

Instytut Fizyki UMCS
Zakład Fizyki Jonów i Implantacji

Dariusz MAĆZKA

**Separacja izotopów i implantacja jonowa
w Zakładzie Fizyki Jonów i Implantacji IF UMCS**

Isotope Separation and Ion Implantation in the Department of Ion Physics and
Implantation of the Institute of Physics at UMCS

WSTĘP

Artykuł poświęcony jest omówieniu ważniejszych badań naukowych prowadzonych w Zakładzie Fizyki Jonów i Implantacji IF UMCS, funkcjonującym od połowy lat sześćdziesiątych do września 1994 roku w strukturze Zakładu Fizyki Jądrowej jako Zespół Separacji i Implantacji Jonowej.

Ponieważ jest to pierwsza prezentacja naszego Zakładu na łamach rocznika UMCS, intencją autora było potraktowanie tematu nieco obszerniej i dlatego niniejszy artykuł jest również przeglądem stosowanych w naszym Zakładzie metod doświadczalnych, a poza tym opisem używanej tu aparatury badawczej.

ELEKTROMAGNETYCZNA SEPARACJA IZOTOPÓW

Początki elektromagnetycznej separacji izotopów w lubelskim ośrodku naukowym sięgają lat sześćdziesiątych, kiedy to na jesieni r. 1963 został oddany do użytku pierwszy w Polsce elektromagnetyczny separator izotopów WID. Inicjatorem budowy urządzenia i jego głównym konstruktorem był Prof. Włodzimierz Żuk, ówczesny kierownik Katedry Fizyki Doświadczalnej UMCS. Podjęcie w Lublinie badań separacji izotopów nie było przypadkowe.

Po pierwsze, stanowiło rozwinięcie prowadzonych od 1948 roku przez zespół profesora W. Żuka badań związanych ze spektrometrią masową. Po drugie, wiązało się z realizowanymi równoległe pracami z zakresu spektrometrii β i γ . Jednakże trzecim i decydującym elementem, przesądającym o podjęciu budowy separatora, było wysunięcie projektu prowadzenia badań z zakresu fizyki niskich energii na rozdzielonych izotopach promieniotwórczych. Badania te planowano wykonywać we współpracy z zespołem fizyków warszawskich, kierowanym przez prof. Andrzeja Sołtana, ówczesnego dyrektora Instytutu Badań Jądrowych w Świerku. Pierwotnym zadaniem grupy lubelskiej było zbudowanie dwóch separatorów izotopów; jeden z nich miał być przeznaczony dla UMCS, drugi dla Świerka. Wkrótce okazało się jednak, że posiadane fundusze wystarczają na skonstruowanie tylko jednego urządzenia, dla Lublina, jakkolwiek niektóre elementy aparatury zostały wykonane w dwóch egzemplarzach.

Powstała w latach sześćdziesiątych w UMCS grupa spektrometrii jądrowej pracowała pierwotnie stosując izotopy przywożone głównie ze Zjednoczonego Instytutu Badań Jądrowych w Dubnej. Jednakże po kilku latach kontynuowanie tego rodzaju pomiarów w Lublinie stało się niemożliwe wobec konieczności badań izotopów o coraz krótszych czasach życia, rzędu godzin, a nawet minut. W tej sytuacji na przełomie lat sześćdziesiątych i siedemdziesiątych nawiązano bliższe kontakty ze ZIBJ, w wyniku których w Dubnej ulokowano lubelską grupę naukową stosującą własną aparaturę i realizującą własną problematykę naukową. Część grupy stanowili pracownicy zajmujący się elektromagnetyczną separacją izotopów. Grupa ta z czasem rozwinęła się w kilkunastoosobowy Zespół Separacji i Implantacji Jonowej, pracujący przez szereg lat w strukturze Zakładu Fizyki Jądrowej IF UMCS początkowo pod kierunkiem prof. Włodzimierza Żuka, a od r. 1981 — prof. Tomasza Goworka. Dopiero w bieżącym roku staliśmy się samodzielnym Zakładem Fizyki Jonów i Implantacji.

W skład grupy separatorów wchodził bądź wchodzi do obecnej chwili: J. Pomorski, A. Latuszyński, A. Wasiak, K. Kiszczak, A. Meldizon, S. Rachwał, W. Golan, H. Ciorgoń, J. Ciemniowski, K. Pysznik, J. Liśkiewicz, M. Rakowski, A. Drożdziel, T. Miedziewski, P. Stahl i D. Mączka. Niektórzy członkowie grupy, prócz badań wykonywanych na terenie Lublina, brali czynny udział w pracach Oddziału Spektroskopii Jądrowej i Radiochemii LPJ ZIBJ w Dubnej. W szczególności Józef Pomorski, Andrzej Latuszyński i piszący te słowa opracowywali w Dubnej projekt elektromagnetycznego separatora izotopów i uczestniczyli w konstrukcji tego urządzenia, później zaś we wspólnych pracach nad techniką separacji krótkożyjących izotopów w układach *off-line* i *on-line*.

Jednym z wartościowych osiągnięć Zespołu było wykorzystanie efektu Penninga do jonizacji pierwiastków występujących w niewielkich ilościowo próbkach (W. Żuk, A. Meldizon, A. Latuszyński, D. Mączka). Jonizacja Penninga ma miejsce wtedy, gdy w plazmie wyładowania zapalonego w mieszaninie dwóch rodzajów atomów energia stanu metastabilnego atomów gazu nośnika jest większa od energii jonizacji atomów będących obiektem jonizacji. Zastosowanie efektu Penninga stwarza znaczne perspektywy praktyczne, gdyż przypadków wyładowań w źródłach jonowych z mieszaniną dwóch gazów mamy wiele. Znakomitym tego przykładem jest separacja *on-line* krótkożyciowych produktów reakcji jądrowych dla celów spektroskopii jądrowej. Mamy wówczas do czynienia z niewielką ilością materiału separowanego i z reguły zachodzi konieczność dodatkowego dozowania do źródła gazu nośnika celem uzyskania stabilnych warunków pracy urządzenia. Oczywiście dobierając odpowiednio rodzaj gazu nośnika (pod kątem wykorzystania efektu Penninga) możemy wpływać na wydajność separacji, tj. na parametr, który często decyduje o powodzeniu całego eksperymentu.

Opracowano także oryginalną metodę separacji izotopów promieniotwórczych o niewielkiej energii jonizacji (poniżej 6–7 eV), tzw. metodę *gorącego tantalu* (A. Latuszyński). W tej metodzie, która okazała się szczególnie przydatną i wydajną w dubieńskim programie JASNAPP-2 (*Jadriernaja Spektroskopija na Puczkie Protonov*), zamiast trwającego dość długo procesu chemicznej ekstrakcji produktów reakcji z naświetlanej protonami 660 MeV tarczy, wykorzystano proces termodyfuzji przebiegający bezpośrednio w termoemisyjnym źródle jonów separatora. Efektywne użycie tej metody wymagało przeprowadzenia szczegółowych badań wykorzystywanych procesów, a przede wszystkim procesu dyfuzji pierwiastków ziem rzadkich z tantalu i ich jonizacji w następstwie termoemisji powierzchniowej. Zmierzono odpowiednie współczynniki dyfuzji, co pozwoliło określić czasowe wydajności procesu separacji konkretnych izotopów. Dzięki wykorzystaniu opracowanej metody uzyskano wiele nowych danych o krótkożyciowych izotopach pierwiastków ziem rzadkich; m.in. zidentyfikowano 7 nowych izotopów pierwiastków tej grupy. Należy podkreślić, że wymienione prace zyskały wysoką ocenę nie tylko na terenie ZIBJ w Dubnej, ale i w kraju.

Badania nad doskonaleniem metody separacji krótkożyciowych izotopów w układach *on-line* prowadzone są do chwili obecnej. Zaowocowały one m.in. opracowaniem nowego źródła, w dużym stopniu uniwersalnego, które może pracować równocześnie jako źródło termoemisyjne i jako źródło plazmowe. Kilka wersji tego typu urządzeń zespół prezentował na ostatnich konferencjach EMIS (*Electromagnetic Isotope Separation*) w Los Alamos (USA, 1987) i Sendai (Japonia, 1991), gdzie wzbudziły zainteresowanie specjalistów.

IMPLANTACJA JONOWA

Zbudowany w latach sześćdziesiątych elektromagnetyczny separator izotopów otworzył naszemu Zespołowi także drogę do problematyki badawczej z pogranicza fizyki zderzeń atomowych i fizyki ciała stałego. Problematyka ta obejmowała przede wszystkim implantację jonową, która wkrótce okazała się nowoczesnym i dynamicznie rozwijającym kierunkiem nauki i techniki. To właśnie dzięki implantacji jonowej uzyskano wiele ważnych i interesujących wyników. Zilustruję to trzema przykładami. Pierwszym z nich jest wykorzystanie metody implantacyjnej do lepszego poznania całej grupy zjawisk towarzyszących oddziaływaniu jonów średnich energii z ciałem stałym. Drugi przykład dotyczy zastosowań procesu implantacji w technologii półprzewodników, spośród których na podkreślenie zasługuje produkcja układów scalonych o dużej skali integracji. Trzecim wreszcie przykładem jest modyfikacja własności mechanicznych, fizykochemicznych wierzchnich warstw metali.

Jest rzeczą oczywistą, że tak szerokie zastosowanie metod implantacyjnych spowodowało, że ta ważna i aktualna problematyka stała się zasadniczą i dominującą w pracach badawczych naszego Zespołu.

BADANIE ODDZIAŁYWAŃ JONÓW I FOTONÓW Z MATERIAŁ

Elektromagnetyczny separator izotopów szczególnie dobrze nadaje się do prowadzenia badań nad oddziaływaniami jonów z materią, ponieważ dostarcza silnych, monoenergetycznych wiązek jonowych o określonym stosunku e/m . Separatory pracują normalnie z wiązkami jonów o energii kilkudziesięciu keV, takim był zresztą pierwszy lubelski separator WID na energie jonów 70 keV. Aby zwiększyć możliwości badawcze Zespołu, w 1979 roku uruchomiono inny implantator jonów UNIMAS, który dostarcza wiązek jonów jednokrotnie naładowanych o energii do 330 keV (Fot. 1). Opracowanie konstrukcji i wykonanie urządzenia powierzone zostało Instytutowi Badań Jądrowych w Świerku.

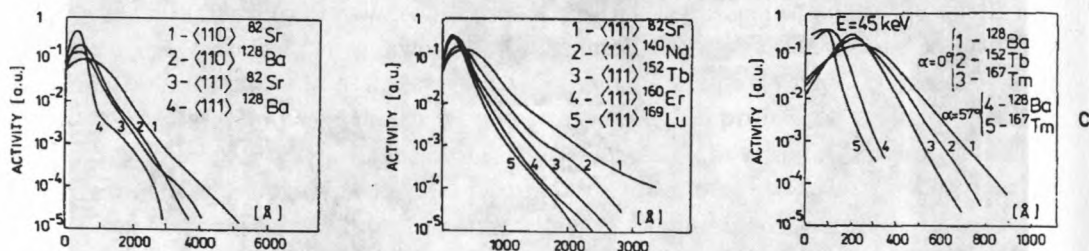
Wykorzystując posiadaną bazę aparaturową Zespół Separacji i Implantacji Jonowej prowadził badania o charakterze poznawczym, przede wszystkim nad wnikaniem jonów do tarcz metalicznych poli- i monokrystalicznych. W połowie lat siedemdziesiątych badania zostały poszerzone o implantację jonową do półprzewodników. W odniesieniu do tej ostatniej problematyki, której wprowadzenie do naszych prac zawdzięczamy w dużej mierze prof. Witoldowi Rosińskiemu z ITE w Warszawie, badania dotyczyły przede wszystkim lepszego poznania mechanizmu oddziaływania jonów z atomami tarczy. W tym celu wyznaczaliśmy doświadczalnie rozkłady głębokościowe



Fot. 1. Widok implantatora jonów UNIMAS od strony kolektora. Na pierwszym planie — pulpit sterowniczy, w głębi — kopuła 300 kV

zaimplantowanych jonów i rozkłady energii deponowanej w implantowanych tarczach, uzyskując w ten sposób dane na temat hamowania w ośrodkach materialnych jonów o szerokim zakresie liczb porządkowych ($Z = 36-86$) i masowych ($M = 83-211$), bodaj napełniejsze w owym czasie w literaturze światowej (Ryc. 1). Jednym z ciekawszych spostrzeżeń było stwierdzenie niezgodności teorii LSS z doświadczeniem w zakresie niskich energii jonów oraz występowanie asymetrii mierzonych rozkładów (A. Latuszyński, M. Kisielawicz, M. Zdrojewska, J. Próchniak).

Celem usunięcia wspomnianej niezgodności przeprowadzono obliczenia jądrowej zdolności spowalniania dla potencjału typu Wilsona-Haggmarka-Biersacka. Przyjmując, iż zjawisko zderzeń jonów z atomami tarczy ma charakter statystyczny, rozważano rozkłady poprzez wyznaczenie nie tylko średniego zasięgu i standardowej dewiacji, ale i dwóch pozostałych momentów centralnych rozkładu, tj. skośności i ekscesu. Informacje o σ , S_{K1} i K_U uzyskiwano na drodze dopasowań teoretycznych funkcji Pearsona do rozkładów doświadczalnych. W powyższych badaniach były stosowane pomiary elektryczne implantowanych warstw (pomiar stałej Halla, metody C-V oraz Van der Pauwa) oraz tzw metoda aktywności pozostałościowej połączona z ano-



Ryc. 1. Rozkłady głębokościowe promieniotwórczych izotopów ziem rzadkich implantowanych do Si z energią 45 keV

dowym utlenianiem i chemicznym usuwaniem cienkich warstw Si.

Na uwagę zasługują oryginalne prace Zespołu na temat zmian szybkości utleniania anodowego tarcz pod wpływem implantacji różnymi jonami. Badania te, których inicjatorami byli Juliusz Sielanko i Witold Szyszko, były wykonywane we współpracy z Instytutem Fizyki Uniwersytetu Humboldt'a w Berlinie. Na podstawie obszernego materiału doświadczalnego M. Kisielewicz i Ch. Wagner stwierdzili m.in., że implantacja Si jonami C, N, Na, P, Ar, Kr, Na i Te dawkami amorfizującymi monokryształów powoduje przyspieszenie procesu utleniania. Natomiast w przypadku implantacji jonami Al, Ga, Sb, Au szybkość utleniania spada w stosunku do próbki nieimplantowanej. Ówczesna literatura wyjaśniała podobne zjawiska tylko w odniesieniu do tarcz metalicznych. Przyjmowano, że odpowiedzialne za proces utleniania są takie parametry, jak: promień jonowy domieszek, masa, elektrojemność. Tymczasem nasze pomiary wykluczyły istnienie jawnej korelacji między wymienionymi parametrami i szybkością utleniania tarcz Si. W tej sytuacji zaproponowano taki model zjawiska, według którego w przypadku domieszek metali istotną rolę odgrywają wtrącenia, które zwiększają prawdopodobieństwo dejonizacji czynnika utleniającego, tj. jonów tlenu. Dla domieszek niemetalicznych model przewidywał wytworzenie się w SiO_2 łatwych dróg transportu dla jonów O^+ , powstałych dzięki występowaniu niższych barier potencjału.

Istotnym *novum* modelu było założenie, że główne zjawiska determinujące utlenianie mają miejsce nie w podkładce krzemowej, ale w warstwie tlenku. Omówione badania były wykonywane m.in. na zlecenie Instytutu Technologii Elektronowej w Warszawie, gdzie zresztą niektóre wyniki znalazły zastosowanie przy uruchomieniu produkcji układów scalonych.

Zakres prac badawczych nad oddziaływaniem ciężkich jonów z ciałem stałym w drugiej połowie lat osiemdziesiątych poszerzył się o problematykę oddziaływań wiązek fotonowych z materią. Badania te (myśl o nich powzięli

Juliusz Sielanko i Witold Szyszko) prowadzimy we współpracy z Instytutem Optyki CSIC w Madrycie. Do pomiarów zastosowano nanosekundowe ($\tau \approx 12$ ns) wiązki laserowe o gęstości energii w zakresie 20–900 mJ/cm² ($\lambda = 193$ nm). Techniki laserowe są obecnie szeroko stosowane w technologii materiałów półprzewodnikowych, szczególnie przy produkcji optycznych nośników pamięci. Przy dostatecznie dużej energii wiązki laserowej powierzchnia bombardowanej tarczy może być podgrzana i pomimo szybkiego odprowadzania ciepła, może ulec stopieniu.

W naświetlanych tarczach zachodzą istotne zmiany strukturalne, np. relaksacja i rekrytalizacja warstw amorficznych, dyfuzja domieszek, defektowanie warstw krystalicznych, itp. Prowadziliśmy komputerowe symulacje wymienionych procesów, ich celem było znalezienie dynamiki zmian rozkładu temperatury w naświetlanych próbkach, a tym samym określenie parametrów topienia warstw powierzchniowych, np. czasu życia fazy ciekłej, głębokości przetopienia oraz szybkości parowania próbki. Obliczenia były przeprowadzane za pomocą oryginalnego programu komputerowego rozwiązującego jednowymiarowe równanie dyfuzji ciepła w oparciu o metodę FEM (*Finite Elemente Methode*). W teoretycznym modelu tego procesu (autorstwa W. Szyszki) uwzględniono temperaturowe zależności parametrów fizycznych badanych próbek, np. współczynnika przewodnictwa cieplnego, ciepła właściwego, współczynnika odbicia światła. Wprawdzie zależności takie, dotychczas pomijane w powszechnie stosowanych modelach analitycznych, znacznie komplikują obliczenia numeryczne, to jednak zbliżają model procesu do rzeczywistości. Potwierdzeniem słuszności wprowadzanych zmian w modelu matematycznym jest stosunkowo dobra zgodność wyników obliczeń z danymi eksperymentalnymi. W przypadku najczęściej stosowanych materiałów (takich jak krystaliczny krzem i german amorficzny) różnice pomiędzy wynikami eksperymentalnymi a symulowanym czasem życia fazy ciekłej na powierzchni nie przekraczały 10 %.

ROZPYLENIE JONOWE I DYFUZJA DOMIESZEK W IMPLANTOWANYCH TARCZACH

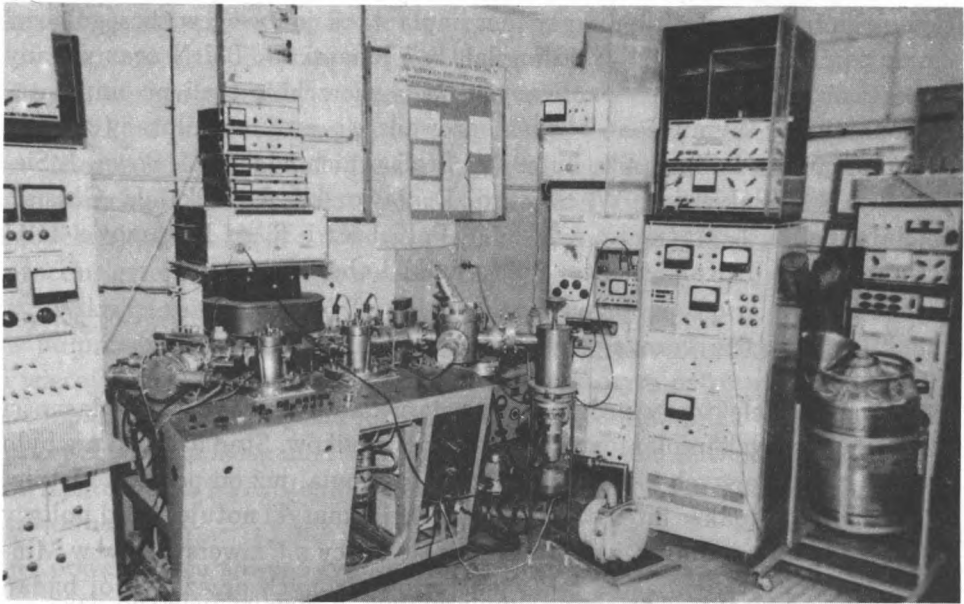
Metodę anodowego trawienia warstw Zespół stosował tylko do tarcz Al, W i Si. Istotny postęp w technice naszych badań stanowiło wykorzystanie metody zdejmowania warstw poprzez rozpylenie jonowe, które w odróżnieniu od poprzedniej metody można stosować do wszystkich rodzajów tarcz. Przy bombardowaniu jonami atomy tarczy, otrzymujące energię przekraczającą energię wiązania sieci, są usuwane z powierzchni, w wyniku czego następuje trawienie tarczy. W technice tej stosuje się najczęściej jony Ar i Cs o energii do 1 keV. Takie też jony zostały użyte w specjalnym, półprzemysłowym

urządzeniu do trawienia jonowego półprzewodników, którego projekt oraz konstrukcję opracował Juliusz Sielanko w 1978 roku. W aparaturze zastosowano oryginalny układ źródło jonowe–filtr masowy na wysokiej częstotliwości, dzięki czemu w znacznym stopniu udało się zmniejszyć strumień niepożądanych domieszek generowanych przez źródło. Taka modyfikacja urządzenia przyczyniła się do polepszenia dokładności uzyskiwanych wyników.

Zagadnienie rozpylania jonowego półprzewodników było także tematem badań o charakterze poznawczym. Problematykę tę zainicjował Juliusz Sielanko, który w r. 1974 wraz z Markiem Sową przeszedł do naszego Zespołu z Zakładu, którego kierownikiem był prof. Armin Teske. Jednym z ciekawszych wyników ich badań było wykazanie, iż zależność Sigmunda na współczynnik rozpylenia różnych materiałów w funkcji energii jonów pozostaje w dobrej zgodności z eksperymentem w szerokim zakresie energii bombardujących cząstek, jeśli zastosować przybliżenie Yudina na energię hamowania jądrowego. Na szczególną uwagę zasługuje także modyfikacja metody Monte–Carlo (autorstwa Juliusza Sielanko) przy obliczaniu drogi jonów w bombardowanej tarczy, znacznie skracająca czas obliczeń w stosunku do powszechnie stosowanych metod TRIM i ACAT. Stało się to możliwe dzięki oryginalnej, analitycznej metodzie obliczania kąta rozproszenia w zderzeniu jądrowym wykorzystującej różniczkowy przekrój czynny według Lindharda. Metoda ta posłużyła również do opracowania prostej procedury obliczania momentów rozkładów głębokościowych implantowanych jonów, współczynnika rozpylania, rozkładu energetycznego rozpylanych jonów i współczynnika odbicia jonów, a więc umożliwiła pełną analizę przebiegu procesu.

Analizowano ponadto zjawiska zachodzące podczas trawienia jonowego w warunkach silnego zdefektowania obszaru przypowierzchniowego. W powyższych badaniach stosowano własnej konstrukcji spektrometr wtórnej emisji jonowej SIMS (*Secondary Ion Mass Spectrometry*), którego autorami byli J. Sielanko, L. Gładyszewski, J. Zinkiewicz, W. Szyszko, M. Sowa, L. Głusiec (Fot. 2). W miarę intensyfikacji badań spektrometr podlegał znacznym modyfikacjom mającym na celu polepszenie jego charakterystyk eksploatacyjnych.

Przy użyciu aparatury SIMS wykonywane były także badania dyfuzji termicznej domieszek implantowanych do metali i półprzewodników. W zastosowaniach implantacji jonów do półprzewodników wymagana jest zwykle wysoka efektywność elektryczna wprowadzonych domieszek z jednoczesnym usunięciem uszkodzeń radiacyjnych, jakie powstają w tarczy na skutek implantacji jonów. Osiąga się to poprzez wygrzewanie próbek w wysokich temperaturach. Obróbce tej towarzyszy jednak znaczne rozmycie rozkładów domieszek wskutek dyfuzji termicznej. Znajdując głębokościowe rozkłady kon-



Fot. 2. Widok spektrometru mas SIMS

centracji domieszek przed wygrzaniem i po wygrzaniu można określić współczynniki dyfuzji domieszek w bombardowanych tarczach. W ten sposób wyznaczono m.in. współczynnik D dla fosforu zaimplantowanego w krzem polimodokryystaliczny w szerokim zakresie temperatur i dawek implantacji.

W odniesieniu do metali badano procesy związane z implantacją jonową i modyfikacją metodą implantacyjną własności fizykochemicznych bombardowanych tarcz. Spośród przeprowadzonych badań na uwagę zasługują prace Zespołu dotyczące dyfuzji domieszek w typowej stali odpornej na korozję (1H18N9T). Tarcze z tego typu stali były bombardowane jonami As, In, P, B w szerokim zakresie dawek implantacji i energii jonów. Dla wymienionych domieszek wyznaczano współczynniki dyfuzji oraz ich zależności temperaturowe. Interesujące wyniki uzyskaliśmy także przy badaniach procesów preimplantacji i implantacji wtórnej (*recoil implantation*). W przypadku eksperymentów dotyczących wtórnej implantacji stosowaliśmy warstwy In, Au, Cu, Ag, Ti, Pd naporowane na powierzchnię próbek stali, Al i Ti. Następnie próbki były bombardowane jonami Kr, Ar, Xe, w wyniku czego następowało przemieszczenie badanych atomów w głąb tarczy jako następstwo zderzeń typu implantowany jon-atom domieszki. Eksperymenty prowadzono metodami SIMS i RBS, a otrzymane wyniki porównywano z wynikami symulacji komputerowych Monte-Carlo. Badano także zmiany niektórych własności

trybologicznych metali pod wpływem implantacji jonowej, w szczególności zmiany mikrotwardości stali po implantacji jonami Ti, B i N oraz zmiany mikrotwardości warstw naporowanych na powierzchnię stali po implantacji jonami Ar. Wymienione badania prowadzono przy współpracy z ZIBJ w Dubnej oraz z Politechniką Lubelską. Brali w nich udział: M. Sowa, J. Sielanko, J. M. Zinkiewicz, W. Szyszko, D. Jaworska, J. Filiks, L. Głusiec, R. Baranowski, J. Trzcianka, a także A. P. Kobzev i R. A. Ilkhamov z ZIBJ z Dubnej oraz B. Kamińska z Politechniki Lubelskiej.

IMPLANTACYJNE DEFEKTY RADIACYJNE W PÓLPRZEWODNIKACH

Obecność defektów w próbkach zmienia w istotny sposób wiele własności fizykochemicznych implantowanych półprzewodników. Stąd ich badanie było jednym z ważniejszych kierunków naszego działania, już od początku istnienia Zespołu. Jednakże intensyfikację prac z tej tematyki notuje się od połowy lat 80., gdy do wspólnych badań włączyli się fizycy z Uniwersytetów w Mińsku i Jenie. Przystępując do omówienia prowadzonych przez Zespół badań chciałbym sformułować następującą uwagę: fizyka defektów radiacyjnych — z uwagi na różnorodność warunków, w których powstają defekty, współzależności procesów sieciowych i elektronowych i wreszcie brak adekwatnego aparatu teoretycznego — ma w dużym stopniu charakter *procesu poszlakowego*, w którym na podstawie niepełnego z konieczności zestawu danych makroskopowych usiłujemy wydedukować informacje o subtelnych i niezwykle skomplikowanych zjawiskach mikroskopowych zachodzących w zdefektowanej sieci krystalicznej. W tej sytuacji interpretacja uzyskanych danych nie ma z reguły tego stopnia niepodważalności, co w badaniach układów całkowicie uporządkowanych. Jak to wyraził jeden z czołowych badaczy z tej dziedziny, prof. W. Corbett, „o defektach wiemy bardzo wiele, ale bardzo mało wiemy na pewno”.

Jedną z konsekwencji obecności defektów radiacyjnych w naświetlanych materiałach jest wzmożenie dyfuzji zaimplantowanych domieszek. Zjawisko to nosi nazwę dyfuzji przyspieszonej radiacyjnie. Było ono szczegółowo badane w Lublinie, m.in. na przykładzie atomów fosforu implantowanych do monokryształów GaAs, które następnie były dodatkowo bombardowane dużymi dawkami jonów Ar, wytwarzającymi silne zdefektowanie tarcz.

Z występowaniem uszkodzeń radiacyjnych w naświetlanych próbkach związane jest także zjawisko geterowania domieszek, które polega na dyfuzji atomów domieszek z pewnej objętości próbki w kierunku uszkodzonego implantacyjnie obszaru i łatwiejszego tam ich przemieszczenia (D. Jaworska, J. Sielanko, E. Tarnowska). Badania geterowania atomów mają pewne

aspekty praktyczne związane z *czyszczeniem* materiałów stosowanych w mikroelektronice z domieszek technologicznych. Stąd rezultaty uzyskane przez Zespół w tym zakresie wzbudziły zainteresowanie w CEMI (Warszawa) w związku z przygotowywaną tam produkcją układów scalonych.

Niezależnie od badań aplikacyjnych zjawisko geterowania było także tematem badań o charakterze poznawczym. Zaowocowały one opracowaniem modelu zjawiska, który z dobrym przybliżeniem oddaje rzeczywisty przebieg procesu geterowania (D. Jaworska).

W kręgu zainteresowań Zespołu znalazły się ponadto procesy zachodzące w półprzewodnikach w warunkach dużych koncentracji defektów (10^{19} cm³ i więcej) i w takim przedziale temperatur, w którym ostro wzrasta prawdopodobieństwo wymiany ładunków między sąsiednimi defektami. We współpracy z naszymi kolegami z Mińska, przede wszystkim P. Żukowskim, a także S. Kantorowem i W. Stelmachem, K. Kiszczak, A. Latuszyński i piszący te słowa badali:

- powstawanie nowego typu lokalnych drgań sieci krystalicznej, znajdujących odzwierciedlenie w widmie odbicia światła w zakresie widzialnym i ultrafiolecie;
- wzrost przenikalności dielektrycznej silnie zdefektowanych półprzewodników (Si, GaAs, CdTe);
- pojawienie się własności segnetoelektrycznych (ferroelektrycznych) w próbkach Si naświetlanych dużymi dawkami neutronów;
- odchylenia równowagowych koncentracji ładunkowych stanów defektów od koncentracji przewidzianych statystyką elektronów;
- zjawisko samoodbudowy struktury implantowanych warstw Si i CdTe.

Jedynie u podstaw ostatniego zjawiska były zmiany w koncentracji defektów. Przy czterech pierwszych koncentracja defektów pozostawała stała, zmianie zaś ulegał jedynie ich stan ładunkowy w następstwie wymiany ładunku. Z wymienionych powyżej zjawisk wspomnę pokrótce o dwóch, w stosunku do których w dużym stopniu Zespół ma pierwszeństwo naukowe. Pierwsze zjawisko dotyczy zaobserwowanego w zdefektowanych implantacyjnie próbkach Si, GaAs i CdTe wzrostu stałej dielektrycznej w funkcji temperatury. Konsekwencją tego zjawiska było pojawienie się własności segnetoelektrycznych. Na podstawie danych doświadczalnych opracowano model zjawiska, w którym uwzględniono, że wraz ze stopniem zdefektowania próbki wzrasta prawdopodobieństwo pojawienia się oddziaływań między defektami. Jedno z ważniejszych oddziaływań polega na przeładowaniu defektów, zachodzących w wyniku przeskoku elektronu. W następstwie tego procesu uzyskujemy zmianę stanu ładunkowego dwóch defektów, w wyniku

czego zmieniają się tak mikroskopowe, jak i makroskopowe własności półprzewodnika.

W przypadku dużych koncentracji defektów, wnoszących głębokie poziomy w pasmo zabronione, większość defektów jest w stanie neutralnym. Wymiana ładunku między dwoma bliskimi defektami powoduje, że stają się one przez pewien czas naładowane, czyli tworzy się dipol, którego długość równa się w przybliżeniu średniej odległości między defektami. W polu elektrycznym prawdopodobieństwa przeskoku elektronu zgodnego z polem i przeciwnego do pola różnią się i wobec tego pojawiają się nieskompensowane momenty dipolowe, które w konsekwencji prowadzą do zmian stałej dielektrycznej próbki. Ponieważ proces ten ma aktywację termiczną, należy zatem oczekiwać w stałej dielektrycznej składowej zależnej od temperatury. Może to zostać wykorzystane do produkcji czujników temperatury. Przeprowadzone pomiary dla Si, GaAs i CdTe potwierdziły przewidywania modelu. Umożliwiły m.in. określenie energii aktywacji, które potrzebne są do przeładowania zaobserwowanych defektów.

Innym zjawiskiem, które także po raz pierwszy zaobserwowano w naszym Zespole, był efekt samoodbudowy struktury implantowanych jonowo warstw Si i CdTe. Zjawisko polega na tym, że przy implantacji wiązką o stosunkowo małej gęstości ($0.5\text{--}1.5 \mu\text{A}/\text{cm}^2$) występuje taki przedział temperatur implantacji (zależny od rodzaju półprzewodnika, masy i energii jonu, a także gęstości prądu jonowego), w którym zamiast zwykłego wzrostu koncentracji defektów wraz ze wzrostem dozy obserwuje się drastyczne ich zmniejszanie. Istota tego zjawiska nie została jeszcze dobrze poznana. Nie wykluczone, że powodem tego zmniejszenia są dynamiczne efekty, które mogą być generowane w silnie zdefektowanych i amorficznych warstwach, a które mają związek z nowym typem drgań atomów wzbudzanych na przykład w rezultacie przeładowań defektów. Należy podkreślić, że ze zjawiskiem samoodtworzenia struktury Si należy liczyć się przy ustalaniu warunków i kontroli procesu implantacji. Z tego też względu lepsze jego poznanie ma również walor praktyczny związany z technologią wytwarzania elektronicznych elementów półprzewodnikowych metodą implantacji jonowej.

WŁASNOŚCI OPTYCZNE IMPLANTOWANYCH KRYSZTAŁÓW I ZWIĄZKÓW NIEUPORZĄDKOWANYCH

Znaczne zwiększenie swoich możliwości badawczych Zespół odnotował po roku 1985. Było to wynikiem wdrożenia do naszej pracy metod optycznych: spektroskopii ramanowskiego i brillouinowskiego rozpraszania światła, jono- i fotoluminescencji oraz elipsometrii wykorzystującej jedną długość

fali. Wdrożenia te zawdzięczamy przede wszystkim J. Żukowi oraz K. Pyszniakowi, M. Kulikowi i R. Kudukowi. Pierwsze dwie z wymienionych technik zostały użyte w ramach współpracy Zespołu z Uniwersytetami w St. John's (Kanada) i Mińsku (Białoruś).

Rozpraszanie światła Brillouina jest zjawiskiem pokrewnym do rozpraszania Ramana, gdyż także polega na oddziaływaniu fotonów z fononami, ale akustycznymi, a nie optycznymi. Właśnie metodą spektroskopii Brillouina badano molekularne kryształy plastyczne, w szczególności właściwości fal akustycznych rozchodzących się w tych materiałach (J. Żuk, H. Kieft). Plastyczne kryształy molekularne są to fazy, które charakteryzują się brakiem porządku orientacji molekuł, przy regularnym rozmieszczeniu w sieci środków ich mas. Dla przebadanych faz plastycznych, spośród których na uwagę zasługują pomiary dla CCl_4 , CBr_4 , C_8H_{16} , stwierdzono interesujący efekt: występowanie anomalii stałych sprężystości spowodowanych silnym sprzężeniem rotacyjno-translacyjnym.

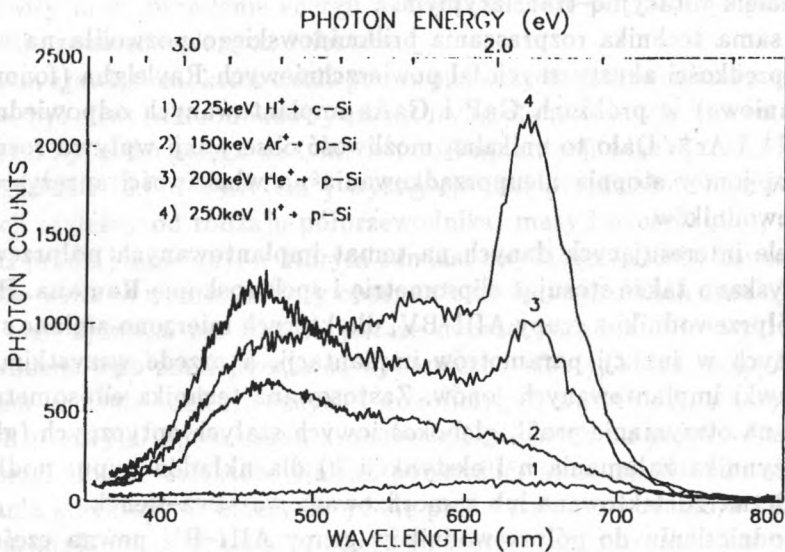
Ta sama technika rozpraszania Brillouinowskiego pozwoliła na wyznaczenie prędkości akustycznych fal powierzchniowych Rayleigha (fonony powierzchniowe) w próbkach GaP i GaAs implantowanych odpowiednio jonami N^+ i Ar^+ . Dało to unikalną możliwość obserwacji wpływu rosnącego z dawką jonów stopnia nieuporządkowania na właściwości sprężyste tych półprzewodników.

Wiele interesujących danych na temat implantowanych półprzewodników uzyskano także stosując elipsometrię i spektroskopię Ramana. Badane były półprzewodniki z grupy AIII–BV, dla których mierzono zmianę stałych optycznych w funkcji parametrów implantacji, a przede wszystkim energii i dawki implantowanych jonów. Zastosowana technika elipsometrii pozwoliła na otrzymanie profili głębokościowych stałych optycznych (głównie współczynnika załamania n i ekstynkcji k) dla układów typu: podkładka krystaliczna–zdefektowana lub zamorfizowana warstwa–tlenek.

W odniesieniu do półprzewodników grupy AIII–BV pewna część prac miała także aspekt praktyczny. Ich celem było m.in. określenie warunków uzyskiwania krystalicznych warstw trójskładnikowych przez implantację i następujące po tym szybkie wygrzewanie termiczne RTA (*Rapid Thermal Annealing*). Eksperymenty miały na celu określenie jakości struktury krystalicznej po implantacji i wygrzewaniu (M. Kulik, A. Akimov, F. Komarov, D. Mączka). Jak wielokrotnie było wspomniane wcześniej, bombardowane jonowo kryształy ulegają zdefektowaniu i dopiero wygrzewanie prowadzi do rekonstrukcji porządku w sieci. Przeprowadzone przez nas pomiary dowiodły, iż rozpraszanie Ramana jest jedną z bardziej czułych metod detekcji nie tylko stopnia tej rekonstrukcji, ale również obecności, w próbkach

naprężeń mechanicznych, niektórych defektów oraz odstępstw od stechiometrii.

Odkrycie przez Canhama w 1990 roku wydajnej luminescencji porowatego krzemu w obszarze widzialnym zwróciło uwagę naszego Zespołu na ten fascynujący materiał, który notabene od kilku lat znajduje się w centrum zainteresowania inżynierii materiałowej i fizyki ciała stałego. We współpracy z fizykami z Mińska rozpoczęliśmy badania, dzięki którym chcieliśmy osiągnąć modyfikację widm emisyjnych porowatego Si. W tym celu zastosowano implantację wodorem wraz z równoczesną rejestracją przebiegów spektralnych wzbudzonej wiązką jonową emisji optycznej, czyli badano widma jonoluminescencji (Ryc. 2). Do pomiarów stosowano własnej konstrukcji układ optyczny, dobudowany wraz z nową komorą do kolektora implantatora UNIMAS.



Ryc. 2. Widma jonoluminescencji krystalicznego (c-Si) i porowatego krzemu (p-Si), uzyskane w następstwie implantacji

Oprócz dobrze znanego pasma w obszarze czerwonym widma, związanego z kwantowym efektem rozmiarowym w tzw. drutach kwantowych lub nanokrystalitach Si, zaobserwowano dwa inne pasma (J. Żuk, R. Kuduk, M. Kulik, J. Liśkiewicz, D. Mączka). Najbardziej krótkofalowe z nich, pasmo niebieskie (470 nm), przejawiało szczególne własności, zdecydowanie odmienne od pasma czerwonego. Jego natężenie silnie wzrastało z dawką

jonów H^+ , w odróżnieniu od malejącego z dawką pasma czerwonego. Nie była to wyłącznie cecha wzbudzenia protonami, gdyż użycie jonów He^+ czy Ar^+ dawało praktycznie ten sam efekt. Podobne rezultaty, uzyskane dla niebieskiego pasma w tym samym obszarze widma w SiO_2 oraz w topionym kwarcu, skłoniły nas do wniosku, że ta emisja pochodzi od SiO_2 . Tlenki krzemu obecne są na bardzo rozbudowanej (do $1000\text{ m}^2/\text{cm}^3$) powierzchni monokryształów Si. Wzmocnienie luminescencji zaobserwowano także implantując porowaty Si jonami tlenu. W celu wyjaśnienia tego zjawiska zaproponowano, że emisja odpowiadająca pasmu 470 nm odbywa się z udziałem tzw. centrów E' w SiO_2 , czyli wakansu tlenowego z dołączonym elektronem. Dodatkowym potwierdzeniem słuszności tego założenia wydają się być wyniki pomiarów fotoluminescencji, gdzie obecność tego samego pasma niebieskiego jest silnie powiązana z posiadaniem przez foton energii $> 5.8\text{ eV}$, której odpowiada maksimum pasma adsorpcyjnego centrum E' .

PROMIENIOWANIE WZBUDZANE BOMBARDOWANIEM CIAŁ STAŁYCH

Bombardowaniu ciał stałych wiązkami jonów towarzyszy wiele procesów, których badanie jest interesujące nie tylko ze względu na oddziaływanie cząstek atomowych z ciałem stałym, ale i ze względu na duże możliwości praktycznego ich wykorzystania w diagnostyce powierzchni. Pośród tych procesów uwagę naszego Zespołu zwróciła emisja promieniowania w zakresie optycznym i rentgenowskim. Inicjatorami tych badań w Lublinie byli J. Żuk i E. Krupa.

W odniesieniu do promieniowania rentgenowskiego badania Zespołu miały za cel określenie parametrów potrzebnych do prowadzenia pomiarów techniką PIXE (*Particle Induced X-Emission*). Metoda PIXE opiera się na rejestracji charakterystycznego promieniowania X (głównie serii L i M) w celu wyznaczenia składu chemicznego bombardowanych ciał. W połączeniu ze zjawiskiem rozpylania jonowego powierzchni ta metoda może być również stosowana do określania profili głębokościowych zaimplantowanych domieszek, które — jak było wspomniane wcześniej — potrzebne są m.in. do wyznaczania tak ważnych wielkości, jak straty energii spowalnianego jonu w tarczy (dE/dx).

Prowadzono różnorodne pomiary promieniowania X wzbudzanego w tarczach metalowych (Nb, Mo, Rh, Pd, Cd, In, W, itp.) w następstwie bombardowania jonami Ar o energii 250 keV (E. Krupa, W. Tańska-Krupa, K. Pyszniak). Ich celem było m.in. ustalenie wielkości pochłaniania oraz zależności natężenia promieniowania (głównie serii L i M) emitowanego z poszczególnych tarcz od dawki bombardujących jonów. Stwierdziliśmy na przykład, iż

dla próbek Mo natężenie promieniowania serii L maleje eksponencjalnie wraz ze wzrostem dozy jonów Ar: $I = I_0 \exp(-a d)$, gdzie symbolem d oznaczono dozę zaimplantowanych jonów, a zaś — wykładnik potęgowy, którego wartość można wyliczyć stosując analizę komputerową danych pomiarowych.

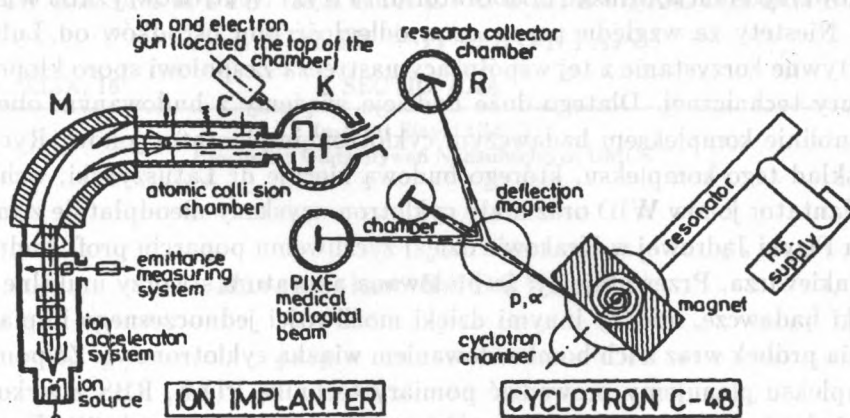
Stosując aparaturę podłączoną do implantatora UNIMAS Zespół wykonywał także badania promieniowania emitowanego z bombardowanych tarcz w zakresie widzialnym. Implantowano tarcze tak metaliczne, jak i półprzewodnikowe (GaAs, GaP, Si).

Czynnikiem wzbudzającym promieniowanie były jony różnych gazów (najczęściej Ar, H, He, Kr) o energiach w zakresie 50–250 keV. Otrzymano w ten sposób bogaty materiał dotyczący charakterystycznych widm dyskretnych, typowych dla konkretnych pierwiastków chemicznych. Rejestrowane były ponadto widma ciągłe, w szczególności dla tarcz metalicznych, co stanowiło kontynuację wcześniejszych naszych prac.

Ciekawe natomiast zjawisko zaobserwowaliśmy przy oddziaływaniu wiązki jonów argonu z tarczami tak metalicznymi, jak i półprzewodnikowymi (R. Kuduk J. Żuk, D. Mączka). W tym bowiem przypadku występował nowy rodzaj widma ciągłego, nie opisywany dotychczas w literaturze przedmiotu. Obejmuje on obszar długości fal od 200 nm do 300 nm. Stwierdziliśmy, że warunkiem koniecznym powstania oddziaływania indukującego takie widmo jest stosunkowo duża dawka zaimplantowanych jonów, bo około 10^{17} cm^{-2} . Nieoczekiwanym, lecz koniecznym wymogiem była także wysoka jednorodność wiązki jonowej. Przeprowadzone badania pozwoliły ustalić bezpośredni związek promieniowania z obecnością atomów argonu w tarczy, nie została natomiast stwierdzona jakakolwiek zależność od rodzaju matrycy. Istota zaobserwowanego zjawiska do chwili obecnej nie jest wyjaśniona. Mamy nadzieję, że będzie to możliwe po unowocześnieniu stanowiska pomiarowego.

Stosując pomiary optyczne Zespół prowadził także badania związane z określaniem rozkładów głębokościowych domieszek w ciałach stałych. Sposób prowadzenia pomiaru był podobny do tego, jaki stosuje się w metodzie PIXE, różnica polegała na długościach fal rejestrowanego promieniowania. Kolejne warstwy bombardowanej tarczy usuwano poprzez rozpylanie jonowe. Metoda rejestracji widm optycznych okazała się szczególnie użyteczna przy naszych pomiarach rozkładów głębokościowych lekkich pierwiastków implantowanych do ciężkich tarcz. W tych bowiem przypadkach inne metody — np. wstecznego rozpraszania cząstek naładowanych (RBS) — okazały się mało efektywne.

Technikę pomiaru promieniowania w zakresie widzialnym Zespół stosuje jako komplementarną w stosunku do metod SIMS, PIXE i RBS. Dwie ostatnie z wymienionych technik są przez nas używane w ramach współpracy



Ryc. 3. Schemat kompleksu aparaturowego cyklotron-implantator jonów (po II etapie)



Fot. 3. Widok kompleksu aparaturowego cyklotron-implantator jonów. Na pierwszym planie — implantator; w głębi — cyklotron

z Uniwersytetem w Mińsku i Laboratorium Fizyki Neutronowej ZIBJ w Dubnej. Niestety ze względu na znaczną odległość obu ośrodków od Lublina efektywne korzystanie z tej współpracy nastęrcza Zespołowi sporo kłopotów natury technicznej. Dlatego duże nadzieje wiążemy z budowanym obecnie w Lublinie kompleksem badawczym cyklotron-implantator jonów (Ryc. 3). W skład tego kompleksu, którego budową kieruje dr Latuszyński, wchodzi implantator jonów WID oraz mały cyklotron uzyskany nieodpłatnie z Instytutu Fizyki Jądrowej w Krakowie dzięki życzliwemu poparciu prof. Andrzeja Hrynkiwicza. Przewidujemy, że budowana aparatura stworzy unikalne warunki badawcze, między innymi dzięki możliwości jednoczesnego implantowania próbek wraz z ich bombardowaniem wiązką cyklotronową. Za pomocą kompleksu planujemy prowadzić pomiary techniką PIXE, RBS z wykorzystaniem zjawiska kanałowania, a także powierzchniowych reakcji jądrowych (Fot. 3).

Tab. 1. Parametry kompleksu aparaturowego cyklotron-implantator jonów

Parametry	Implantator	Cyklotron
1. Przyspieszanie masy	1-300 (a.m.u)	1-10 (a.m.u.)
2. Energia cząstek	20-100 keV	0,8-8 MeV
3. Prąd jonowy (max)	500 μ A	50 μ A
4. Rozrzut energii	1%	1-2%
5. Promień jonu w polu magnetycznym	160 cm	24 cm
6. Pole magnetyczne (max)	0,3 T	1,8 T
7. Próżnia	10^{-6} Torr	10^{-6} Torr

Kończąc omawianie ważniejszych naszych prac naukowych nie sposób nie wspomnieć o 9 doktoratach i 4 habilitacjach, wykonanych w Zespole na przestrzeni ostatnich lat z zakresu szeroko pojętej problematyki separacji izotopów i implantacji jonowej. Są to doktoraty (w porządku chronologicznym): D. Mączki, A. Latuszyńskiego, M. Kisielwicz, J. Meldizona (z Politechniki Lubelskiej), D. Jaworskiej, W. Szyszko, M. Zdrojewskiej, M. Kulika, J. Partyki (z Politechniki Lubelskiej) i E. Tarnowskiej-Sokołw (z lubelskiej Akademii Medycznej) oraz habilitacje: D. Mączki, M. Kisielwicz, J. Sielanko i P. Żukowskiego (z Instytutu Fizyki Uniwersytetu Białoruskiego w Mińsku).

SUMMARY

The article is a review of scientific activity of the Ion Physics and Implantation Department, the Institute of Physics of the M. Curie-Skłodowska University (Lublin) in the field of ion implantation. The results of experiments in ion beam physics, radiation defects in semiconductors, their optical properties and atomic physics, obtained by means of ion implantation technique, are described.