M. Yu, Kuznetsov, M. V., Pasechnik, L. A., Enyashin, A. N., Vorokh, A. S. // Journal of Molecular Liquids. – 2019. – V. 284. – pp. 29-38. - 0,63 п.л./0,06 п.л. (Scopus и Web of Science)
8. Kolosov, V. Yu. Electron microscopy of microstructure formed in a rapidly quenched Sm₈Zr₂Fe₁₁Ti₁₀ magnetic alloy / Kolosov, V. Yu., **Yushkov, A. A.**, Andreev, S. V., Kudrevatykh, N. V., Kuznetsov, D. K. and Neznakhin, D. S. // AIP Conference Proceedings. – 2019. – V. 2174. – 020268. - 0,25 п.л./0,12 п.л. (Scopus и Web of Science)
9. Ulyanova, E. S. Local environment of CdS nanoparticles incorporated into anatase/brookite matrix via sol-gel route: HRTEM, Raman spectroscopy and MD simulation / Ulyanova, E. S., Zamyatin, D. A., Murzakaev, A. M., **Yushkov, A. A.**, Kozhevnikova, N. S., Gorbunova, T. I., Enyashin, A. N., Vorokh, A. S. // Materials Today Communications. – 2020. – V. 25. – 101465. - 0,63 п.л./0,08 п.л. (Scopus и Web of Science)
10. Kolosov, V. Yu. Microstructures in thin Bi₂Te₃ films according to transmission electron microscopy / Kolosov, V. Yu. and **Yushkov, A. A.** // AIP Conference Proceedings. – 2020. – V. 2313. – 030019. - 0,31 п.л./0,2 п.л. (Scopus и Web of Science)
11. Kolosov, V. Yu. Structure and crystallization of an amorphous film of variable thickness Bi₂Te₃ with a copper sublayer under the action of an electron beam in TEM / Kolosov, V. Yu., **Yushkov, A. A.** // AIP Conference Proceedings. – 2021. – V. 2388. – 020012. - 0,44 п.л./0,33 п.л. (Scopus)

12. Ulyanova, E. S. Novel testing procedure of area-specific exchange current density for photoactive powder: Application in PEC water splitting / Ulyanova, E. S., Shkerin, S. N., Shalaeva, E. V., Gyrdasova, O. I., **Yushkov, A. A.**, Krasil'nikov, V. N, Tarasanov, B. T, Kolosov, V. Yu. // International Journal of Hydrogen Energy. – 2021. – V. 46, 32. - 0,69 п.л./0,07 п.л. (Scopus и Web of Science)
13. Kozhevnikova, N. S. Janus ZnS nanoparticles: Synthesis and photocatalytic properties / Kozhevnikova, N. S., Melkozerova, M. A., Enyashin, A. N., Baklanova, I. V., Suntsov, A. Yu., Tyutyunnik, A. P., **Yushkov, A. A.**, Buldakova, L. Yu, Yanchenko, M. Yu, Pasechnik, L. A. // Journal of Physics and Chemistry of Solids. – 2022. - V. 161. – 110459. - 0,56 п.л./0,07 п.л. (Scopus и Web of Science)

Другие публикации

14. Колосов В. Ю. Микроструктура кристаллизуемых тонких пленок сурьмы / Колосов В. Ю., **Юшков А. А.**, Веретенников Л. М., Пологов И. Е. // Сборник трудов X Международной конференции "Аморфные и микрокристаллические полупроводники", Санкт-Петербург, 2016. С. 358, 0,13 п.л./0,07 п.л.
15. Колосов В. Ю. Образование аморфных островков в тонких вакуумных конденсатах сурьмы / Колосов В. Ю., Щетников О. П., **Юшков А. А.** // Сборник трудов X Международной конференции "Аморфные и микрокристаллические полупроводники", Санкт-Петербург, 2016. С. 105, 0,13 п.л./0,07 п.л.
16. Колосов В. Ю. Электронная микроскопия микроструктур пленок Sb / Колосов В. Ю., **Юшков А. А.**, Веретенников Л. М., Пологов И. Е. // Сборник трудов XX Менделеевского съезда по общей и прикладной химии, Екатеринбург, 2016. Т. 2а, С. 353, 0,07 п.л./0,04 п.л.
17. Колосов В. Ю. ПЭМ аморфных наноостровков Sb, Sb@Se в вакуумно осаждаемых градиентных плёнках / Колосов В. Ю., **Юшков А. А.**, Веретенников Л. М., Щетников О. П., Кандышев С. М. // Сборник тезисов конференции «GlasSP2017», Санкт-Петербург, 2017. С.158, 0,19 п.л./0,1 п.л.
18. Бокуняева А. О. Исследование текстур, образующихся при взрывной кристаллизации плёнок сурьмы, методом дифракционной просвечивающей электронной микроскопии / Бокуняева А. О., Колосов В. Ю., Веретенников Л. М., **Юшков А. А.** // Сборник тезисов IV Международной молодежной научной конференции «Физика. Технологии. Инновации», Екатеринбург, 2017. С. 218, 0,07 п.л./0,04 п.л.
19. Kolosov V. Yu. Sb and Sb@Se Amorphous Nanoislands in Thin Vacuum Evaporated Films / Kolosov V. Yu., **Yushkov A. A.** // Microscience Microscopy Congress (MMC), Манчестер, 2017, постерная сессия EMAG-3506, 0,07 п.л./0,04 п.л.
20. Kolosov V. Yu. Antimony film explosive crystallization studied by transmission electron microscopy using the bend-contours atlas / Kolosov V. Yu., **Yushkov A. A.**, Bokuniaeva A. O. // Сборник тезисов конференции 16th International IUPAC Conference on High Temperature Materials Chemistry НТМС XVI, Екатеринбург, 2018. С. 154, 0,06 п.л./0,03 п.л.
21. Колосов В. Ю. Кристаллизация пленок Sb с градиентом толщины: многообразие кристаллографических ориентировок, текстуры, морфологии зерен и островков, аморфной составляющей / Колосов В. Ю., **Юшков А. А.**, Веретенников Л. М., Бокуняева А. О. // Сборник тезисов 5-й школы молодых ученых «Современные методы электронной и зондовой микроскопии в исследованиях органических, неорганических наноструктур и нано-биоматериалов», Черноголовка, 2018. С. 125, 0,06 п.л./0,03 п.л.
22. Колосов В. Ю. Исследование тонких пленок висмута методами электронной микроскопии / Колосов В. Ю., **Юшков А. А.**, Веретенников Л. М. // Сборник тезисов V Международной молодежной научной конференции «Физика. Технологии. Инновации», Екатеринбург, 2018. С. 99, 0,06 п.л./0,03 п.л.
23. Москалев М. Е. Исследование структурного состояния плёнок Ta/Ni_xMn_{100-x}/Ta, полученных магнетронным распылением / Москалев М. Е., Лепаловский В. Н.,

Наумова Л. И., **Юшков А. А.**, Колосов В. Ю., Васьковский В. О. // Сборник тезисов V Международной молодёжной научной конференции «Физика. Технологии. Инновации», Екатеринбург, 2018. С. 138, 0,06 п.л./0,01 п.л.

24. Колосов В. Ю. Структура и кристаллизация аморфной пленки переменной толщины Bi_2Te_3 с подслоем меди под действием электронного пучка в ПЭМ / Колосов В. Ю., **Юшков А. А.** // Сборник тезисов конференции 4th International Conference «Modern Synthetic Methodologies for Creating Drugs and Functional Materials» (MOSM2020), Екатеринбург, 2020. С. 83, 0,06 п.л./0,03 п.л.

urfu.ru/fileadmin/user_upload/site_20991/4/_SBORNIK_MOSM2020_Redakcija2222.pdf

25. Колосов В. Ю. Структура нанопорошков сульфида цинка, полученных осаждением из водных растворов / Колосов В. Ю., **Юшков А. А.**, Кожевникова Н. С. // Сборник тезисов 12-й международной конференции «Аморфные и микрокристаллические полупроводники» AMS12, Санкт-Петербург, 2021. С. 171, 0,13 п.л./0,06 п.л.