

С. Вашкевич, М. Беркешук, О. Поплавський

## Вплив термообробки та електронного опромінення на елементний склад плівок MgO

*Прикарпатський університет імені Василя Стефаника, фізичний факультет,  
вул. Галицька, 201, м. Івано-Франківськ, 76008, Україна*

Дослідження плівок MgO проводилось методом оже-електронної спектроскопії. В роботі досліджувались плівки MgO одержані методом високочастотного розпилення в різних умовах (в середовищі аргону та в середовищі аргону з киснем). Розрахунки кількісного елементного складу плівок проводились на основі програми, розробленій на мові програмування Delphi 5.0. Достовірність розрахунків перевірялась за допомогою стандартних зразків високої чистоти. Використання програми значно спростило роботу. Виявлено, що в плівках одержаних в середовищі аргону спостерігається порушення стехіометрії складу в сторону надлишку магнія, а плівки отримані в середовищі аргону з киснем порушення стехіометрії незначне.

**Ключові слова:** оже-електроскопія, стехіометрія, електронне опромінення, елементний склад, термообробка.

*Стаття поступила до редакції 19.05.2003; прийнята до друку 23.10.2003.*

### I. Вступ

Проблеми існування та утворення дефектів в оксиді магнію має велике теоретичне значення у зв'язку з тим, що оксид магнію займає проміжне положення між іонними лужно-галоїдними і ковалентними напівпровідниками. Одне з питань заключається у в'ясненні впливу біографічних дефектів і поверхні на радіаційну стійкість оксиду магнію при опроміненні електронами підпорогової енергії.

Відомо, що в монокристалах MgO не спостерігається порушення стехіометрії при опроміненні електронами середніх енергій [1]. В той же час в плівках, отриманих в різних умовах, особливо при окисненні металічного магнію, це є однією з найважливіших проблем, і особливо важливою залишається проблема залежності фізичних властивостей від порушення стехіометрії, а також вплив різних обробок на ці процеси.

Нестехіометрія монокристалів MgO дуже мала і практично в усіх дослідженнях приймається, що отримані кристали і плівки мають стехіометричний склад (110) або це питання взагалі не розглядається.

Оже-електроскопія при дослідженні поверхні в першу чергу використовувалася для якісного аналізу. Метод оже-спектроскопії дає можливість визначити елементний склад приповерхневої області, товщина якої визначається глибиною виходу оже-

електронів [2].

Незважаючи на невисоку точність цей метод дає можливість достовірно визначити зміни елементного складу поверхні.

В роботі була використана програма розрахунку кількісного елементного складу плівок MgO.

### II. Експеримент

Об'єктами дослідження були плівки товщиною 100-150 нм. Одержані в результаті високочастотного іонно-плазмового розпилення в середовищі аргону (зразок 1) і в середовищі суміші аргон 80% та кисень 20% (зразок 2), осаджені на підкладки із полікристалічного молібдену при температурі 330-520 К.

Плівки після попередньої експозиції на повітрі на протязі 3 год поміщали в камеру оже-спектрометра "Varian". Вимірювання елементного складу і опромінення проводилось при енергії (E) електронного пучка 2 кеВ і густині струму  $j = 16 \text{ А/м}^2$ . Вакуум в камері створювався системою безмасляної відкачки, яка складалася із цеолітових, іонних і титанового сублимаційного насосів, що забезпечило тиск залишкових газів  $5 \cdot 10^{-8}$  Па. Пучок електронів складав кут  $78^\circ$  з нормаллю до площини зразка, а зразок знаходився перпендикулярно до осі аналізатора.

Оже-піки реєструвались на кривих енергетичного розподілу вторинних електронів  $dN/dE$ , отриманих з допомогою аналізатора типу “циліндричне дзеркало”. Типовий оже-спектр представлено на рисунку 1.

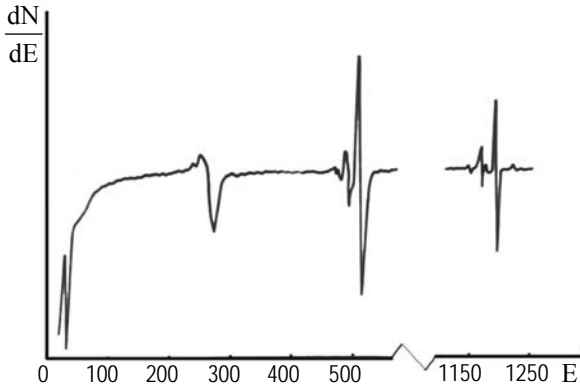


Рис. 1. Оже-спектр плівок MgO.

Контроль елементного складу поверхні плівок MgO проводився за амплітудами оже-піків з енергією 1182 eV, 503 eV, 272 eV та 32 eV. Перші три оже-піки відносяться відповідно до Mg, O та C. Оже-пік 32 eV – до перехресного переходу між  $L_{23}$  рівнем Mg та валентною зоною [3]. При термообробці, травленні  $Ag^+$  та електронному опроміненні плівок MgO відбувається зміщення піку від 32 eV до 27 eV, як це спостерігається і для інших оксидів [4].

При опрацюванні оже-піків з енергіями  $E = 503$  eV та  $E = 28$  eV виявлено, що оже-пік з енергією  $E = 503$  eV відповідає кисню а оже-пік з енергією  $E = 28$  eV відповідає Mg. За їхніми інтенсивностями проводилось обчислення елементного складу плівок MgO.

В результаті проведених обчислень було

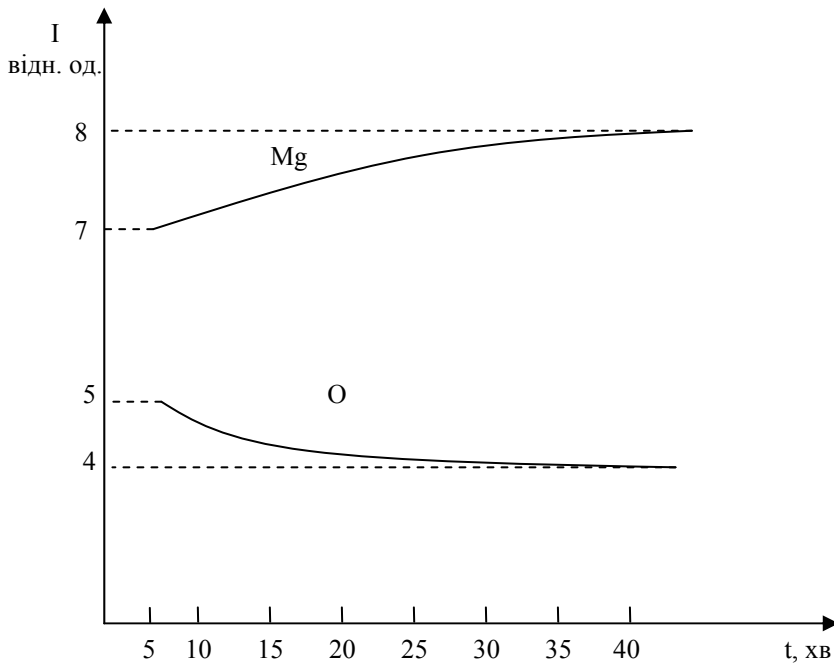


Рис. 2. Залежність інтенсивностей оже-піків Mg та O від часу при електронному опроміненні при кімнатній температурі для першого зразка

встановлено, що інтенсивності оже-піків Mg і O для плівок MgO (I) і MgO (II) суттєво відрізняються (таблиця 1).

Таблиця 1.

Елементний склад плівок одержаних в різних технологічних умовах.

Елементи в	Концентрація елемента, %	
	Зразок 1, %	Зразок 2, %
Mg	57,5	52,3
O	42,5	47,7

Одержані результати підтверджують порушення стехіометрії складу плівок MgO. В плівках MgO одержаних напленням в середовищі аргону з киснем нестача кисню значно менша, ніж у плівок одержаних напленням в середовищі аргону.

Подальші дослідження проводили з плівками, в яких спостерігається значне порушення стехіометрії.

Плівки MgO (I) піддавали електронному опроміненню при кімнатній температурі протягом 40 хвилин. При цьому спостерігали зміну інтенсивностей оже-піків. Графік залежності інтенсивностей оже-піків від часу при електронному опроміненні поданий на рисунку 2 (таблиця 2). На рисунку 2 спостерігається значна зміна інтенсивності оже-піку кисню на протязі 20 хвилин опромінення, а оже-піку магнію на протязі 25 хвилин.

Потім плівку MgO (I) піддавали одночасно електронному опроміненню і термічній обробці. Опромінення проводилось при температурі 670 K протягом 40 хвилин. Результати обчислень представлені в таблиці 2.

Таблиця 2.

Елементний склад плівок після електронного опромінення і термічної обробки.

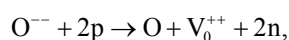
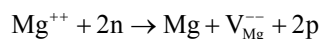
Елементи в зразку	Концентрація елемента, %	
	Термічна обробка, %	Електронне опромінення і термічна обробка, %
Mg	65,6	73,9
O	34,3	26,1

### III. Результати і обговорення

Внаслідок електронного опромінення проходять поверхневі процеси, а також утворюються приповерхневі об'ємні F-подібні та V-центри на біографічних дефектах. При електронному опроміненні інтенсивно виділяються CO та CH<sub>4</sub>. При цьому на поверхні можуть утворюватись поверхнева дефектна форма O<sup>-</sup> в кисневому вузлі, поверхневі та об'ємні F<sup>+</sup>-центри та інші дефекти зв'язані з домішками. Деякі з цих дефектів спостерігались, при дослідженні спектрів катодолюмінісценції плівок MgO [5].

Електронне опромінення при температурі 670 К і вище призводить до дисоціації поверхні плівок з наперед порушеною стехіометрією складу. В праці [6] запропоновано механізм, згідно з яким випаровування компонентів оксиду лімітується перенесенням заряду на поверхні діелектрика. При електричному опроміненні виникає зміна концентрації електронів і дірок на поверхні зразка.

Для зміщення Mg та O з поверхні необхідне виконання рівняння переносу заряду



де V<sub>Mg</sub><sup>--</sup> і V<sub>0</sub><sup>++</sup> – поверхневі вакансії Mg та O.

Поверхнева концентрація в умовах теплової рівноваги буде залежати від положення рівня Фермі на поверхні. При термічній обробці спостерігається виділення кисню. Електронне опромінення призводить до збільшення поверхневої концентрації електронів і виділення магнію зростає, а виділення кисню залишається незмінним.

Результати дослідження підтверджують не стехіометрію плівок MgO, а саме нестачу кисню в даних плівках. Показано, що в плівках MgO одержаних напильням в середовищі аргону з киснем нестача кисню значно менша, ніж у плівок одержаних напильням в середовищі самого аргону.

Досліджено зміну елементного складу плівок при електронному опроміненні і термічній обробці.

Отримані результати показали, що при електронному опроміненні і термічній обробці відбувається металізація плівок, тобто в них значно зменшується кількість кисню. Також видно що металізація інтенсивніше відбувається при одночасному опроміненні і термічній обробці.

**Вашкевич С.І.** – аспірант кафедри матеріалознавства та новітніх технологій;

**Беркещук М.В.** – аспірант кафедри матеріалознавства та новітніх технологій;

**Поплавський О.П.** – кандидат фізико-математичних наук, доцент кафедри теоретичної та експериментальної фізики.

- [1] А.П. Деметьев, О.В. Раховская. Исследование взаимодействия электронного пучка с поверхностью монокристалла MgO // *Поверхность: Физика, химия, механика*, **12**, сс. 140-142 (1987).
- [2] М.В. Гомоюнова. Электронная спектроскопия поверхности твердого тела // *Успехи физ. Наук*, вып. 1, сс. 105-148 (1982).
- [3] U.M. Bermudez. Low-energy auger transitions in magnesium oxide // *Surface. Sci.*, **2(82)**, pp. 601-609 (1979).
- [4] В.Ф. Кулесов, Ю.А. Кухаренко, С.А. Фридрихов. *Спектроскопия и дифракция электронов при исследовании поверхностных твердых тел*. М., Наука, 290 с. (1985).
- [5] С.І. Вашкевич, Р.І. Мерена, О.П. Поплавський. Катодолюмінісценція плівок MgO // *Вісник Прикарпатського університету. Математика. Фізика*, випуск 2, сс. 142-145 (2001).
- [6] Y. Dresner, Goldstein. Dissociation of MgO films under heat and electron bombardment and its effects on secondary emission // *J. Appl. Phys.*, **3(47)**, pp. 1038-1043 (1976).

S. Vashkevych, M. Berkeschuk, O. Poplavskiy

## **Influence of Heat Treatment and Electronic Irradiation on Element Composition of Films MgO**

*Vasyl Stefanyk Prekarpathian University, Physical Faculty,  
201, Galyska Str., Ivano-Frankivsk, 76008, Ukraine*

Research of films MgO was conducted by the method of Ouge-electronic spectroscopy. In work the films MgO were explored got the method of high-frequency dispersion under various conditions (in the environment of argon and in the environment of argon with oxygen). Computations of quantitative element composition of films were conducted on the basis of the program, developed in a programming language Delphi 5.0. Authenticity of computations was checked up by means standard samples of high cleanness. The use of the program considerably simplified work. It is exposed, that in films of got in the environment of argon there is violation of stoichiometric composition in the side of surplus of magnesium, and films were got in the environment of argon with oxygen of violation of stoichiometric insignificant.