www.ptcer.pl/mccm

MATERIAŁY CERAMICZNE /CERAMIC MATERIALS/, 66, 2, (2014), 126-128

# Badanie powierzchni materiałów ceramicznych metodą spektrometrii masowej jonów wtórnych

**Marek Tuleta**

Politechnika Krakowska, Instytut Fizyki, ul. Podchorążych 1, 30-084 Kraków
e-mail: m.tuleta@cyf-kr.edu.pl

***Streszczenie***

Profile głębokościowe przypowierzchniowego obszaru szkła sodowo glinokrzemianowego i warstwy diamentowej zostały otrzymane metodą spektrometrii masowej jonów wtórnych (SIMS). Profile pokazały zależność od wiązki jonów pierwotnych tlenu i cezu. Efekt ten jest wyjaśniany różnym mechanizmem modyfikacji powierzchni poddawanej działaniu jonów pierwotnych.

**Słowa kluczowe**: szkło, warstwa diamentowa, profil głębokościowy SIMS

**SURFACE INVESTIGATION OF CERAMIC MATERIALS BY THE SECONDARY ION MASS SPECTROMETRY METHOD**

Depth profiles of the near-surface region of sodium aluminosilicate glass and diamond film were obtained by the secondary ion mass spectrometry method. The profiles showed the dependence on oxygen and cesium ion beams. This effect is explained by various modification mechanisms of the surface treated with primary ions.

**Keywords**: Glass, Diamond film, SIMS depth profile

## 1. Wstęp

Spektrometria masowa jonów wtórnych (SIMS) jest metodą badania powierzchni wykorzystującą zjawisko emisji jonów wtórnych wywołane bombardowaniem powierzchni wiązką jonów pierwotnych. Metoda ta pozwala uzyskać głębokościowe profile rozkładu koncentracji poszczególnych składników próbki charakteryzujące jej przypowierzchniowy obszar [1–2]. Interpretacja tych profili napotyka jednak na trudności ze względu na modyfikację powierzchni przez jony pierwotne oraz tzw. efekt matrycy, polegający na tym, że wydajność emisji jonów wtórnych poszczególnych składników próbki może być czuła na ich chemiczne otoczenie. Obecność elektroujemnych lub elektrododatnich pierwiastków w analizowanym obszarze próbki podwyższa odpowiednio liczbę dodatnich lub ujemnych jonów wtórnych.

W pracy porównano wpływ wiązki jonów pierwotnych tlenu i cezu na profile głębokościowe szkła tlenkowego oraz warstwy diamentowej.

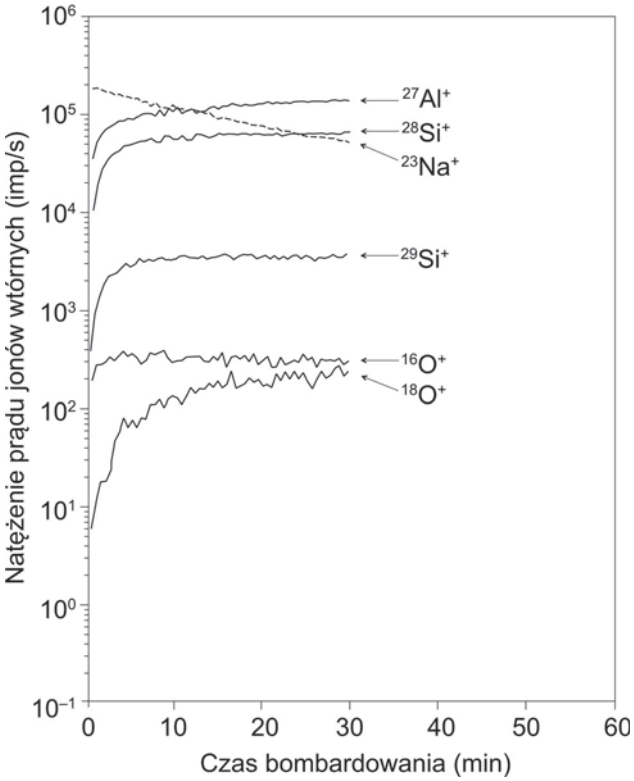
## 2. Eksperyment

W przeprowadzonym eksperymencie przedmiotem badań były próbki szkła sodowo glinokrzemianowego ($Na_2O{\cdot}Al_2O_3{\cdot}2SiO_2$) oraz warstwy diamentowej na podłożu krzemowym, otrzymanej metodą chemicznego osadzania z fazy gazowej wspomaganego plazmą mikrofalową [3]. Powierzchnia próbek badana była poprzez profilowanie głębokościowe za pomocą spektrometru masowego jonów wtórnych Cameca IMS-3F. W przypadku szkła, próbka była łamana w powietrzu bezpośrednio przed umieszczeniem jej w komorze próżniowej spektrometru i tak otrzymana powierzchnia poddawana była działaniu wiązki jonów pierwotnych. W pomiarach stosowano zogniskowaną wiązkę jonów pierwotnych tlenu $^{18}O_2^+$ o energii 8 keV, kącie padania 37° i prądzie 55 nA, przemiataną w obszarze 500 μm × 500 μm oraz cezu $^{133}Cs^+$ o energii 3 keV, kącie padania 51° i prądzie 9 nA, przemiataną w takim samym obszarze jak wiązka argonu. Emitowane jony wtórne były analizowane z centralnego obszaru o średnicy 60 μm w celu wyeliminowania wpływu ścian krateru, wytwarzanego przez jony pierwotne, na mierzone profile głębokościowe.

## 3. Rezultaty i dyskusja

W wyniku bombardowania powierzchni szkła wiązką jonów pierwotnych tlenu $^{18}O_2^+$ uzyskano profile głębokościowe poszczególnych jego składników: krzemu, glinu, sodu i tlenu (krzywe jonów wtórnych $^{28}Si^+$, $^{29}Si^+$, $^{27}Al^+$, $^{23}Na^+$, $^{16}O^+$ przedstawiono na Rys. 1) oraz tlenu implantowanego do próbki podczas bombardowania (krzywą jonów wtórnych $^{18}O^+$ pokazano również na Rys. 1). Przedstawione profile mają podobny kształt do profili otrzymanych za pomocą jonów argonu, które omówiono wcześniej [4–5]. Oznacza to, że reaktywność implantowanych jonów tlenu nie wpływa na charakter rejestrowanych profili. Profile te dochodzą do stanu równowagi, oprócz profilu sodu, w przypadku którego natężenie prądu jonów jest funkcją malejącą. Jest to spowo-

dowane ładowaniem się powierzchni próbki generowanym przez jony pierwotne, co powoduje migrację jonów sodu słabo związanych z więźbą szkła. Działanie pola elektrycznego na jony sodu potwierdza profil tego pierwiastka uzyskany techniką SIMS, wykorzystującą wiązkę atomów pierwotnych [6], który różni się od profilu prezentowanego na Rys. 1.

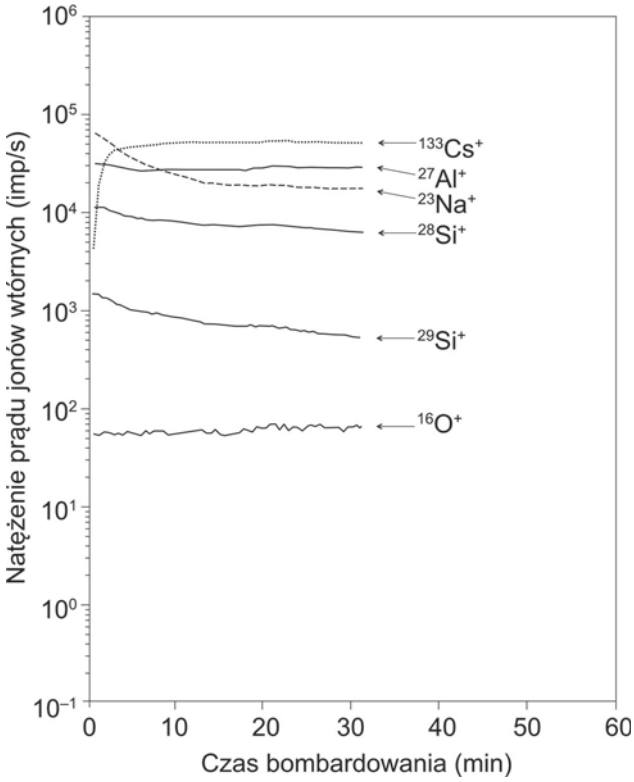



*Rys. 1. Profile głębokościowe szkła sodowo glinokrzemianowego otrzymane przy użyciu wiązki jonów $^{18}O_2^+$.*
*Fig. 1. Depth profiles of sodium aluminosilicate glass obtained using $^{18}O_2^+$ ion beam.*

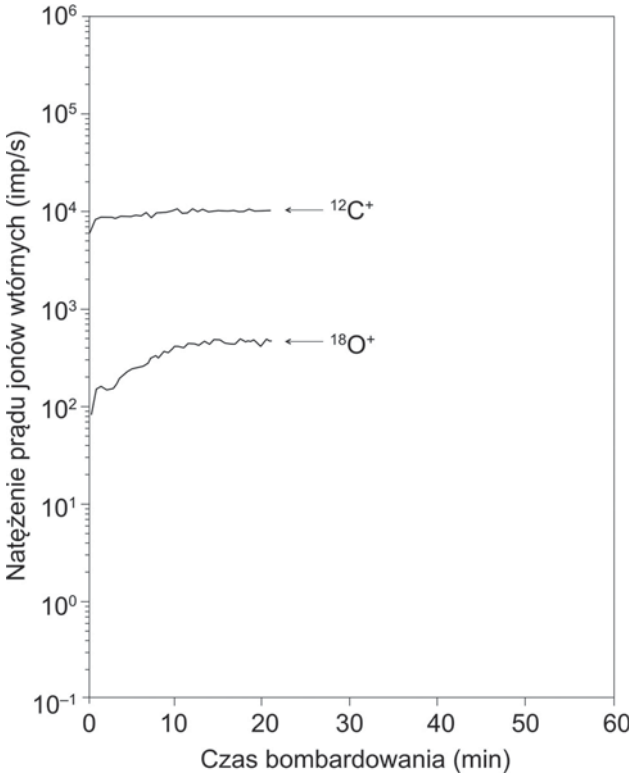
Profile szkła będą jednak ulegać zmianie, jeśli jako wiązki jonów pierwotnych użyjemy jonów cezu. Sytuację tę pokazuje Rys. 2. Działanie wiązki jonów cezu powoduje zubożenie przypowierzchniowego regionu próbki w sód na skutek jego preferencyjnego rozpylenia i preferencyjnej dyslokacji oraz wzbogacenie w cez w wyniku implantacji. Powoduje to deformację struktury szkła, co może być przyczyną początkowego zmniejszania się sygnału jonów wtórnych krzemu i glinu. Możliwa jest także, w różnym stopniu, neutralizacja jonów opuszczających tarczę wskutek tunelowego przejścia elektronów z powierzchniowej warstwy wzbogaconej w cez. Warstwa ta ułatwia odprowadzenie ładunku podczas bombardowania i powoduje, że profil sodu osiąga stan równowagi.

W celu porównania, w następnym eksperymencie jako tarczy użyto warstwy diamentowej, którą bombardowano jonami tlenu. Otrzymane profile pokazano na Rys. 3. Profil węgla wykazuje tendencję wzrostową na skutek utleniania powierzchni implantowanym tlenem.

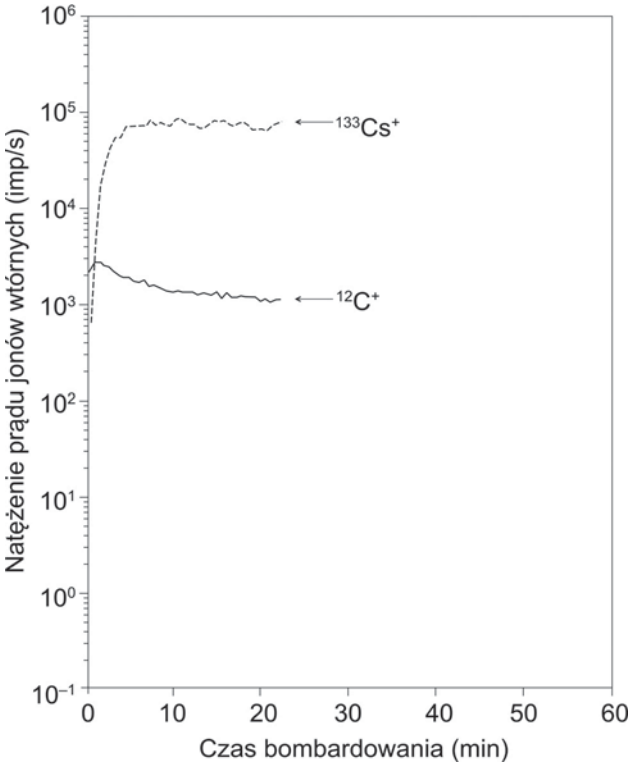
W przypadku bombardowania warstwy diamentowej jonami cezu widoczny jest spadek intensywności jonów wtórnych węgla (Rys. 4). Efekt ten jest spowodowany tworzeniem się powierzchniowej warstwy wzbogaconej w implantowany cez i możliwością tunelowego przejścia elektronów do jonów wychodzących z tarczy.




*Rys. 2. Profile głębokościowe szkła sodowo glinokrzemianowego uzyskane za pomocą wiązki jonów $^{133}Cs^+$.*
*Fig. 2. Depth profiles of sodium aluminosilicate glass obtained by means of $^{133}Cs^+$ ion beam.*




*Rys. 3. Profile głębokościowe warstwy diamentowej otrzymane przy użyciu wiązki jonów $^{18}O_2^+$.*
*Fig. 3. Depth profiles of diamond film obtained using $^{18}O_2^+$ ion beam.*




*Rys. 4. Profile głębokościowe warstwy diamentowej uzyskane za pomocą wiązki jonów $^{133}Cs^{+}$.*
*Fig. 4. Depth profiles of diamond film obtained by means of $^{133}Cs^{+}$ ion beam.*

## 4. Podsumowanie

Profile głębokościowe szkła i warstwy diamentowej pokazują wyraźną zależność od stosowanej wiązki jonów pierwotnych. Jest to spowodowane złożonym oddziaływaniem fizykochemicznym jonów padających z powierzchnią tarczy. Jony cezu modyfikują powierzchnię w sposób różny od jonów tlenu, co powoduje zmienność kształtu obserwowanych profili.

## Podziękowania

Autor dziękuje Prof. C. G. Pantano za umożliwienie wykonania pomiarów w Uniwersytecie Stanowym Pensylwanii i Dr C. A. Houser za pomoc w przeprowadzeniu eksperymentu.

## Literatura

[1] Werner, H. W., Boudewijn, P. R.: A comparicon of SIMS with other techniques based on ion-beam solid interaction, *Vacuum*, 34, (1984), 83–101.
[2] Chakraborty, P.: w *Ion Beam Analysis of Surfaces and Interfaces of Condensed Matter Systems*, Chakraborty, P. (Ed.), Nova Science Publishers Inc., New York, (2003), 217.
[3] Badzian, A. R., Badzian, T., Roy, R., Messier, R., Saper, K. E.: Crystallization of films by microwave assisted CVD (Part II), *Mat. Res. Bull.*, 23, 7, (1988), 531-548.
[4] Tuleta, M.: Badanie powierzchni implantowanego jonami reaktywnymi szkła metodą spektroskopii masowej jonów wtórnych, Prace Komisji Nauk Ceramicznych, Polski Biuletyn Ceramiczny, PAN, PTCer, Ceramika/Ceramics, 80, (2003), 135.
[5] Tuleta, M.: The influence of primary oxygen ions on SIMS depth profiling in materials implanted with cesium, *Vacuum*, 74, 2, (2004), 229–234.
[6] Frischat, G. H., Richter, T., Borchard, G., Scherrer, S.: w Advances in Ceramics, Vol. 22: *Fractography of Glasses and Ceramics*, Frechette, V. D., Varner, J. R.(Eds.), The American Ceramic Society, Westerville, Ohio (1988), 85.

♦

*Otrzymano 30 października 2013, zaakceptowano 7 stycznia 2014*