

C.Z.U.538.9

## **INFLUENȚA TRATAMENTULUI TERMIC ASUPRA MORFOLOGIEI SUPRAFEȚEI STRATURILOR SUBȚIRI POLICRISTALINE**

**Mihail Popa** (Universitatea de Stat „Alec Russo”, Republica Moldova),  
**Gheorghe Ioan Rusu** (Universitatea „Al. I. Cuza”, România)

Straturile subțiri de *ZnSe* (cu grosimea  $d = 0.42 - 1.23 \mu m$ ) au fost preparate pe suporturi de sticlă prin evaporare termică în vid, în volum cvasi-închis.

Morfologia suprafeței straturilor subțiri policristaline a fost studiată prin microscopie electronică de baleaj. Imaginile obținute arată că straturile sunt compacte și uniforme, cu granulație fină. Rugozitatea straturilor are valori cuprinse între 20 și 60 nm. S-a constatat, de asemenea, că pentru eșantioanele tratate termic grăunții cristalini devin mai mici.

Micșorarea dimensiunilor cristalitelor, ca rezultat al tratamentului termic, a fost stabilită și prin calculul acestor dimensiuni din difractogramele trasate pentru straturile subțiri tratate termic.

### **Introducere**

Metodele de studiu ale straturilor subțiri se divizează în metode pentru studiul straturilor superficiale ale probelor și metode pentru studiul structurii întregului strat (în volum) pe întreaga sa adâncime. Pentru studiul structurii straturilor subțiri se folosesc cu mult succes radiațiile X și electronice, precum și alte metode de analiză. Cu ajutorul radiațiilor X poate fi studiată atât starea suprafeței, cât și stratul în toată profunzimea sa (analiza în volum). În acest scop se folosește fie difracția radiațiilor X pe planele cristaline, fie reflexia fluxului de radiații X pe suprafața probelor (metoda topografică).

Pentru investigarea morfologiei suprafeței straturilor subțiri se folosește pe larg Microscopia cu Forță Atomică (Atomic Force Microscopy – AFM), Microscopia Electronică de Baleaj (Scanning Electron Microscopy – SEM) și Microscopia Electronică prin Transmisie (Transmission Electron Microscopy – TEM).

Scopul acestei lucrări este de a prezenta influența tratamentului termic asupra morfologiei suprafeței straturilor subțiri de *ZnSe*. Rezultatele obținute au fost analizate raportate fiind la rezultatele obținute în studiul structurii straturilor subțiri.

### **Conținutul lucrării**

Investigarea suprafeței straturilor subțiri a fost realizată prin microscopie electronică de baleaj (SEM) folosindu-se un microscop electronic cu baleaj tip TESLA BS-300, cu rezoluție de 10 nm.

Caracteristicile structurii cristaline și orientarea cristalitelor în straturile subțiri de *ZnSe* au fost studiate prin difracție de radiații X cu ajutorul unui difractometru tip DRON-2, care folosește radiația  $CoK\alpha$  cu lungimea de undă  $\lambda =$

1,790 Å. Parametrii tubului Roentgen: tensiunea de accelerare  $U = 20 - 32$  kV; curentul din tub  $i = 10 - 22$  mA; lățimea ferestrei:  $F_1 = 2$  mm,  $F_2 = 0.5$  mm; viteza unghiulară,  $\omega = 10 - 20$  °/min; viteza liniară de derulare a hârtiei inscriptorului,  $v = 720 - 780$  mm/s.

### Rezultate experimentale. Analiza rezultatelor experimentale

În scopul obținerii informației referitoare la structura straturilor, am apelat la microscopia electronică de baleaj (SEM). Imaginile SEM au fost obținute prin mărituri succesive ale unor porțiuni din ce în ce mai mici de pe suprafața probei respective pentru a putea distinge structura policristalină a stratului.

Imaginea SEM a suprafeței unui strat subțire de  $ZnSe$  este prezentată în figura 1a. Se observă că eșantionul prezintă cristalite de dimensiuni mici, iar forma și dimensiunile acestora sunt asemănătoare. Rugozitatea straturilor are valori cuprinse între 20 și 60 nm. Imaginea suprafeței stratului constituie un indiciu al unei creșteri de tip "columnar" a straturilor (cristalitele au forma unor coloane crescute perpendicular pe suport).

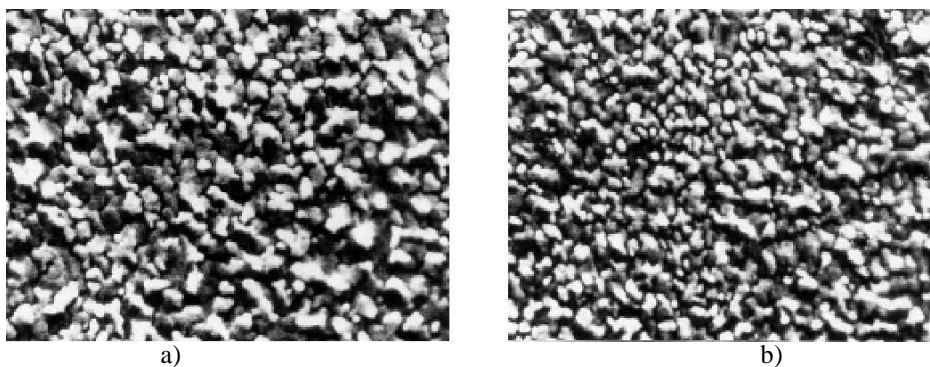


Fig. 1. Efectul tratamentului termic asupra imaginilor SEM ( $\times 12000$ ) ale suprafeței unui strat subțire de  $ZnSe$  ( $d = 0.91$   $\mu m$ ,  $T_{sup} = 300$  K,  $r_d = 1.72$  nm/s): a) probă netratată termic, b) probă tratată termic

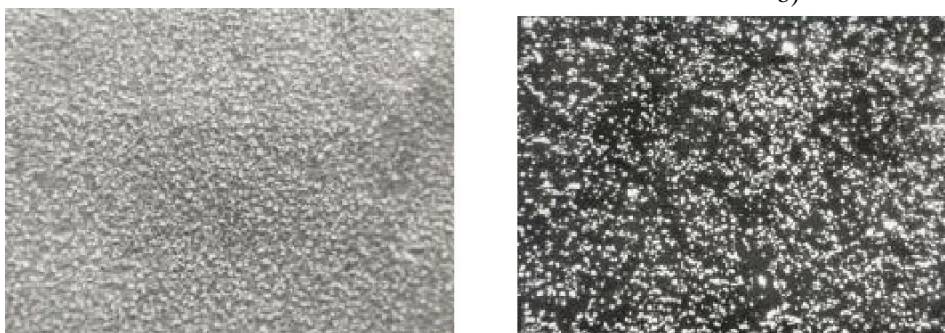


Fig. 2. Efectul tratamentului termic asupra imaginilor SEM ( $\times 3000$ ) ale suprafeței unui strat subțire de  $ZnSe$  ( $d = 0.91 \mu m$ ,  $T_{sup} = 300 K$ ,  $r_d = 1.72 nm/s$ ): a) probă netratată termic, b) probă tratată termic **Influența tratamentului termic asupra morfologiei suprafeței straturilor subțiri ...**

Aici sunt reprezentate, de asemenea, imaginile SEM pentru straturile subțiri de  $ZnSe$  obținute înaintea (fig. 1a și 2a) [1, 2] și după tratamentul termic (fig. 1b și 2b) [1, 2]. Se observă că tratamentul termic determină o micșorare a dimensiunilor cristalitelor. În același timp, ar putea avea loc și o creștere a înălțimii cristalitelor, adică o alungire a acestora, fapt pus în evidență și prin apariția unor mici domenii negre pe imaginile din figura 2b, **care vorbește** despre apariția unor zone adânci în structura straturilor subțiri de  $ZnSe$ .

Anume aceste modificări de structură influențează proprietățile electrice și optice ale straturilor subțiri de  $ZnSe$ .

Micșorarea dimensiunilor cristalitelor, ca rezultat al tratamentului termic, a fost stabilită și prin determinarea acestor dimensiuni din difractogramele trasate pentru straturile subțiri de  $ZnSe$  tratate termic (fig. 3 și 4).

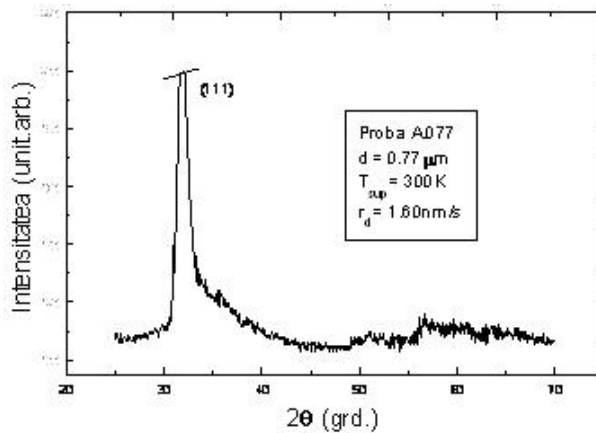


Fig. 3. Difractograma de radiații X ( $CoK\alpha$ ,  $\lambda = 1,790 \text{ \AA}$ ) pentru proba A.077.

Datorită faptului că difractogramele straturilor subțiri de  $ZnSe$ , studiate de noi, prezintă un singur maxim intens corespunzător planelor (111), dimensiunea cristalitelor a fost determinată folosindu-se **doar** datele pentru acest maxim.

În condițiile în care profilul liniei de difracție este considerat de tip gaussian, dimensiunea cristaliților în direcția normală la suprafața stratului se poate determina cu ajutorul relației [3, 4, 5]

$$\beta^2 = \left( \frac{0.9\lambda}{L \cos \theta} \right)^2 + \left( \frac{\Delta d}{d} + \frac{1}{4} \operatorname{tg}^2 \theta \right)^2, \quad (1)$$

unde:  $\beta$  reprezintă semilărgimea corectată a maximului de difracție (111),  $\text{Å}$ ;  $\lambda$  este lungimea de undă a radiației X utilizate,  $\text{Å}$ ;  $\theta$  – unghiul de difracție, grade;  $d$  – distanța interplanară calculat după relația Bragg (4.6),  $\mu m$ ;  $\Delta d/d$  – microtensiunea, iar  $L$  – dimensiunea medie a cristaliților pe direcția perpendiculară la planul de difracție,  $\text{Å}$ .

Microtensiunile din strat au fost estimate în conformitate cu relația:

$$\frac{\Delta d}{d} = \frac{d - d_0}{d}, \quad (2)$$

în care  $d_0 = 3.272 \text{ \AA}$  este distanța interplanară în direcția [111].

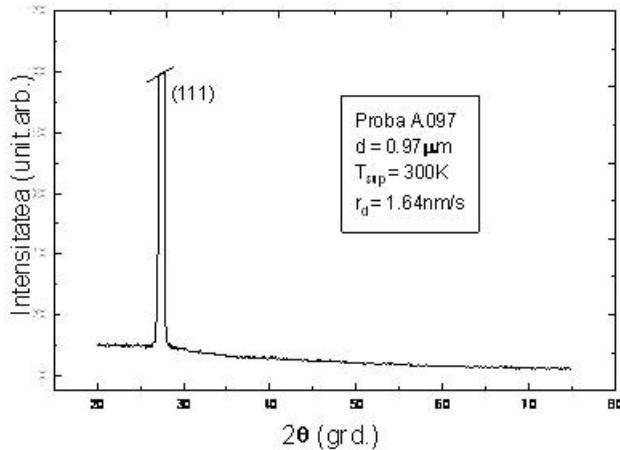


Fig. 4. Difractograma de radiații X ( $CuK\alpha$ ,  $\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$ ) pentru proba A.097.

Valorile medii ale dimensiunilor cristaliților în direcția [111],  $L$ , evaluate în conformitate cu relația (1), pentru probe obținute în diverse condiții experimentale sunt prezentate în tabel.

Se constată că tratamentul termic duce la o ușoară scădere a dimensiunilor cristaliților, determinate prin acest procedeu.

#### Dimensiunile cristaliților straturilor subțiri de ZnSe

Proba	$d, \mu m$	$T_{sup}, K$	Radiația	$r_d, nm$	$L, \text{ \AA}$	
					probă netratată termic	probă tratată termic
A.050	0.50	300	$CoK\alpha$	1.790	320	300
A.077	0.77	300	$CoK\alpha$	1.790	336	310
A.065	0.65	300	$CuK\alpha$	1.542	330	303
A.099	0.99	300	$CuK\alpha$	1.542	338	316

#### Concluzii

Analiza eșantioanelor obținute au demonstrat că straturile subțiri de  $ZnSe$  sunt policristaline, cu cristalite de dimensiuni mici și au o structură cubică de tip blendă de zinc. Straturile sunt compacte și prezintă o rugozitate mică.

În rezultatul tratamentului termic, dimensiunea medie a cristaliților se micșorează de la  $338 \text{ \AA}$  până la circa  $300 \text{ \AA}$ .

## Bibliografie

1. Rusu, G.I., Popa, M.E., Salaoru, Iu., Rusu, G. G., The influence of the heat treatment on the electrical and optical properties of polycrystalline ZnSe films // Analele Științifice ale Universității “Al.I.Cuza” din Iași, seria “Fizica Plasmei și Spectroscopie”, 2001, T. XLVII, p. 149-156. *Obținerea staturilor subțiri de ZnSe prin metoda evaporării termice în vid*
2. Popa, M.E., Salaoru, Iu., Rusu, G. I., *Studies on the optical properties of polycrystalline ZnSe thin films* // Conferința Națională de Fizică, Iași, 18-20 octombrie, 2001, p. 121.
3. Popa, M.E., *Contribuții la studiul proprietăților electrice și optice ale unor compuși semiconductori binari în straturi subțiri: Rezumatul tezei de doctorat*, Universitatea “Al. I. Cuza”, Iași, 2003, 56 p.
4. Klug, H.P., Alexander, L. E., *X-ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Materials*, 2nd ed.-New York, Wiley, 1974, 420 p.
5. Cullity, B.D., *Elements of X – ray Diffraction*, London, Addison Wesley, 1990, 450 p.

### **THE INFLUENCE OF HEAT TREATMENT UPON THE SURFACE MORPHOLOGY OF POLYCRYSTALLINE THIN FILMS**

Mihail Popa (State University „Alec Russo”, Republic of Moldova)

Gheorghe Ioan Rusu (University „Al. I. Cuza”, România)

Zinc selenide (ZnSe) thin films (with thickness  $d = 0.42 - 1.23 \mu m$ ) were deposited onto glass substrates by quasi – closed volume technique under vacuum.

The surface morphology of polycrystalline thin films has been investigated by scanning electron microscopy. The obtained images show that thin films are compact and uniform, with gentle granulation. The films roughness has dimensions between 20 and 60 nm. It has also been proven that for the heat treated probes the crystal granules become smaller.

The decrease of the crystallite sizes, after heat treatment, was established by calculating these dimensions from the diffractograms obtained for the heat treated thin films.

Prezentat la redacție la 18 noiembrie 2005