

دراسة الانتثار في الأفلام الرقيقة الثنائية بطريقة تبعثر رزرفورد المرتد

الدكتور مالك الرجحية *

(قبل للنشر في 2006/4/4)

□ الملخص □

استعمل تبعثر رزرفورد المرتد (RBS) لدراسة الانتثار المتبادل في أفلام Ti/Mg الرقيقة. تم تحضير الأفلام من طبقتين مؤلفتين من التيتانيوم والمغنيزيوم، وذلك بطريقة التبخير في الخلاء من خلال توضع طبقة من التيتان فوق طبقة من المغنيزيوم على ركازة من السيليكون المطلية بطبقة من الكربون، وذلك ليتثنى لنا فصل خطوط RBS البيانية الناتجة لمختلف العناصر. كما تم إنجاز المعالجات الحرارية بطريقتين:

- 1- تسمية حرارية تقليدية (CTA).
- 2- تسمية حرارية سريعة (RTP).

ذلك ابتداء من 450°C ، وقد لاحظنا تشكّل مركب Ti-Mg عند السطح الفاصل بين المعدنين (السطح البيني) للفيلم Ti/Mg، وذلك من أجل درجات حرارة تقع ضمن المجال ($450-650^{\circ}\text{C}$). وتمت أيضاً معالجة خطوط RBS البيانية باستخدام برنامج RUMP.

الكلمات المفتاحية:

- تبعثر رزرفورد المرتد. R.B.S Rutherford Backscattering Spectroscopy
- أفلام رقيقة. Thins – Films
- انتشار. Interdiffusion
- تسمية حرارية تقليدية (CTA(Classical Thermal Annealing)
- تسمية حرارية سريعة (RTP(Rapid Thermal Processing)

* مدرس في قسم الفيزياء - كلية العلوم - جامعة تشرين - اللاذقية - سوريا.

Diffusion of Bilayer Thin Films as Studied by Rutherford Backscattering

Dr. Malek Al rohaiah *

(Accepted 4/4/2006)

□ ABSTRACT □

Rutherford Backscattering Spectroscopy (RBS) is used to study interdiffusion in Ti/Mg thin film system induced by thermal annealing. Bilayer films of Titanium and Aluminum were prepared by vacuum evaporation through sequential deposition of Ti and Mg on silicon substrates covered with a carbon layer.

The thermal treatment was effected by two techniques:

- Classical Thermal Annealing (CTA).
- Rapid thermal Processing (RTP) .

Up to 450⁰C no reaction has occurred, but a Ti/Mg compound was formed at the interface of a Ti/Mg for annealing at temperatures in range 450-650⁰C. The RBS spectra were analyzed using the RUMP simulation code.

Key Word

- R.B.S Rutherford Backscattering Spectroscopy . تبعثر رزرفورد المرند.
- Thins – Films . أفلام رقيقة.
- Interdiffusion . انتشار.
- CTA(Classical Thermal Annealing) . تسمية حرارية تقليدية
- RTP(Rapid Thermal Processing) . تسمية حرارية سريعة

*Assistant Professor, Department of Physics, Faculty of Science, Tishreen University, Lattakia, Syria.

مقدمة (Introduction):

إن المركبات المعدنية ذات الأساس Ti هي الأكثر استعمالاً في الصناعة في الوقت الحاضر. تهتم الصناعة الفضائية بسبائك ذات الأساس تيتانيوم، لأنها تتميز بكثافة ضعيفة ونقطة انصهار عالية، وهي تملك خصائص ميكانيكية مهمة حتى في درجات حرارة عالية ومقاومة جيدة للصدأ. ويمتاز المغنيزيوم عن باقي المعادن المستعملة في الصناعة بخفة وزنه وكثرة وجود فلزاته في الطبيعة، ودرجة انصهاره 6500C. بدأت خلائط المغنيزيوم تحل محل بعض خلائط الألمنيوم خصوصاً في صنع الطائرات وبعض القطع التي تحتاج لخفة في الوزن ومقاومة للصدمات. إلا أنه مقابل هذه الحسنات هناك مساوئ لخلائط المغنيزيوم منها رداءة قابليتها للسكب وضعف مقاومتها للتأكسد وخصوصاً عند صهرها .

تعتبر الاستطارة الخلفية للإيونات ذات الطاقة المتوسطة [1,2] (RBS) من أفضل الطرق غير الهدامة لتحديد مظهر التركيز . و هذه الطريقة ملائمة جداً لدراسة الأفلام الرقيقة التي تسمح بتحليل كيميائي في العمق يمتد لبعض مئات من الانغسترومات في عينة تمتد سماكتها إلى بضعة ميكرونات (2-3 μm). كما أنها تُعطي معلومات نوعية وكمية حول طبيعة تركيب العينة المُحللة، ولقد وجدت تطبيقات كثيرة في تحليل السطوح [3,4]. إن RBS هي تماماً طريقة تجريبية بسيطة [5] كما هو موضح بالشكل (1).

بمعرفة معامل قدرة الإيقاف $\left(\frac{dE}{dx}\right)$ (وواحدته eV/A_0) يمكن معرفة ثخانة المادة $\delta\chi$ التي تعطى بالعلاقة الآتية [6]:

$$\delta\chi \cong \delta E \left[\frac{dE}{dx}(E_0) \frac{E_1}{E_0} + \frac{1}{|\cos \theta_L|} \frac{dE}{dx}(E_1) \right]^{-1} \quad (1)$$

حيث:

$$\frac{E_1}{E_0} = \frac{M_2}{(M_1 + M_2)^2} \left[\cos \theta_L + \left(\frac{M_2^2}{M_1^2} - \sin^2 \theta_L \right)^{\frac{1}{2}} \right]^2 \quad (2)$$

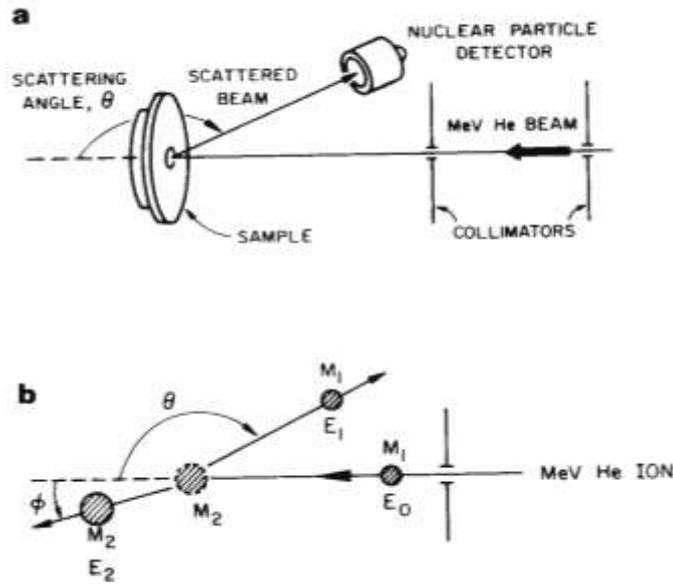
وتسمى النسبة $\frac{E_1}{E_0}$ بمعامل الحركة.

والمقطع العرضي σ يعطى بالعلاقة:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = 1.296 \left(\frac{Z_1 Z_2}{E_0} \right)^2 \left[\cos^4 \left(\frac{1}{2} \theta_L \right) - 2 \left(\frac{M_1}{M_2} \right)^2 + \dots \right] \times 10^{-27} \text{ cm}^2 \quad (3)$$

حيث: E_0 طاقة الحزمة الساقطة M_1, M_2, Z_1, Z_2 العدد الذري والكتلة لكل من القذيفة والهدف.

θ_L زاوية التشتت والحد الثاني من هذه العلاقة يمكن إهماله [7].



شكل (1) : (a) تمثل هذه الحالة التصادم المرن بين القذيفة ذات الكتلة M_1 والسرعة v والهدف ذو الكتلة M_2 والطاقة $E_0 = 0$. وبعد التصادم يصبح لكل من القذيفة والهدف سرعات وطاقات v_1, E_1 و v_2, E_2 على الترتيب. (b) يمثل شكل مُبسّط للاستطارة (تجريبياً).

والعناصر التي تدخل في التحليل بطريقة RBS هي:

- حركية التصادم المرن بين الجزيئة الساقطة وذرات العينة، وهذا يسمح بتعريف عامل الحركية K ويمثل النسبة بين طاقة نوى الهليوم المرتدة إلى طاقتها قبل دخولها الشبكة والمُعطى بالعلاقة (4).

$$K = \frac{E_1}{E_2} = \left[\frac{(M_2^2 - M_1^2 \sin^2 \theta)^{1/2} + M_1 \cos \theta}{M_1 + M_2} \right]^2 \quad (4)$$

حيث نلاحظ أن المعامل K يتعلق فقط بالنسبة $\frac{M_2}{M_1}$ وزاوية الاستطارة θ . وهذا يعني أنه بحساب بسيط

لـ E_1 و θ نحصل بسهولة على الكتلة M_2 للذرات المكونة للهدف (العينة) وقد استخدمنا في تجاربنا حزمة من جزيئات α ذات الطاقة $E_0 = 2 \text{ MeV}$ فوجدنا أن الاستطارة تُرى بزاوية قدرها $\theta = 160^\circ$.

- المرود الفعّال للاستطارة والمعطى بالعلاقة (5)

$$\frac{d\sigma(\theta)}{d\Omega} = \left[\frac{Z_1 Z_2 e^2}{4E_C} \right] \frac{1}{\sin^2 \frac{\theta}{2}} \quad (5)$$

حيث Z_1 و Z_2 شحنتي القذيفة ونواة الهدف ويشير الرمز C يشير إلى أن القيم منسوبة إلى نظام مركز الكتلة . وتعطي هذه الكمية نسبة الجزيئات المرتدة بزاوية θ في $d\Omega$.

هدف البحث:

- هو دراسة عملية الانتشار المتبادل بين عناصر العينة المختلفة التي تم الحصول عليها بطريقة تبخير عنصرين نقيين (تبخير طبقة فوق طبقة) بطريقة RBS .
- دراسة مقارنة بين التحمية الحرارية التقليدية و التحمية الحرارية السريعة

طريقة البحث والمواد المستخدمة:

تحضير العينات:

إن طريقة التحضير والتنظيف المستخدمتين هي على الشكل الآتي:

- 1- لقد قمنا بتبخير طبقات معدنية من عنصري التيتانيوم والمغنيزيوم على مادة السيليكون المنظفة بالأسيتون والمغطاة بطبقة رقيقة من الكربون، وذلك للسماح بتمييز خطوط RBS البيانية الناتجة عن مختلف العينات. و أبعاد العينات هي $5 \times 10 \text{ mm}^2$.
- 2- تم الحصول على طبقات رقيقة متوضعة فوق بعضها بعضاً من التيتان والمغنيزيوم بطريقة التبخير الحراري في الخلاء على حوامل من السيليسيوم [Si(111)] مغطاة بطبقة رقيقة من الكربون، وقد تم وضع طبقة الكربون على طبقة السيليسيوم لتحاشي توضع قمم خطوط RBS البيانية التابعة للمغنيزيوم والسيليسيوم .
- 3- تم ترسيب طبقة المغنيزيوم على الحامل C/Si والتي تبلغ سماكتها 7500 \AA في درجة الحرارة العادية بسرعة توضع قدرها 12 mm/min متبوعة بتبخير التيتان فوق طبقة المغنيزيوم وسماكتها 2600 \AA بسرعة قدرها 14 mm/min . وأثناء عملية التبخير وضعت عينة ثانية خاصة لتحليلها بطريقة مطيافية الكترونات أوجيه والتي تعطينا تركيب العينة. (في الخلاء دوماً) أما الضغط المتبقي خلال عملية التبخير فلا يتجاوز $4 \times 10^{-6} \text{ torr}$.
- 4- خضعت العينات Ti/Mg/C/Si إلى تحمية متساوية الحرارة وتحت درجات حرارة مختلفة. وقد تمت المعالجة الحرارية وفق طريقتين للتحمية:
 - التحمية الحرارية الكلاسيكية التقليدية (Conventional Thermal Annealing CTM) وتحت ضغط الأرغون (400 mm.Hg).
 - التحمية الحرارية السريعة (Rapid Thermal Annealing) RTP تحت تأثير تيار من الأرغون وهي تقنية ظهرت حديثاً 1977 [8] .

ب- تحليل بطريقة RBS (Rutherford Backscattering Spectroscopy)

إن مطيافية RBS (تبعثر رزرفورد المرتد) هي من أفضل الطرق غير المتلفة المستخدمة لتحديد مظهر التركيز. هذه الطريقة ملائمة بشكل جيد لدراسة الأفلام الرقيقة وذات سماكة تتراوح من بضعة أنغسترومات إلى بضعة ميكرومتر. لقد استخدمنا هذه الطريقة لدراسة الانتشار بين الطبقات المعدنية للسبيكة Ti/Mg ، وذلك في حالة توضع معدن التيتان على السطح . لقد تمت التجارب باستخدام المُسرّع الكهربائي الساكن ذي الجهد 4 MV نوع فاندوكراف

وُترسل على العينة حزمة من الأيونات ${}^4\text{He}^{++}$ ذات الطاقة 2 MeV والقطر 2 mm . يتم التقاط الجزيئات المرتدة بكاشف يعتمد أنصاف النواقل، ذات حساسية مقدارها 20 KV أما زاوية الارتداد فتساوي 160° والزاوية الصلبة للكاشف تساوي 0.5 msr . يتم تضخيم الإشارات الواردة من الكاشف بسلسلة تحتوي ما قبل تضخيم الشحنة مع تشويش، بريح قدره 15 ومضخم المطيافية. ومن ثم يتم تحليل هذه الإشارات ويتم تجميع طيف الطاقة بواسطة مُحل مُتعدد القنوات. ومن ثم يتم إرسال هذا الطيف إلى ذاكرة كمبيوتر بقصد تحليله. إن برنامج حساب خاص لتحليل خطوط RBS البيانية اسمه RUMP يسمح ابتداءً من تركيب مفروض للعينة بالحصول على خط بياني محسوب. ويسمح التوافق بين الخط البياني المفروض والخط البياني التجريبي يسمح بإيجاد صفات التغيرات بتابعية العمق مظهرًا تركيز مختلف مكونات العينة.

نتائج ومناقشة:

تمت دراسة التفاعلات الحاصلة بين السطحين للسبيكة Ti/Mg لحظة التحمية بطريقة RBS ، أما العينات المُحضرة بطريقة التبخير الحراري في الخلاء فقد خضعت لسلسلة من التحميات التقليدية والسريعة بدرجات حرارة مختلفة تتراوح بين $450-650^\circ\text{C}$.

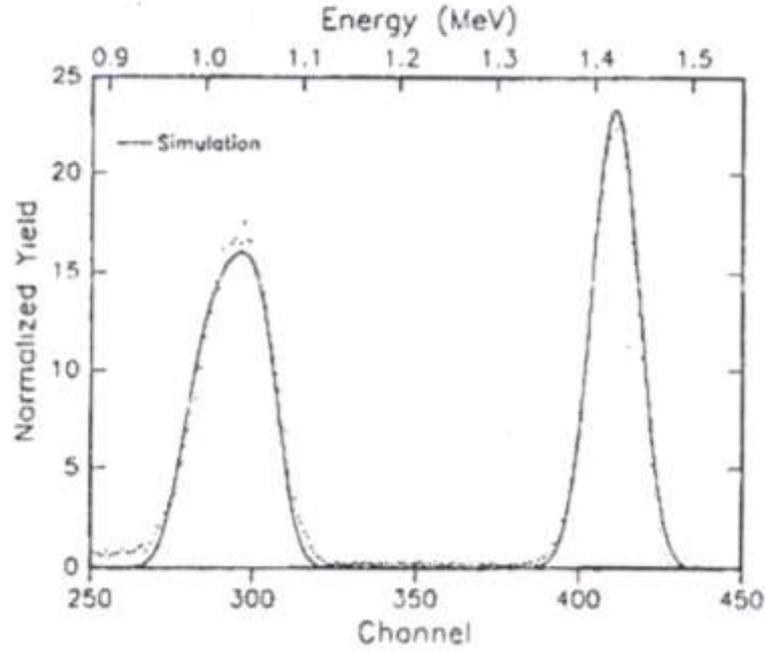
يُبين الشكل (2) الخط البياني RBS النظري الذي يقترحه البرنامج "RUMP" لعينه Ti/Al/C/Si من دون تحمية مع الخطوط التجريبية. بعد الحصول على الخط البياني التجريبي، يوضع في ذاكرة الكمبيوتر للمعالجة، ومن ثم يقوم البرنامج RUMP الذي هو برنامج حساب خاص بتحليل الخطوط البيانية RBS ، والذي يسمح ابتداءً من تركيب مفروض للعينة الحصول على خط بياني محسوب . بمطابقة الخط النظري مع الخط التجريبي استطعنا تحديد سماكات أفلام التيتان و الألمنيوم وتركيبها. وجدنا بتحليل العينة بطريقة مطيافية الكترونات أوجيه أن سماكة طبقة التيتان هي 5000 \AA وتركيبها هو 92% Ti و 8% O بينما سماكة طبقة الألمنيوم هي 10000 \AA وتركيبها 95% Al و 5% O .

يوضح الشكل (3) توضع خطوط RBS البيانية التي حصلنا عليها للعينات Ti/Mg/C/Si قبل وبعد التحمية التقليدية بدرجات حرارة $528 - 600 - 632^\circ\text{C}$ خلال زمن ثابت قدره 30 دقيقة.

ويمكن أن نلاحظ أن الارتفاع والعرض في منتصف الخط البياني لقمم الخطوط البيانية التابعة للتيتان والمغنيزيوم تتغير بتابعية ازدياد درجة الحرارة. و يُفسر هذا بتناقص واتساع قمم الخطوط البيانية، والذي يقابل الانتشار بين معدني التيتانيوم والمغنيزيوم. وخلال لحظة التحمية تتشكل سبيكة Ti/Mg في الداخل بين المعدنين Ti و Mg وتزداد سماكة هذه الطبقة بازدياد درجة حرارة التحمية .

واستطعنا بمساعدة برنامج الفرضيات "RUMP" [9,10] تحديد مُعامل انتشار المغنيزيوم داخل التيتان من

أجل درجات حرارة مختلفة ، ولاحظنا أنها تخضع لقانون ارينوس $D = D_0 \exp\left(-\frac{E}{RT}\right)$ حيث إن طاقة التنشيط E تساوي (E=1.12 eV) والمعامل D_0 يساوي $(D_0 = 1.11 \times 10^{-13} \text{ cm}^2/\text{sec})$ كما هو موضح بالشكل (4). حيث D : يمثل معامل الاستطارة R: هو ثابتة الغاز المثالي.



شكل 2:فرضية خطوط RBS التجريبية لعينة Ti/Al/C/Si قبل التخمية.

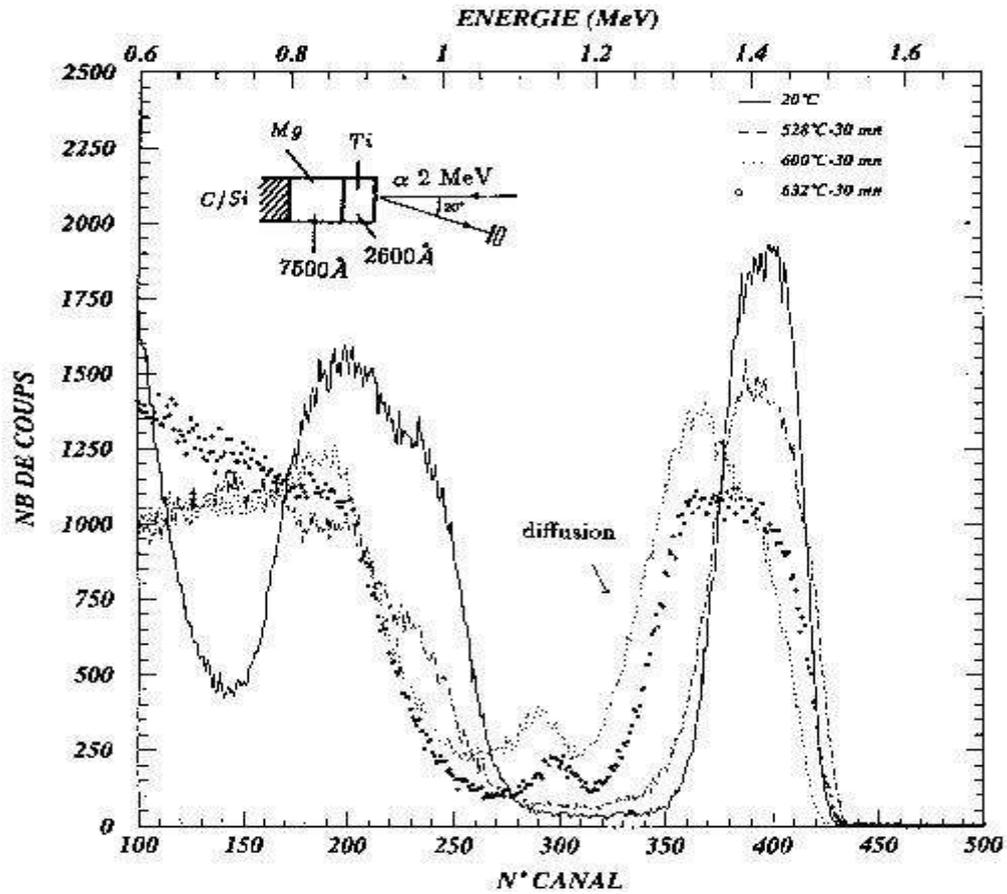
خطوط بيانية مفروضة. _____

خطوط بيانية تجريبية. - - - - -

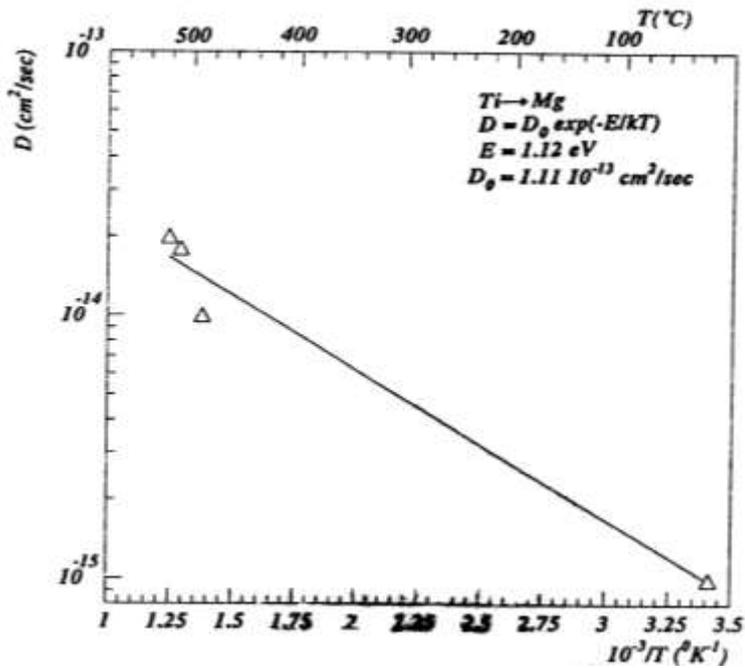
بمقارنة الخط البياني هذا مع الدراسة النظرية والتي تقول إنه مستقيم، فإن معامل الانتشار يأخذ شكل مستقيم مع مراعاة الخطأ المرتكب في ذلك.

قمنا بعد تحضير العينات بمقارنة بين التخمية الحرارية التقليدية (لمدة 30 دقيقة) والتخمية الحرارية السريعة (5-35 ثانية) التي تستند إلى استعمال الضوء المستمد من لمبات ذات استطاعة 3 KW والتي تعطي طيف، تغطي أطوال موجات الضوء المرئي.

ولاحظنا من أجل التخمية السريعة (RTA) أن هذا النوع من التخمية لا يغير بشكل ملحوظ طريقة تفاعل التيتان مع المغنيزيوم، كما هو موضح على الشكل 5.



شكل 3: توضع خطوط RBS البياناتية الحاصلة لعينات Ti/Mg/C/Si مُحماة بدرجات حرارة مختلفة خلال زمن قدره 30 دقيقة. حيث أن كل قناة يقابلها قيمة معينة للطاقة.



شكل 4: رسم اربنوس لانتشار التيتان ضمن المغنيزيوم بدرجة حرارة عالية.

الاستنتاجات:

نشير أولاً إلى أن هذه الطريقة هي طريقة ممتازة ومناسبة لهذا النوع من الدراسة، استطعنا تحديد مُعامل الانتشار وعرض السطح البيئي. علماً أن المعالجات الحرارية تمت في أفران مختلفة ولقد حاولنا اختصار الزمن [11]. يبدو أن التسخين السريع هو الأكثر فعالية لأننا لاحظنا في هذه الحالة حدوث تلوث أقل. و سوف تحل التخمية الحرارية السريعة محل التخمية الحرارية التقليدية منها: توفيراً للطاقة وريح في الوقت أثناء عملية التخمية واستهلاك ضعيف للغاز ومراقبة جيدة للوقت.

المراجع:

1. LEPEITER, M.P ,*Bell Syst. Tech. J.* 45 (1966), 233.
2. TURNER. P.A and A.T. English, *J. Electron. Mater.* 1 (1972),1
3. DEARNALY, G. T. Laursen, "A Rutherford Backscattering –channeling Mat.Sc. Eng. 90(1987),191-196.
4. ROCCHI. P, "Etude experimental de la distribution spciale de l'implantation d'oxygene dans du silicium a haute energie" (1987)
5. CAMPOS. F.G., J.Pascual and et. *J. Appl. Phys.* 85 (1999) (1).
6. BROWN. R.A. and J.S. Williams. *J. Appl. Phys.* 83 (1998). (12)7533-.
7. BRICE. D.K, *Thin Solid Films* 19 (1973), 121.
8. R. Singh, *Rapide Thermal Processing* , *J. Appl. Phys.* 63 (1988). R59.
9. DOOLITTLE. L.R , *Nucl, Instrum. Methods B*, 9 (1985) -344.
10. DOOLITTLE. L.R , *Nucl, Instrum. Methods B*, 15 (1986) -227.
11. K. Bal, A. Keen, Th. Rasing, and H.A. M. Van den Berg. *Investigation of the as-deposited characteristic and the thermal stability of thin films based multilayers.* *J. Appl. Phys.* (2002) 8584.