

EUR 5234 d

KOMMISSION DER EUROPÄISCHEN GEMEINSCHAFTEN

NIEDERENERGETISCHE IONENSTRAHL-KATHODENZERSTÄUBUNG  
ALS ALLGEMEIN ANWENDBARES ABTRAGEVERFAHREN  
ZUR MESSUNG VON FESTKÖRPERDIFFUSION

von

K. MAIER und W. SCHÜLE

1974



**Gemeinsame Kernforschungsstelle  
Forschungsanstalt Ispra - Italien**

## HINWEIS

Das vorliegende Dokument ist im Rahmen des Forschungsprogramms der Kommission der Europäischen Gemeinschaften ausgearbeitet worden.

Es wird darauf hingewiesen, daß die Kommission der Europäischen Gemeinschaften, ihre Vertragspartner und die in deren Namen handelnden Personen :

keine Gewähr dafür übernehmen, daß die in diesem Dokument enthaltenen Informationen richtig und vollständig sind oder daß die Verwendung der in diesem Dokument enthaltenen Informationen oder der in diesem Dokument beschriebenen technischen Anordnungen, Methoden und Verfahren nicht gegen gewerbliche Schutzrechte verstößt;

keine Haftung für die Schäden übernehmen, die infolge der Verwendung der in diesem Dokument enthaltenen Informationen oder der in diesem Dokument beschriebenen technischen Anordnungen, Methoden oder Verfahren entstehen könnten.

Dieser Bericht wird in den auf der vierten Umschlagseite genannten Vertriebsstellen

zum Preise von BF 40,-

verkauft.

**Kommission der  
Europäischen Gemeinschaften  
GD XIII - ZID  
29, rue Aldringen  
L u x e m b o u r g**

**Dezember 1974**

Das vorliegende Dokument wurde an Hand des besten Abdruckes vervielfältigt, der zur Verfügung stand.

**EUR 5234 d**

**NIEDERENERGETISCHE IONENSTRAHL-KATHODENZERSTRÄUBUNG ALS ALLGEMEIN ANWENDBARES ABTRAGEVERFAHREN ZUR MESSUNG VON FESTKÖRPERDIFFUSION** von K. MAIER und W. SCHÜLE

Commission of the European Communities  
Gemeinsame Kernforschungsstelle  
Forschungsanstalt Ispra - Italien  
Luxemburg, Dezember 1974 - 20 Seiten - 5 Abbildungen - B.Fr. 40,—

Der Aufbau einer Anlage für Kathodenzerstäubung zur Bestimmung von extrem kleinen Diffusionskoeffizienten in metallischen Werkstoffen und Halbleitern wird beschrieben. Versuche an Kupfer haben gezeigt, dass atomar dünne Schichten über eine Fläche von mindestens 1 cm<sup>2</sup> gleichmässig abgetragen werden können (bis zu ca. 10.000 Å). Mit Hilfe dieser Anlage konnten noch Diffusionskoeffizienten von Kupfer in der Größenordnung von 10<sup>-18</sup> cm<sup>2</sup>/sec bestimmt werden. Die Werte, die für den Diffusionskoeffizienten bei ca. 700°C gemessen wurden, stimmen mit den Werten, die mit Hilfe einer mechanischen Methode ermittelt wurden, genau überein.

**EUR 5234 d**

**LOW ENERGY ION-BEAM SPUTTERING AS A GENERALLY APPLICABLE SECTIONING TECHNIQUE IN MEASURING SOLID STATE DIFFUSION** by K. MAIER and W. SCHÜLE

Commission of the European Communities  
Joint Nuclear Research Centre - Ispra Establishment (Italy)  
Luxembourg, December 1974 - 20 Pages - 5 Figures - B.Fr. 40,—

Sputtering equipment for the determination of extremely small diffusion coefficients in metallic materials and semiconductors is described. It is found possible to sputter atom layers from a few Ångströms up to a few thousand Ångströms over an area of about one square centimetre. Diffusion coefficients as small as 10<sup>-18</sup> cm<sup>2</sup>/sec are determined for copper with a precision of a few percent. The values obtained for this material in the higher temperature region (700°C) fit precisely to the values obtained by mechanical methods in the same temperature region.

**EUR 5234 d**

**LOW ENERGY ION-BEAM SPUTTERING AS A GENERALLY APPLICABLE SECTIONING TECHNIQUE IN MEASURING SOLID STATE DIFFUSION** by K. MAIER and W. SCHÜLE

Commission of the European Communities  
Joint Nuclear Research Centre - Ispra Establishment (Italy)  
Luxembourg, December 1974 - 20 Pages - 5 Figures - B.Fr. 40,—

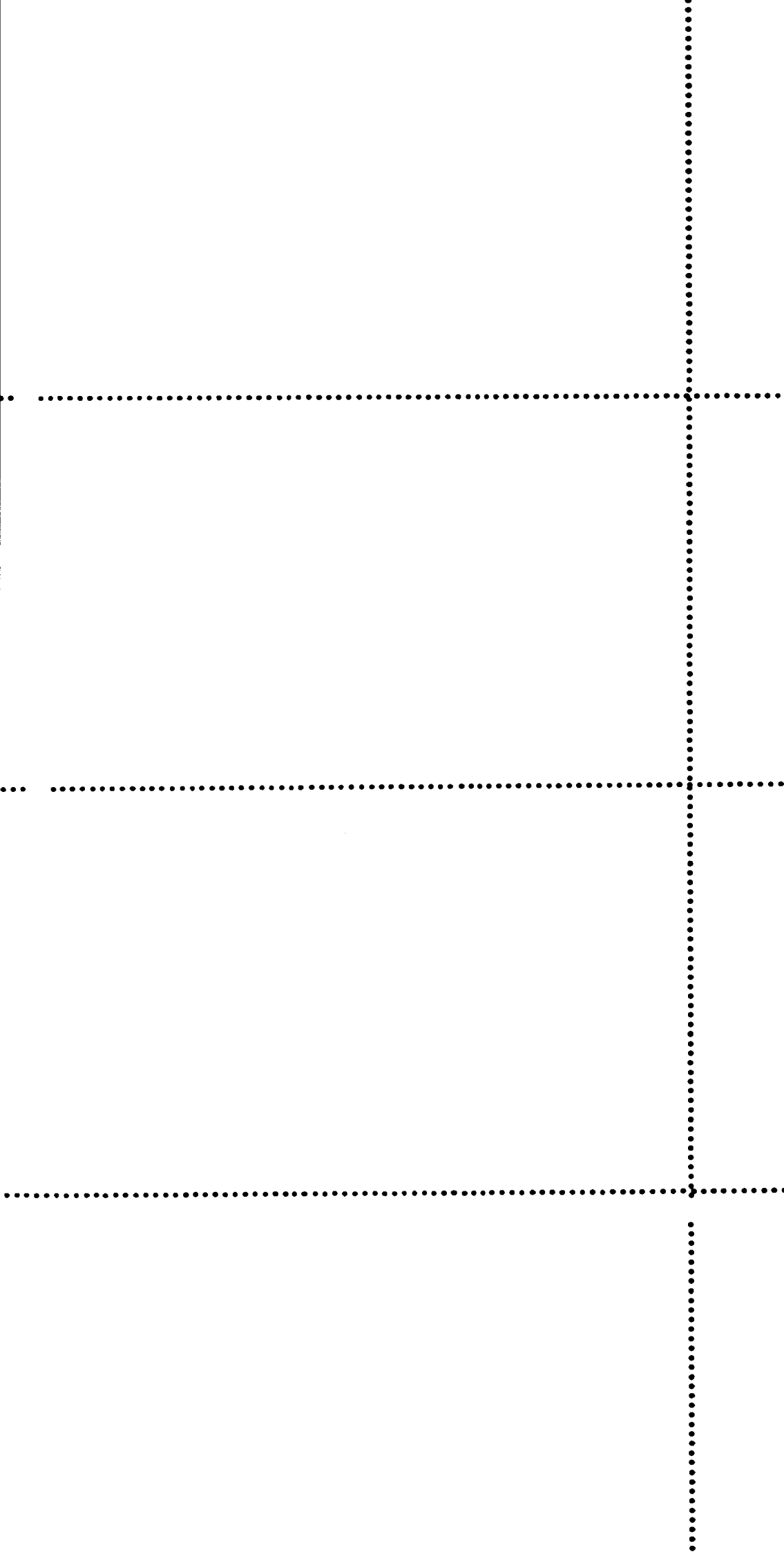
Sputtering equipment for the determination of extremely small diffusion coefficients in metallic materials and semiconductors is described. It is found possible to sputter atom layers from a few Ångströms up to a few thousand Ångströms over an area of about one square centimetre. Diffusion coefficients as small as 10<sup>-18</sup> cm<sup>2</sup>/sec are determined for copper with a precision of a few percent. The values obtained for this material in the higher temperature region (700°C) fit precisely to the values obtained by mechanical methods in the same temperature region.

**EUR 5234 d**

**LOW ENERGY ION-BEAM SPUTTERING AS A GENERALLY APPLICABLE SECTIONING TECHNIQUE IN MEASURING SOLID STATE DIFFUSION** by K. MAIER and W. SCHÜLE

Commission of the European Communities  
Joint Nuclear Research Centre - Ispra Establishment (Italy)  
Luxembourg, December 1974 - 20 Pages - 5 Figures - B.Fr. 40,—

Sputtering equipment for the determination of extremely small diffusion coefficients in metallic materials and semiconductors is described. It is found possible to sputter atom layers from a few Ångströms up to a few thousand Ångströms over an area of about one square centimetre. Diffusion coefficients as small as 10<sup>-18</sup> cm<sup>2</sup>/sec are determined for copper with a precision of a few percent. The values obtained for this material in the higher temperature region (700°C) fit precisely to the values obtained by mechanical methods in the same temperature region.



**EUR 5234 d**

KOMMISSION DER EUROPÄISCHEN GEMEINSCHAFTEN

**NIEDERENERGETISCHE IONENSTRAHL-KATHODENZERSTÄUBUNG  
ALS ALLGEMEIN ANWENDBARES ABTRAGEVERFAHREN  
ZUR MESSUNG VON FESTKÖRPERDIFFUSION**

von

K. MAIER und W. SCHÜLE

1974



**Gemeinsame Kernforschungsstelle  
Forschungsanstalt Ispra - Italien**

## **ZUSAMMENFASSUNG**

Der Aufbau einer Anlage für Kathodenzerstäubung zur Bestimmung von extrem kleinen Diffusionskoeffizienten in metallischen Werkstoffen und Halbleitern wird beschrieben. Versuche an Kupfer haben gezeigt, dass atomar dünne Schichten über eine Fläche von mindestens 1 cm<sup>2</sup> gleichmässig abgetragen werden können (bis zu ca. 10.000 Å). Mit Hilfe dieser Anlage konnten noch Diffusionskoeffizienten von Kupfer in der Grössenordnung von 10<sup>-18</sup> cm<sup>2</sup>/sec bestimmt werden. Die Werte, die für den Diffusionskoeffizienten bei ca. 700°C gemessen wurden, stimmen mit den Werten, die mit Hilfe einer mechanischen Methode ermittelt wurden, genau überein.

NIEDERENERGETISCHE IONENSTRAHL-KATHODENZERSTÄUBUNG ALS  
ALLGEMEIN ANWENDBARES ABTRAGEVERFAHREN ZUR MESSUNG VON  
FESTKÖRPERDIFFUSION

K. Maier<sup>\*</sup>) und W. Schüle

Physics Division

GFZ EURATOM, Ispra (Va.), Italien

EINLEITUNG

Bei der Messung der Diffusion mit radioaktiven Isotopen (Tracer-technik) ist es notwendig, dünne Schichten von Festkörperoberflächen kontinuierlich abzutragen. Auf die Oberfläche der Versuchsprobe wird eine dünne Schicht radioaktiver Atome aufgebracht. Nach erfolgter Diffusion wird Schicht um Schicht abgetragen und anschliessend die Konzentration der ursprünglich an der Oberfläche befindlichen radioaktiven Atome mit Hilfe eines Zählers gemessen. Aus dem gemessenen Konzentrationsprofil (Konzentration als Funktion des Abstandes von der Oberfläche) wird der Diffusionskoeffizient der markierten Atome direkt bestimmt<sup>(1)</sup>. Man findet bei Metallen am Schmelzpunkt Selbstdiffusionskoeffizienten von einigen  $10^{-8}$  cm<sup>2</sup>/sec. Mit den üblichen mechanischen Schichtabtrageverfahren können  $Dt \cong 10^{-6} - 10^{-7}$  cm<sup>2</sup> bestimmt werden ( $D$  = Diffusionskoeffizient,  $t$  = Diffusionszeit), d. h. nur mit Hilfe langer Diffusionszeiten ( $10^{6-7}$  sec) kann der Diffusionskoeffizient wesentlich unterhalb des Schmelzpunktes gemessen werden.

Oft ist aber die Diffusionszeit durch die kurze Halbwertszeit des radioaktiven Isotopes begrenzt, so zum Beispiel in Kupfer. Um in solchen Fällen Diffusionskoeffizienten über einen grösseren Temperaturbereich zu messen, ist ein emp-

---

<sup>\*</sup>) Jetzt Universität Stuttgart, Institut für theoretische und angewandte Physik.

findlicheres Schichtabtrageverfahren notwendig<sup>(2)</sup>. Gelingt es zum Beispiel, 10 Å dünne Schichten abzutragen, so können einerseits mit kurzen Diffusionszeiten ( $10^3$  sec) Diffusionskoeffizienten bis in den Bereich von  $10^{-18}$  cm<sup>2</sup> gemessen werden; andererseits lassen sich mit Hilfe länger Diffusionszeiten extrem kleine Diffusionskoeffizienten bestimmen.

Es eröffnen sich damit interessante Forschungsmöglichkeiten in bisher für Diffusionsmessungen nicht zugänglichen Phasen, wie zum Beispiel bei  $\gamma$ -Eisen, hexagonalem Zirkonium, Messing oder geordneten Kupfer-Gold-Legierungen. Auch in der anwendungsorientierten Forschung besteht erhebliches Interesse an der Messung kleiner Diffusionskoeffizienten. Diffusionsvorgänge in technischen Materialien verändern oft deren mechanische Eigenschaften; sie können mit dem in dieser Arbeit entwickelten Abtrageverfahren direkt bei der Einsatztemperatur gemessen werden.

Ausserdem können Implantationsprofile und durch Aufdampfen erzeugte dünne Schichtstrukturen durch sukzessives Abtragen in dünnen Schichten genau vermessen werden.

Wie Tabelle 1 zeigt, ist das mit keinem anderen Verfahren universell möglich. So können zum Beispiel mit Drehbank und Mikrotom Schichten bis zu einer Minimaldicke  $1 \mu$  von nicht zu harten und spröden Materialien abgetragen werden. Die Aktivitätsmessung oder eine andere Mikroanalyse der Späne ist im allgemeinen direkt möglich.

Mit mechanischem Schleifen können in Sonderfällen 100 Å dünne Schichten entfernt werden<sup>(3)</sup>. Das abgeschliffene Material ist als feiner Staub über eine grosse Fläche verteilt, was eine Analyse des Schichtmaterials erheblich erschwert.

Chemische und elektrochemische "Stripping"-Verfahren sind auf wenige



Elemente beschränkt. Dabei werden Atome an der Oberfläche in eine Verbindung (oftmals ein Oxid) umgesetzt und anschliessend nur die umgewandelte Schicht mit einem geeigneten Lösungsmittel abgelöst. Für reine Metalle, Au, Ag, Cu und Si, W, Nb, Ta, V existieren solche Abtrageverfahren<sup>(4, 5, 6)</sup>. Legierungen können mit dieser Methode jedoch nicht bearbeitet werden, da im allgemeinen die Komponenten in einer Legierung von einem Lösungsmittel unterschiedlich schnell gelöst werden.

Bei der Kathodenzerstäubung (in der englischen Literatur hat sich dafür die Bezeichnung Sputtering eingebürgert) handelt es sich um das Ablösen von Atomen und Molekülen von einer Oberfläche durch Stoss eines beschleunigten Atoms oder Moleküls. Dieser Effekt wurde von Grove 1852 an der Kathode einer Gasentladungsröhre entdeckt<sup>(7)</sup>. Heute wird die Kathodenzerstäubung hauptsächlich zur Herstellung dünner Filme und zum Dünnen von Elektronenmikroskoppräparaten angewandt<sup>(8, 9)</sup>. In (10) wurde erstmals vorgeschlagen, mit Hilfe der Kathodenzerstäubung kleine Diffusionskoeffizienten zu bestimmen. In (11) werden mit Sputtering Implantationsprofile ausgemessen, (12) und (13) zeigen, wie mit handelsüblichen Hochfrequenz-Zerstäubungsanlagen bis  $100 \text{ \AA}$  dünne Schichten von Festkörpern abgelöst werden können.

## Physikalische Grundlagen

### Mechanismus des Sputtering

Der Mechanismus kann bei nicht zu grossen Ionengeschwindigkeiten mit dem Verhalten von ideal elastischen Billardkugeln verglichen werden. Die Energie, die bei einem Stoss auf ein Targetatom übertragen wird, bleibt nicht am getroffenen Atom lokalisiert. Nur durch die Mitwirkung der daneben und darunter befindlichen Atome ist es möglich, dass ein Atom einen Impuls von der Oberfläche weg erhält. Die Oberfläche verlassen kann ein Atom nur, wenn die übertragene Energie grösser als die Bindungsenergie ist. Erst wenn etwa das Vierfache der Bindungsenergie von den Ionen auf ein Gitteratom übertragen wird, setzt Sputtering mit messbarer Geschwindigkeit ein. Qualitativ ist dieser

Prozess klar, quantitativ lassen sich jedoch die Zerstäubungsparameter noch nicht berechnen. Die Kenntnis einiger experimentell ermittelter Zusammenhänge ist daher notwendig, um optimale Zerstäubungsbedingungen zu erreichen.

#### Zerstäubungsgeschwindigkeit als Funktion der Ionenenergie

Bei senkrechtem Einfall dringen 1 KeV  $\text{Ar}^+$ -Ionen in ein Kupfertarget etwa  $10 \text{ \AA}$  tief ein<sup>(8)</sup>. Mit zunehmender Energie werden mehr und mehr Ionen im Target implantiert. Die Zerstäubungswahrscheinlichkeit (Zahl der abgestäubten Atome pro einfallendes Ion) wächst oberhalb von etwa 2 KeV nur noch unwesentlich mit steigender Energie an (Bild 1) und nimmt bei sehr hohen Ionenenergien (etwa  $E > 100 \text{ KeV}$ ) mit steigender Energie ab.

#### Veränderungen der Oberfläche durch Ionenbeschuss

Der kritische Punkt in der Anwendung der Kathodenzerstäubung als Abtragungsmethode ist die unvermeidbare Oberflächenrauheit. Sputteringtargets zeigen nach längerem Ionenbeschuss eine deutliche Ätzstruktur. Eine zu Beginn glänzende Oberfläche wird matt als Folge der entstehenden Mikrostruktur<sup>(14)</sup>. Dieser Effekt kann nur durch schrägen Ioneneinfall und ständiges Drehen des Targets reduziert werden. Bei einem Einfallswinkel von etwa  $60^\circ$  ist die Zerstäubungswahrscheinlichkeit am grössten<sup>(15)</sup>. Arbeitet man bei diesem Winkel, so bleibt die Struktur der Oberfläche erhalten. Die Zerstäubungswahrscheinlichkeit ist auf den Flanken einer Unebenheit kleiner als auf der  $60^\circ$ -Fläche. Bild 2 zeigt, dass dadurch eine glatte Fläche glatt bleibt und sogar Erhebungen verkleinert werden können. Durch Drehen des Targets können nur bei schrägem Ioneneinfall Richtungseffekte ausgemittelt werden. Eine Furchenbildung wie an fest installierten Targets wird dadurch ausgeschlossen. Die Bildung von Unebenheiten in atomaren Bereichen lassen sich bei der Kathodenzerstäubung prinzipiell nicht vermeiden. Ihre Grösse in atomaren Einheiten ist in erster Näherung  $\sqrt{N}$ . Dabei ist N die Zahl der abgetragenen Atomlagen. Ein gestörtes Wachstum dieser "statistischen Struktur" wird durch den oben

angeführten "Poliereffekt" verhindert.

#### Winkelverteilung der abgelösten Atome

Bei senkrechtem Ioneneinfall beschreibt ein einfaches Kosinusetz die Winkelverteilung der abgelösten Atome recht gut. Ist das Target ein Einkristall, so erhält man zusätzliche Vorzugsrichtungen parallel zu dicht gepackten Gittergeraden<sup>(16)</sup>. Bei schrägem Ioneneinfall ist dagegen die Vorwärtsrichtung bevorzugt<sup>(17)</sup>.

#### Günstige Zerstäubungsbedingungen zum Abtragen dünner Schichten

Werden mit Hilfe der Kathodenzerstäubung Diffusions- oder Implantationsprofile bestimmt, so soll der Einfluss der Schichtabtragung auf die gemessene Grösse möglichst klein sein. Durch energiereiche Ionen werden Punktfehler im Kristallgitter erzeugt, d. h. der gemessene Diffusionskoeffizient wird durch strahlungsinduzierte Diffusion verfälscht. Arbeitet man mit Ionenenergien unter 500 eV, so können die Ionen nur in die Oberflächenschicht eindringen. Die von dem Ion auf das Gitteratom übertragene Energie reicht nur aus, um Atome in unmittelbarer Nähe des getroffenen Atoms zu verlagern. Das Gitter bleibt in tieferen Schichten ungestört, d. h. strahlungsinduzierte Diffusion ist nur entlang der Oberfläche möglich. Ausserdem ist bei diesen kleinen Ionenenergien der Wirkungsgrad des Zerstäubungsprozesses günstig (Bild 2). Pro  $\text{cm}^2$  Probenoberfläche werden weniger als 0,1 cal/sec Wärme eingestrahlt. Die Oberflächentemperatur des Targets kann daher auch bei schlechter Wärmeleitung und hoher Abtragungsgeschwindigkeit niedrig gehalten werden.

Weiter darf durch die Schichtabtragung die Struktur der Oberfläche nicht verändert werden; eine zu Beginn glatte Fläche muss auch nach der Zerstäubung glatt sein. Werden zum Beispiel  $10 \times 10 \text{ \AA}$  zur Ermittlung eines Diffusionsprofiles von einer Oberfläche abgetragen, so kann die Messung nur aus-

gewertet werden, wenn die erste Schicht nur Atome aus den ersten  $10 \text{ \AA}$  enthält, die Atome der zweiten Schicht nur aus der Tiefe  $10 - 20 \text{ \AA}$  stammen usw. Wie wir vorher dargelegt haben, werden bei der Zerstäubung diese Bedingungen weitgehend durch schrägen Ioneneinfall und ständiges Drehen des Targets erreicht. Die Messung der Dicke der einzelnen Schichten ist nicht direkt möglich. Ist die Zerstäubungsgeschwindigkeit konstant, so kann die individuelle Schichtdicke aus der Gesamtdicke der abgetragenen Schichten bestimmt werden. Dazu genügt es nicht, die die Zerstäubungsgeschwindigkeit bestimmenden Parameter konstant zu halten. Es muss ausserdem die Oberfläche gasfrei bleiben. Die Zahl der Ionen, die die Fläche der Probe erreichen, muss vergleichbar oder grösser als die Zahl der auftreffenden Restgasatome sein. Zur Erfüllung dieser Bedingung muss gelten:  $10^{-8} p \lesssim i$  ( $p$  in Torr,  $i$  in  $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ ). Dies lässt sich entweder über differentiell gepumptes Pumpen in einer sehr aufwendigen UHV-Apparatur erreichen oder mit einer sehr starken Ionenquelle in normalem Hochvakuum.

Zu der Analyse der abgestäubten Atome ist es notwendig, dass alle oder zumindest ein konstanter Prozentsatz gesammelt werden. Bei der Zerstäubung ist das nur von der Geometrie und dem Gasdruck abhängig. In der Anordnung mit schrägem Ioneneinfall (Bild 3) gehen nur die Atome verloren, die in Richtung der Ionenquelle fliegen. Etwa 80% werden in dem günstigen Raumwinkel in Vorwärtsrichtung und senkrecht zum Target eingesammelt. Änderungen im Gasdruck beeinflussen die Einsammelrate kaum, da die mittlere freie Weglänge der Atome viel grösser ist als der Abstand Target-Auffänger.

Die Streuung eines Atoms an einem Restgasmolekül ist ein seltenes Ereignis, sodass durch kleine Änderungen des Druckes nur wenige Atome zusätzlich betroffen werden.

## Die Zerstäubungsapparatur

### Schematischer Aufbau der Messapparatur

Das Fenster der Ionenquelle und der Auffänger sind geerdet (Abb. 4), die Probe liegt auf negativem Potential<sup>(21)</sup>. Die Verbreiterung des Ionenstrahls erfolgt auf der Beschleunigungsstrecke ohne zusätzliche Elektroden<sup>(22)</sup>. Dadurch wird eine Kontamination des Targets mit abgesputterten Neutralteilchen aus einem Absaug- und Fokussiersystem vermieden.  $\text{Cu}^+$ -Ionen können das Target infolge des negativen Potentials nicht verlassen. Dadurch wird aber die Zerstäubungswahrscheinlichkeit kaum vermindert, da nur ganz wenige Atome (etwa 1%) beim Ablösen von der Oberfläche ionisiert werden<sup>(23)</sup>.

### Einzelne Bauteile

#### a) Ionenquelle

Die Ionenquelle ist ein für schwere Ionen modifiziertes Duoplasmatron<sup>(24)</sup> (Abb. 3). Die Grenze zwischen Hochvakuum und Kathodenraum liegt in der Zwischenelektrode<sup>(24)</sup>. Die Entladung zur Erzeugung der Ionen brennt zwischen Anode und Kathode. Der Strom auf die Zwischenelektrode wird durch den Widerstand  $R_1$  begrenzt. Durch diese Bauart wird der Gasdruck im Anodenbereich reduziert und dadurch das Absaugen der Ionen durch das elektrische Feld zwischen Probe und Anode erleichtert. Für schwere Ionen wie zum Beispiel  $\text{Ar}^+$  ist diese Bauart besser geeignet als die übliche Anordnung mit der Anode als Grenze.

Der am Target gemessene Strom  $I_p$  ist die Summe aus realem Ionenstrom  $I_i$  und dem Sekundärionenstrom  $I_s$ . Sind die Ionenenergie, die Targettemperatur, der Einfallswinkel und die Oberflächenstruktur des Targets konstant, so gilt  $I_p \propto I_i$ . Wird  $I_p$  konstant gehalten, so ist damit auch  $I_i$  konstant, was konstante Zerstäubungsgeschwindigkeit bedeutet. Der Targetstrom  $I_p$  ist im wesentlichen eine Funktion von Entladungsstrom  $I_e$ , Magnetfeld  $H$  zwischen Anode und Zwischenelektrode, Gasdruck  $P_q$  in der Ionenquelle und elektrischer Feldstärke zwischen Anode und Target. Durch die Kapselung der Magnetspule

mit ferromagnetischem Stahl können schon mit wenigen Ampèrewindungen starke Magnetfelder im Luftspalt zwischen der Anode und der Zwischen-  
elektrode erzeugt werden. Der Gasdruck in der Quelle wird mit einem elek-  
tromagnetischen Bypass-ventil auf dem für die Entladung optimalen Wert  
konstant gehalten, ein konstantes, für die Entladung günstiges Magnetfeld  
wird durch Konstanthalten des Spulenstromes erreicht. Das Beschleunigungs-  
potential am Target ist während einer Messung konstant, üblicherweise zwi-  
schen 300 und 500 V. Die Regelung des Ionenstromes erfolgt über die Rege-  
lung des Entladungsstromes. Der Zweikanal-Kompensationsschreiber zeich-  
net im einen Kanal den Targetstrom  $I_p$  mit Hilfe von  $U_p$  auf. Am zweiten  
Kanal wird eine feste Kompensationsspannung  $U_k$  eingestellt, der ausgebaute  
Servomotor stellt mit dem Widerstand  $R_r$  den Entladungsstrom  $I_e$  solange  
nach, bis  $U_p$  mit der eingestellten Kompensationsspannung, d.h. mit dem ge-  
wünschten Ionenstrom übereinstimmt. Mit diesem Verfahren kann die Zer-  
stäubungsgeschwindigkeit auf 1% konstant gehalten werden.

Eine Kathode aus 1 mm Wo-Draht hält in dem massiven Ionenbeschuss  
der Entladung nur etwa 1 Stunde. Oxidkathoden mit BaO-SrO+Ni<sub>porös</sub> als  
Emissionsschicht halten mindestens 20 Stunden mit 20 Starts, im Dauerbe-  
trieb wesentlich länger.

Die Anode ist ein einfaches Eisenjoch (5 x 20 mm) mit der Wasserkühlung  
sehr nahe am Ionenfenster. Bei mittleren Entladungsströmen (kleiner als 5 A)  
ist die Lebensdauer dieses Bauteils praktisch unbegrenzt.

#### b) Probenträger mit Auffänger

Der Probenträger und die Halterung für die Auffangfolie sind auf den seit-  
lichen 150 mm Flansch der T-förmigen Vakuumkammer montiert (Abb. 4).  
Der Arm mit der Kristallhalterung ist gegen den Flansch drehbar. Dadurch  
können der Einfallswinkel des Ionenstrahls und die Position zum Auffänger  
variiert werden.

Die Richtung des fest auf dem Flansch montierten Auffängers kann durch Drehen

des ganzen Flansches verändert werden.

Unter Spannung stehen nur die Teile oberhalb der  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Scheibe, die Stromzufuhr erfolgt über einen Schleifkontakt. Wird beim Einbau der Probe dieser Teil mit dem Finger berührt, so entstehen bei der Zerstäubung so viele Entladungen, dass der Targetstrom nicht mehr gemessen werden kann.

Als Auffänger wird eine handelsübliche Haushalt-Alufolie verwendet. Eine Feder hält die Folie zwischen den beiden Rollen ständig leicht gespannt, um die Einsammelgeometrie konstant zu halten. Von aussen kann in den Rand der Folie eine Markierung gestanzt werden. Anhand dieses Zeichens kann bei einer folgenden Analyse der abgestäubten Atome auf der Folie immer die selbe Geometrie eingehalten werden. Ein Filmvorrat für etwa 50 Bilder kann auf den Rollen untergebracht werden, d. h. zur Bestimmung eines Diffusionsprofils braucht die Kammer zwischendurch nicht geöffnet zu werden. Da zum Weiterdrehen der Folie nur etwa  $1/10$  sec erforderlich ist, braucht der Ionenstrom während der Messung nicht abgeschaltet zu werden. Die Oberfläche der Probe bleibt daher gasfrei, d. h. für alle Schichten gelten genau die gleichen Zerstäubungsbedingungen.

Ferner erlaubt ein von aussen zu bedienender Manipulator, zwischen Target und Auffänger eine Blende einzuschieben. Werden an Stelle des Auffängers weitere Targets eingebaut, so können präzise Schichtstrukturen hergestellt werden. Die Zerstäubung erfolgt jeweils auf dem Target, an dem die negative Spannung liegt.

#### Selbstdiffusion in Kupfer

Mit Hilfe der Ionenstrahl-Zerstäubungstechnik wurde der Selbstdiffusionskoeffizient in Kupfer bei tiefen Temperaturen gemessen<sup>(21, 25)</sup>. Dazu wurde mit der beschriebenen Apparatur eine wenige Atomlagen dicke Schicht radioaktives  $\text{Cu}^{64}$  auf die polierte Oberfläche der Versuchskristalle aufgestäubt. Nach erfolgter Diffusion wurde das Diffusionsprofil durch Abtragen dünner

Schichten ermittelt (minimale Schichtdicke  $10 \text{ \AA}$ ). Aus gemessener Aktivität und Schichtdicke lässt sich der Diffusionskoeffizient des  $\text{Cu}^{64}$ -Tracers auf einfache Weise bestimmen. Die gemessenen Diffusionskoeffizienten schliessen lückenlos an die Hochtemperaturmessungen anderer Autoren an. Daran sieht man, dass diese Messtechnik zu richtigen Ergebnissen führt. Eine Beeinflussung des Messergebnisses durch den Messvorgang, im vorliegenden Fall durch den massiven Ionenbeschuss der Kristalloberfläche, konnte nicht nachgewiesen werden. Aus dem linearen Verlauf der Diffusionsprofile in der Darstellung: Logarithmus der Aktivität gegen das Quadrat der Eindringtiefe zeigt sich, dass die Methode in ihrer Präzision mit den genauesten mechanischen Verfahren vergleichbar ist. Es ergab sich eine zeitlich auf 1% konstante Abtragegeschwindigkeit. Sie betrug bei mittleren Entladungsströme und 300 eV Ionenenergie  $70 \text{ \AA}/\text{min}$ . Auf einer Fläche von  $1 \text{ cm}^2$  war die Abtragegeschwindigkeit auf mindestens 2% konstant, wie interferometrische Messungen entlang einer durch Zerstäuben erzeugten Stufe ergaben (Auflösung 2%). Eine Zunahme der Oberflächenrauheit war bei der Abtragung von  $1 \mu$  mit Raster- und Interferenzmikroskop nicht sichtbar (Auflösung  $300 \text{ \AA}$ ). Der Restgasdruck am Target betrug während der Messung 2 bis  $8 \times 10^{-5}$  Torr je nach Stärke des Entladungsstromes. Die Oberflächentemperatur des Targets blieb praktisch identisch mit der Kühlwassertemperatur (Gesamtionenleistung kleiner als  $1 \text{ VA}/\text{cm}^2$ ).

## ERGEBNISSE

Die Kathodenzerstäubung ist unter optimalen Bedingungen zum präzisen Abtragen atomar dünner Schichten geeignet. Wird das Verfahren zur Bestimmung von Diffusions- oder Implantationsprofilen in Festkörpern angewandt, so sollte die Ionenenergie im allgemeinen 600 eV nicht überschreiten, um ein Eindringen der Ionen in das Gitter zu vermeiden. Bei schrägem Ioneneinfall wird auf einer Einkristalloberfläche durch Zerstäuben keine sichtbare Ätzstruktur erzeugt. Durch genügend grosse Ionenstromdichte, womit eine gasfreie Oberfläche erzeugt wird, und durch genaue Regelung des Ionenstromes



bleibt die Zerstäubungsgeschwindigkeit zeitlich konstant. Eine Verbreiterung des Ionenstrahles durch die gegenseitige Abstossung der positiv geladenen Ionen führt bei Stromstärken von einigen mA zur homogenen Abtragung von grösseren Flächen (einige  $\text{cm}^2$ ), Werden zwei Targets gleichzeitig eingebaut, so kann der Ionenstrahl auf beide Targets gelenkt werden. Ein Target wird durch Ionenbeschuss optimal gesäubert, und ohne das Vakuum zu unterbrechen, kann vom zweiten Target auf die atomar saubere Fläche gestäubt werden.

### BIBLIOGRAPHIE

- (1) P. G. SHEWMANN, Diffusion in Solids, McGraw-Hill Book Comp. New York, (1963)
- (2) D. GRAHAM, Rev. Scientific Inst., 40, 7, 897 (1969)
- (3) J. L. WHITTON, J. Appl. Phys., 36, 3917 (1965)
- (4) W. RUPP, V. EMERT und R. SIZMANN, Phys. Stat. Sol., 33, 483 (1968)
- (5) T. ANDERSON und G. SORENSEN, Canad. J. Phys., 46, 483 (1968)
- (6) NGHI Q. LAM, S. J. ROTHMAN und L. J. NOWICKI, J. Electrochem. Soc., 119, 715 (1972)
- (7) W. R. GROVE, Phil. Trans. Roy. Soc., London, 142, 87 (1952)
- (8) G. K. WHENER und G. S. ANDERSON, Handbook of Thin Film Technology, McGraw Hill (1970)
- (9) L. MAISSEL, Handbook of Thin Film Technology, McGraw-Hill (1970)
- (10) J. C. FISHER, J. Appl. Phys., 22, 74 (1951)
- (11) H. LUTZ und R. SIZMANN, Zeitschr. für Naturf., 19 a, 1079 (1964)
- (12) D. GUPTA und R. T. C. TSUI, Appl. Phys. Letters, 17, 294 (1970)
- (13) R. A. PERKINS, R. A. PADGET Jr. und N. K. TUNALI, Met. Trans., 4, 2535 (1973)
- (14) M. KAMINSKY, Atomic and Ionic Impact Phenomena on Metal Surfaces, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, page 211 ff.
- (15) H. OECHSNER, Z. Physik, 261, 37 (1973)
- (16) G. K. WHENER, J. Appl. Phys., 30, 1762 (1959)

- (17) G.K. WHENER, J. Appl. Phys., 31, 1362 (1960)
- (18) G.K. WHENER, J. Appl. Phys., 26, 1056 (1955)
- (19) G.K. WHENER, J. Appl. Phys., 25, 270 (1954)
- (20) G. CARTER und J.S. CALLIGAN, Ion Bombardment of Solids, Heine-  
mann Educational Books Ltd., London (1968+)
- (21) K. MAIER, Dissertation Universität Stuttgart (1973)
- (22) M. ARDENNE, Tabellen zur Angewandten Physik VEB Deutscher  
Verlag der Wissenschaften (1962)
- (23) J.R. WOODYARD, 15th Annual Conference on Mass Spectrometry and  
Applied Topics, Denver Colo., (1967)
- (24) K. L. CHOPRA und M. R. RANDLETT, Rev. Scientific Inst., 38, 8 (1967)
- (25) K. MAIER, C. BASSANI und W. SCHÜLE, Phys. Lett., 44 A, 539 (1973)

TABELLE 1

	Schichtdicke in $\mu$	D ( $\text{cm}^2/\text{sec}$ )	Form des abgetr. Materials	Anwendung (Material)
Drehbank	10 - 100	$10^{-5} - 10^{-10}$	Späne	zerspanbar
Poliermaschine	0,5-100	$10^{-5} - 10^{-13}$	Pulver auf grosser Fläche	nicht zu weich
Mikrotom	1 - 10	$10^{-8} - 10^{-12}$	ein Span	nicht zu hart nicht zu spröde
Elektropolieren	0,01 - 0,1	$10^{-12} - 10^{-16}$	als Lösung	spezifisch
Stripping	0,003-0,1	$10^{-12} - 10^{-18}$	als Lösung	spezifisch
Zerstäubung	0,001-0,1	$10^{-12} - 10^{-19}$	als dünner Film	ohne Einschränkung

BILDUNTERSCHRIFTEN

- Abb. 1 - Kurve I : = Zahl der Atome, die pro Ion abgelöst werden, als Funktion der Ionenenergie ( $\text{Ar}^+/\text{Cu}$ ) (aus (9), Tabelle 2)
- Kurve II: Wirkungsgrad  $\eta$  des Zerstäubungsprozesses, d.h. die Zahl der Atome, die pro eingestrahelter Ionenenergie (in KeV) in Abhängigkeit der Ionenenergie zerstäubt werden. Da die Zerstäubung erst ab einer Schwellenergie einsetzt, muss Kurve II durch den Ursprung des Koordinatensystems gehen. Von  $E = 0$  bis etwa zur vierfachen Bindungsenergie ist  $\eta = 0$ , daran anschließend geht  $\eta$  über ein Maximum und fällt dann gemäss Kurve II mit zunehmender Ionenenergie ab. Unterhalb von 200 eV ist Kurve II nicht eingezeichnet, da in diesem Bereich kaum experimentelle Daten vorliegen.
- Abb. 2 - A: Liegt die Beschleunigungsspannung unmittelbar am Target, so gilt infolge einer Feldkonzentration an der Unebenheit vom Typ A:  $a' > a$  und  $b' > b$ . Der Kegel wird dadurch flacher und eventuell breiter. Unebenheiten dieses Typs sind an geschliffenen und elektropolierten Oberflächen selten, normalerweise hat man es mit Löchern von einigen  $100 \text{ \AA}$  Durchmesser zu tun.
- B:  $a > b$  ergibt sich durch die Wahl des Einfallswinkels. Die Schattenbildung des Ionenstrahls verstärkt die Unebenheit noch.
- Abb. 3 - Schematischer Aufbau der Zerstäubungsanlage
- Abb. 4 - Schematischer Aufbau der Zerstäubungsapparatur
- Abb. 5 - Schnitt durch den Probenträger

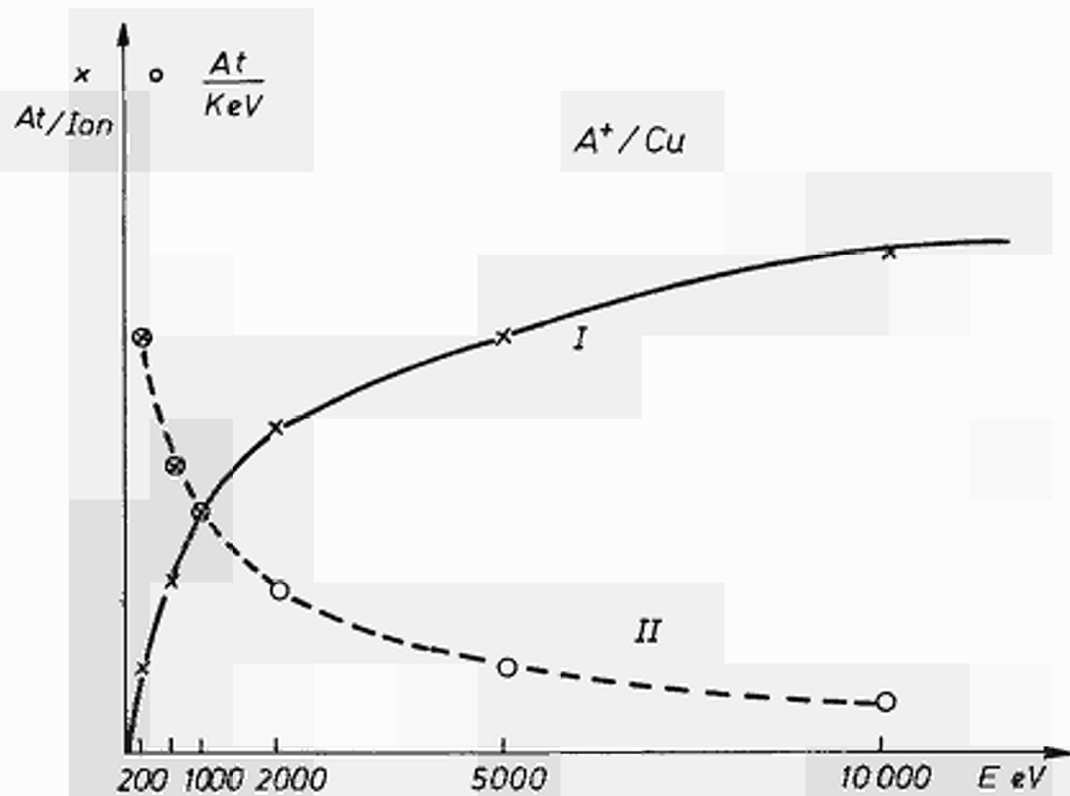


Abb. 1

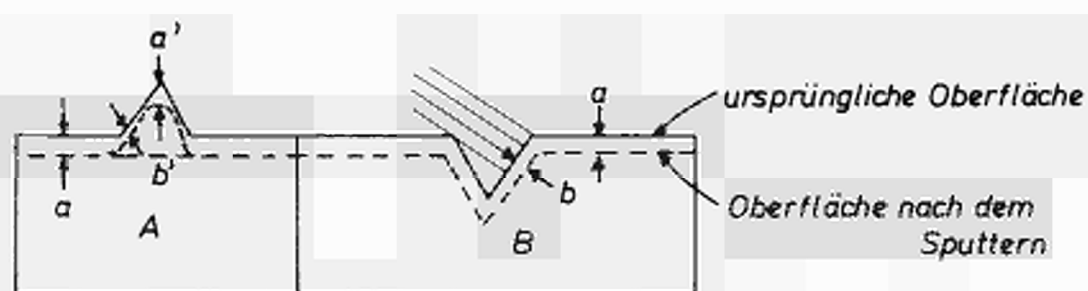


Abb. 2

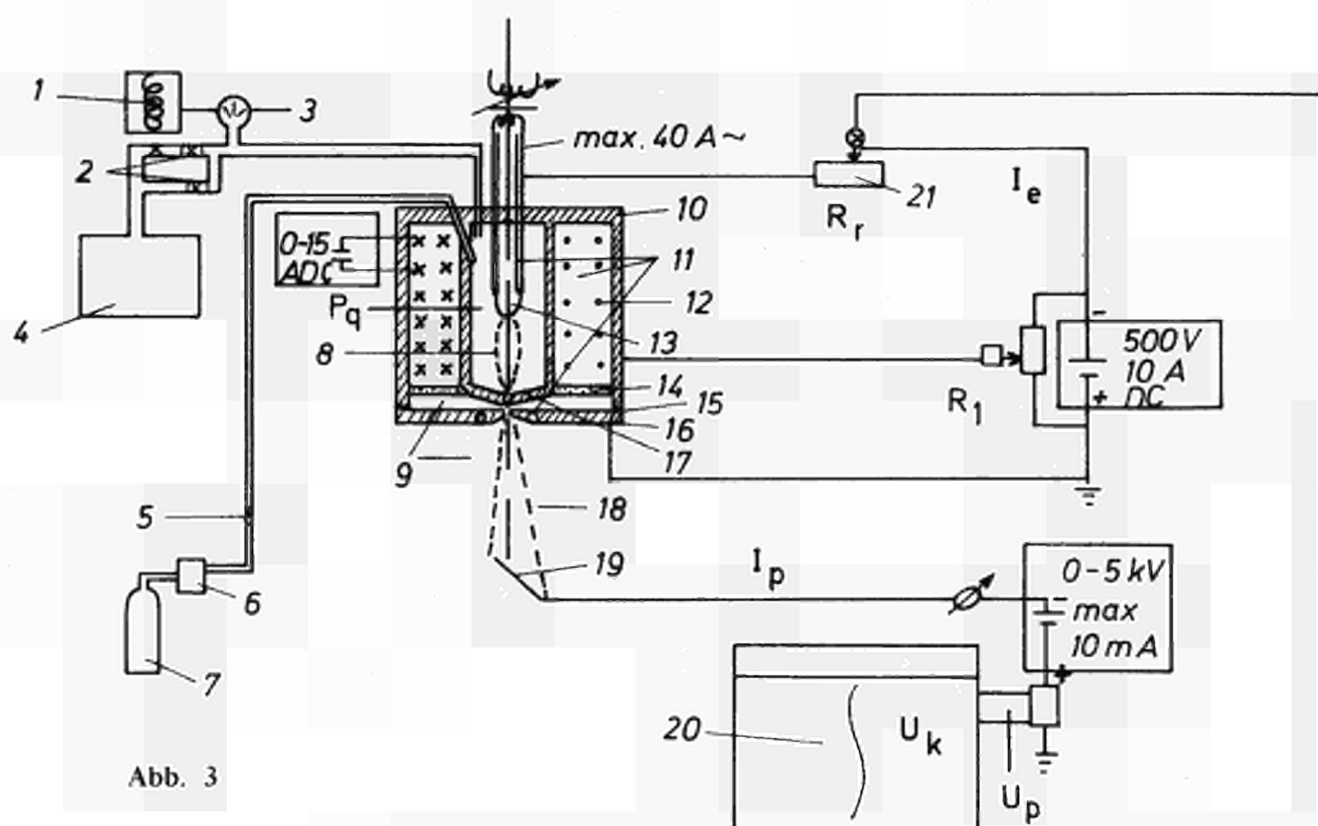


Abb. 3

- |    |                             |    |   |
|----|-----------------------------|----|---|
| 1  | elektr. magn Ventil         | 18 | Ionenstrahl                                 |
| 2  | Handventile                 | 19 | Sputtertarget                               |
| 3  | Termotron                   | 20 | 2 Kanalschreiber                            |
| 4  | Kühlfalle Pumpstand         | 21 | Servomotor des Schreibers<br>als Stellmotor |
| 5  | Nadelventil                 |    |   |
| 6  | Reduzierventil              |    |   |
| 7  | Gasflasche                  |    |   |
| 8  | Entladung ( $10^{-2}$ Torr) |    |   |
| 9  | Hochvakuum                  |    |   |
| 10 | Stahl                       |    |   |
| 11 | Wasserkühlung               |    |   |
| 12 | Magnetspule                 |    |   |
| 13 | Kathode                     |    |   |
| 14 | Edelstahl                   |    |   |
| 15 | Keramik                     |    |   |
| 16 | Anode                       |    |   |
| 17 | Zwischenelektrode           |    |   |

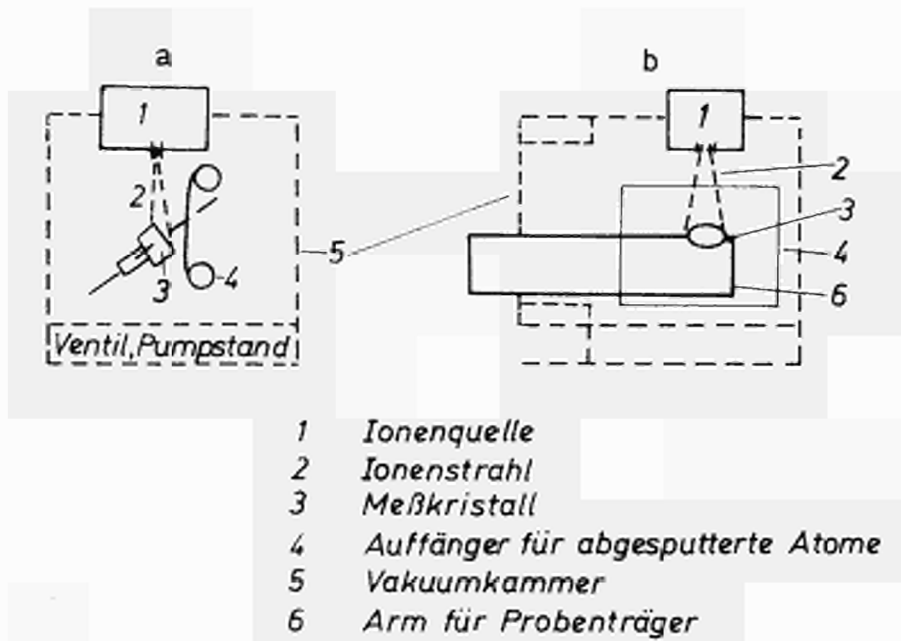
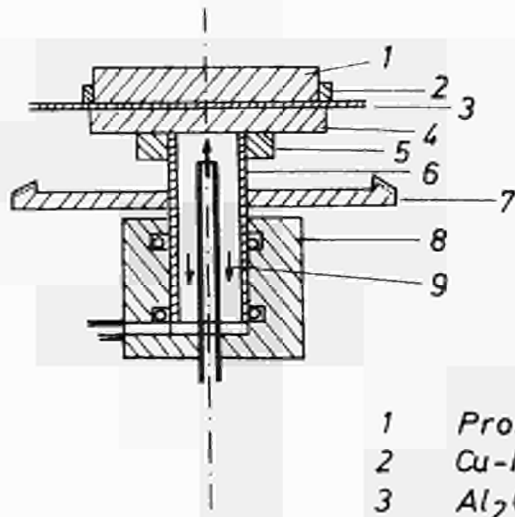


Abb. 4



- 1 Probe
- 2 Cu-Ring mit Schleifkontakt
- 3  $Al_2O_3$  Isolierung
- 4 Cu-Träger
- 5 Lager
- 6 Edelstahlrohr
- 7 Antrieb
- 8 Drehdurchführung
- 9 Kühlwasser

Abb. 5





**AN UNSERE LESER**

Alle von der Kommission der Europäischen Gemeinschaften veröffentlichten wissenschaftlichen und technischen Berichte werden in der Monatszeitschrift „euro-abstracts“ angezeigt. Abonnement (1 Jahr: BF 1 025,—) und Probehefte sind erhältlich bei :

**Amt für amtliche Veröffentlichungen  
der Europäischen Gemeinschaften  
Case postale 1003  
Luxembourg**

# VERTRIEBSSTELLEN

Alle von der Kommission der Europäischen Gemeinschaften veröffentlichten Dokumente werden durch das Amt für amtliche Veröffentlichungen bei den unten angegebenen Adressen zu dem auf dem Umschlag angegebenen Preis verkauft. Bei schriftlicher Bestellung bitte die genaue Referenz und den Titel des Dokumentes deutlich angeben.

## DEUTSCHLAND (BR)

*Verlag Bundesanzeiger*  
5 Köln 1 — Postfach 108 006  
Tel. (0221) 21 03 48  
Fernschreiber: Anzeiger Bonn 08 882 595  
Postscheckkonto 834 00 Köln

## BELGIEN

*Moniteur belge — Belgisch Staatsblad*  
Rue de Louvain 40-42 — Leuvenseweg 40-42  
1000 Bruxelles — 1000 Brüssel — Tel. 12 00 26  
CCP 50-80 — Postgiro 50-80

*Nebenstelle:*  
Librairie européenne — Europese Boekhandel  
Rue de la Loi 244 — Wetstraat 244  
1040 Bruxelles — 1040 Brüssel

## DÄNEMARK

*J.H. Schultz — Boghandel*  
Møntergade 19  
DK 1116 København K — Tel. 14 11 95

## FRANKREICH

*Service de vente en France des publications  
des Communautés européennes — Journal officiel*  
26, rue Desaix — 75 732 Paris - Cédex 15<sup>a</sup>  
Tel. (1) 306 51 00 — CCP Paris 23-96

## GROSSHERZOGTUM LUXEMBURG

*Amt für amtliche Veröffentlichungen  
der Europäischen Gemeinschaften*  
Case postale 1003 — Luxembourg  
Tel. 4 79 41 — CCP 191-90  
Compte courant bancaire: BIL 8-109/6003/200

## IRLAND

*Stationery Office — The Controller*  
Beggars Bush  
Dublin 4 — Tel. 6 54 01

## ITALIEN

*Libreria dello Stato*  
Piazza G. Verdi 10  
00198 Roma — Tel. (6) 85 08  
CCP 1/2640

## NIEDERLANDE

*Staatsdrukkerij- en uitgeverijbedrijf*  
Christoffel Plantijnstraat  
's-Gravenhage — Tel. (070) 81 45 11  
Postgiro 42 53 00

## VEREINIGTES KÖNIGREICH

*H.M. Stationery Office*  
P.O. Box 569  
London S.E. 1 — Tel. 01-928 69 77, ext. 365

## VEREINIGTE STAATEN VON AMERIKA

*European Community Information Service*  
2100 M Street, N.W.  
Suite 707  
Washington, D.C., 20 037 — Tel. 296 51 31

## SCHWEIZ

*Librairie Payot*  
6, rue Grenus  
1211 Genève — Tel. 31 89 50  
CCP 12-236 Genève

## SCHWEDEN

*Libreria C.E. Fritze*  
2, Fredsgatan  
Stockholm 16  
Post Giro 193, Bank Giro 73/4015

## SPANIEN

*Libreria Mundi-Prensa*  
Castello 37  
Madrid 1 — Tel. 275 51 31

## ANDERE LÄNDER

*Amt für amtliche Veröffentlichungen  
der Europäischen Gemeinschaften*  
Case postale 1003 — Luxembourg  
Tel. 4 79 41 — CCP 191-90  
Compte courant bancaire: BIL 8-109/6003/200