

12-15-2019

## CREATION OF NEW MATERIALS BASED ON DIELECTRIC FILMS USING LOW-ENERGY ION IMPLANTATION

Muradulla Tagaevich Normuradov  
*Karshi State University, Uzbekistan, m.normuradov46@mail.ru*

Dilshod Abdurazakovich Normurodov  
*Karshi State University, Uzbekistan, normurodovd1989@mail.ru*

Kuvondik Turakulovich Davronov  
*Karshi State University, Uzbekistan*

Nilufar Moyli kizi Mustafayeva  
*Karshi State University, Uzbekistan*

Follow this and additional works at: <https://uzjournals.edu.uz/semiconductors>

---

### Recommended Citation

Normuradov, Muradulla Tagaevich; Normurodov, Dilshod Abdurazakovich; Davronov, Kuvondik Turakulovich; and Mustafayeva, Nilufar Moyli kizi (2019) "CREATION OF NEW MATERIALS BASED ON DIELECTRIC FILMS USING LOW-ENERGY ION IMPLANTATION," *Euroasian Journal of Semiconductors Science and Engineering*: Vol. 1 : Iss. 6 , Article 8.

Available at: <https://uzjournals.edu.uz/semiconductors/vol1/iss6/8>

This Article is brought to you for free and open access by 2030 Uzbekistan Research Online. It has been accepted for inclusion in Euroasian Journal of Semiconductors Science and Engineering by an authorized editor of 2030 Uzbekistan Research Online. For more information, please contact [sh.erkinov@edu.uz](mailto:sh.erkinov@edu.uz).

УДК 535.361

## СОЗДАНИЕ НОВЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ПЛЁНОК С ПРИМЕНЕНИЕМ НИЗКОЭНЕРГЕТИЧЕСКОЙ ИОННОЙ ИМПЛАНТАЦИИ

*Нормурадов Мурадулла Тагаевич\**, д.ф.-м.н., профессор кафедры “Физики” Каршинского государственного университета, Узбекистан. e-mail: [m.normuradov46@mail.ru](mailto:m.normuradov46@mail.ru)

*Нормуродов Дилшод Абдуразакович*, базовый докторант кафедры “Физики” Каршинского государственного университета, Узбекистан. e-mail: [normurodovd1989@mail.ru](mailto:normurodovd1989@mail.ru)

*Давронов Кувондик Туракулович*, преподаватель кафедры “Физики” Каршинского государственного университета, Узбекистан.

*Мустафаева Нилуфар Мойли кизи*, магистрант Каршинского государственного университета, Узбекистан.

*Аннотация.* В статье методами спектроскопии упруго рассеянных электронов, Оже-электронной спектроскопии и измерения вторично-эмиссионных характеристик чистых и ионно-имплантированных образцов Si, а также диэлектрических плёнок SiO<sub>2</sub>, полученных с применением термического окисления в атмосфере сухого кислорода и имплантации ионов O<sub>2</sub> с низкой энергией в монокристаллы кремния (III) исследованы изменения условий генерации и выхода вторичных электронов из образцов. Показано, что тонкая структура энергетических зависимостей коэффициентов вторичной электронной эмиссии и значения их для диэлектрических плёнок SiO<sub>2</sub>, определяется предысторией образцов. Плёнки SiO<sub>2</sub>, полученные имплантацией ионов O<sub>2</sub> обладают хорошей адгезией, сплошностью и поверхностной гладкостью. Имплантация ионов Ba<sup>+</sup> в SiO<sub>2</sub> с большей дозой (~8·10<sup>16</sup> см<sup>-2</sup>) при малых энергиях (E<sub>0</sub>=1keV) приводит к кристаллизации отдельных участков имплантированной области плёнок. Кристаллизация аморфной пленки является одной из причин увеличения глубины зоны выхода истинно-вторичных электронов.

*Ключевые слова:* кремний, окись кремния, кислород, ионная имплантация, термический отжиг, тонкая структура, зона выхода электронов, кристаллизация, истинно-вторичные электроны, вторичная эмиссия, упругое рассеяние электронов.

## CREATION OF NEW MATERIALS BASED ON DIELECTRIC FILMS USING LOW-ENERGY ION IMPLANTATION

*Normuradov Muradulla Tagaevich \**, Doctor of Physics and Mathematics, Professor, Department of Physics, Karshi State University, Uzbekistan. e-mail: [m.normuradov46@mail.ru](mailto:m.normuradov46@mail.ru)

*Normurodov Dilshod Abdurazakovich*, basic doctoral student at the Department of Physics of Karshi State University, Uzbekistan. e-mail: [normurodovd1989@mail.ru](mailto:normurodovd1989@mail.ru)

*Davronov Kuvondik Turakulovich*, Lecturer, Department of Physics, Karshi State University, Uzbekistan.

*Mustafayeva Nilufar Moyli kizi*, graduate student of Karshi State University, Uzbekistan.

**Abstract.** *In the article, by the methods of spectroscopy of elastically scattered electrons, Oje electron spectroscopy and measurement of secondary emission characteristics of pure and ion-implanted Si samples. As well as dielectric SiO<sub>2</sub> films obtained using thermal oxidation in an atmosphere of dry oxygen and implantation of low-energy O<sub>2</sub> ions into single crystals silicon (III) investigated changes in the conditions of generation and exit of secondary electrons from the samples. It is shown that the fine structure of the energy dependences of the secondary electron emission coefficients and their values for dielectric SiO<sub>2</sub> films is determined by the history of the samples. SiO<sub>2</sub> films obtained by implantation of O<sub>2</sub> ions have good adhesion, continuity, and surface smoothness. Characteristic for the implantation of Ba<sup>+</sup> ions in SiO<sub>2</sub>, with a higher dose ( $\sim 8 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ ) with an energy of bombardment ( $E_0 = 1 \text{ keV}$ ) that crystallizes in parts of the sections of the implanted film region. Crystallization of an amorphous film is one of the reasons for increasing the depth of the exit zone of true secondary electrons.*

**Keywords:** *silicon, silicon oxide, oxygen, ion implantation, thermal annealing, fine structure, electron exit zone, crystallization, true secondary electrons, secondary emission, elastic electron scattering.*

## 1. Введение

Исследование физических процессов, происходящих при взаимодействии ионов и электронов с различными многокомпонентными материалами, представляет большой научный и практический интерес для решения ряда важнейших задач современной электроники. Воздействие ионных пучков приводит к нарушению структуры образцов, к введению радиационных дефектов, внедрению чужеродных примесей, что вызывает изменение физико-химических, механических, оптических и эмиссионных свойств облученного ионами материала. Создание новых материалов с улучшенными физическими свойствами поверхностных слоев, в частности, эффективных эмиттеров вторичных электронов на основе диэлектриков, является одной из актуальных задач микроэлектронной техники, поскольку они широко используются в запоминающих электронно-лучевых и оптических приборах, магнетронах и др. Одним из методов направленного изменения электрофизических и других свойств твердых тел стал метод легирования ионной бомбардировкой, обладающий рядом преимуществ по сравнению с другими способами легирования. Варьируя энергию ионов и дозу облучения, можно управлять такими параметрами твердого тела как толщина легированного слоя, концентрация введенной примеси, благодаря этому метод получил широкое применение в полупроводниковой технологии и в микроэлектронике [1,2].

## 2. Методика эксперимента

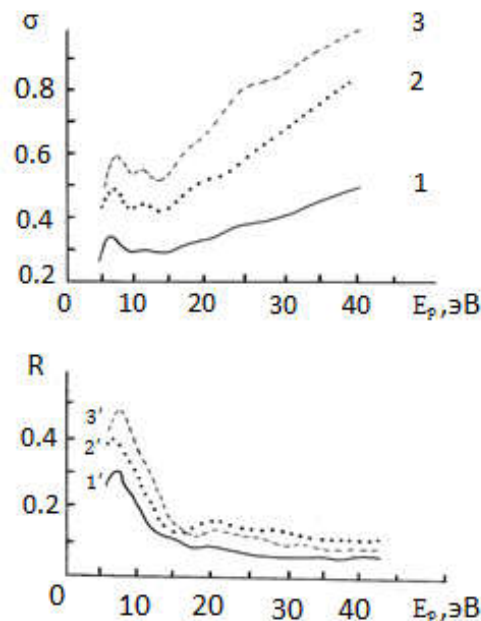
Исследование диэлектрических пленок до и после ионного легирования представляет научный интерес, так как позволяет понять процессы, протекающие в диэлектриках при ионной бомбардировке, изменение условий генерации и выхода вторичных электронов, а также выяснить природу высокой эффективности вторичной эмиссии сложных диэлектриков. В работе исследовались диэлектрические пленки SiO<sub>2</sub>, полученные различными методами окисления. Существует несколько способов получения двуокиси

---

кремния: в парах воды, в сухом кислороде, во влажном кислороде и в парах воды при атмосферном давлении, путем имплантации низкоэнергетических ионов  $O_2^+$ . Опыты показали, что пленки  $SiO_2$ , полученные в парах воды, оказываются менее совершенными, а пленки, полученные в атмосфере сухого кислорода, оказываются равномерно окисленными. Хорошая адгезия, сплошность и поверхностная гладкость характерны для пленок  $SiO_2$ , полученных имплантацией ионов  $O_2$  в кремний. Кроме того, следует отметить, что ионная имплантация имеет серьезные технологические преимущества по сравнению с другими способами получения  $SiO_2$ , так как позволяет получать пленки с высоким уровнем химической чистоты и заданной толщины - от 10 нм до нескольких мкм [3].

### 3. Результаты и их обсуждение

Нами исследовались пленки  $SiO_2$ , полученные окислением в сухом  $O_2$  и путем имплантации ионов  $O_2^+$  в кремний. Эксперименты проводились в сверхвысоковакуумном приборе с трехсеточным сферическим энергоанализатором с тормозящим полем, позволяющим исследовать состояние поверхности пленок методами электронной оже-спектроскопии (ЭОС), спектроскопии упруго рассеянных электронов (СУРЭ), измерения вторично эмиссионных характеристик чистых и ионно-имплантированных образцов окиси кремния. Давление остаточных газов в приборе не превышало  $10^{17}$  Па. Имплантация ионов в  $SiO_2$ , проводилась нами при комнатной температуре мишени.



**Рис. 1. Зависимости  $\sigma$  (1-3) и  $R$  (1'-3') от  $E_p$  в области малых энергий для пленок  $SiO_2$ , полученных: в парах воды – 1,1'; в сухом кислороде – 2,2' и имплантацией ионов  $O_2^+$  в кремний – 3,3'.**

На рис. 1 приведены энергетические зависимости коэффициента вторичной электронной эмиссии  $\sigma(E_p)$  и упруго отраженных электронов  $R(E_p)$  для области малых энергий первичных электронов  $E_p$ , снятые с образцов  $SiO_2$ , полученных различными способами.

Видно, что хотя числовые значения коэффициентов вторичная электронная эмиссия (ВЭЭ) для разных пленок различаются, тонкая структура кривых их энергетической зависимости в области малых  $E_p$  почти одинакова. Теперь рассмотрим процесс образования окси кремния при имплантации ионов кислорода в кремний.

На рис.2 приведены Оже-спектры чистого кремния и кремния, легированного ионами  $O_2^+$  энергией  $E_0=0,5$  кэВ при разных дозах облучения. Из рисунка видно, что основные изменения в спектре происходят, начиная с флюенса ионов  $\Phi \approx 10^{15}$  см $^{-2}$ . При этом интенсивность пика  $L_{2,3}VV$  кремния уменьшается, и появляется малоинтенсивный пик при энергии  $E \approx 83-84$  эВ. Последний, видимо, связан с присутствием на поверхности соединения  $SiO_x$  промежуточной стехиометрии [4]. Оже-пик характерный для  $SiO_2$ , ( $E=76$  эВ), появляется при  $\Phi=5 \cdot 10^{15}$  см $^{-2}$ , а в дальнейшем по мере увеличения дозы облучения его интенсивность растёт. При этом интенсивность оже-пика при  $E=92$  эВ сильно уменьшается. Изменения в оже-спектре происходят до  $\Phi=4 \cdot 10^{16}$  см $^{-2}$  и с дальнейшим увеличением флюенса оже-спектр не меняется. Оже-пики с энергиями 83 и 92 эВ присутствуют в спектре вплоть до максимальной дозы, что свидетельствует о наличии в приповерхностной области некоторого количества  $Si$  и  $SiO_x$ . Кратковременный прогрев при  $T=1200$  К приводит к полному исчезновению указанных пиков и установлению спектра, характерного для окисной пленки со стехиометрией  $SiO_2$ .

Далее нами проводилась имплантация ионов  $Ba^+$  и  $Na^+$  в тонкие пленки  $SiO_2$ , с энергией  $E_0=0,5$  кэВ и флюенсом  $\Phi=2 \cdot 10^{17}$  см $^{-2}$ . Обнаружено, что имплантация ионов  $Ba^+$  и  $Na^+$  в  $SiO_2$ , приводит к увеличению значений коэффициентов вторичной электронной эмиссии (ВЭЭ) и изменению тонкой структуры кривых (рис.2) их энергетической зависимости.

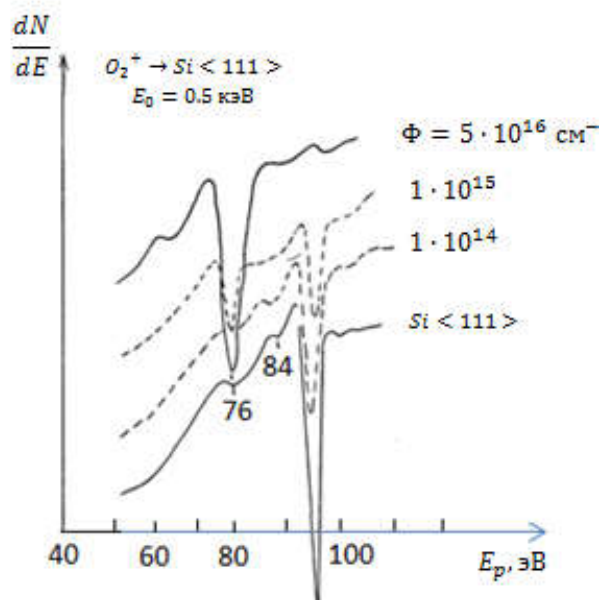


Рис.2. Спектры ЭОС Si (III), легированного ионами  $O_2^+$  с энергией  $E_0=0,5$  кэВ и различными флюенсами.

Анализ полученных результатов электронной оже-спектроскопии позволяет предполагать, что эти изменения обусловлены образованием в приповерхностной области пленки  $SiO_2$  окиси легирующий примеси. Опыты по исследованию состава пленки методами ЭОС также подтвердили наличие достаточно интенсивного пика, характерного для окиси бария. Изменение структуры энергетических зависимостей коэффициентов ВЭЭ в области малых  $E_p$  при ионной имплантации характеризует изменение состояния тонкого слоя приповерхностной области пленки  $SiO_2$ . Так, резкое изменение зависимости  $R(E_p)$  свидетельствует об изменении ширины запрещенной зоны материала мишени. После имплантации ионами  $Ba^+$  с  $E_0=0,5$  кэВ и большим флюенсом сильно меняются энергетическое положение и форма почти всех пиков окиси кремния, что свидетельствует о значительном изменении элементного и химического состава поверхности пленки  $SiO_2$  при ионной имплантации. Полученные результаты позволяют предположить, что в имплантированной области образуется соединение типа  $[Ba_mO_n + Si]$  со связями вида  $Ba - O$  и  $Ba - Si$ . Большая амплитуда оже-пика бария с  $E = 55$  эВ, вероятно, вызвана избыточным содержанием атомов  $Ba$  в имплантированной области образца. Действительно, профили распределения атомов в имплантированном слое  $SiO_2$  (рис.3), снятые методом ЭОС при послойном стравливании пучком ионов  $Ar^+$  с энергией  $E=1,5$ кэВ показали, что на поверхности ионно-имплантированной пленки, наряду с атомами  $Ba$ ,  $O_2$  и  $Si$ , имеется достаточно большое количество примесных атомов углерода и хлора.

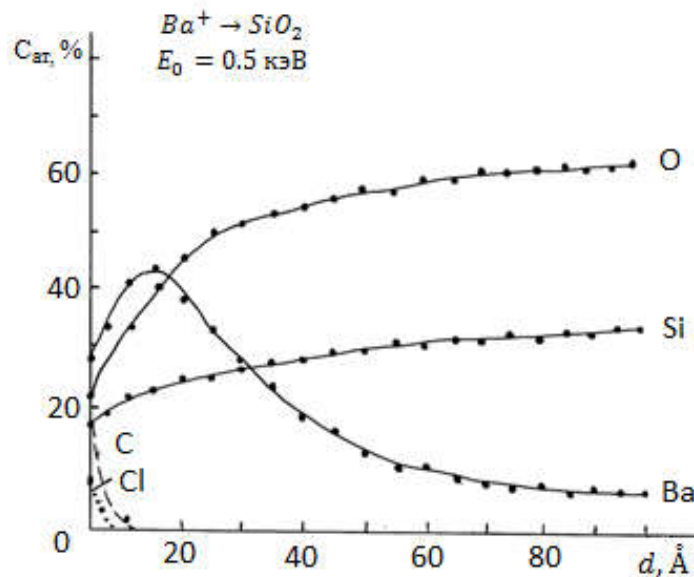


Рис.3. Профили распределения атомов в ионно-имплантированном слое пленки  $SiO_2$ .

После травления в течение 2-2,5мин (в слое толщиной примерно  $\sim 10\text{Å}$ ) атомы C и Cl практически не обнаружались. При этом на указанной глубине барий имел наибольшую концентрацию. Далее с ростом глубины травления концентрация атомов  $Ba$  экспоненциально уменьшалась. Некоторое обеднение поверхности атомами  $O_2$  и  $Si$ , вероятно, связано с их распылением при имплантации ионов  $Ba^+$ .

Известно, что значительно большие, по сравнению с металлами и полупроводниками, величины коэффициента ВЭЭ для диэлектриков, главным образом связаны с большой глубиной выхода  $\lambda$  истинно-вторичных электронов (ИВЭ) [5]. Последнее обстоятельство обусловлено достаточно большой шириной запрещённой зоны ( $\Delta E_g$ ) и малой концентрацией свободных носителей тока в диэлектриках. Благодаря этому возбуждённые электроны с энергией меньшей чем  $\Delta E_g$  теряют энергию лишь на возбуждение фононов. Поэтому в диэлектриках вторичные электроны могут пройти гораздо больший путь, чем в металлах и полупроводниках, пока их энергия не уменьшится до величины порядка сродства к электрону. Для определения максимальной глубины выхода ИВЭ из окиси кремния, изучались зависимости  $\sigma(E_p)$  в широкой области  $E_p$  при нанесении плёнок  $SiO_2$  разной толщины на кремниевую подложку (рис 4).

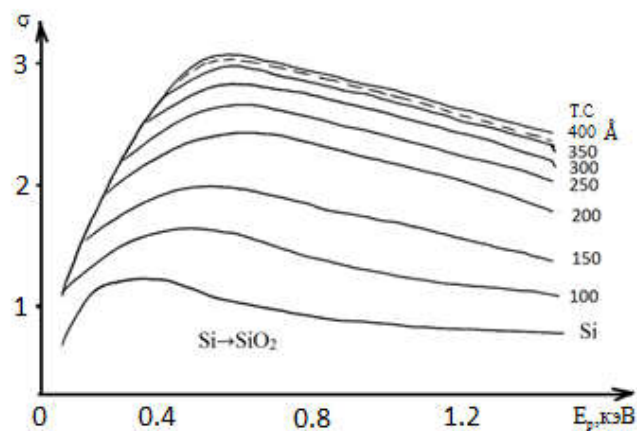


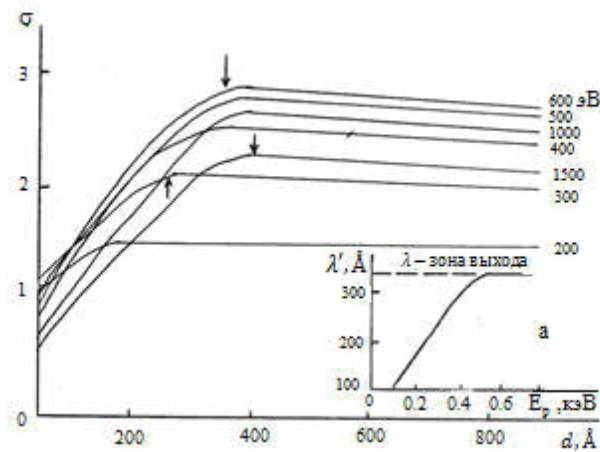
Рис.4. Зависимости  $\sigma(E_p)$  для системы  $Si - SiO_2$  с различной толщиной пленки.

Толщина пленки определялась по времени экспозиции кремния в атмосфере кислорода с точностью 10%. Видно, что с увеличением толщины пленки  $d$  значение коэффициента  $\sigma$  растет, а положение  $\sigma_m$  смещается в сторону больших  $E_p$ .

Такое поведение можно объяснить, если вспомнить, что  $\sigma$  достигает наибольшего значения, когда максимальная глубина на которой возбуждаются вторичные электроны, становится равной зоне их выхода. Исходя из того факта, что начиная с  $d=350 \text{ \AA}$ , дальнейшего изменения как положения  $\sigma_m$ , так и формы кривых  $\sigma(E_p)$  практически не происходит, можно утверждать, что для  $SiO_2$  глубина выхода ИВЭ составляет примерно  $\sim 350 \text{ \AA}$ . Более наглядно эти данные представлены на рис.5, где приведены зависимости  $\sigma(d)$  для различных энергий первичных электронов  $E_p$ .

Видно, что при энергии  $E_p = 600 \text{ эВ}$  кривая  $\sigma(d)$  выходит на плато при толщине плёнки  $d=350 \text{ \AA}$ . Для более низких энергий выход на плато кривой  $\sigma(d)$  начинается при малых толщинах, что объясняется меньшей глубиной проникновения первичных электронов при данных энергиях. Таким образом, из этих графиков можно получить столь важные сведения, такие как, глубина проникновения первичных электронов различных энергий в диэлектрики, а также зависимость глубины зоны выхода ИВЭ от энергии первичных электронов.

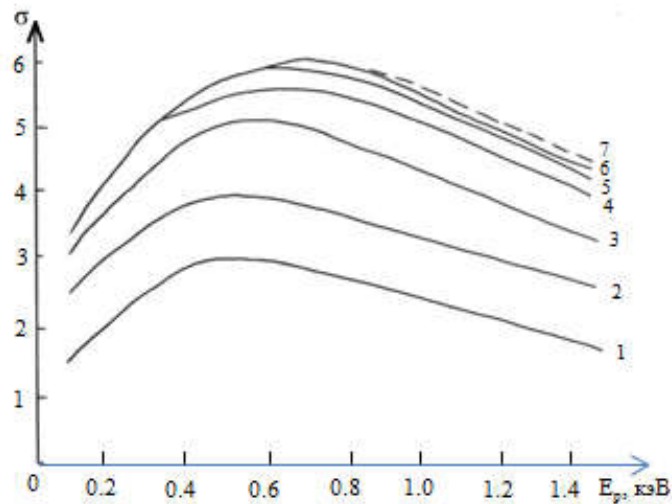




**Рис.5 и 5а.** Зависимости  $\sigma$  от толщины  $d$  пленок  $\text{SiO}_2$ , осажденных на поверхности  $\text{Si}$  для разных энергий первичных электронов.  $\lambda(E_p)$  – зависимость глубины выхода ИВЭ от энергии электронов для  $\text{SiO}_2$ .

Указанная зависимость приведена на рис 5а. Видно, что значение глубины выхода ИВЭ  $\lambda$  с ростом  $E_p$  сначала линейно растет, а при  $E_p = 600$  эВ зависимость  $\sigma(E_p)$  выходит на плато. Значение  $\lambda'$  на рисунке соответствует максимальной величине глубины зоны выхода ИВЭ для чистых образцов  $\text{SiO}_2$ .

Оценим теперь глубину зоны выхода истинно – вторичных электронов в  $\text{SiO}_2$  после имплантации больших флюенсов ионов бария.



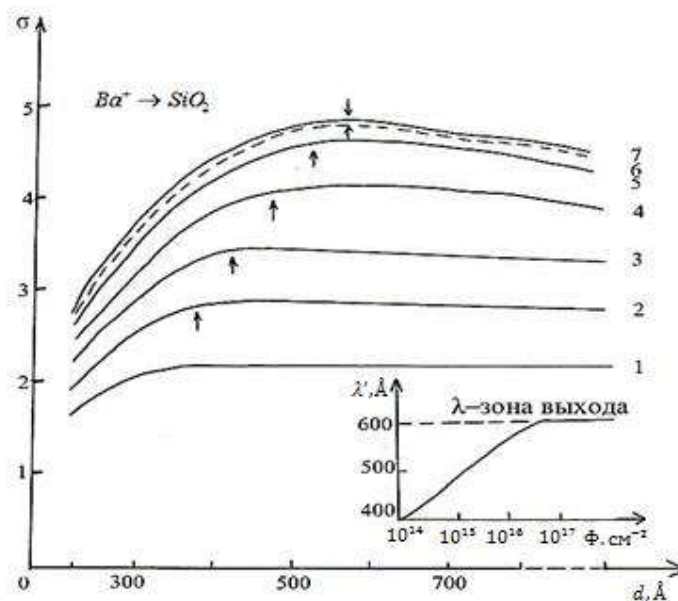
**Рис. 6.** Зависимости  $\sigma(E_p)$  для кремния с пленкой на поверхности различной толщины кислорода- $d$ , Å: 2 – 200; 3 – 300; 4 – 400; 5 – 500; 6 – 600; 7 – толстый слой  $\text{SiO}_2$ , легированного ионами  $\text{Ba}^+$  с  $E_0 = 1,0$  кэВ при  $\Phi = 2 \cdot 10^{16}$  см $^{-2}$ , 1-нелегированная  $\text{SiO}_2$ .

На рис. 6 приведены зависимости  $\sigma(E_p)$  для пленок  $\text{SiO}_2$ , легированных ионами  $\text{Ba}^+$  с  $E_0 = 1$  кэВ кривые 2-6 относятся к пленкам  $\text{SiO}_2$  с толщиной соответственно 200, 300, 400, 500 и 600 Å, легированных ионами  $\text{Ba}^+$ . Кривая 7 характеризует толстый слой  $\text{SiO}_2$ . Видно, что



ростом толщины плёнки  $\sigma$  растет сначала во всем диапазоне  $E_p$ , а затем в области больших  $E_p$  ( $E_p > 700$  эВ). Начиная с толщины  $d=500$  Å, рост  $\sigma$  замедляется, при  $d \geq 600$  Å этот рост прекращается. Это позволяет величину  $d=600$  Å принять равной глубине зоны выхода ИВЭ из толстого слоя  $SiO_2$  легированного барием. Это подтверждается следующими результатами. На рис. 7 приведены зависимости  $\sigma(d)$  для  $SiO_2$  легированной ионами  $Ba^+$  с энергией  $E_0=1$  кэВ, с флюенсами  $\Phi$ ,  $cm^{-2}$ : 2 -  $2 \cdot 10^{14}$ , 3 -  $1 \cdot 10^{15}$ ; 4 -  $5 \cdot 10^{15}$ ; 5 -  $2 \cdot 10^{16}$ , 6 -  $6 \cdot 10^{16}$ ; 7 -  $9 \cdot 10^{16}$ .

1 - нелегированный  $SiO_2$ . На нижнем рисунке приведена зависимость  $\lambda'(\Phi)$  для пленки  $SiO_2$ , легированной ионами  $Ba^+$ . Таким образом, результаты показывают, что тонкая структура энергетических зависимостей коэффициентов вторичной электронной эмиссии  $\sigma$  и  $R$  для диэлектрических пленок  $SiO_2$  определяется их предисторией.



**Рис.7. Зависимости  $\sigma(d)$  для кремния  $SiO_2$ , легированной ионами  $Ba^+$  с энергией ( $E_0=1$  кэВ) с флюенсами  $\Phi$ ,  $cm^{-2}$ : 2 -  $2 \cdot 10^{14}$ , 3 -  $1 \cdot 10^{15}$ ; 4 -  $5 \cdot 10^{15}$ ; 5 -  $2 \cdot 10^{16}$ , 6 -  $6 \cdot 10^{16}$ ; 7 -  $9 \cdot 10^{16}$ . 1 - нелегированная  $SiO_2$ . (На нижнем рисунке приведена зависимость  $\lambda'(\Phi)$  для плёнки легированной ионами  $Ba^+$ ).**

Имплантация ионов  $Ba^+$  и щелочных элементов в пленки  $SiO_2$  приводит к разрыву связи  $Si - O$  и образованию химического соединения указанных атомов с атомами легирующей примеси. В результате имплантации в  $SiO_2$  ионов  $Ba^+$  и щелочных элементов с большим флюенсом происходит кристаллизация отдельных участков имплантированной области пленок. Кристаллизация аморфной пленки является одной из причин увеличения глубины зоны выхода ИВЭ. Определена глубина зоны выхода ИВЭ пленок  $SiO_2$  до и после имплантации ионов  $Ba^+$  и щелочных элементов (до имплантации  $\lambda = 350 \pm 50$  Å, после имплантации  $\lambda = 600 \pm 50$  Å).

## References

1. A.L. Stepanov, A.A. Trifonov, Y.N. Osin, V.F. Nuzhdin Optoelektr. Adv. Mat-Rapid Comn. 2003. vol. 7, no.9-10, pp. 692-697.
2. Umirzakov B.E., Normuradov M.T., Tashmuhamedova D.A., Tashatov A.K. *Nanoepitaksialnie plenki i getterostrukturi na osnove kremniya* [Silicon-based nanoepitaxial films and heterostructures]. Tashkent, MERIEUS, 2012, 184 p. (in Russian).
3. Lifshits V.G. *Elektronnaya spektroskopiya i atomnie processi na poverhnosti kremniya* [Electronic spectroscopy and atomic processes on the silicon surface]. Moscow, Nauka publ. 1985, 200 p. (in Russian).
4. Bronshteyn I.M., Frayman B.S. *Vtorichnaya elektronnaya emissiya* [Secondary electron emission]. Moscow, Nauka publ. 1969, 305 p. (in Russian).
5. *XXVII Rossiyskaya konferenciya Covremennie metodi elektronnoy i zondovoy mikroskopii v issledovaniyah organicheskikh, neorganicheskikh nanostructure i nanomaterialov* [XXVII Russian Conference on Modern methods of electron and probe microscopy in the study of organic, inorganic nanostructure and nanomaterials.] Chernogolovka, 2018. vol. 2, p. 76. <https://www.crys.ras.ru/rcem/>. (in Russian).
6. Orlikov L.N. *Tekhnologiya materialov i izdelii elektronnoi tekhniki* [Technology of materials and electronic products] Tutorial. Tomsk, 2012. ch.1. 98p. (in Russian).
7. Roshin V.M. *Tekhnologiya materialov micro-, opto- i nanoelektroniki* [Materials technology for micro-, opto- and nanoelectronics.]. Tutorial. Moscow, BINOM. 2012, ch.2. 184p. <http://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=222700>
8. Raskin A.A. *Tekhnologiya materialov micro-, opto- i nanoelektroniki* [Materials technology for micro-, opto- and nanoelectronics.]. Tutorial. Moscow, BINOM. 2012, ch.1. 166p. <http://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=222700> (in Russian)..-