

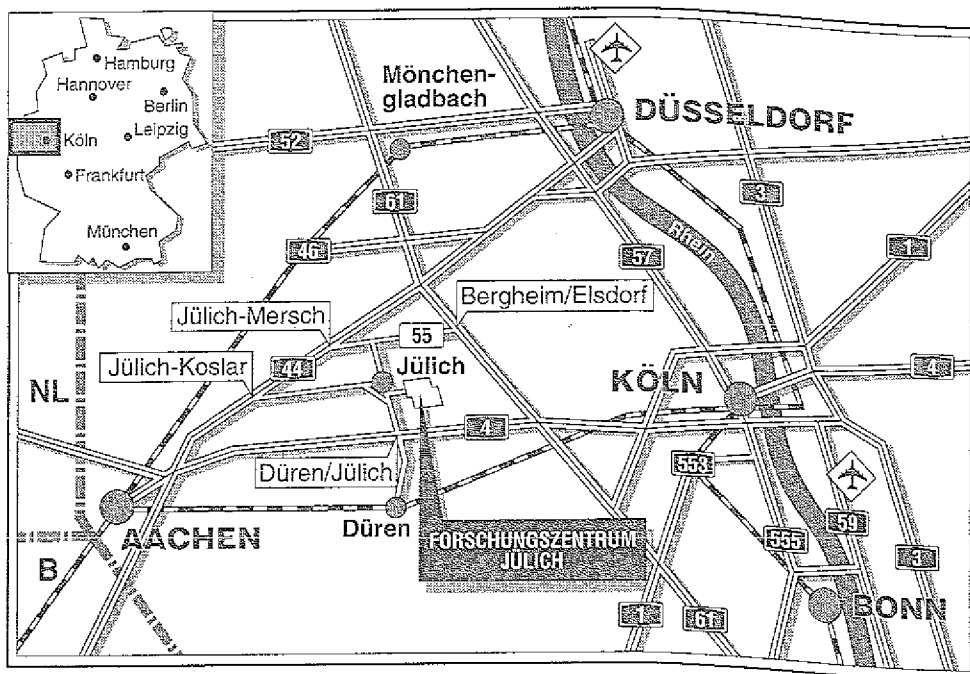
*Institut für Grenzflächenforschung
und Vakuumphysik*

**Beiträge zur ionenstrahlgestützten
Deposition von Silizium auf Kohlenstoff**

Helmut Christian Paulini

1880 1881 1882 1883 1884 1885 1886 1887 1888 1889 1890 1891 1892 1893 1894 1895 1896 1897 1898 1899 1900

1901 1902 1903 1904 1905 1906 1907 1908 1909 1910 1911 1912 1913 1914 1915 1916 1917 1918 1919 1920 1921



Berichte des Forschungszentrums Jülich ; 2709

ISSN 0366-0885

Institut für Grenzflächenforschung und Vakuumphysik Jül-2709

D 5 (Diss. Universität Bonn)

Zu beziehen durch: Forschungszentrum Jülich GmbH · Zentralbibliothek

Postfach 1913 · D-5170 Jülich · Bundesrepublik Deutschland

Telefon: 02461/61-6102 · Telefax: 02461/61-6103 · Telex: 833556-70 kfa d



THESE ARE THE RESULTS OF THE
ANALYSIS OF THE DATA

AND THE RESULTS OF THE
ANALYSIS OF THE DATA



Beiträge zur Ionenstrahlgestützten Deposition von Silizium auf Kohlenstoff

Helmut Christian Paulini

Abstract

The bombardment of growing films with energetic ions has been investigated in order to understand the ion induced modifications of their properties. The composition of multicomponent films may change during the deposition due to preferential sputtering of one of the components and/or new chemical bindings can be induced at low substrate temperatures. The Ion Beam Assisted Deposition (IBAD) is an important tool for the production of thin films in general as well as for some special applications, like the conditioning of the first wall in a fusion research apparatus like TEXTOR (Tokamak Experiment for Technological Oriented Research) in Jülich.

An IBAD-apparatus was set up, allowing for deposition experiments using simultaneously four particle beams: an evaporation atom beam, a beam of sputtered particles from a target, an energetic ion beam for the film modification and a molecular beam for chemical interaction. The apparatus allows the control of the main parameters in an IBAD-experiment: the ion beam density, the energy distribution of the ions in the beam, the deposition rate and substrate temperature.

The characterisation of the ion beam was performed with a simple and compact Faraday cup equipped with a retarding field energy analyser. This instrument enables a precise determination of the energy (in the energy range below 2 keV) and angular distribution (for beam divergence up to 10°).

The main emphasis was devoted to an investigation of the conditions under which SiC can be produced by ion assisted deposition of silicon on carbon in the temperature range 300 - 1070 K. The thin films were analysed by means of the AES- (Auger Electron Spectroscopy) depth-profiling technique. In order to identify the specific chemical bonding of carbon, a new method, based on a linear decomposition of the AES spectra was developed. For a better understanding of the observed depth profiles a model for the depth-profiling of thin films containing Si, C and SiC was formulated.

Although it was not possible to make a precise quantitative determination of the amount of SiC generated during the deposition, the main features for the production of SiC could be identified:

- At room temperature and with Ar^+ ions (500 eV) no SiC could be generated during the ion assisted deposition of silicon on carbon. On the other hand, by bombarding a Si/C interface with Xe^+ ions of 1 keV a considerable amount of SiC could

be observed. This shows that a production of SiC at room temperature is in principle possible.

A carbon source (even carbon impurities from the residual gas) leads to the generation of a small amount of SiC during the deposition of silicon at room temperature. This is a very interesting aspect for a possible deposition of SiC films at room temperature under carbon-supply from the gas phase.

- By using appropriate deposition parameters at around 770 K, the entire deposited silicon (except for the sputtered fraction) can be converted into SiC by bombarding the growing film with Ar^+ -ions (500 eV). The temperature around 770 K is relevant for the first wall of the fusion device. If chemical effects due to the hydrogen can be neglected it may be expected that the first wall is covered with a SiC film.

- At higher temperature (around 1070 K) every deposited silicon atom under ion bombardment (Ar^+ , 500 eV) is bonded into SiC. Additionally the diffusion of carbon in silicon and vice versa can be observed. Since in a future fusion reactor parts of the first wall will have temperatures even higher than 1200 K, it is very important to analyse these diffusion processes. The results of this work show that the production of a self regenerating SiC-film on the first wall is possible.

1. The first part of the paper is devoted to the study of the properties of the function $f(x)$ defined by the equation

$$f(x) = \int_0^x \frac{1}{1+t^2} dt$$

for $x \in \mathbb{R}$. It is shown that $f(x)$ is an odd function and that $f(x) \in (-\frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2})$ for all $x \in \mathbb{R}$. The second part of the paper is devoted to the study of the function $g(x)$ defined by the equation

$$g(x) = \int_0^x \frac{t}{1+t^2} dt$$

for $x \in \mathbb{R}$. It is shown that $g(x)$ is an even function and that $g(x) \in (-\frac{\pi}{4}, \frac{\pi}{4})$ for all $x \in \mathbb{R}$.

2. The third part of the paper is devoted to the study of the function $h(x)$ defined by the equation

$$h(x) = \int_0^x \frac{t^2}{1+t^2} dt$$

for $x \in \mathbb{R}$. It is shown that $h(x)$ is an odd function and that $h(x) \in (-\frac{\pi}{4}, \frac{\pi}{4})$ for all $x \in \mathbb{R}$. The fourth part of the paper is devoted to the study of the function $k(x)$ defined by the equation

$$k(x) = \int_0^x \frac{t^3}{1+t^2} dt$$

for $x \in \mathbb{R}$. It is shown that $k(x)$ is an even function and that $k(x) \in (-\frac{\pi}{4}, \frac{\pi}{4})$ for all $x \in \mathbb{R}$.

INHALTSVERZEICHNIS

Seite

1.	Einleitung	1
2.	Grundlagen zur Ionenstrahlgestützten Deposition von Schichten	3
2.1	Warum Ionenstrahlgestützte Deposition?	3
2.2	IBAD: Simulation der Plasma-Wand-Wechselwirkung	7
2.2.1	Randschichtkühlung	9
2.3	Ionen-Festkörper-Wechselwirkung	11
2.3.1	Reichweite und Energiedeposition	15
2.3.2	Zerstäubung	25
2.4	Phänomenologisches Modell zu IBAD	31
3.	Apparatur zur Ionenstrahlgestützten Deposition von Schichten	35
3.1	Konzeption der Apparatur	35
3.2	Ionenquelle und doppelt-differentielle Pumpstufe	39
3.3	Faradayauffänger zur Charakterisierung von breiten und niederenergetischen Ionenstrahlen	49
3.3.1	Konstruktion eines Faradayauffängers mit Retardationslinse	51
3.3.2	Energieanalysator	55
3.3.3	Ionenstrahlcharakterisierung	61
3.4	Verdampfeinheit	67
3.5	Probenmanipulator	71
3.6	Targetmanipulator	73
3.7	Beschichtungskammer	75
4.	Deposition und Analyse der Schichten	77
4.1	Ionenstrahlgestützte Deposition von Silizium auf Kohlenstoff	77
4.1.1	Kohlenstoffsubstrate	77

	Seite
4.1.2 Beschichtungsverfahren	81
4.2 Analytik: AES-Tiefenprofil-Analyse	83
4.3 Auswerteverfahren	89
4.3.1 Übliche Umrechnung von AES-Signalen in Konzentrationen	91
4.3.2 Kohlenstoff-Identifikation	95
4.3.3 Silizium-Identifikation	105
4.3.4 Sauerstoff-Identifikation	109
4.3.5 Modell zur selbstkonsistenten Bestimmung der Elementkonzentrationen	111
4.3.6 Über die Güte des Auswerteverfahrens	117
5. Tiefenprofile ionengestützt deponierter Siliziumschichten auf Kohlenstoff	123
5.1 Siliziumkarbidbildung während der Tiefenprofilierung	123
5.2 Ionengestützt deponierte Siliziumschichten bei unterschiedlichen Substrattemperaturen	129
5.2.1 Beschichtungen bei Zimmertemperatur	129
5.2.2 Beschichtungen bei 770 K	137
5.2.3 Beschichtungen bei 1070 K	143
5.3 Modell zur Auger-Tiefenprofil-Analyse	149
5.3.1 Effektivität und Energieabhängigkeit der Teilprozesse während der Tiefenprofilierung	149
5.3.2 Das Modell	155
6. Zusammenfassung und Ausblick	163
A.0 Literaturverzeichnis	167
A.1 Danksagungen	175

Verzeichnis der Abbildungen

	Seite
Abb. 2.1 Prozesse, die während des Aufdampfens von Schichten ablaufen können.	4
Abb. 2.2 Prinzipbild der Ionenstrahlgestützten Deposition von Schichten.	5
Abb. 2.3 Beim Ionenbeschuß des Festkörpers auftretende Prozesse.	12
Abb. 2.4 Nuklearer und elektronischer Energieverlust für $\text{Ar}^+ \rightarrow \text{Si}$.	18
Abb. 2.5 Schematische Darstellung der Versetzungswahrscheinlichkeit.	21
Abb. 2.6 Aus TRIM-Rechnungen erhaltene Histogramme.	24
Abb. 2.7 Energieabhängigkeit der Zerstäubungsausbeute von Silizium.	27
Abb. 2.8 Winkelabhängigkeit der Zerstäubungsausbeute.	28
Abb. 2.9 Teilchenflüsse bei der Ionenstrahlgestützten Deposition.	33
Abb. 3.1 Teilchenstrahlen in der IBAD-Apparatur.	36
Abb. 3.2 Skizze der Kaufman-Ionenquelle.	41
Abb. 3.3 Potentialverlauf in der Ionenoptik einer Kaufman-Ionenquelle.	44
Abb. 3.4 Skizze der doppelt-differentiellen Pumstufe.	46
Abb. 3.5 Gaseinlaßsystem der Ionenquelle.	47
Abb. 3.6 Übersichtszeichnung des Faradayauffängers.	51
Abb. 3.7 Ionenstrom als Funktion der reduzierten Retardationsspannung.	55
Abb. 3.8 Simulationsrechnung der Potentiallinien in dem Linsensystem des Faradayauffängers.	56
Abb. 3.9 Normierte Ionenstromdichte der Feinfokusquelle.	58
Abb. 3.10 Skizze des Faradayauffänger-Manipulators.	61
Abb. 3.11 Skizze der elektronischen Schaltung des Faradayauffängers.	62
Abb. 3.12 Normierte Energiedichteverteilungen.	64
Abb. 3.13 Energieverteilung der Ionen als Funktion des radialen Abstandes.	65
Abb. 3.14 Schnitt durch die Kammer mit dem Elektronenstrahlverdampfer.	68
Abb. 3.15 Skizze des Probenmanipulators.	71
Abb. 3.16 Skizze des Probenhalters mit Probenheizung.	72

Seite

Abb. 3.17 Skizze des Targetmanipulators.	73
Abb. 3.18 Übersichtsskizze der IBAD-Apparatur.	75
Abb. 3.19 Pumpensystem der IBAD-Apparatur.	76
Abb. 4.1 Anordnung der Geräte für die AES-Tiefenprofil-Analyse.	84
Abb. 4.2 Kohlenstoff-Auger-Spektren von sputterdeponiertem Kohlenstoff und solchem, der mit Silizium in einer SiC-Probe gebunden ist.	97
Abb. 4.3 Auger-Referenzspektren für Kohlenstoff.	100
Abb. 4.4 Auger-Spektren von Silizium.	105
Abb. 4.5 Auger-Spektrum von Sauerstoff.	109
Abb. 4.6 Verlauf der relativen Konzentrationen eines durch unterschiedliche Elektronen-Rückstreuoeffizienten charakterisierten Schichtsystems.	116
Abb. 4.7 Konzentration als Funktion der Erosionszeit einer durcherodierten Kohlenstoffschicht auf Silizium.	117
Abb. 4.8 Wie Abb. 4.7 jedoch mit verschobenem Karbid-Referenzspektrum.	119
Abb. 4.9 Wie Abb. 4.7 jedoch mit verschobenem Karbid-Referenzspektrum.	120
Abb. 4.10 Konzentration als Funktion der Erosionszeit einer Kohlenstoff-Silizium- Grenzschicht, die bei hoher Temperatur tiefenprofiliert wurde.	121
Abb. 4.11 Vergleich zweier Kohlenstoff-Auger-Spektren.	122
Abb. 5.1 Konzentration als Funktion der zerstäubten Tiefe einer bei Zimmertemperatur durcherodierten Kohlenstoffschicht auf Silizium (Xe^+ , 1 keV).	126
Abb. 5.2 Tiefenprofil einer bei Zimmertemperatur durcherodierten Kohlenstoffschicht auf Silizium (Xe^+ , 5 keV).	127
Abb. 5.3 Tiefenprofil einer Siliziumschicht, die bei Zimmertemperatur auf Graphit aufgebracht wurde.	130
Abb. 5.4 Tiefenprofil einer Siliziumschicht, die bei Zimmertemperatur auf eine C-Schicht aufgebracht wurde.	131

Seite

Abb. 5.5	Tiefenprofil einer Si-Schicht, die bei Zimmertemperatur auf eine a-C:D-Schicht aufgebracht wurde.	132
Abb. 5.6	Tiefenprofil einer Si-Schicht, die bei Zimmertemperatur unter Ar^+ -Beschuß (500 eV) auf Graphit aufgebracht wurde.	133
Abb. 5.7	Tiefenprofil einer Si-Schicht, die bei Zimmertemperatur unter Ar^+ -Beschuß (500 eV) auf eine C-Schicht aufgebracht wurde.	134
Abb. 5.8	Tiefenprofil des oberflächennahen Bereichs der unter Ionenbeschuß mit Si belegten C-Schicht (Erosionsstrahl: Xe^+ , 1 keV).	135
Abb. 5.9	Tiefenprofil einer Si-Schicht, die bei 770 K auf eine C-Schicht aufgebracht wurde.	137
Abb. 5.10	Tiefenprofil einer Si-Schicht, die bei 770 K unter Ar^+ -Beschuß auf eine C-Schicht aufgebracht wurde.	138
Abb. 5.11	Tiefenprofil des oberflächennahen Bereiches der Probe aus Abb. 5.10 (Erosionsstrahl: Xe^+ , 1 keV).	139
Abb. 5.12	Tiefenprofil einer Si-Schicht, die bei 770 K unter Ionenbeschuß auf ein a-C:D-Substrat aufgebracht wurde.	140
Abb. 5.13	Tiefenprofil einer Si-Schicht, die bei 1070 K auf eine C-Schicht aufgebracht wurde.	143
Abb. 5.14	Tiefenprofil einer Si-Schicht, die bei 1070 K auf ein a-C:D-Substrat aufgebracht wurde.	144
Abb. 5.15	Tiefenprofil einer Si-Schicht, die bei 1070 K unter Ionenbeschuß (500 eV, Ar^+) auf eine C-Schicht aufgebracht wurde.	145
Abb. 5.16	Tiefenprofil einer Si-Schicht, die bei 1070 K unter Ionenbeschuß auf ein a-C:D-Substrat aufgebracht wurde.	146
Abb. 5.17	Simulation eines Tiefenprofils einer 100 Å dicken C-Schicht auf Silizium.	158
Abb. 5.18	Simulation eines Tiefenprofils einer 50 Å dicken SiC-Schicht auf einer 300 Å dicken C-Schicht.	160

Seite

Abb. 5.19 Simulation eines Tiefenprofils einer 50 Å dicken SiC-Schicht auf einer 30 Å dicken C-Schicht.	161
--	-----

1. Einleitung

Die Oberfläche des Festkörpers ist der Ort, an dem mechanische, chemische, thermische und elektromagnetische Wechselwirkungen mit der Umgebung stattfinden. Die Ansprüche an die Oberflächenbeschaffenheit können daher hoch sein. In den vergangenen zwei Jahrzehnten sind deshalb, je nach Anwendungsfall, die Festkörper mit dünnen Schichten belegt worden, die die jeweils gewünschten Eigenschaften besitzen. Auf der Suche nach geeigneten Methoden der Schichtabscheidung hat sich herausgestellt, daß der Beschuß einer aufwachsenden Schicht mit energiereichen Teilchen zu verbesserten Schichteigenschaften führt. Hierzu gehören Haftung /1, 2/, Dichte /3, 4/, Korngröße und Morphologie /5/, optische Eigenschaften /6/, Härte /7/ und Eigenspannung /8, 9/. Unter den Depositionsverfahren, in denen der Beschuß der aufwachsenden Schicht mit energiereichen Teilchen eine entscheidende Rolle spielt, ist die Plasmadeposition das meistverbreitete, aber auch komplexeste Abscheidungsverfahren. Ein außergewöhnliches Beispiel für ihren Einsatz ist die in situ Beschichtung zur Wandkonditionierung von Fusionsanlagen, wie z.B. bei TEXTOR (Tokamak Experiment for Technological Oriented Research) in Jülich. Trotz der sehr verbreiteten Anwendung von Plasmadepositionsmethoden ist das Verständnis der physikalischen Prozesse und Mechanismen, die die Schichteigenschaften bestimmen, weitgehend ungeklärt /10/. Der Grund liegt in der Komplexität des Plasmas und vor allem an der Tatsache, daß die wesentlichen Prozeßparameter (Teilchenenergie, Teilchenfluß, Restgasdruck und Substrattemperatur) nicht unabhängig voneinander einstellbar sind. Um das Verständnis der unter Ionenbeschuß aufgetragenen Schichten zu vertiefen, benötigt man eine Apparatur zur ionenstrahlgestützten Deposition von Schichten (engl. ION BEAM ASSISTED DEPOSITION oder kurz IBAD). In einer solchen Apparatur ist es möglich, die oben genannten Prozeßparameter unabhängig voneinander einzustellen und zu verändern. Außerdem entspricht die ionenstrahlgestützte Deposition mit ihren universellen Möglichkeiten zur kontrollierten Oberflächenbeschichtung am ehesten der Vorstellung vom idealen Verfahren zur Erzeugung "maßgeschneiderter" Oberflächen /11/.

Für den Betrieb von Fusionsanlagen sind komplexe Oberflächenbeschichtungen der Teile, die mit dem Wasserstoffplasma in Berührung kommen, entscheidend. Aus der Sicht der Wandkonditionierung ist das Interesse an IBAD-Experimenten in zweifacher Hinsicht von Bedeutung. Zum einen dienen sie als Simulationsexperimente für den Plasmabeschichtungsprozeß, zum anderen zur Simulation der Prozesse, die an den Teilen ablaufen, die direkt an das Fusionsplasma angrenzen (Plasma-Wand-Wechselwirkung).

Innerhalb der vorliegenden Arbeit wurden IBAD-Experimente durchgeführt mit Bezug zur Plasma-Wand-Wechselwirkung. Ziel dieser Arbeit war es, eine Apparatur zur Durchführung von IBAD-Experimenten aufzubauen und erste Experimente durchzuführen, die zur Klärung der Frage nach der Eignung von Silizium als "Verunreinigungsatomart" zur Randschichtkühlung in einer Fusionsanlage dienen. Zu diesem Zweck sind Ionenstrahlgestützte Depositionen von Silizium auf Kohlenstoff* und anschließende Untersuchungen der Konzentrationstiefenprofile erfolgt. In Kapitel 2 wird auf die Problematik der Wandkonditionierung einer Fusionsanlage eingegangen, und es werden die Grundlagen der Ionen-Festkörper-Wechselwirkungen erläutert, wobei der Schwerpunkt auf der Energiedeposition der Ionen im oberflächennahen Bereich liegt. In Kapitel 3 wird die innerhalb dieser Arbeit konzipierte und gebaute IBAD-Apparatur vorgestellt und ausführlich beschrieben. Kapitel 4 beschäftigt sich mit der eingesetzten Analytik und der Auswertemethode von Auger-Tiefenprofilen. Ein neues Auswerteverfahren bezüglich der bindungsspezifischen Elementkonzentrationsbestimmung wird vorgestellt. In Kapitel 5 wird dann auf die gemessenen Tiefenprofile von beschichteten Proben eingegangen, und anschließend wird ein Modell zur Auger-Tiefenprofilanalyse vorgestellt, das dem Verständnis der gemessenen Profile dienen soll. Abschließend werden in Kapitel 6 die Resultate zusammengefaßt, und es wird ein Ausblick auf weiterführende Untersuchungen gegeben.

* Die Innenwände der Fusionsanlagen sind im wesentlichen mit Kohlenstoff-Schichten belegt (Kapitel 2.2), und alle hochbelasteten Teile bestehen aus Graphit.

2. Grundlagen zur Ionenstrahlgestützten Deposition von Schichten

In diesem Kapitel werden die Grundlagen der Ionen-Festkörper-Wechselwirkung, die beim Ionenbeschuss eines Festkörpers und einer darauf aufwachsenden Schicht eine Rolle spielen, vorgestellt. Die Diskussion kann sich auf Ionen niedriger Energie (≤ 10 keV) beschränken, da für die Beschichtung unter Ionenbeschuss vor allem die in dem oberflächennahen Bereich des Festkörpers deponierte Energie von Bedeutung ist.

2.1 Warum Ionenstrahlgestützte Deposition?

Das einfachste Verfahren zur Herstellung einer dünnen Schicht ist das Aufdampfen (engl. "Physical Vapour Deposition", PVD). Dabei treffen Atome aus einer Verdampferquelle auf ein zu beschichtendes Substrat auf. Für den Fall, daß die Öffnung d der Quelle viel kleiner ist als der Abstand des Substrates D von der Quelle ($d \ll D$), gilt für die Auftrefferate R der Atome folgende Proportionalität [12]:

$$R \propto p \cdot (2\pi \cdot M \cdot k \cdot T_v)^{-1/2} \cdot \frac{\cos \theta}{D^2} \quad (2.1)$$

- p : Dampfdruck
- M : Atomgewicht
- k : Boltzmann-Konstante
- T_v : Temperatur des Verdampfergutes
- θ : Winkel zur Normalen der Verdampfergut-Oberfläche
- D : Abstand des Substrates von dem Verdampfergut

Die auf die Substratoberfläche treffenden Atome diffundieren solange auf dieser, bis sie an einem der folgenden Prozesse teilnehmen: Verdampfung von der Substratoberfläche, Keimbildung, Einfang durch einen vorhandenen Cluster oder Anlagerung an einem Stufenplatz (siehe hierzu Abb. 2.1). Jeder der genannten Prozesse hat eine eigene Dynamik, die wesentlich von der Gesamtenergie der Atome auf der Oberfläche abhängt. Für das Wachstum einer Schicht und die Ausbildung ihrer Struktur sind die Aktivierungsenergie der Oberflächen- und Volumendiffusion, die Adatom/Substrat-Bindungsenergie und die Adatom/Adatom-Bindungsenergie von entscheidender Bedeutung. Die Wachstumsmoden (Inselwachstum, Lagenwachstum oder gemischt) bestimmen in der Anfangsphase die Mikrostruktur der Schicht. Für viele Festkörper haben die Adatome auf der Oberfläche bei Substrattemperaturen im Bereich der Zimmertemperatur nicht genug Energie, um an die energetisch günstigsten Plätze zu wandern. Die Mobilität der auf dem Substrat ankommenden Atome ist in diesem Temperaturbereich gering. Daher weisen solche Schichten oft hohe innere Spannungen

und hohe Defektdichten sowie eine kolumnare Kornstruktur auf [13-15]. Technologische Forderungen nach Eigenschaften wie z.B. Korrosionsbeständigkeit und gutes tribologisches Verhalten sind mit der Struktur solcher Schichten nicht vereinbar.

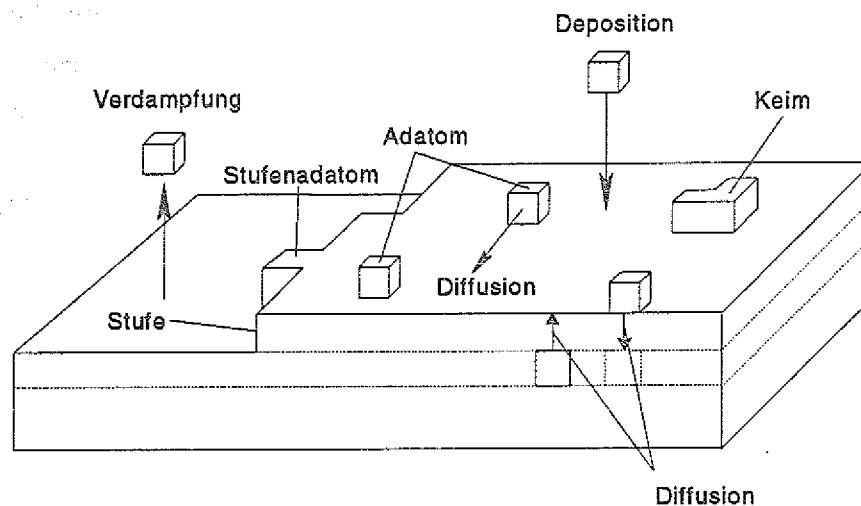


Abb. 2.1

Prozesse, die während des Aufdampfens von Schichten ablaufen können.

Von Movchan und Demichishin [16] ist ein Modell (Strukturzonenmodell) entwickelt worden, das die Struktur einer Schicht zurückführt auf das Verhältnis der Substrattemperatur T_s zur Schmelztemperatur T_m des Schichtmaterials. Dieses wurde von Thornton [3] um die Abhängigkeit vom Druck während der Beschichtung erweitert. Beide Modelle zeigen deutlich die oben angesprochenen Mängel des Aufdampfens bei Zimmertemperatur. Verbesserte Schichteigenschaften lassen sich aus dieser Perspektive nur durch Erhöhung der Substrattemperatur erreichen. Eine hohe Substrattemperatur, vergleichbar mit der jeweiligen Schmelztemperatur des Substrates, ist aber oft unerwünscht: Bei Multilagenschichten in der Chip-Produktion z.B., wo hohe Temperaturen eine zerstörende thermische Diffusion bedeuten würden, oder z.B. bei Hartstoffbeschichtungen von Werkzeugen aus HSS-Stahl (engl. "High Speed Steel"), deren Materialeigenschaften sich ab 850 K drastisch verändern würden.

Diese Probleme und ständig steigende Anforderungen an das Schicht-Substrat-System wie bessere Haftfestigkeit, höhere Dichte und spezielle Zusammensetzungen, haben zu der Entwicklung von neuen Depositionsmethoden geführt. Dabei haben sich plasmagestützte Depositionsverfahren durchgesetzt. Eines der besonderen Merkmale dieser Verfahren ist der simultane Ionenbeschuss während des Aufwachsens der dünnen Schichten. Bei den Plasmabeschichtungsverfahren kann aber der Ionenbeschuss nicht unabhängig von anderen, die Deposition charakterisierenden Parametern eingestellt werden. Um den Ionenbeschuss unabhängig von Kammerdruck und Probenpotential

steuern zu können und um Prozesse zu eliminieren, die auf den relativ hohen Kammerdruck (1 bis 10^{-4} mbar) bei der Plasmabeschichtung zurückzuführen sind, wurden IBAD-Apparaturen entwickelt. Diese erlauben das Studium von unter Ionenbeschuß deponierten Schichten, ersetzen aber nicht die Plasmadeposition. Letztere erzielt oft ihren Nutzen von der Radikalbildung im Plasma. Ein wesentliches Merkmal der IBAD-Apparaturen ist die Möglichkeit, Ionenstrahl-, Depositionsstrahlparameter, Substrattemperatur und Restgasdruck in der Beschichtungskammer über weite Bereiche unabhängig voneinander einzustellen. Dabei ist die Trennung der Energie- und Teilchen-Deposition das Wesentlichste. Eine solche ist bei der Plasmadeposition unerreichbar. Durch den hohen Kammerdruck während der Plasmadeposition werden viele Verunreinigungen in die Schicht eingebaut. Bei IBAD-Apparaturen kann durch die Verringerung des Restgasdruckes eine wesentlich reinere Schicht abgeschieden werden. Auf die detaillierte Auslegung einer solchen Apparatur wird in Kapitel 3.1 eingegangen.

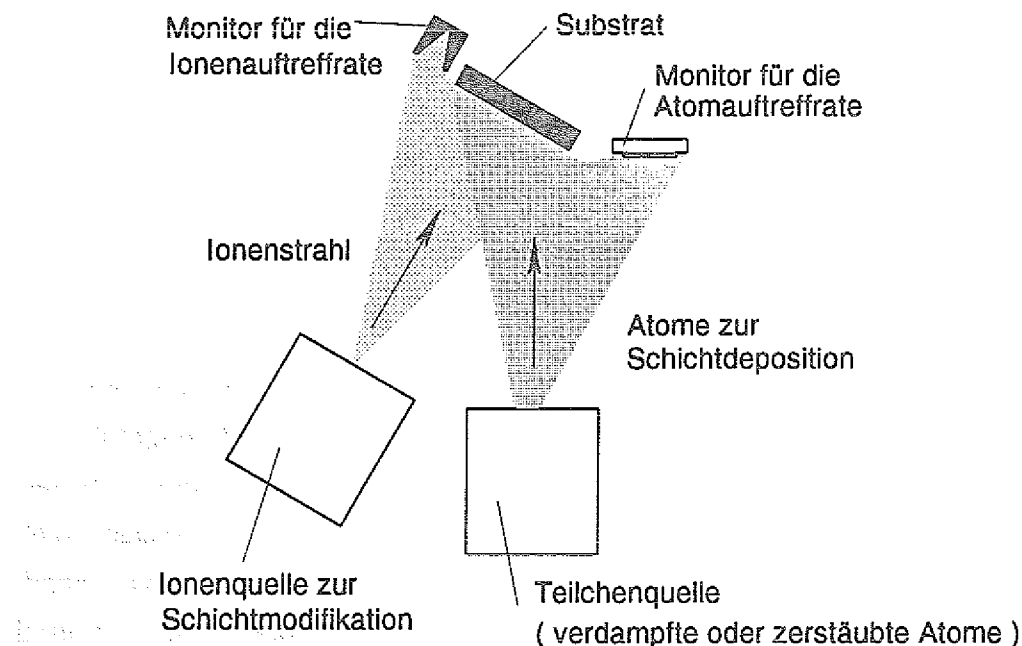


Abb. 2.2

Prinzipbild der Ionenstrahlgestützten Deposition von Schichten (IBAD).

Das Prinzip der Ionenstrahlgestützten Deposition ist in Abb. 2.2 dargestellt. Während der Ionenstrahlgestützten Deposition von Schichten ist das Substrat neben einem Atomstrahl von verdampften oder zerstäubten Teilchen zusätzlich einem Ionenstrahl ausgesetzt. Der Atomstrahl besteht aus den die Schicht aufbauenden Teilchen, während der Ionenstrahl in erster Linie zur Deposition von Energie im oberflächennahen Bereich dient.

Dabei wird das Substrat simultan von beiden Teilchenstrahlen getroffen, so daß der aufwachsenden Schicht Energie zugeführt wird. In diesem Zusammenhang ist wichtig,

daß die Energiezufuhr zu jenem Zeitpunkt stattfindet, wenn sich die Schichtatome ihren Platz in der aufwachsenden Schicht "suchen". Diese Art der Energiezufuhr unterscheidet sich wesentlich von der thermischen (Aufheizen des Substrates), wie im Kapitel 2.3 näher beschrieben wird. Der gleichzeitige Ionenbeschuß während der Deposition führt zu einer hohen Mobilität der aufgedampften Teilchen, wodurch dichte und harte Schichten entstehen. Bei Verwendung von zwei oder mehreren Depositionsstrahlen können Legierungen realisiert werden, die weitab vom thermodynamischen Gleichgewicht liegen. Auch die Ionen können als einer der Depositionsstrahlen verwendet werden, was i.A. eine Einschränkung des Parameterbereiches bedeutet. Der Ionenstrahl kann zusätzlich vor der Beschichtung zur Substratreinigung verwendet werden, was die Schichthaftung verbessern kann.

Räumlich betrachtet, kann die Wechselwirkung der einfallenden Teilchen in drei Bereiche eingeteilt werden: der Bereich der Wechselwirkungen in der Gasphase vor dem zu beschichtenden Substrat, der Bereich der Substratoberfläche und schließlich der oberflächennahe Bereich des Substrates, der durch den Ionenbeschuß beeinflusst wird. Die innerhalb der vorliegenden Arbeit vorgenommenen Beschichtungen fanden im Hochvakuum (10^{-7} mbar) statt. Die Gasphasen-Wechselwirkungen vor der Substratoberfläche können daher vernachlässigt werden. Auf die zwei weiteren Bereiche wird in den folgenden Kapiteln näher eingegangen.

Die ersten systematischen Studien der Ioneninduzierten Effekte während des Aufwachsens von Schichten von *Mattox* und Mitarbeitern /17, 18/ durchgeführt. Die erste Beschreibung einer IBAD-Apparatur stammt von *Weissmantel* /19/ aus dem Jahre 1976. *Weissmantel* beschreibt eine Depositionsanlage mit zwei Ionenquellen, wobei eine zum Zerstäuben von Silizium und die andere zum Beschuß der aufwachsenden Schicht mit N_2^+ diente. Der Einfluß des Ionenbeschusses auf die Nukleation in der Anfangsphase des Wachstums ist untersucht worden /20, 21/. *Harper* und *Gambino* /22/ verwendeten ein zweistrahliges Ionensystem, um Gd-Co Schichten abzuscheiden und dabei die Effekte des gleichzeitigen Ionenbeschusses auf die Zerstäubungsausbeuten der beiden Schichtkomponenten zu untersuchen. Effekte, die beim Ionenbeschuß während des Kristallwachstums vorkommen können, sind von *Kay* /23/ untersucht worden. *Martin* und Mitarbeiter /24/ haben die IBAD-Methode zur Reduzierung der Porosität optischer Schichten wie TiO_2 und ZrO_2 verwendet. Aus Japan sind *Fujimoto* und *Satou* /25/ als Pioniere auf dem Gebiet der Ionenstrahlgestützten Deposition zu nennen.

Im nächsten Kapitel wird eine spezielle Anwendung eines IBAD-Experimentes vorgestellt, die als Motivation für die Durchführung dieser Arbeit gedient hat.

2.2 IBAD: Simulationsexperiment zur Plasma-Wand-Wechselwirkung

Eine der großen Herausforderungen auf dem Weg zum Bau eines Fusionsreaktors für die kontrollierte Kernfusion stellt die Konditionierung der mit dem Plasma in Berührung kommenden Teile dar. Das Ziel ist es, ein stabiles und sauberes Fusionsplasma (Wasserstoff-Plasma) zu zünden, das durch die Verunreinigung von Teilchen der "ersten Wand" nicht gestört wird. Unter der ersten Wand versteht man das erste, nicht gasförmige Material, das mit dem Plasma trotz magnetischen Einschlusses in Kontakt steht. *M. Keilhacker** sieht das größte technologische Problem bei der Realisierung eines Fusionsreaktors in der Verunreinigung des Plasmas durch Bestandteile der ersten Wand.

Während des Betriebes einer Fusionsapparatur (z.B. TEXTOR in Jülich) finden an der ersten Wand die gleichen Prozesse statt wie diejenigen, die innerhalb eines IBAD-Experimentes ablaufen (Zerstäubung und Teilchen-Deposition unter gleichzeitigem energetischem Ionenbeschuß). In einem IBAD-Experiment können diese Prozesse gesteuert und getrennt werden, so daß ein solches Experiment als ein Simulationsexperiment der an der ersten Wand ablaufenden Prozesse verstanden werden kann. In der vorliegenden Arbeit wurde ein solches Simulationsexperiment mit Bezug auf ein spezielles Plasma-Wand-Wechselwirkungsproblem, die Randschichtkühlung, durchgeführt. Aus diesem Grund wird im folgenden kurz auf die diesbezüglichen Probleme, die mit der "ersten Wand" einer Fusionsapparatur in Verbindung stehen, hingewiesen.

Die Erosion der ersten Wand durch neutrale Teilchen und Ionen einiger hundert eV spielt eine entscheidende Rolle in Experimenten zur kontrollierten Fusionsreaktion. Durch Zerstäubung von der Wand gelöste neutrale Teilchen können in das Plasma gelangen, wo sie dann als vielfach geladene Ionen erscheinen und durch Strahlungsverluste zur Abkühlung des Plasmas beitragen. Die abgestrahlte Energie hängt von der Ordnungszahl Z der Verunreinigungsteilchen wie Z^n ab, wobei n Werte zwischen 3 und 4 annimmt. So ist eine Mo-Verunreinigungskonzentration von 0.1 % zündungshemmend, während einige Prozente der Materialien B, Be oder C akzeptabel sind /26/.

Ein weiterer Effekt der Erosion der ersten Wand ist die Redeposition des abgetragenen Materiales überall in der Anlage, und zwar unter Ionenbeschuß. Es kommt somit zu einer "IBAD-Beschichtung" der ersten Wand während des Betriebes der Fusionsanlage.

Ein Durchbruch auf dem Weg zu einer geeigneten Wandkonditionierung gab es, als die erste Wand mit einer a-C:H-Schicht (amorphe wasserstoffhaltige Kohlenstoffschicht)

* Dr. Martin Keilhacker, Direktor am "Joint European Torus" (JET) im britischen Culham in den VDI Nachrichten Nr. 10 (1992).

belegt worden ist. Heute werden die Innenwände vieler Fusionsapparaturen routinemäßig karbonisiert, wobei die gesamte Innenfläche der Fusionsanlage in einer in situ Abscheidung mit einer dünnen a-C:H-Schicht belegt wird (siehe /26/ und darin enthaltene Literaturhinweise). In neusten Entwicklungen werden sogar bordotierte a-C:H-Beschichtungen durchgeführt /27/.

Neben der geringen Erosion und der niedrigen Ordnungszahl der die Schicht aufbauenden Elemente muß die Wandbeschichtung gleichzeitig auch eine Reihe von anderen Anforderungen erfüllen, wie z.B. kleine remanente Radioaktivität (Tritium Gehalt), Neutronen- und Hochtemperaturstabilität (Hitzeschocks). Die Summe dieser Eigenschaften ist der Grund für die Notwendigkeit "maßgeschneiderter" Schichten und Schichtsysteme für die Wandkonditionierung einer Fusionsanlage.

2.2.1 Randschichtkühlung

Eng verbunden mit der Wechselwirkung des Fusionsplasmas mit der ersten Wand ist das Problem des Leistungsentzuges am Plasmarand (vor der ersten Wand), derart, daß die "Lebensdauer" der ersten Wand hoch bleibt und die Verunreinigungen durch die Erosion der ersten Wand unterhalb eines kritischen Bereiches liegen. Die zwei wesentlichen Leistungsverlustkanäle sind der direkte Kontakt des Plasmas mit Stellen der ersten Wand und die elektromagnetische Strahlung. Während beim ersten Verlustkanal die Wand inhomogen und punktuell (z.B. auf Limiter) mit einer hohen Last beaufschlagt wird, wird durch die elektromagnetische Strahlung der Wärmefluß gleichförmig über die erste Wand verteilt. Im Rahmen der Strahlungskühlung der Randschichten des Plasmas (Randschichtkühlung) gilt es Methoden zu finden, die es erlauben, die Strahlungskühlung gezielt zu steuern.

Ein signifikanter Strahlungsverlust kann nur durch Strahlung von einer Verunreinigungs-komponente des Plasmas hervorgerufen werden. Das Prinzip der Randschichtkühlung ist daher die gezielte Verunreinigung des Plasmas derart, daß die Randschicht stark, aber die Plasmamitte nur geringfügig Leistung abstrahlt. Das praktische Ziel der Randschichtkühlung ist daher eine Optimierung der Bedingungen, so daß ein maximaler Strahlungsverlust am Rande des Plasmas erfolgt, wobei der von der Randschicht eingeschlossene heiße Teil des Plasmas nicht zu sehr beeinträchtigt werden soll. Die wichtigsten Fragen hierbei sind /28/:

- Welche Elemente eignen sich für eine Strahlungskühlung?
- Welches sind die Parameter, die zum einen den Verunreinigungs-transport und zum anderen die Strahlungscharakteristik beeinflussen?

Um die Strahlung zu charakterisieren, wird der Parameter "Strahlungspotential" eingeführt /28/. Das Strahlungspotential ist die mittlere Energie, die während der Einschlußzeit des Teilchens im Plasma verstrahlt wird. Die Kontrolle der Strahlungsverluste kann durch die Steuerung des Verunreinigungsflusses und des Strahlungspotentials erreicht werden. Dabei wird der Verunreinigungsfluß durch die Quellen und Senken der Verunreinigungsteilchen bestimmt.

Die Steuerung des Strahlungspotentials geschieht im wesentlichen über die Wahl der Verunreinigungsatomart. Die Steuerung des Verunreinigungsflusses erfolgt über zwei wesentliche Verunreinigungsquellen: die intrinsischen Verunreinigungsquellen und die externen Quellen. Zu den intrinsischen Quellen gehören Zerstäubung, chemische Erosion (im wesentlichen durch Wasserstoff), Verdampfung, Sublimation (strahlungsinduzierte

Sublimation) und die Lichtbogenbildung mit der ersten Wand. Die intrinsischen Quellen können durch die Wahl von Plasmaparametern, Wandkonditionierung und Form der das Plasma berührenden Oberflächen beeinflusst werden. Wichtig bleibt festzuhalten, daß die Kontrolle der intrinsischen Quellen nur bedingt möglich ist. Zu den externen Quellen zählt z.B. der gezielte Gaseinlaß einer zur Randschichtkühlung geeigneten Verunreinigungsatomart. Der Vorteil der externen Quellen gegenüber den intrinsischen Quellen ist ihre Steuerbarkeit.

Die Teilchen können unterschieden werden nach der "Entsorgungs"-Möglichkeit. Es gibt *nichtkondensierende Verunreinigungen* (z.B. Edelgase) und *kondensierende Verunreinigungen*. Während Edelgase ständig abgepumpt werden können, verbleiben die kondensierenden Verunreinigungen im Plasmagefäß. Diese Verunreinigungen können ins Volumen des Wandmaterials diffundieren oder Verbindungen mit anderen Komponenten der Wand eingehen, weshalb die Senke der Verunreinigungen nur schwer zu kontrollieren ist. An TEXTOR wurden schon Experimente zur Randschichtkühlung durchgeführt mit Ne /29/ und He /30/ als Verunreinigungsatomarten.

Zur Zeit werden Überlegungen angestellt, zur Randschichtkühlung in TEXTOR Silizium zu verwenden. Es wird deshalb eine Datenbasis benötigt, um die Einsetzbarkeit von Silizium unter allen relevanten Aspekten abschätzen zu können. Dabei interessiert in erster Linie, was mit dem Silizium, das seine Funktion zur Randschichtkühlung erfüllt hat, passiert, d.h. wie sieht die Senke für Silizium als Verunreinigungsatomart aus? Ideal wäre nach dem Einblasen eines siliziumhaltigen Gases (z.B. Silan) seine komplette Entfernung durch Abpumpen, um neues Gas einblasen zu können. Das ist aber nicht möglich, da Silizium zu den kondensierenden Verunreinigungen gehört und auf der ersten Wand unter Ionenbeschuß deponiert wird. Da diese im wesentlichen aus Kohlenstoff besteht, liegt die Annahme nahe, daß sich auf der ersten Wand während des Betriebes der Fusionsanlage Siliziumkarbid bildet und dadurch eine Wandveränderung während der "Kühlung" stattfindet.

Siliziumkarbid hat eine Reihe von herausragenden Merkmalen in Bezug auf eine Fusionsanlage /31/. Daher ist die weitere Untersuchung der Eignung von Silizium als Verunreinigungsatomart zur Randschichtkühlung hochinteressant. Als Beitrag zur Klärung der oben genannten Problematik wurden innerhalb der vorliegenden Arbeit Untersuchungen von unter Ionenbeschuß deponiertem Silizium auf Kohlenstoffsubstraten in einem für die Fusionsanlage interessanten Temperaturbereich (Zimmertemperatur bis unterhalb von 1100 K) vorgenommen.

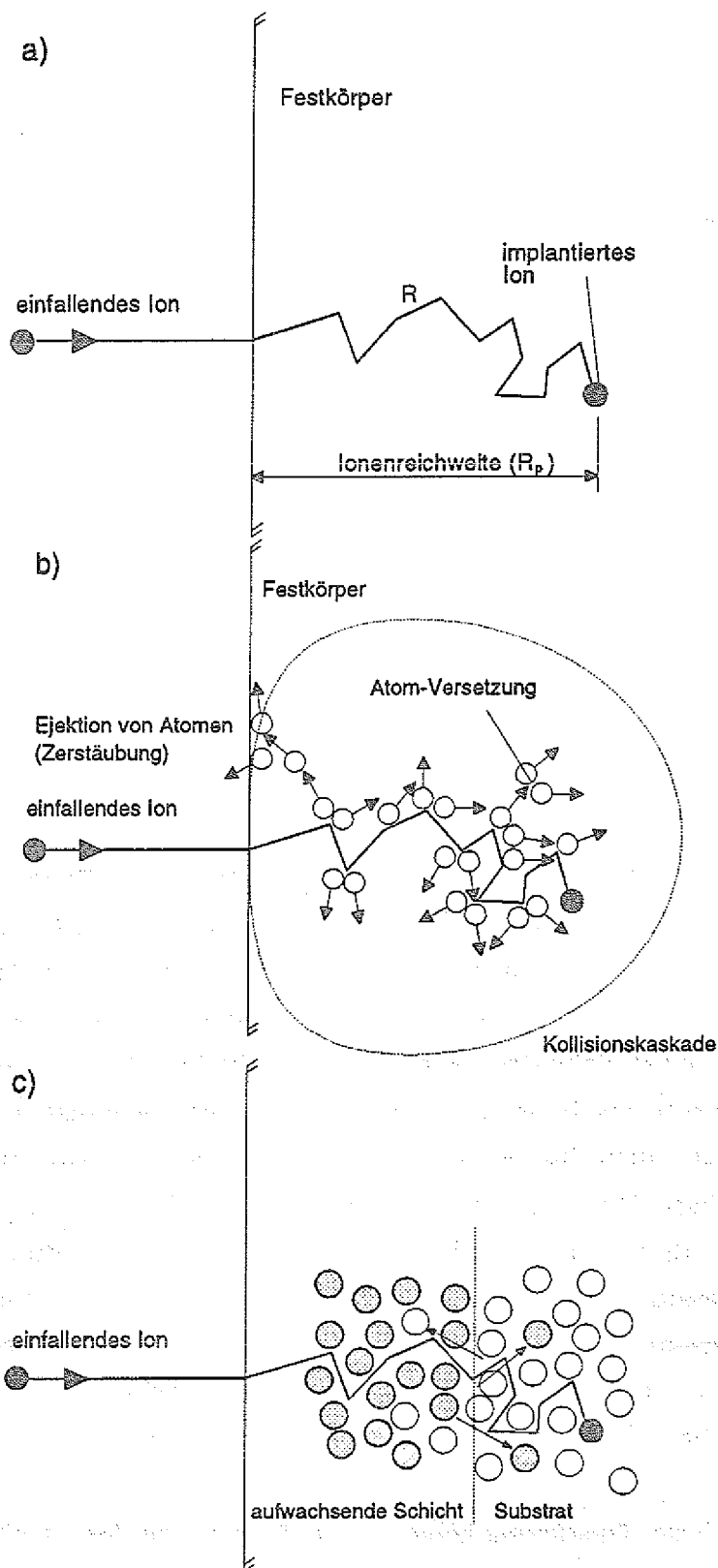
2.3 Ionen-Festkörper-Wechselwirkung

Beim Aufprall eines energiereichen Ions auf einen Festkörper kommt es zur Wechselwirkung mit den auf der Oberfläche befindlichen Atomen und den oberflächennahen Atomlagen des Substrates. Das Ion dringt in den Festkörper ein und wird in diesem implantiert, es sei denn es wird derart gestreut, daß es den Festkörper wieder verlassen kann, d.h. reflektiert wird. Durch einen Primärstoß des einfallenden Ions mit einem z.B. auf der Oberfläche befindlichen Atom kann letzteres weit in den Festkörper hineingeschossen werden. Dieser Prozeß ist relativ selten im Vergleich zur Implantation des Ions. Diese Prozesse führen zur Umordnung der Atome in oberflächennahen Bereichen (Ionenstrahlmischen) und zur Teilchenemission (Zerstäubung) aus der Oberfläche. Die Energieübertragung vom Ion zum Festkörper erfolgt dabei durch zwei voneinander unabhängige Prozesse /32/:

- elastische Zusammenstöße des Ions mit den Kernen der Substratatom (nukleare Stöße), auf die ein Teil der Energie des Ions übertragen wird, und
- inelastische Zusammenstöße mit den Elektronen der Substratatom.

Durch die elastische Wechselwirkung wird das Ion aus seiner Bahnrichtung gelenkt und beschreibt einen Polygonzug (siehe Abb. 2.3 a)). Die dabei zurückgelegte Bahn des Ions wird Reichweite R und die Projektion dieser Distanz auf die Einfallsrichtung des Ions (mittlere) projizierte Reichweite $R_p < R$ genannt. Letzteres stellt jene Größe dar, die im allgemeinen mit Ionenreichweite bezeichnet wird (siehe Abb. 2.3 a)). Das Ion kommt also in einer Tiefe R_p zur Ruhe. Bei einer großen Ionenstrahldosis [Ionen/cm²] führt die Ionenimplantation zum Aufbau eines Konzentrationsprofils von Atomen der verwendeten Ionenart. Auf diese Weise ist eine Konzentrationsveränderung im oberflächennahen Bereich möglich. Beim Eindringen in den Festkörper entstehen durch die Kollision des Ions mit Substratatom energiereiche Rückstoßatom. Diese erzeugen wiederum eine Vielzahl von Rückstoßatom, die kleine Verlagerungen der Substratatom in nahezu alle Richtungen zur Folge haben. Dieser Prozeß wird Kollisionskaskade genannt (siehe Abb. 2.1 b)). Er hat eine Lebensdauer von 10^{-13} bis 10^{-11} s.

Stöße im Bereich der Oberfläche können dazu führen, daß Atome einen Impulsübertrag erhalten, der es ihnen erlaubt, den Festkörper zu verlassen (siehe Abb. 2.3 b)). Dieser im wesentlichen durch die Kollisionskaskade verursachte Prozeß der Zerstäubung (engl. sputtering) ist für die Ionenstrahlgestützte Deposition von entscheidender Bedeutung und wird daher in Kapitel 2.3.2 näher beschrieben.

**Abb. 2.3**

Beim Ionenbeschuss auftretende Prozesse, schematisch. a) Ionenbahn, Ionenreichweite, b) Kollisionskaskade, Zerstäubung und Atomversetzung und c) Ionenstrahlmischen.

Jene Ionen, die beim Eindringen in das Substrat so stark gestreut werden, daß sie den Festkörper wieder verlassen können, werden rückgestreute Ionen genannt. Die in der Kollisionskaskade erzeugten Rückstoßatome, die genug Energie haben, um weitere Rückstoßatome zu erzeugen, können weite Distanzen im Vergleich zum Gitterabstand zurücklegen. Der resultierende Umverteilungsprozeß führt zur Mischung der Atome in oberflächennahen Atomlagen des Substrates und wird Ionenstrahlmischen genannt. Liegt z.B. die Grenzfläche einer aufwachsenden Schicht und des Substrates im Bereich der Ionenreichweite, so kommt es zum Ionenstrahlmischen der beiden Atomarten (siehe Abb. 2.3 c)). Es wird allgemein davon ausgegangen, daß dieser Prozeß für die erhöhte Haftfestigkeit der Ionenstrahlgestützt deponierten Schichten verantwortlich ist.

Die Kollisionskaskade kann als ein Bereich erhöhter Dichte von Leerstellen, umgeben von einer Zone erhöhter Dichte von Zwischengitteratomen, angesehen werden. Das heißt, die Kaskade ist in ihrem Inneren "heißer" als in ihrem Außenbereich. Innerhalb des Kaskadenvolumens gibt es, nach dem Abklingen der Kaskade, Gradienten aus erzeugten Leerstellen und Zwischengitteratomen. Diese Gradienten sind die treibenden Kräfte für nachfolgende Diffusionsprozesse. Letztere können durch die Temperatur des Festkörpers beeinflußt (aktiviert) werden.

In Abhängigkeit von der Ionenenergie, dem Einschußwinkel sowie von den Massen der Stoßpartner, lassen sich verschiedene Wechselwirkungen mit der Festkörperoberfläche nutzen:

- Bei Ionenenergien von einigen 10 eV bis einigen 100 eV (sehr kleine Energien) können die Ionen nur eine bzw. einige Atomlagen weit in den Festkörper eindringen. In diesem Energiebereich wird die Energie also nur in die obersten Lagen des Substrates deponiert. Daher eignen sich solch kleine Energien für Ionenstrahlgestützte Depositionen, in denen es vor allem darauf ankommt, so wenig Schäden wie möglich im Substrat zu erzeugen.
- Bei Ionenenergien in der Größenordnung von 0.5 keV bis 20 keV (niederenergetische Ionen) tritt vor allem der Zerstäubungsprozeß auf, ein Grund, weshalb Ionenstrahlen in diesem Energiebereich oft für Analyseverfahren zur Aufnahme von Konzentrations-Tiefenprofilen oder für Schichtabscheideprozesse mittels Ionenstrahlzerstäuben eingesetzt werden.
- Ionenenergien über 20 keV (mittlere und hohe Ionenenergien) führen dazu, daß nur wenige oberflächennahe Atome angeregt werden, d.h. die Energiedeposition in diesem Bereich ist gering. Die Ionen dringen tief in das Substrat ein. Aus diesem Grund

werden solche Energien bei Ionenimplantationen verwendet. Für die Ionenstrahlgestützte Deposition sind diese hohen Ionenenergien nicht geeignet. Sie sind dann notwendig, wenn eine bereits deponierte Schicht mit dem darunterliegenden Substrat vermischt werden soll (statische Ionenstrahlmischung). Gleiches gilt auch für Mehrlagenschichten, die mit dem Ionenstrahl derart vermischt werden können, daß homogene Legierungen mit einer auf anderen Wegen nicht erreichbaren Zusammensetzung hergestellt werden können*. Trotz dieses Vorteils muß mit der gleichzeitig stattfindenden Zerstäubung gerechnet werden, die immer einen Schichtabtrag zur Folge hat. Letzteres schränkt die genannte Vorgehensweise stark ein.

Für die Ionenstrahlgestützte Deposition von Schichten, in denen der Ionenbeschuß zur Energiedeposition in die aufwachsende Schicht verwendet wird, sind Ionenenergien im Bereich einiger 10 eV bis zu 2 keV wichtig. Dabei spielt der Einschußwinkel der Ionen eine wichtige Rolle, da sich der Kaskadenbereich bei schrägem Einschuß näher an der Oberfläche befindet als beim senkrechten Beschuß. Ein direktes Indiz dafür ist, daß es in diesen Fällen zu einer erhöhten Zerstäubung kommt (siehe Kapitel 2.2.2). An dieser Stelle ist festzuhalten, daß kleine Energie und schräger Einfall der Ionen die Energiedeposition in den oberflächennahen Bereich erhöhen.

Die verschiedenen Ioneninduzierten Effekte lassen sich in drei Zeitstufen einteilen /33/.

- Die "momentane Stufe", jene Zeit, in der sich die Kollisionskaskade bildet (10^{-13} - 10^{-12} Sekunden).
- "Die thermische Spike-Stufe": Diese Stufe beschreibt jenen Zustand am Ende einer Kollisionskaskade, wenn die Geschwindigkeit der sich bewegenden Atome sich einer Boltzmannverteilung nähert. In diesem Zustand kann wieder von Temperatur gesprochen werden. Die Energie der sich bewegenden Atome wird über die kollektive Gitterschwingung verteilt. Dieser Prozeß dauert 10^{-11} bis 10^{-10} Sekunden.
- "Die Relaxationsstufe", in der sich wieder eine gleichförmige Temperatur im Festkörper eingestellt hat. Innerhalb dieser "Stufe" kommt es zu den sogenannten Nachfolgeprozessen, wie z.B. zum Ausgleich von Defektdichten, die während des Beschusses erzeugt wurden.

Wegen der sehr kurzen Dauer der ersten beiden Stufen kann die zeitaufgelöste Beobachtung dieser Vorgänge z.Z. nicht erfolgen. Lediglich der Gesamteffekt kann gemessen werden, jedoch ist dieser abhängig von den stattfindenden Nachfolgeeffekten /33/.

* Der Vorteil solcher Verfahren liegt darin, daß nahezu beliebige Schichtzusammensetzungen erzielt werden können.

2.3.1 Reichweite und Energiedeposition

Die Bemühungen um eine theoretische Beschreibung der Effekte, die während des Ionenbeschusses eines Festkörpers ablaufen, sind durch unterschiedliche Ansätze bezüglich der Höhe der Ionenenergie und der Beschaffenheit der beschossenen Festkörper charakterisiert. Wichtig für die theoretische Behandlung des Ionenbeschusses ist die Frage nach der zu beschreibenden Wirkung: z.B. ob die Theorie quantitative Aussagen über die Zerstäubungsausbeute und die Anzahl der verursachten Strahlenschäden liefert, oder ob sie den Prozeß der atomaren Relokationen während des Ionenbeschusses (Ionenstrahlmischen) beschreiben soll. Die im folgenden gemachten Aussagen beziehen sich auf amorphe Festkörper, die von Ionen kleiner bis mittlerer Energie (0.5 bis 10 keV) beschossen werden.

Die gemachten Einschränkungen bezüglich der Energie der Ionen erlaubt die Behandlung der Ionen-Festkörper-Wechselwirkung im sogenannten Bereich der linearen Kaskaden (siehe hierzu *Sigmund* /34/). Dieses Regime ist charakterisiert durch binäre Ion-Atom- oder Atom-Atom-Kollisionen, wobei das angestoßene Teilchen anfänglich in Ruhe ist. Zur Beschreibung der Kollisionen wird die klassische Dynamik angewandt. Die Anregung oder Ionisation der Atome beeinflusst nur als Energiesenke die Kollisionsdynamik. Die Statistik eines Kollisionsereignisses wird durch einen Kollisionsquerschnitt σ (Streuquerschnitt) beschrieben. Betrachtet man ein Ion, das einen Tiefenbereich Δz [cm] in einem Substrat der Teilchendichte N [Atome/cm³] durchdringt, so beschreibt die Größe $N \cdot \Delta z \cdot \sigma$ die mittlere Anzahl der in diesem Tiefenbereich stattfindenden Kollisionen eines Ions, die durch σ charakterisiert sind /35/. Dabei ist σ die effektive Fläche für das Eintreten des Streuereignisses. Wie oben beschrieben, ist das lineare Kaskaden-Regime durch binäre Stöße zweier Teilchen charakterisiert, wobei eines davon ursprünglich in Ruhe ist. Demzufolge ist für dieses Regime wichtig sicherzustellen, daß sich keine Mehrfachstöße von sich bewegenden Atomen in der Kaskade ereignen, d.h. die mittlere Anzahl der stattfindenden Kollisionen pro Atom muß viel kleiner als eins sein.

Wie im vorherigen Kapitel erwähnt wurde, erfolgt der Abbremsvorgang eines Ions im Festkörper durch die elastischen Stöße mit den Targetatomkernen und die inelastischen Stöße mit den Elektronen der Targetatome. Durch diese beiden Energieverlust-mechanismen erfährt ein Ion der Energie E in einer Tiefe z im Substrat einen Energieverlust $-dE/dz$, der sich näherungsweise additiv aus beiden Prozessen zusammensetzt. Es gilt

$$-dE/dz = (-dE/dz)_n + (-dE/dz)_e, \quad (2.2)$$

wobei die Indizes n und e den nuklearen bzw. elektronischen Energieverlust bezeichnen. Die negativen Vorzeichen bedeuten konventionsgemäß einen Energieverlust. Diese Zweiteilung der Energiebeschreibung geht bis zur Mitte dieses Jahrhunderts zurück /36/. Der direkte Energietransfer zu den Elektronen ist ineffizient, da deren Masse viel geringer ist als jene des einfallenden Ions.

In Gl. (2.2) ist dE/dz der mittlere Energieverlust pro Einheit des zurückgelegten Weges. Gemäß der Theorie von *Lindhard, Scharff* und *Schiøtt* (LSS-Theorie) /37/ wird der mittlere Energieverlust (dE/dR) pro Einheit der zurückgelegten Bahnlänge R definiert durch

$$\frac{dE}{dR} = N \cdot S = N \int T d\sigma \quad (2.3)$$

N : Anzahl der Streuzentren (Dichte) pro Einheitsvolumen

S : Brems-Wirkungsquerschnitt pro Streuzentrum

$d\sigma$: differentieller Wirkungsquerschnitt für einen Energieübertrag T .

Die Reichweitenbestimmung der einfallenden Ionen ist durch die Integration der Gleichung (2.3) gegeben:

$$R(E) = \int_E^0 \frac{-dE'}{(dE'/dR)} = \frac{1}{N} \int_0^E \frac{dE'}{S(E')} \quad (2.4)$$

Die zwei vorangegangenen Gleichungen bieten eine einfache Verbindung zwischen der Reichweite, dem spezifischen Energieverlust und dem differentiellen Wirkungsquerschnitt.

Energieverlust des Ions durch elastische Stöße

Für die Ionenstreuung ist der abstoßende Teil des Wechselwirkungspotentials zweier Atome im Festkörper von Bedeutung. Dieser Teil kann durch ein Potenz-Potential beschrieben werden /37-39/:

$$V(r) = C_1 \cdot r^{-1/m} \quad (2.5)$$

mit $0 < m < 1$, C_1 einer Konstanten und r dem interatomaren Abstand. Für m werden mit steigender Energie der einfallenden Ionen standardmäßig die Werte 0, 1/4, 1/3, 1/2 und 1 verwendet [38].

In einer klassischen Behandlung des Streu- und Energieverlustprozesses kann für ein bekanntes Wechselwirkungspotential $V(r)$ (abgeschirmte Coulomb-Wechselwirkung) der Energieübertrag T als Funktion der Energie und des Stoßparameters bestimmt werden ($T = T(E, p)$), woraus dann der Stoßparameter $p = p(E, T)$ ermittelt wird. Der Stoßparameter hängt mit dem differentiellen Wirkungsquerschnitt folgendermaßen zusammen [40]:

$$2\pi \cdot p dp = d\sigma_n(E, T) \quad (2.6)$$

- p : Stoßparameter,
 $d\sigma_n$: differentieller Wirkungsquerschnitt für den Energieübertrag im Energieintervall $[T, T + dT]$,
 T : im Einzelstoß übertragene Energie ($T \leq \gamma E = 4M_1 \cdot M_2 / (M_1 + M_2)^2 E = T_{\max}$;
 M_1 = Masse des einfallenden Ions ; M_2 = Masse der Targetatome).

Der differentielle Wirkungsquerschnitt $d\sigma_n$ wird also über den Stoßparameter p bestimmt. Dieser ist mit der im Einzelstoß übertragenen Energie T und dem Wechselwirkungspotential $V(r)$ verknüpft. Mit Hilfe des Potenz-Potentials erhält man näherungsweise den sogenannten Potenz-Querschnitt:

$$d\sigma_n = C \cdot E^{-m} \cdot T^{-1-m} \cdot dT, \quad (2.7)$$

wobei C eine Konstante ist, die von den Massen und den Ordnungszahlen der Stoßpartner abhängt. Mit diesem Wirkungsquerschnitt erhält man für den nuklearen Energieverlust:

$$\left(\frac{dE}{dz} \right)_n = \frac{C \cdot N \cdot \gamma^{1-m} \cdot E^{1-2m}}{1-m} \quad (2.8)$$

Energieverlust des Ions durch inelastische Stöße

Nach *Lindhard* und *Scharff* [41] ist der elektronische Energieverlust im Bereich kleiner Ionenenergien (keV) proportional zur Geschwindigkeit der Ionen:

$$(dE/dz)_e = k \cdot E^{1/2} \quad (2.9)$$

wobei k eine Konstante ist, die von den Atomgewichten und den Ordnungszahlen von Ion und Substratom abhängt.

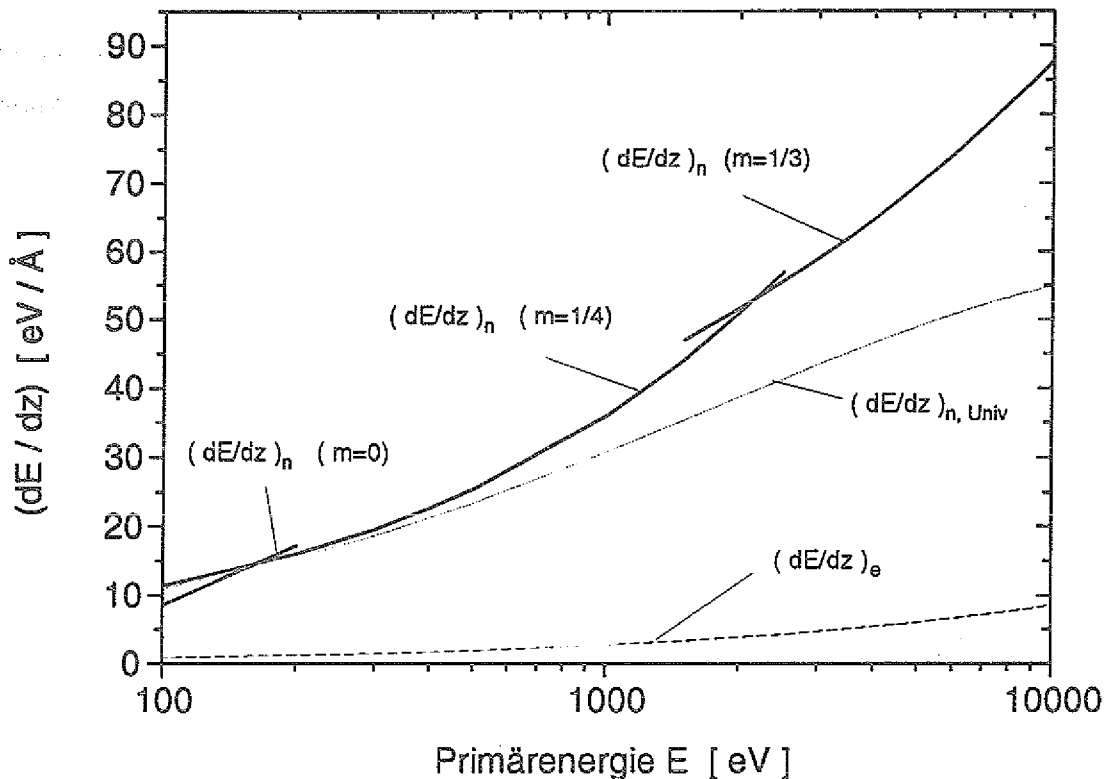


Abb. 2.4

Nuklearer und elektronischer Energieverlust für $\text{Ar}^+ \rightarrow \text{Si}$ als Funktion der Primärenergie der Ar^+ -Ionen. Die gestrichelte Linie beschreibt den elektronischen Energieverlust. Die durchgezogenen Linien stellen den nuklearen Energieverlust für verschiedene Werte von m ($m=0$, $m=1/4$ und $m=1/3$) dar. Diese Kurven sind in dem Bereich ihrer Gültigkeit eingetragen. Die gepunktete Linie entspricht dem mit Hilfe des sogenannten "Universal Potential" [40] berechneten nuklearen Energieverlust.

Der Beitrag der inelastischen Wechselwirkung zum Energieverlust der einfallenden Ionen ist in dem oben genannten Energiebereich wesentlich kleiner als der Beitrag durch die elastische Wechselwirkung, wie aus Abb. 2.4 zu entnehmen ist und bleibt daher unberücksichtigt. Die dargestellten Energieverlust-Kurven gelten für ein Ar^+ -Ion, das auf Silizium ($\text{Ar}^+ \rightarrow \text{Si}$) einfällt.

Für Ar^+ -Ionen mit Energien im Bereich von 0,5 keV bis 1,2 keV ist in Gl. (2.8) $m=1/4$ verwendet worden, um den nuklearen Energieverlust zu berechnen. Für höhere Energien ist $m=1/3$ gesetzt worden. Wie aus der Abb. 2.4 zu entnehmen ist, gibt es eine relativ gute Übereinstimmung der Potenz-Potential-Ergebnisse für $m=1/4$ mit der Energie-

verlustkurve, die mit Hilfe des von *Ziegler, Biersack* und *Littmark* [40] eingeführten "Universal Potential" bestimmt worden ist.

Unter der Verwendung von Gl. (2.4), wobei für den Energieverlust das nukleare Bremsvermögen eingesetzt wird, das mit Hilfe des Potenz-Potentials berechnet wurde (Gl. (2.8)), erhält man die mittlere Reichweite der Ionen im Festkörper:

$$R(E) = \int_E^0 \frac{-dE'}{(dE/dz)_n} = \frac{(1-m) \cdot \gamma^{m-1} \cdot E^{2m}}{N \cdot C \cdot 2m} \quad (2.10)$$

Für ein Ar^+ -Ion der Energie 500 eV ($m = 1/4$), das auf ein Si-Substrat einfällt, beträgt die Reichweite unter Anwendung obiger Gleichung 40 Å, für ein Ar^+ -Ion mit einer Primärenergie von 5 keV ($m = 1/3$) 98 Å. Fällt ein wesentlich schwereres Ion, wie Xe^+ , auf Silizium, so dringt es gemäß Gl. (2.10) bei 0,5 keV 35 Å und bei 5 keV 65 Å tief ein.

Mit dem oben erläuterten Formalismus kann relativ leicht ein Wert für die Ionenreichweite und das nukleare Bremsvermögen errechnet werden. Wird das "Universal Potential" zur Berechnung des nuklearen Bremsvermögens verwendet, liegt die größtmögliche Abweichung der errechneten Größen höchstens bei einem Faktor 2 [40]. Leider ist der Mittelwert des Energieverlustes (Gl. (2.8)) keine geeignete Größe für die Beschreibung der im oberflächennahen Bereich abgegebenen Energie. Zum einen wird die in einem Tiefenbereich Δz abgegebene Energie weiter in den Festkörper verteilt (Ausbildung der Kaskade aufgrund von energetischen Rückstoßatomen). Zum anderen kann durch stark gestreute Primärionen und durch in Richtung der Oberfläche gestreute energiereiche Rückstoßatome erneut Energie in den oberflächennahen Bereich deponiert werden. Die Grundfrage zur Energiedeposition eines Ions in einen Festkörper lautet: In welchem Volumen V wird die durch das Ion eingebrachte Energie E verteilt? Innerhalb der linearen Kaskadentheorie kann in einer groben Näherung das Volumen, in dem die Energie E des einfallenden Ions deponiert wird, als R^3 angenommen werden, wobei R die mittlere Reichweite des Ions im Festkörper ist. Somit ist die Energiedeposition durch E/R^3 charakterisiert. Aus dieser einfachen Überlegung heraus kann folgender Schluß gezogen werden: wird die Energie des einfallenden Ions E *kleiner* dann wird auch die Eindringtiefe R *kleiner* aber die deponierte Energiedichte *größer*. Letzteres wird klar beim betrachten der Energieabhängigkeit der Reichweite ($R \propto E^{1/2}$ für $m = 1/4$ oder $R \propto E^{2/3}$ für $m = 1/3$, siehe Gl. (2.10)). Um Energie in den oberflächennahen Bereich zu deponieren, muß zu kleinen Beschußenergien (≤ 1 keV) übergegangen werden. Es muß jedoch geachtet werden, daß die Anwendbarkeitsgrenzen der Theorie auf der Basis der

linearen Stoßkaskaden nicht überschritten werden. Wird nämlich die Primärenergie derart drastisch reduziert, daß Vielteilchenprozesse eine große Rolle spielen, so verliert diese Theorie ihre Anwendbarkeit. Dieses ist speziell dann der Fall, wenn Ionen hoher Masse auf Targets mittlerer Masse in großer Anzahl (hohe Ionenstromdichte) einfallen. Wenn keine großen Massenunterschiede ($\leq$ Faktor 2) der Stoßpartner zu verzeichnen sind, sowie übliche Ionenstromdichten ($\leq 10^{16}$ Ionen/cm²·s) verwendet werden, so kann in den günstigsten Fällen die lineare Beschreibung der Stoßkaskaden bis hinunter zu ca. 100 eV Ionenenergie erfolgen.

Einer der Ansätze zur Beschreibung der Energiedeposition in einem amorphen Targetmaterial ist die Abschätzung der durch eine Kollisionskaskade erzeugten Anzahl von Frenkel-Paaren (Leerstelle-Zwischengitteratom) auf der Basis des von *Kinchin* und *Pease* /42/ entwickelten Modells. Der darin entwickelte Algorithmus setzt voraus, daß sich die Atome wie harte Kugeln verhalten und die Anzahl der versetzten Atome bei jedem Stoß verdoppelt und die mittlere kinetische Energie halbiert wird. Wenn die mittlere Energie Werte erreicht, die kleiner als $2E_d$ sind, hört die Stoßsequenz auf. E_d ist die Schwellenergie für den Versetzungsprozeß. Diese ist jene Energie, die aufgebracht werden muß, um ein Atom aus seinem angestammten Platz im Festkörper zu befreien. Der Wert dieser Energie hängt von den am Ort des Atoms herrschenden Bindungsverhältnissen ab und ist somit unterschiedlich für verschiedene Elemente. Um ein Frenkel-Paar zu erzeugen, muß das stoßende (Projektil-) Atom nach dem Kollisionseignis (Erzeugung des Rückstoßatoms) genug Energie besitzen, um dem erzeugten Leerstellenplatz zu entkommen. Die Anzahl der erzeugten Frenkel-Paare ist gemäß dem Modell von *Kinchin* und *Pease* gegeben durch:

$$\begin{aligned} n_d(E) &= 0 && \text{bei } 0 < E < E_d \\ n_d(E) &= 1 && \text{bei } E_d < E < 2E_d \\ n_d(E) &= E/2E_d && \text{bei } E > 2E_d \end{aligned} \quad (2.11)$$

Nach *Robinson* /43/ und *Sigmund* /44/ kann bei der Erzeugung von Frenkel-Paaren eine Unterteilung der Versetzungswahrscheinlichkeit in Abhängigkeit von den Energien nach dem Stoß, der Projektilatom-Energie E_1 und der Rückstoßatom-Energie E_0 gemacht werden (siehe Abb. 2.5).

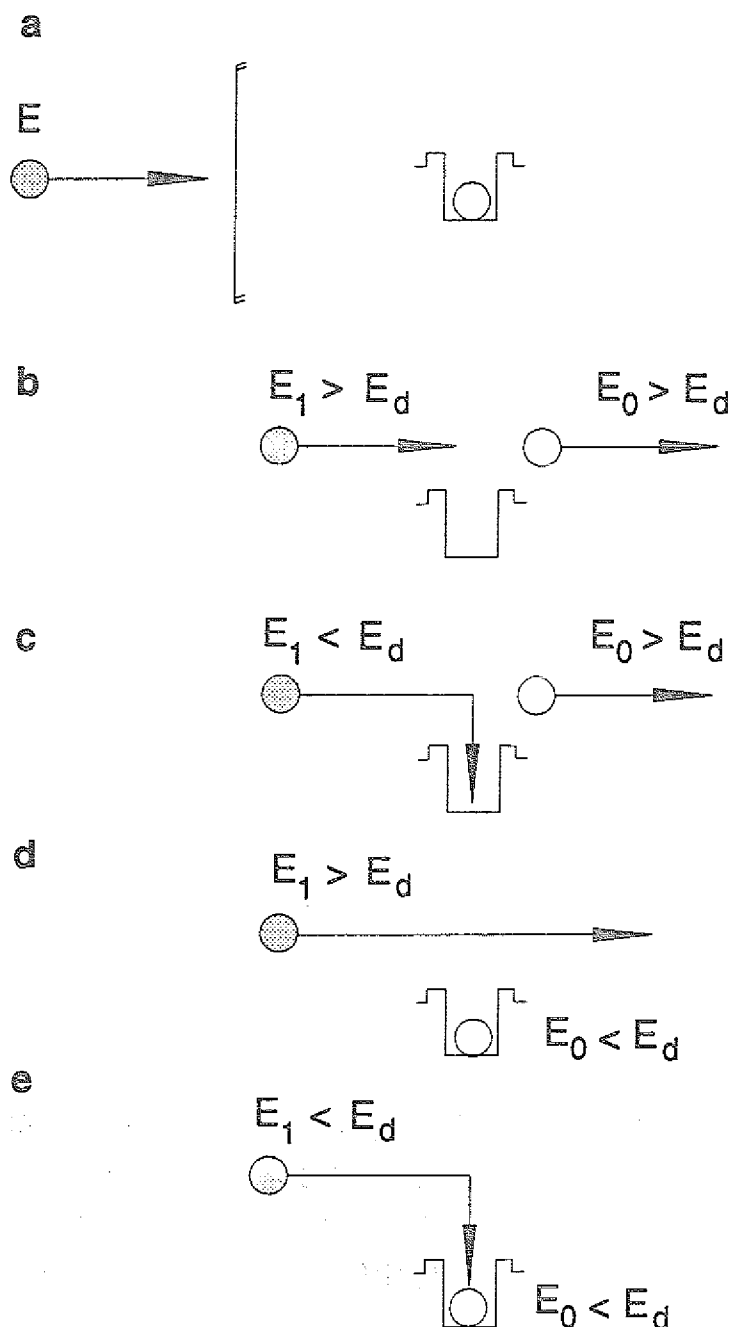


Abb. 2.5

Schematische Darstellung der Versetzungswahrscheinlichkeit in Abhängigkeit von der Projektilatom-Energie E_1 und der Rückstoßatom-Energie E_0 . Das Projektil ist durch einen gepunkteten Kreis gekennzeichnet.

Ausgegangen wird dabei von einem Ion der Energie E , das auf ein Target einfällt (Situation a). Im Target befindet sich ein Atom an seinem angestammten Platz (gekennzeichnet durch eine kastenförmige Potentialmulde). Im Laufe der Entwicklung der Kollisionskaskade kann es zu folgenden vier Ereignissen kommen:

- 1) Das Projektilatom besitzt nach dem Stoß genug Energie E_1 , um zusammen mit dem Rückstoßatom der entstandenen Leerstelle zu entkommen (Situation b). Das Projektil hat durch den Stoß zwar Energie verloren, aber es gibt nun zwei Projektilatome und eine Leerstelle im Festkörper. Diese Art von Stoß nennt man einen *wahren* Versetzungsstoß (engl. displacement collision)
- 2) Hat das Projektilatom nach dem Stoß nicht genug Energie, um der entstandenen Leerstelle zu entkommen, so spricht man von einem Ersetzungsstoß (Situation c, engl. replacement collision).
- 3) Wenn das Rückstoßatom durch den Stoß nicht genug Energie (kleiner E_d) erhält, um dem angestammten Platz zu entkommen, und das Projektilatom besitzt nach diesem Stoß weiterhin genug Energie (größer E_d), um andere Rückstoßatome zu erzeugen, so hat nur ein Energieverlust des Projektilatoms stattgefunden (Situation d).
- 4) Hat das Projektilatom nicht genug Energie, um weitere Versetzungen zu erzeugen, so kommt es zur Ruhe, d.h. ein Zwischengitterplatz wird besetzt (Situation e).

Sigmund /45, 38/ hat gezeigt, daß die Gesamtanzahl der wahren Versetzungen (ohne Ersetzungsstöße) gegeben ist durch

$$n_d(E) = 0.42 \cdot E/E_d \quad (2.12)$$

Die leichte Abweichung vom Kinchin-Pease-Modell (0.42 statt 0.5) rührt daher, daß die Anzahl der Ersetzungsstöße in obiger Gleichung fehlen und kein echtes Harte-Kugel-Modell angewendet wurde. Die durch die Gl. (2.11) und (2.12) gemachten Abschätzungen über die Anzahl der erzeugten Versetzungen gelten für ein homogenes Target. Für ein Gemisch aus verschiedenen Elementen sind auch verschiedene Versetzungsenergien E_d in Abhängigkeit von den Atomarten, die das gestoßene Atom umgeben, anzusetzen.

Im allgemeinen hat man es mit einer großen Anzahl von Ionen zu tun, die auf ein Substrat einfallen, wobei sie stark unterschiedliche Bahnen (Polygonzüge) zurücklegen. Man benötigt daher eine statistische Beschreibung der *Verteilung* der Endpositionen der Ionen (Reichweitenverteilung) und eine Energieverlustverteilung. Das Eindringen von Teilchen in einen Festkörper ist ein statistischer Prozeß. So ist es kaum wahrscheinlich, daß zwei gleichartige Ionen, die auf ein homogenes Target einfallen, die gleiche Stoßsequenz durchlaufen. Ein Überblick über die Statistik des Eindringens von geladenen Teilchen in Festkörper ist kürzlich von *Sigmund* /46/ erarbeitet worden. Die statistische

Beschreibung der Teilchenpenetration beruht auf Transportgleichungen /47, 48/, Monte Carlo Techniken /49, 50/ oder der Simulation von Ionentrajektorien /51/. Auf das Formelwerk der Transportgleichungen sowie auf die Simulation von Ionentrajektorien wird innerhalb dieser Arbeit nicht eingegangen.

Für den Experimentator ist es in erster Linie wichtig, die Größe der einzelnen Prozesse des Ionenbeschusses (z.B. Reichweite und Energiedeposition), die zu berücksichtigen sind, abschätzen zu können. Daher wurde in den oben gemachten Ausführungen auf die detaillierte analytische Beschreibung aufgrund von Transportgleichungen verzichtet. Die größte Quelle an Informationen für die Auslegung von Experimenten sind Simulationsprogramme. Rechnersimulationen sind Rechnerexperimente, in denen eine hohe Anzahl von Ionen in ein Modelltarget injiziert werden und der Abbremsvorgang jedes einzelnen Ions verfolgt wird, bis das Ion stehenbleibt oder eine untere Energieschwelle (typischerweise einige eV) erreicht. Berechnete Werte des Energieverlustes und der Positionen, wo Kollisionen stattfinden und wo Ionen stehenbleiben, werden festgehalten und in Histogrammform ausgegeben.

Das am meisten verbreitete Simulationsprogramm für die Teilchenpenetration in amorphen Targets ist das TRIM-Programm /52/. Es handelt sich dabei um ein Programm auf der Basis von Monte Carlo Rechnungen. Grundsätzlich wird durch einen Zufallsgenerator der nächste Stoßpartner des energetischen Atoms ermittelt. Diese Ermittlung ist derart mit einer freien Flugstrecke und einem Stoßparameter gekoppelt, daß sie der Dichte des Targets entsprechen. Die freie Flugstrecke der Projektile wird optimiert. Diese Optimierung sorgt dafür, daß zum einen eine genügend große Anzahl von Stößen erfolgt, um genau zu sein (Statistik), und zum anderen nicht viele Stöße eingegangen werden, die nur eine geringe Streuung zur Folge haben. Es wurde ein relativ hoher Aufwand getrieben, um den Streuwinkel in den elastischen Stößen genau berechnen zu können. Eine sogenannte "magische Formel" /40/ ist entwickelt worden, um den Streuwinkel aus der Ionenenergie, dem Stoßparameter und dem interatomaren Potential berechnen zu können. TRIM verwendet das "Universal Potential". Ansonsten fliegen die Ionen auf geraden Bahnen unter Berücksichtigung des elektronischen Energieverlustes von einem Stoß zum anderen. Das TRIM-Programm liefert Resultate, die vergleichbar sind mit jenen der Transporttheorie, vorausgesetzt, es wurden die gleichen Eingabedaten verwendet /46/. Angesichts der Tatsache, daß die Transporttheorien auf unendlichen und homogenen Medien beruhen, liegt der wesentliche Vorteil der Simulationsprogramme in der Möglichkeit, heterogene Targetzusammensetzungen, Oberflächen und Mehrschichtsysteme behandeln zu können.

In Abb. 2.6 ist ein kleiner Überblick der durch ein "Standard TRIM-Programm" lieferbaren Histogramme für den konkreten Fall des Ar^+ -Beschusses von Silizium (500 eV; $\theta = 45^\circ$) gezeigt. In der Darstellung a ist die Reichweitenverteilung der einfallenden Ar^+ -Ionen und der Si-Rückstoßatome gezeigt. Die Darstellungen b und c beinhalten die insgesamt stattfindenden Ersetzungsstöße bzw. die erzeugten Leerstellen (aufgeschlüsselt nach der Atomart, die sie erzeugt haben). In der Darstellung d ist der Energieübertrag in den Versetzungsstößen von Ar- und Si-Atomen dargestellt.

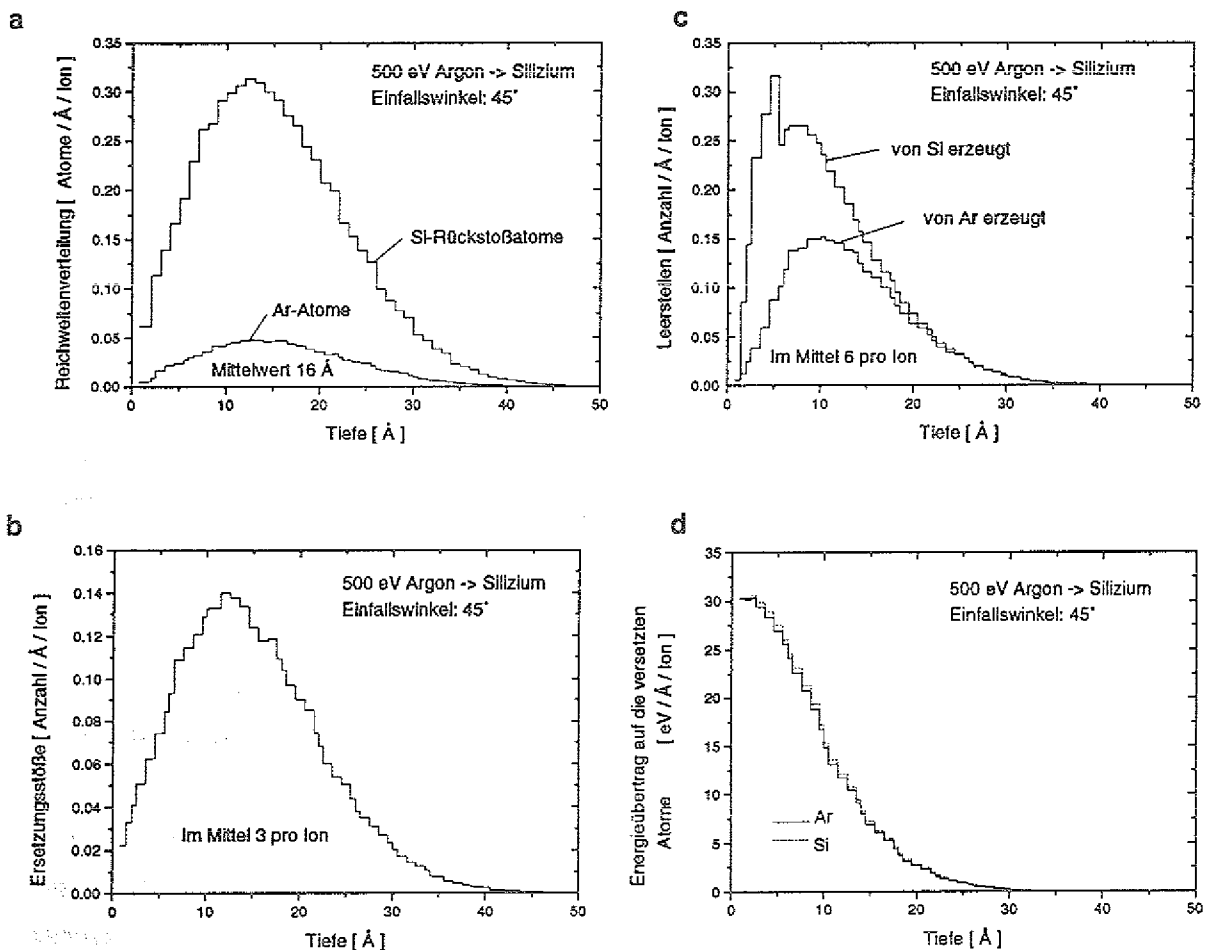


Abb. 2.6

Aus TRIM-Rechnungen erhaltene Histogramme des Ionenbeschusses von Ar^+ auf Si mit einer Energie von 500 eV und unter einem Einfallswinkel von 45° zur Probennormalen.

2.3.2 Zerstäubung

Das durch den Ionenbeschuß verursachte Herauslösen von Atomen aus der Oberfläche der beschossenen Targets wird Zerstäubung (engl. sputtering) genannt. Es handelt sich dabei um einen Effekt, der seit dem Anfang des Jahrhunderts bekannt ist*. Dieser Effekt ist in zweifacher Hinsicht wichtig: Zum einen ist er ein fundamentaler Prozeß der Ionen-Festkörper-Wechselwirkung. Er ist das einzige von außen "sichtbare" Resultat der Kollisionskaskade. Zum anderen wird dieser Effekt in Zusammenhang mit Analytiken der Oberflächenphysik ausgenutzt, um Konzentrationsprofile zu erhalten. Bei der Ionenstrahl-gestützten Deposition von Schichten ist dieser Effekt besonders wichtig, weil er grundsätzlich unvermeidbar ist und durch die gezielte Energiedeposition im oberflächennahen Bereich noch zusätzlich verstärkt wird. Die zerstäubten Atome kommen aus den ersten drei Monolagen /53/, so daß die Zerstäubung zur direkten Abtragung der deponierten Atome führt. Die Zerstäubung entscheidet daher, ob es ein effektives Wachstum der Schichten gibt oder nur ein Abtragen des schon vorhandenen Substrates. Der Prozeß der Zerstäubung wird quantitativ durch die Zerstäubungs-ausbeute Y (engl. sputtering yield) beschrieben. Sie gibt die mittlere Anzahl der herausgelösten Atome pro einfallendem Ion wieder (siehe *Sigmund* /34/ für einen historischen Überblick und als Bibliographiequelle). Es ist also für die Ionenstrahl-gestützte Deposition wichtig, die Abhängigkeit der Zerstäubungsausbeute von der Art und Energie des einfallenden Ions sowie von dem Einfallswinkel zur Substratnormalen zu kennen.

Da die Zerstäubung ein wohlbekannter und wohlbehandelter Effekt der Ionen-Festkörper-Wechselwirkung ist (Übersichtsartikel neueren Datums sind z.B. *Oliva* /35/ und *Zalm* /55/), wird an dieser Stelle nur auf das Resultat der statistischen Theorie auf der Basis der linearen Kaskadentheorie eingegangen. Drei verschiedene Situationen werden unterschieden /56/: das "single knockon regime", das "linear cascade regime" und das "spike regime". Der erste Fall beschreibt die Situation kleiner Einfallenergie und/oder kleiner Masse ($M_1 \ll M_2$) oder schräger Einschuß ($\theta \neq 0$) des einfallenden Ions. Es kann zwar zur Ejektion eines Atoms aus der Oberfläche kommen, aber nicht zu einer Kollisionskaskade in der Nähe der Oberfläche da die Energie für die Ausbildung einer solchen nicht zur Verfügung steht. Der dritte Fall beschreibt die Situation hoher Einfallenergie und/oder großer Masse der einfallenden Ionen ($M_1 \gg M_2$). Die Dichte der Rückstoßatome ist so hoch, daß die Mehrheit der Atome in einem bestimmten Volumen in Bewegung ist. Der Festkörper erscheint für kurze Zeit lokal aufgeschmolzen zu sein. Wie oben erwähnt, wird an dieser Stelle nur auf den zweiten Fall, das lineare

* Für diesen Prozeß verwendete Sir J.J. Thomson 1921 das Wort "Spluttering" /54/.

Kaskadenregime, eingegangen, in dem einfallende Ionen die Ausbildung einer Kollisionskaskade bewirken.

Der Ionenbeschuß in einem isotropen Medium punktförmiger Atome der Dichte N erzeugt eine Tiefenverteilung der deponierten Energie $F_D(E, \theta, z)$. E ist die Energie des Projektils, das unter einem Winkel θ zur Oberflächennormalen eingeschossen wird. Durch die Anwendung der Transporttheorie auf die Verteilung der Rückstoßatome kann ein analytischer Ausdruck für die Zerstäubungsausbeute erhalten werden /56/:

$$Y = \Lambda \cdot F_D(E, \theta, z=0) \quad (2.13)$$

mit

$$\Lambda = \frac{3}{4\pi^2 \cdot N \cdot C_0 \cdot U_0} = \frac{0.042}{N \cdot U_0 [\text{\AA}^2]} \quad (2.14)$$

Diesen Ausdruck erhält man nach Integration der Teilchenströme durch eine bei $z=0$ angenommene Oberflächenebene, die mit einer Oberflächenbarriere U_0 (gemessene Sublimationsenergie des entsprechenden Materials) versehen wird. Die deponierte Energie in einer Tiefe $z=0$ des Festkörpers wird innerhalb des linearen Kaskadenregimes durch folgenden Ausdruck bestimmt:

$$F_D(E, \theta, z=0) = \alpha \left(\theta, \frac{M_1}{M_2} \right) \cdot N \cdot S_n(E) \quad (2.15)$$

Der Impulstransferfaktor α hängt von dem Einschußwinkel θ und dem Massenverhältnis ab. Aus Abb. 2.4 ist die Abhängigkeit des nuklearen Bremsvermögens $S_n(E)$ schon bekannt. Die Abhängigkeit der Zerstäubungsausbeute von der Energie des einfallenden Primärions sowie von dessen Masse und Einfallswinkel wird im folgenden anhand von zwei Beispielen illustriert. Die Zerstäubungsausbeute steigt mit der Energie E zu einem breiten Maximum an und fällt bei höheren Energien wieder leicht. In Abb. 2.7 ist ein Vergleich gezeigt zwischen experimentell bestimmten Zerstäubungsausbeuten und solchen, die durch die lineare Kaskaden-Beschreibung (Gl. (2.13)) vorhergesagt werden /57, 58/.

Bis zu einer Primärenergie von 50 keV ist eine gute Übereinstimmung zwischen der Vorhersage der linearen Kaskadentheorie und den experimentell bestimmten

Zerstäubungsausbeuten feststellbar. Wie aus der Abbildung zu entnehmen ist, sind die Zerstäubungsausbeuten für schwerere Ionen (z.B. Xe) höher.

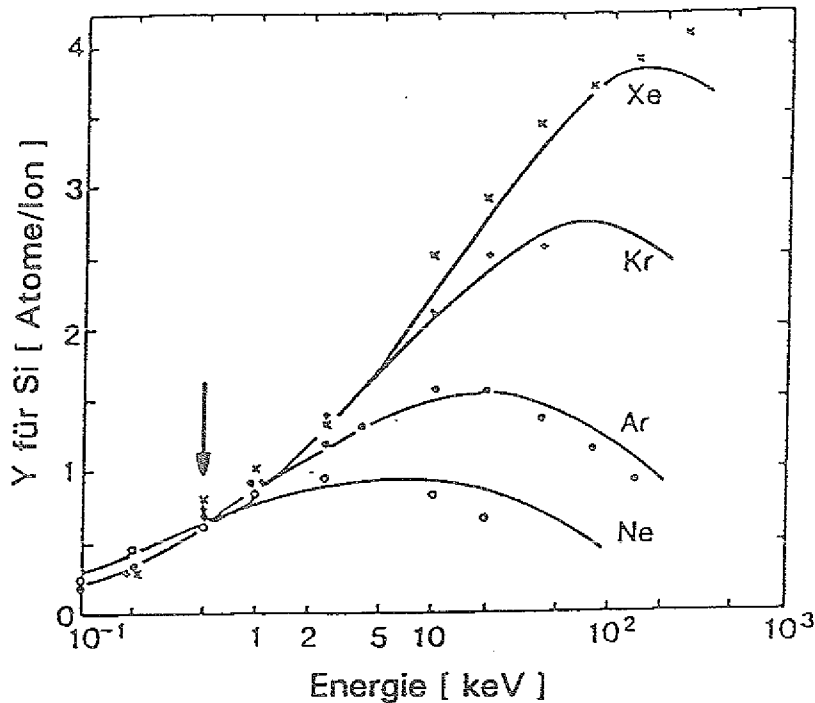


Abb. 2.7

Energieabhängigkeit der Zerstäubungsausbeute von Silizium für den senkrechten Ionenbeschuss mit Ne, Ar, Kr und Xe. Die durchgezogenen Linien sind Vorhersagen der linearen Kaskadentheorie mit $U_0 = 7.8$ eV.

(Daten aus [57, 58])

Durch die hohe Masse erfolgt die Ausbildung der Kollisionskaskade näher an der Oberfläche als das z.B. für ein Ne^+ -Ion der Fall ist (auch die Reichweite von Ne ist höher als diejenige von Xe in Si). Die eben gemachte Aussage wird aber relativiert, wenn man sich den Energiebereich unterhalb 1 keV in Abb. 2.7 betrachtet. Für die ionenstrahlgestützte Deposition bei kleinen Energien ($100 \text{ eV} < E < 1 \text{ keV}$) gilt, daß die Zerstäubungsausbeute von der einfallenden Ionenart weitestgehend unabhängig ist. Wie aus Abb. 2.7 zu entnehmen ist, erhält man bei 500 eV Beschußenergie (Pfeil) und senkrechtem Einfall der Ionen nahezu die gleiche Zerstäubungsausbeute, unabhängig von der verwendeten Ionenart. Nur für He^+ und H^+ ist die Zerstäubungsausbeute um einen Faktor 10 kleiner als jene in Abb. 2.7 im Bereich kleiner Energien (unterhalb 1 keV).

In Abb. 2.8 ist die Abhängigkeit der Zerstäubungsausbeute von dem Einfallswinkel für zwei unterschiedlich schwere Ionen (H^+ und Ar^+) dargestellt, die jeweils auf ein Target aus Ni bzw. C mit einer Energie von 1 keV einfallen.

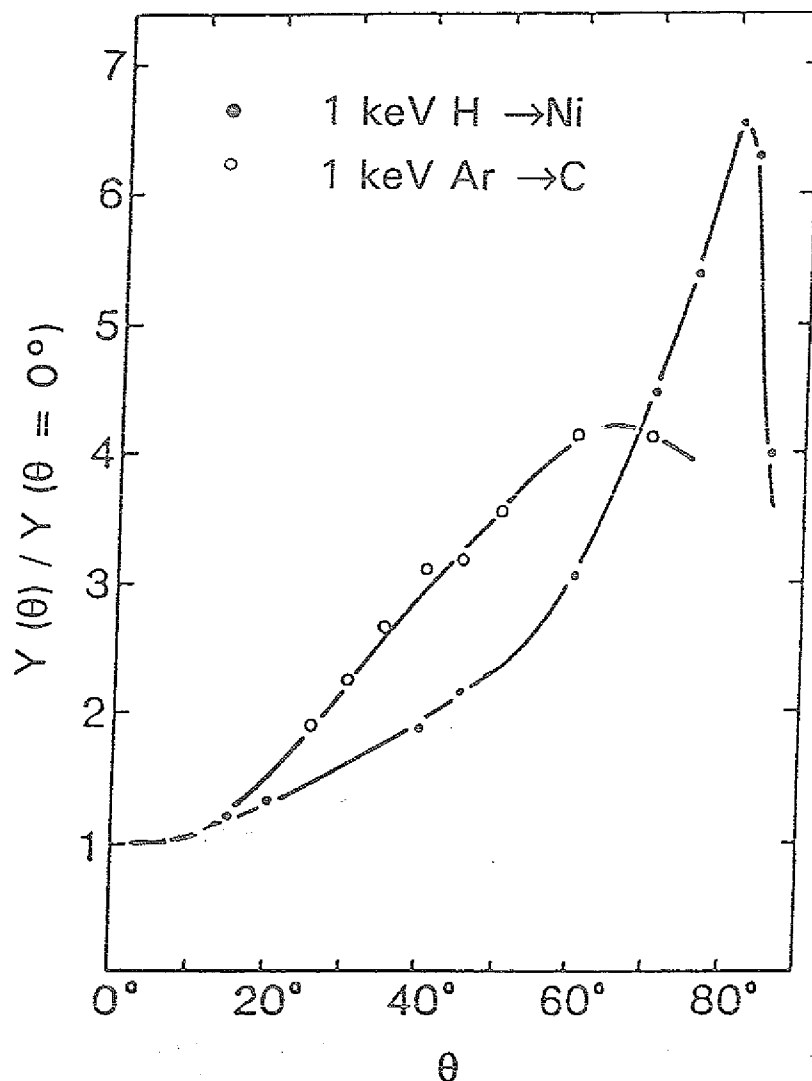


Abb. 2.8

Winkelabhängigkeit der Zerstäubungsausbeute (Daten aus Zalm /55/).

Je schräger die Ionen auf ein Target einfallen, desto näher an der Oberfläche breitet sich die Kollisionskaskade aus, und daher ist die Wahrscheinlichkeit von Stößen, die eine Zerstäubung von Atomen aus der Oberfläche zur Folge haben, größer. Dieses "Bild" wird durch die Abb. 2.8 qualitativ bestätigt. Der Abfall bei hohem Winkel θ (streifender Einschuss) ist darauf zurückzuführen, daß viele Ionen in diesem Fall nicht mehr in den Festkörper eindringen sondern an diesem lediglich reflektiert werden.

Gleichung (2.13) liefert (mit Korrekturen für Festkörperbindungskräfte) in einer großen Anzahl von Fällen eine gute Näherung für experimentell gemessene Zerstäubungsausbeuten von amorphen Proben /59/. Um Zerstäubungsausbeuten zu bestimmen wird

oft auf Simulationsrechnungen zurückgegriffen, oder aber es werden experimentell bestimmte Werte verwendet, wie z.B. jene von *Anderson* und *Bay* [60]. Die Simulationsrechnungen sind vor allem deswegen von Vorteil, weil sie es erlauben, Mehrkomponententargets zu behandeln. Das hierzu meist eingesetzte Simulationsprogramm TRIM ist im vorangegangenen Kapitel kurz erwähnt worden.

Zusammengefaßt sind die wichtigsten Konsequenzen des Zerstäubens im Zusammenhang mit einem Ionenstrahlgestützten Depositionsexperiment folgende:

- Entfernen von adsorbierten Gasatomen (Verunreinigungen aus dem die Probe umgebenden Restgas) von der Oberfläche. Dadurch ist es möglich, eine wesentliche Verbesserung der Schichtreinheit zu erzielen (siehe hierzu auch Kapitel 5.2).
- Entfernen von deponierten Schichtatomen, d.h. man hat eine reduzierte Wachstumsrate. In diesem Zusammenhang ist es wichtig, die Ionenstrahlparameter so einzustellen, daß ein Nettowachstum nicht verhindert wird.
- Änderung der Oberflächenkonzentration. Wenn ein Mehrkomponenten-Target beschossen wird, dessen Komponenten stark unterschiedliche Zerstäubungsausbeuten aufweisen, kommt es zur bevorzugten Zerstäubung der Komponente mit der höheren Zerstäubungswahrscheinlichkeit. Dieser Effekt kann genutzt werden, um spezielle Schichtzusammensetzungen zu erzielen.

2.4 Phänomenologisches Modell zu IBAD

Für jeden Depositionsprozess ist die Steuerung der Elementkonzentration in der deponierten Schicht wichtig. In einer IBAD-Apparatur sind die Teilchenflüsse der Atome zum Schichtaufbau sowie der Ionen zur Schichtmodifikation steuer- und meßbar. Die Schichtdicke kann mit der Schwingquarz-Methode und die Ionenauftreffrate mit einem Ladungskollektor (z.B. ein Faradayauffänger, siehe auch Kapitel 3.3.1) bestimmt werden. Im folgenden wird ein einfaches Modell vorgestellt, das, ausgehend von den experimentell bestimmbar Größen (Auftreffraten), die Bestimmung der Schichtzusammensetzung erlaubt. Die vereinfachenden Annahmen sind folgende:

- es findet kein Einbau von Gasatomen (aus dem die Probe umgebenden Restgas in der Beschichtungskammer) in die aufwachsende Schicht statt,
- die energetischen Teilchen (Ionen) können reflektiert oder in den Festkörper implantiert werden,
- keines der in die Schicht eingebauten Teilchen nimmt an einem Diffusionsprozeß teil.

Der Zusammenhang zwischen der Auftreffrate r_{Atom} [Atome/Å²·s] und der mit Hilfe eines Schichtdickenmeßgerätes bestimmten Depositionsrate Q [Å/s] ist:

$$r_{\text{Atom}} = Q \cdot \gamma_q \cdot N_{\text{Atom}} \quad , \quad (2.16)$$

wobei N_{Atom} [Atome/Å³] die atomare Dichte und γ_q ein Gerätefaktor ist, der den Unterschied zwischen der Probenposition und der Position des Schichtdickenmeßgerätes charakterisiert. Mit $Q \cdot \gamma_q = Q'$ gilt dann

$$r_{\text{Atom}} = Q' \cdot N_{\text{Atom}} \quad . \quad (2.17)$$

Der Zusammenhang zwischen der Ionenauftreffrate r_{Ion} [Ionen/Å²·s] und der mit dem Ladungskollektor gemessenen Ionenstromdichte $\dot{\phi}_{\text{Ion}}$ [Ionen/Å²·s] ist:

$$r_{\text{Ion}} = \dot{\phi}_{\text{Ion}} \cdot \sum_i n_i \cdot \varepsilon_i \cdot \gamma_{\text{Ion}} \quad , \quad (2.18)$$

wobei n_i der Anteil der Atomart (oder Molekülart) i im Ionenstrahl ist, ε_i die Anzahl der Atome pro Molekül im Ionenstrahl und γ_{Ion} ein Gerätefaktor entsprechend γ_q .

Kann das Instrument zur Charakterisierung des Ionenstrahls in jene Position manipuliert werden, in der auch die Beschichtung der Probe stattfindet, so ist $\gamma_{\text{ion}} = 1$. Findet die Beschichtung im Hochvakuumbereich statt, kann davon ausgegangen werden, daß der Anteil der Restgasatome, die in die Ionenquelle gelangen können, vernachlässigbar klein ist, d.h. es kann $n_1 = 1$ und $n_i = 0$ für $i \geq 2$ gesetzt werden. Wenn keine Moleküle ionisiert werden sondern nur Atome, folgt aus Gl. (2.19), daß

$$r_{\text{ion}} = \dot{\phi}_{\text{ion}} \quad (2.19)$$

Bei der Ionenstrommessung mit einem Ladungskollektor kann es wegen des Ladungsaustauschprozesses in der Gasphase zu Fehlinterpretationen kommen. Der Ladungsaustauschprozeß ist ein resonanter Streuprozess, bei dem ein Ion ein thermisches Teilchen trifft, wobei aus dem schnellen Ion ein schnelles Neutralteilchen und das thermische Gasteilchen ionisiert wird. Die schnellen Neutralteilchen können von dem Ladungskollektor nicht erfaßt werden, verursachen aber aus energetischer Sicht die gleichen Effekte wie die entsprechenden Ionen. Ein Modell zur Schichtkomposition, in dem ein Versuch unternommen wird, die Ladungsaustauschionen zu berücksichtigen, ist von *Van Vechten* und *Hubler* [13, 64] beschrieben worden. Bei Drücken im Hochvakuumbereich ($< 10^{-7}$ mbar) kann der Beitrag der Ladungsaustauschteilchen vernachlässigt werden.

Die experimentell bestimmten Auftreffraten sind die Mittelwerte der auf das Substrat einfallenden Ionen und Atome. Der Mittelwert der Atomauftreffrate muß um den Anteil, der durch Zerstäubung entfernt wurde, korrigiert werden. So ist der Nettofluß der Atome, die in die Schicht eingebaut werden, gegeben durch:

$$r_{\text{Atom}}^* = r_{\text{Atom}} - \dot{\phi}_{\text{ion}} \cdot Y_{\text{Atom}} \cdot C_A \quad (2.20)$$

wobei Y_{Atom} [Atome/Ion] die Zerstäubungsausbeute der Schichtatome und C_A [Atom-%] die Konzentration der Atome in der Schichtoberfläche ist. Für die effektive Ionen-depositionsrate gilt

$$r_{\text{ion}}^* = r_{\text{ion}} - r_{\text{ion}} \cdot Y_{\text{ion}} \cdot C_I - r_{\text{ion}} \cdot k_r \quad (2.21)$$

wobei Y_{ion} die Zerstäubungsausbeute der Ionen, C_I die Konzentration der implantierten Ionen in der Schichtoberfläche und k_r der Reflexionskoeffizient der Ionen ist.

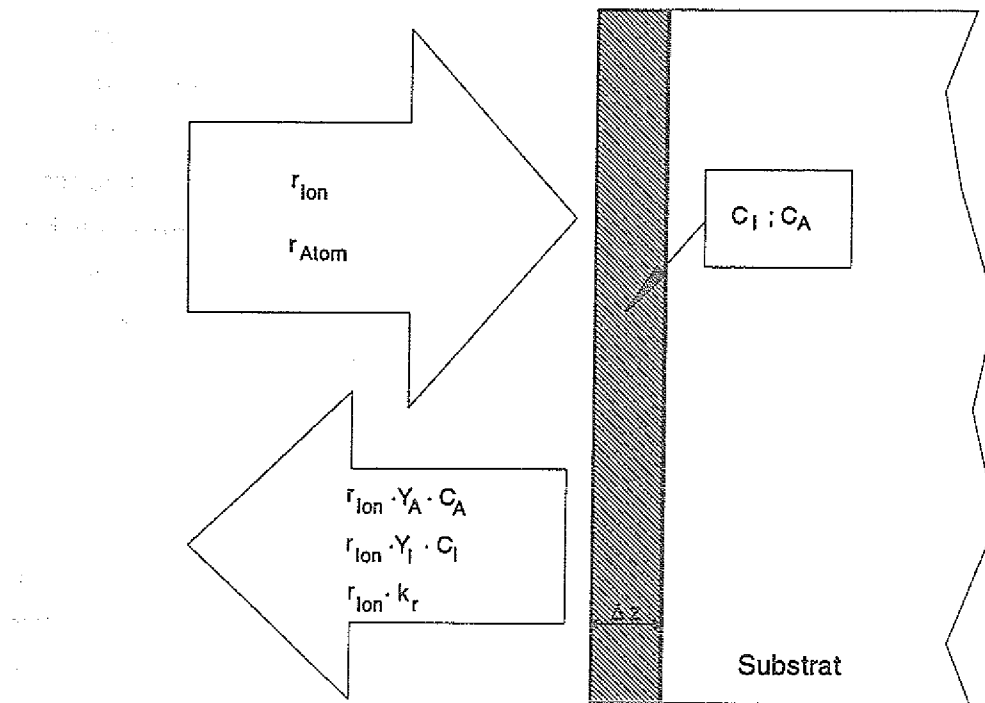


Abb. 2.9

Teilchenflüsse bei der ionenstrahl-gestützten Deposition von Schichten

In Abb. 2.9 sind die Teilchenflüsse dargestellt. Wenn die Depositionsparameter derart eingestellt sind, daß ein Nettowachstum einer Schicht möglich ist, kann in einer Zeit Δt eine Schicht der Dicke Δz und Dichte N aufwachsen. Die Konzentrationen der Atome C_A und der implantierten Ionen C_I in dieser Schicht sind gegeben durch:

$$r_{\text{ion}} - r_{\text{ion}} \cdot Y_{\text{ion}} \cdot C_I - r_{\text{ion}} \cdot k_r = C_I \cdot N \cdot \Delta z / \Delta t \quad , \quad (2.22)$$

$$r_{\text{atom}} - r_{\text{ion}} \cdot Y_{\text{atom}} \cdot C_A = C_A \cdot N \cdot \Delta z / \Delta t \quad (2.23)$$

und es gilt $C_A + C_I = 1$ (Normierung).

Unter der Annahme, daß keine bevorzugte Zerstäubung stattfindet ($Y_{\text{atom}} \equiv Y_{\text{ion}}$), erhält man folgende Gleichung für die Konzentration der die Schicht aufbauenden Atome C_A und die Konzentration der implantierten Ionen C_I :

$$C_A = \frac{r_{\text{atom}}}{r_{\text{ion}}(1 - k_r) + r_{\text{atom}}} \quad (2.24)$$

$$C_I = \frac{r_{\text{ion}}(1 - k_r)}{r_{\text{atom}} + r_{\text{ion}}(1 - k_r)} \quad (2.25)$$

Werden Edelgasionen geringer Ionenenergie (≤ 500 eV) für die Ionenstrahlgestützte Deposition verwendet, kann in erster Näherung angenommen werden, daß die Edelgasionen nicht im Substrat bleiben ($k_r^{\text{effektiv}} = 1$). Für $\text{Ar}^+ \rightarrow \text{Si}$ (500 eV) sind Messungen von *Etzkorn* /61/ vorhanden, die zeigen, daß der in die Schicht eingebaute Anteil an Ar unterhalb 10 % liegt. Dieser Ar-Anteil gilt für den statischen Beschuß einer Siliziumoberfläche mit Ar^+ . Bei gleichzeitiger Schichtdeposition ist zu erwarten, daß dieser Anteil noch geringer ist, da durch das Schichtwachstum nicht genügend Zeit vorhanden ist, um die statische Sättigungskonzentration zu erreichen. Für den Beschuß mit leichten Ionen (z.B. H^+ oder He^+) liegt der Reflexionskoeffizient zwischen 0,4 und 0,5. Dieses wurde theoretisch durch *Fedder et al.* /62/ und experimentell durch *Sidenius et al.* /63/ gezeigt.

Gemäß der Gl. (2.24) erhält man unter den genannten Voraussetzungen eine Schicht, deren Konzentration C_A 100 Atom-% beträgt. Der Ionenbeschuß trägt dann nur zur Energiezufuhr in den oberflächennahen Bereich bei, und die Schichtdeposition erfolgt mit einer effektiven Wachstumsrate, die durch Gl. (2.20) gegeben ist. Es ist also möglich, die pro Schichtatom deponierte Energie zu steuern und dadurch Eigenschaften der aufwachsenden Schicht, die davon abhängen.

3. Apparatur zur Ionenstrahlgestützten Deposition von Schichten

Ein Ziel dieser Arbeit war der Aufbau einer Ultrahochvakuumapparatur für die Ionenstrahlgestützte Deposition (IBAD) von dünnen Schichten. Die grundlegende Motivation zum Bau einer IBAD-Apparatur ist der Wunsch, wichtige Prozeßparameter während der Beschichtung unabhängig voneinander einstellen zu können. Die Möglichkeit der unabhängigen Kontrolle der Prozeßparameter ist das wesentliche Unterscheidungsmerkmal im Vergleich einer solchen Apparatur mit einer Plasma-beschichtungsanlage.

In den folgenden Kapiteln wird die Konzeption und Auslegung der IBAD-Apparatur erläutert. Es werden Kriterien zur Auswahl der eingesetzten Ionenquelle vorgestellt. Es folgt die Beschreibung des entwickelten Faradayauffängers mit Retardationslinse und die damit durchgeführte Ionenstrahlcharakterisierung (Ionenstromdichte und Energieverteilung der Ionen). Daran anschließend folgt eine kurze Beschreibung der Verdampfereinheit, des Probenmanipulators, des Targethalters und der Beschichtungskammer mit Pumpsystem.

3.1 Konzeption der Apparatur

Eine IBAD-Apparatur besteht in einer Minimalauslegung aus einer Quelle zum Erzeugen eines Atomstrahls, einer Ionenquelle, deren Typ von der Art der zu verwendenden Ionen und deren Energie bestimmt wird, sowie einer UHV-Kammer mit geeigneten Analytiken zur Charakterisierung des Restgases.

Im einzelnen sollen folgende Parameter kontrolliert und über einen weiten Bereich variiert werden können: die Aufdampftrate, der Ionenfluß, die Ionenenergie, der Restgasdruck und die Substrattemperatur. Die Ionenstrahlparameter betreffend, können diese Forderungen durch den Einsatz einer unabhängigen Ionenquelle erfüllt werden:

- i) Ionenfluß und Energie sind über weite Bereiche unabhängig voneinander einstellbar.
- ii) Richtung sowie Divergenz des Ionenstrahls sind leicht kontrollierbar.
- iii) Die Quantifizierung des Ionenstrahls (Flußdichte und Energie) kann mit relativ einfachen Mitteln vorgenommen werden (siehe dazu Kapitel 3.3).
- iv) Der relativ niedrige Druckbereich, in dem die Ionenquellen arbeiten (ca. 1×10^{-4} mbar), führt zu einer großen mittleren freien Weglänge der zur Energiedeposition eingesetzten Ionen. Wenn weiterhin zerstäubte Atome zur Schichtherstellung

herangezogen werden, und wenn deren Energie für die zu erzielenden Schichteigenschaften wichtig ist, wird eine unerwünschte Thermalisierung dieser Atome durch Stöße in der Gasphase vermieden.

Parameter, die das Konzept einer solchen Apparatur beeinflussen, sind vor allem die Ionenenergie, die Ionenart, die Ionenstrahldichte, die gewünschten Restgasbedingungen (Sauberkeit), die Größe und Form der zu beschichtenden Proben, die Kompatibilität mit einer Rechnersteuerung und die Kosten. Angesichts einer Vielfalt von Realisierungsmöglichkeiten wird klar, daß es keine allgemeine IBAD-Apparatur gibt, sondern nur eine solche, die auf spezielle Anforderungen des verfolgten Untersuchungszieles abgestimmt ist.

Die im folgenden vorgestellte IBAD-Apparatur ermöglicht in ihrer Konzeption die Durchführung eines Vierstrahl-Depositionsexperimentes. In Abb 3.1 sind die vier möglichen Teilchenstrahlen dargestellt.

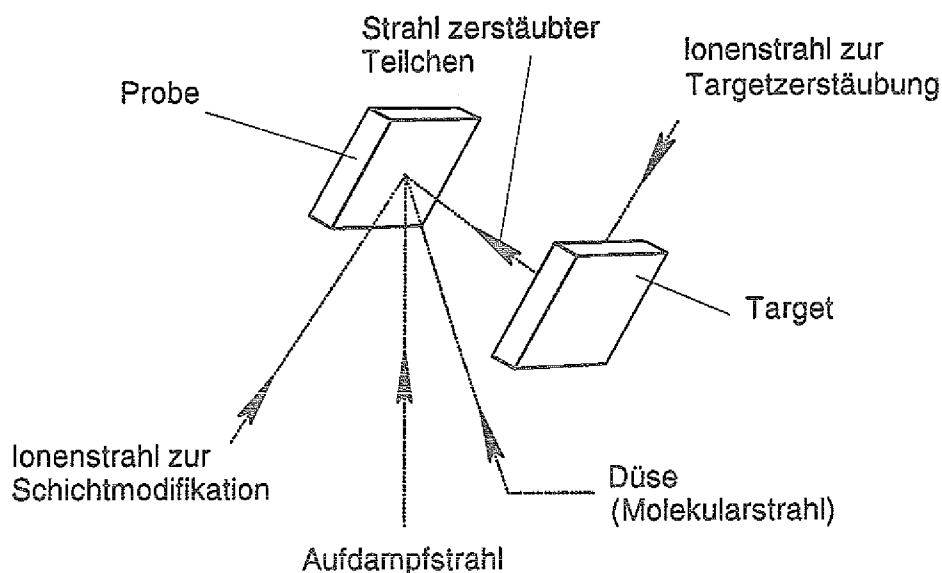


Abb. 3.1

Teilchenstrahlen in der IBAD-Apparatur.

Einer der vier Teilchenstrahlen ist der von der Verdampfereinheit erzeugte Atomstrahl (Aufdampfstrahl). Ein zweiter ist der Ionenstrahl zur Schichtmodifikation. Mit Hilfe dieser beiden Strahlen kann eine Ionenstrahlgestützte Deposition erfolgen. Viele Materialien sind aber nur sehr schwer zu verdampfen, wie z.B. Kohlenstoff. In diesen Fällen kommt die flexiblere Methode der Zerstäubung von geeigneten Targets zum Einsatz, wofür ein dritter Teilchenstrahl benötigt wird. Dieser wird auf ein Target gerichtet, das aus dem zu

deponierenden Material besteht. Das Target wird durch Zerstäubung abgetragen, und die freigesetzten Atome können sich auf dem Substrat niederschlagen. Diese Art der Schichtherstellung ist auch geeignet, Redepositionsvorgänge in Fusionsforschungsanlagen zu simulieren. Besonderes Interesse gilt zur Zeit der Redeposition von Kohlenstoff. Zur Simulation solcher Vorgänge würde man mit einem Kohlenstoffteilchenstrahl arbeiten. Ein vierter Teilchenstrahl wird durch den Einbau einer Düse erreicht. Damit können Simulationsexperimente zum CVD (Chemical Vapour Deposition)-Komplex durchgeführt werden.

Die Apparatur wurde ferner so ausgelegt, daß ein Elektronenspektrometer eingebaut werden kann, mit dem in situ Auger-Tiefenprofilmessungen durchgeführt werden können.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde eine IBAD-Apparatur aufgebaut, die das Aufdampfen unter Ionenbeschuß (Zweistrah-Depositionsexperiment) ermöglicht. In situ Analyse war nicht möglich.

1. Einleitung
2. Zielsetzung
3. Aufbau der Apparatur
4. Funktionsweise
5. Ergebnisse
6. Diskussion
7. Zusammenfassung

3.2 Ionenquelle und doppelt-differentielle Pumpstufe

Die Parameter zur Auswahl einer Ionenquelle für ein IBAD-Vorhaben sind folgende:

- i) Ionenenergie,
- ii) Ionenstromdichte,
- iii) zu verwendende Ionenart,
- iv) Bestrahlungsfläche (Probenfläche).

Damit nicht mehr zerstäubt als deponiert wird, d.h. um ein Nettowachstum der unter Ionenbeschuß aufgetragenen Schicht zu erhalten muß z.B. bei gleichen Auftreffraten der Schichtteilchen und der Ionen, die Ionenenergie E [eV] kleiner sein als jene, für die die Zerstäubungsausbeute $Y(E) = 1$ [Atome/Ion] ist. Wenn E so groß ist, daß $Y(E) > 1$ ist, so wird "schneller" zerstäubt als deponiert. Wird der Ionenstrahl zusätzlich zur Oberflächen säuberung durch Zerstäubung der auf der Oberfläche befindlichen Verunreinigungsatome eingesetzt (physisorbierte Gase 0,1 bis 0,5 eV Adsorptionsenergie und chemisorbierte Gase 1 bis 10 eV), so muß die Ionenenergie einige bis einige hundert eV betragen.

Um die Qualität der Schicht, die Oberflächenmobilität der deponierten Teilchen und das Kornwachstum zu beeinflussen, benötigt man je nach Atomart unterschiedliche Energien und in der Konsequenz eine Quelle, die es erlaubt, die Energie im Bereich 20 eV bis 2 keV frei einzustellen. Die Ionenquelle sollte eine hohe Ionenstromdichte liefern, um - bei vergleichbaren Flüssen von Schichtteilchen und Ionen - hinreichend hohe Schichtwachstumsgeschwindigkeiten realisieren zu können. Die angestrebten Geschwindigkeiten liegen zwischen 0,5 bis 20 Å/s. Entsprechende Ionenströme liegen dann im Bereich von etwa 0,02 bis 0,7 mA/cm².

Sollen reaktive Gase, wie z.B. Sauerstoff, verwendet werden, muß die kurze Lebensdauer der Ionenquellen mit Filament gegenüber den filamentlosen Quellen beachtet werden. Wegen des niedrigen Dampfdruckes der sich bildenden Oxyde geht das Filament schnell zu Bruch. Auch wenn die Ionenquelle nicht mit dem reaktiven Prozeßgas selbst betrieben wird, jedoch in der Beschichtungskammer ein solches verwendet wird, so gelangt dieses in die Ionenquelle und trägt zur Verkürzung der Lebensdauer des Filaments bei. Für den Fall der Verwendung von reaktiven Gasen muß eine filamentlose Quelle verwendet werden. Sind spezielle Anforderungen, wie extreme Sauberkeit und/oder Unterdrückung von schnellen Neutralen im Ionenstrahl gewünscht, so müssen diese zusätzlich mitberücksichtigt werden. Hinweise hierzu findet man bei Kaufman [65].

Ausgehend von den genannten Kriterien wird eine Ionenquelle benötigt, die es erlaubt, den Energiebereich der Ionen von 20 eV bis 2 keV unabhängig von der Ionenstromdichte zu variieren, und einen gut ausgerichteten und breiten (einige cm) Ionenstrahl erzeugt, um Probengrößen von mehreren cm^2 bestrahlen zu können. Eine Ionenquelle, die all diesen Anforderungen genügt, gibt es nicht. Das wesentliche Problem liegt in der Erzeugung und Bündelung der niederenergetischen Ionen im Bereich von 20 eV bis 150 eV (keine geeignete Ionenoptik für diesen Energiebereich bei hohen Ionenstromdichten).

Ionenquellen, die den genannten Ansprüchen weitestgehend genügen, sind: die Quelle vom Kaufman-Typ, die ECR-Quellen (ECR steht für Electron-Cyclotron-Resonance) und die Hall-Effekt-Ionenquellen. Die ECR-Quellen besitzen die Möglichkeit, Ionen der Energie 20 eV zu erzeugen. Dieser Ionenstrahl kann jedoch nicht gesteuert werden, da diese Quellen, wenn sie für so niedrige Energie ausgelegt sind, keine Ionenoptik besitzen. Die Ionen werden einfach aus einem Plasma durch Anlegen einer Spannung an das Substrat abgezogen. Daher besitzt der das Substrat treffende Ionenstrahl eine breite Energieverteilung. Von Vorteil ist, daß die ECR-Quellen filamentlos und daher für reaktive Prozeßgase geeignet sind.

Die Hall-Effekt-Quellen erzeugen einen Ionenstrahl, der zwar intensiv, dessen Divergenz aber nicht wesentlich regelbar ist. Der Ionenstrahl dieser Quelle beinhaltet einen hohen Anteil an schnellen Neutralteilchen. Da für solche Teilchenstrahlen die deponierte Energie nicht steuer- und meßbar ist, kam dieser Quellentyp für das vorliegende IBAD-Vorhaben nicht in Betracht.

Die Kaufman-Quelle kann je nach verwendeter Ionenoptik Ionen mit einer Energie bis herunter zu 50 eV erzeugen. Durch die Ionenoptik (Gittersatz) ist eine sehr genaue Bestimmung der Richtung des Ionenstrahls möglich. Die Ionenstromdichte ist über weite Bereiche unabhängig von der Ionenenergie einstellbar. Wegen der wesentlichen Vorteile der Kaufman-Quelle gegenüber der Hall-Effekt-Quelle wurde eine solche Quelle (Firma Oxford, 3 cm Ion Gun) in der IBAD-Apparatur eingesetzt. Die Entscheidung zugunsten der Kaufman-Quelle im Vergleich zur ECR-Quelle lag nicht zuletzt an den hohen Kosten einer ECR-Quelle (das 2 bis 3-fache der Kaufman-Quelle). Die verwendete Ionenquelle besitzt zusätzlich zu den sonst üblichen Kaufman-Quellen eine "selbstjustierende" Ionenoptik. Diese Eigenschaft der Optik sorgt dafür, daß der Ionenstrahl auch bei hoher Temperaturbelastung der Gitter seine Position in der Beschichtungskammer nicht verändert.

Die Kaufman-Quelle besteht aus zwei wesentlichen Teilen: dem Entladungsraum und der Ionenoptik. Der Entladungsraum dient der Erzeugung der Ionen, die dann mit Hilfe der Ionenoptik (Gittersatz) zum eigentlichen Strahl gebündelt werden. Die Ionenoptik dient ferner zur Ausrichtung des Ionenstrahls.

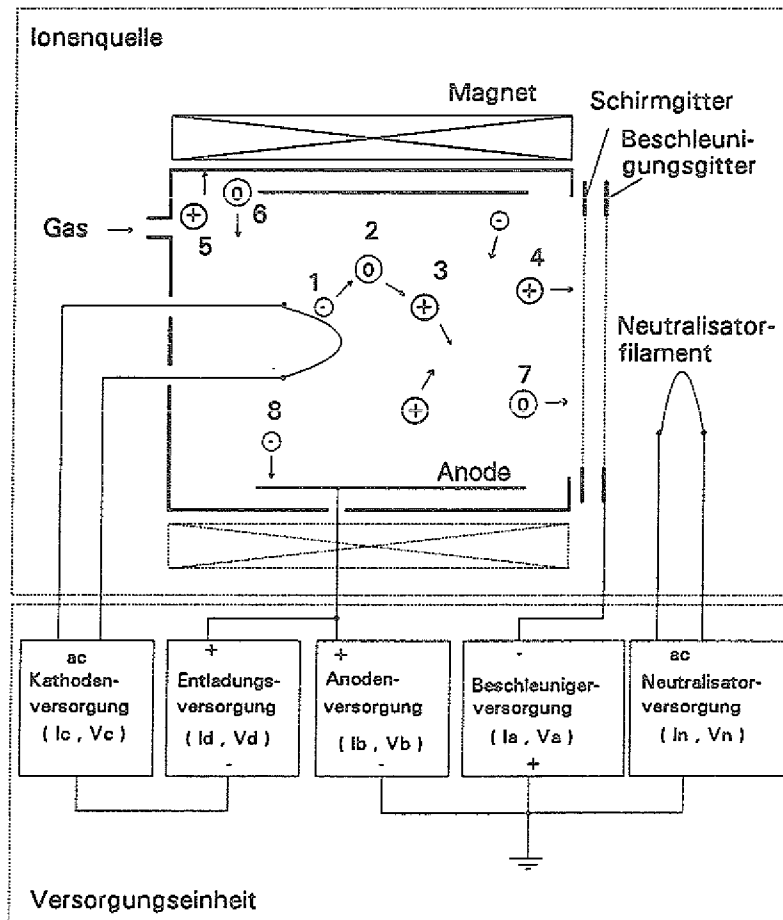


Abb. 3.2

Skizze der Kaufman-Ionenquelle

Eine Detailbeschreibung dieses Quellen-Typs findet man bei *Kaufman* und *Robinson* /66/. Ionisationsphänomene und Faktoren, die die Strahlcharakteristik beeinflussen, sind bei *Wilson* /67/ und *Green* /68/ beschrieben. Eine vollständige Anleitung zum Betreiben der Quelle bietet *Kaufman* an /69/.

Anhand der Abb. 3.2 werden im folgenden die wesentlichen Prozesse in der Quelle beschrieben. Im Entladungsraum der Ionenquelle wird ein Plasma gezündet. Die durch das ohmsche Heizen der Kathode emittierten Elektronen (1) werden durch die an der Anode anliegende Entladungsspannung V_d angezogen. Diese *energetischen* Elektronen können auf ihrem Weg zur Anode mit den in der Quelle befindlichen Gas-Atomen zusammenstoßen (2) und diese ionisieren (3). Um diesen Weg zu verlängern, wird ein

Magnetfeld derart angelegt, daß die Elektronen sich auf Kreisbahnen der Anode nähern. Auf diese Weise wird die Ionisationsausbeute pro Elektron erhöht. Die durch Stoßionisation erzeugten Ionen können die Wand des Entladungsraumes erreichen (5), wo sie rekombinieren und die Wand als Neutrale wieder verlassen (6). Die Ionen die das Schirmgitter erreichen (4), werden durch die Löcher dieses Gitters zu kleinen Strahlen "geformt". Die Ionen in diesen Strahlen werden durch das negativ vorgespannte Beschleunigungsgitter angezogen. Wegen der gegenseitigen Ausrichtung der Gitter passieren sie diese bei Normalbetrieb, ohne sie zu berühren. Die Gesamtheit der auf diese Weise erzeugten Ionenstrahlen bilden den eigentlichen Ionenstrahl. Die Gesamtheit der in der Quelle befindlichen energetischen und thermischen Elektronen sowie der neutralen und ionisierten Gasatome bilden ein Plasma.

Der Ionenstrahl wird nach dem Verlassen des Beschleunigungsgitters mit Elektronen aus einem Filament (Neutralisator) neutralisiert. Es wird angestrebt, daß der Strahl die gleiche Anzahl von Ionen und Elektronen enthält /65/. Das Plasma in der Quelle hat im Normalfall ein Potential, das einige 10 eV über dem der Anode liegt. Die Anode ist somit die Elektrode, deren Potential dem Potential des Ionenformationsraums am nächsten liegt. Befindet sich das Target auf Erdpotential, so ist die Ionenenergie durch die an der Anode gegenüber Erde anliegenden Spannung V_b gegeben.

Das Beschleunigungsgitter dient außer zur Ionenextraktion auch zur Unterdrückung des Rückflusses von Neutralisations-Elektronen in die Quelle. Sollte es zu diesem Rückfluß kommen, würde die Stromanzeige einen fehlerhaften Wert anzeigen, da die in die Entladungskammer eindringenden Elektronen einen ausströmenden Ionenstrom vortäuschen. Entsprechend darf die Beschleunigungsspannung V_a nicht zu klein gewählt werden.

Diese Ionenquellen haben einen relativ hohen Arbeitsdruck ($7 \cdot 10^{-5}$ bis $5 \cdot 10^{-4}$ mbar). Dieses führt zu einem erheblichen Gasballast in der Beschichtungskammer. Ursprünglich war die Quelle mit einer Ionenoptik für einen Strahl mit einem Durchmesser von 3 cm ausgelegt. Da großer Wert auf die Gasballastreduktion in der Beschichtungskammer gelegt wurde, mußten der Strahlquerschnitt und entsprechend die Probengröße verringert werden. Die zu beschichtende Probengröße wurde auf 11×11 mm² beschränkt, und es wurde für den Einsatz in der vorliegenden Arbeit von der Fa. OXFORD ein Gittersatz entwickelt, der einen Strahl vom Durchmesser 1.5 cm erzeugt und fokussierende Eigenschaften bis zu einer Entfernung von 15 cm vom Gittersatz besitzt.

Der maximale Ionenstrom, der durch die Ionenoptik gelenkt werden kann, ist durch die Beziehung

$$I_b \cong \frac{4 \cdot \varepsilon_0}{9} \cdot A_b \cdot \sqrt{e/m} \cdot \frac{V_t^{3/2}}{d_g^2} \quad (3.1)$$

gegeben, mit

- ε_0 : Permittivität des Vakuums
- A_b : Strahlquerschnitt
- e/m : Ladungs-Masse-Verhältnis des beschleunigten Ions
- V_t : Gesamtspannung = $V_b + V_a$ (siehe Abb 3.3)
- V_b : Anodenspannung (das die Ionenenergie bestimmende Potential)
- V_a : Beschleunigungsspannung (am Beschleunigungsgitter anliegendes Potential)
- d_g : Abstand zwischen den beiden Gittern der Ionenoptik

Die Beziehung (3.1) ist die Lösung der Poissonschen Gleichung $\nabla^2 V = -r/\varepsilon_0$, wobei r die Raumladungsdichte des Teilchenflusses ist. Die Lösung wurde erstmals von *Child* [70] abgeleitet und wird in der Literatur Childsches Gesetz genannt. Unabhängig voneinander kamen auch *Langmuir* [71] und *Schottky* [72] zu dieser Gleichung, und sie wird daher oft auch als Child-Langmuir- oder Child-Langmuir-Schottky-Gesetz bezeichnet. Das Gesetz gibt den Maximalstrom an, der zwischen zwei planparallelen leitenden Platten fließen kann (raumladungsbegrenzter Strom).

Der wichtigste Parameter für die Beschreibung der Kaufman-Quelle ist der Raumladungsparameter $I_b/V_t^{3/2}$, auch *Perveanz* genannt. Dieser Parameter charakterisiert die Leistungsfähigkeit des Beschleunigungssystems (Ionenoptik). Die Perveanz gilt gleichermaßen für ein einziges Lochpaar des Gittersystems als auch für das ganze Gitter, da keine Länge in die Perveanz eingeht. Beim Betrieb der Quelle konnte festgestellt werden, daß die Energieverteilung der Ionen (siehe Kapitel 3.3) bei maximaler Perveanz am schärfsten ist.

In Abb. 3.3 ist der Potentialverlauf in der Ionenoptik einer Kaufman-Ionenquelle dargestellt. Es ist leicht zu ersehen, daß die Spannung am Beschleunigungsgitter V_a einen Minimalwert nicht unterschreiten darf, damit die Elektronen aus dem Neutralisatorfilament nicht in den Entladungsraum dringen können.

Eine wesentliche Forderung beim Betrieb einer Ionenquelle zur Schichtmodifikation ist die Vermeidung von Verunreinigungen. Diese entstehen durch:

- Verunreinigungen des eingeleiteten Gases,
- Zerstäubung der Anode und der Entladungskammerwand,
- Zerstäubung des Beschleunigungsgitters,
- Zerstäubung des Neutralisatorfilaments,
- Zerstäubung von Kammerteilen, die von dem Ionenstrahl getroffen werden.

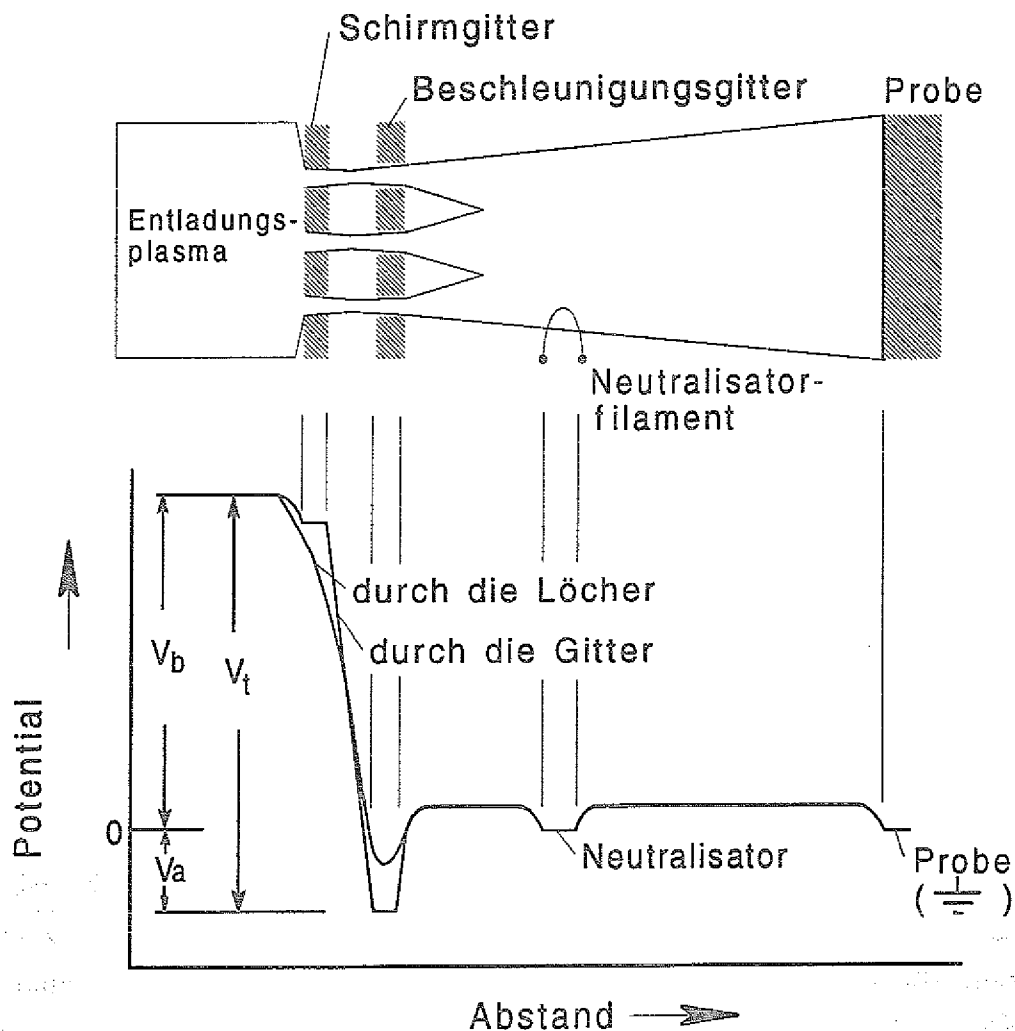


Abb. 3.3

Potentialverlauf in der Ionenoptik einer Kaufman-Ionenquelle. Dargestellt ist der Potentialverlauf durch die Löcher bzw. durch die Gitter sowie die einzelnen, das Potential verursachenden Spannungen.

(angefertigt in Anlehnung an Kaufman [69]).

Die letztgenannte Verunreinigungsquelle kann durch eine sorgfältige Abschirmung der Probe ausgeschaltet werden. Die Verunreinigungen durch das Neutralisatorfilament können durch die Verwendung kleinerer Drahtquerschnitte verringert werden, wodurch allerdings die Lebensdauer dieser Filamente drastisch verkürzt wird. Das Neutralisatorfilament kann völlig ersetzt werden bei Verwendung eines aufwendigen Plasma-Brücken-Neutralisators [73]. Um die Zerstäubung des Beschleunigungsgitters zu

vermeiden, gibt *Kaufman* /74/ eine Faustregel an: Die Beschleunigungsspannung V_a für Ionen der Energie 500 eV und 1000 eV soll 100 V bzw. 200 V nicht wesentlich überschreiten. Auf diese Weise wird vermieden, daß die Ionen das Beschleunigungsgitter treffen und die Neutralisationselektronen werden erfolgreich daran gehindert, in die Quelle zurückzufließen. Die Verunreinigungen durch die Zerstäubung im Entladungsraum sind um so zahlreicher, je höher die Entladungsspannung V_d ist (Spannung zwischen der Kathode und der Anode). Je höher diese Spannung ist, um so höheres Potentialgefälle durchlaufen die Ionen bis zum Aufprall auf die Oberflächen, die sich auf Kathodenpotential befinden. Eine hohe Entladungsspannung führt aber auch zur vermehrten Erzeugung von doppeltionisierten Teilchen. Diese Teilchen besitzen beim Aufprall auf die oben genannten Flächen die doppelte Energie. Es kommt dadurch zu einer erhöhten Zerstäubung dieser Oberflächen. Für Argon als Prozeßgas wird ein Wert von 40 V oder gar nur 35 V Entladungsspannung empfohlen /74/, um die Anzahl der doppeltionisierten Teilchen klein zu halten. Die Verdampfung des Filaments kann nie unterbunden werden. Trotzdem konnte eine Verunreinigung der erzeugten Schichten durch das Verdampfen des Molybdän-Filaments mittels AES-Analyse nicht festgestellt werden. Verunreinigungen des eingeleiteten Gases können bei Verwendung eines sauberen Gases und dessen Nachreinigung vermieden werden (siehe weiter unten).

Der Arbeitsdruck in der Quelle beträgt $7 \cdot 10^{-5}$ bis $5 \cdot 10^{-4}$ mbar, ist aber von der Ionenart und dem gewünschten Ionenstrom abhängig. Wegen dieses relativ hohen Arbeitsdruckes kommt es beim Betrieb dieser Quelle zu einem hohen Gasballast in der Beschichtungskammer. Zur Reduzierung dieser anfallenden Gasmenge wurde eine doppelt-differentielle Pumpstufe gebaut.

Die doppelt-differentielle Pumpstufe ist in Abb 3.4 dargestellt. Die Pumpstufe wurde so ausgelegt, daß ein Strahl vom Durchmesser 1 cm die Stufe passieren kann. Die Gitter der Ionenoptik und beide Blenden in der Pumpstufe bestehen aus Graphit, da dessen geringe Zerstäubungsausbeute und gute Wärmeleitfähigkeit zur Minimierung der Verunreinigungen beiträgt. Die Form der Blenden wurde so gewählt, daß von der Innenwand der Pumpstufe zerstäubte Teilchen die Probe nicht auf direktem Wege erreichen können. Wegen des begrenzten Arbeitsabstandes der Quelle (Abstand zwischen Beschleunigungsgitter und Probe: 15 cm) mußte die Pumpstufe kompakt gebaut werden. Da andererseits die Quelle, in der ein Plasma hoher Teilchendichte brennt, sehr heiß wird, wurde in die erste Druckstufe eine Wasserkühlung integriert, um den Wärmefluß zu der Probenkammer möglichst niedrig zu halten (siehe Abb. 3.4).

Die Pumpstufe ermöglicht eine Verringerung des Gasballastes der Beschichtungskammer um einen Faktor 100. Dieser Faktor stimmt gut überein mit dem bei der Auslegung der

Pumpen errechneten Druck bei vollem Betrieb der Ionenquelle von $2 \cdot 10^{-7}$ mbar in der Beschichtungskammer.

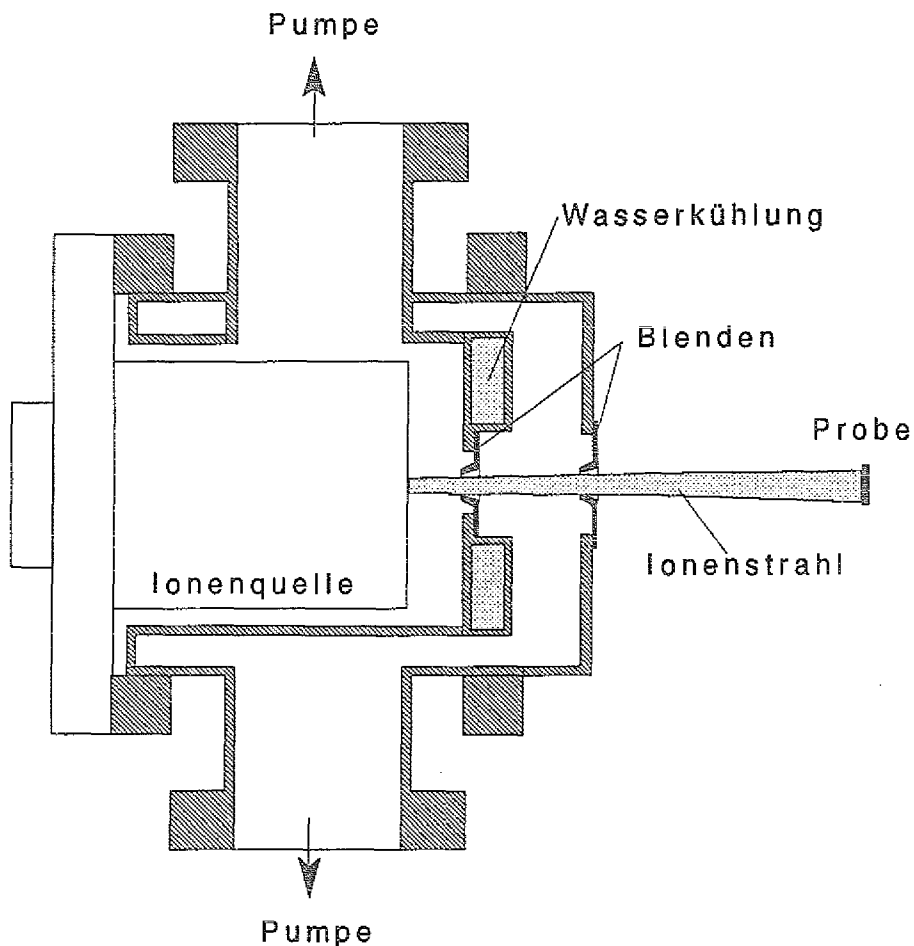


Abb 3.4

Skizze der doppel-differentiellen Pumpstufe.

Eine wesentliche Voraussetzung für den stabilen Betrieb der Ionenquelle ist ein konstanter Fluß des Prozeßgases. In Abb. 3.5 ist eine Skizze des verwendeten Gaseinlaßsystems für zwei verschiedene Gase dargestellt. Das Gas aus den Druckdosen oder Gasflaschen (1), das unter hohem Druck (10 atm und höher) steht, wird mittels eines Leckventils (2) in eine Gasnachreinigungspatrone (3) des Typs Oxisorb (Fa. Linde) eingelassen. Die Gasnachreinigungspatrone filtert die Anteile von reaktiven Gasen, speziell Sauerstoff, aus dem Prozeßgas. Das nachgereinigte Gas gelangt durch ein Absperrventil (4) in einen Massendurchflußregler (5). Der Durchflußregler bildet zusammen mit dem elektromagnetischen Ventil (6) eine Einheit (AFC 25.00 Massendurchflußregler der Fa. ASM). Die Massendurchflußregler für die beiden Prozeßgase sind mit einem Steuergerät verbunden (Supermix 4000 der Fa. CJT), das es ermöglicht, die beiden Gaskanäle im "Master" und/oder "Slave" Betrieb zu betreiben, d.h. einen Gaskanal in anteiligen Prozentsätzen des anderen zu steuern. Ferner sind in

diesem Gerät eine Vielzahl der benötigten Gaskorrekturfaktoren gespeichert, und das Gerät ist über den IEC-Bus mit dem Rechner ansteuerbar. Der verwendete Massendurchflußregler erlaubt einen Durchfluß von 0 bis $0,16 \pm 0,01 \text{ mbar} \cdot \text{l} \cdot \text{s}^{-1} (\text{N}_2)$.

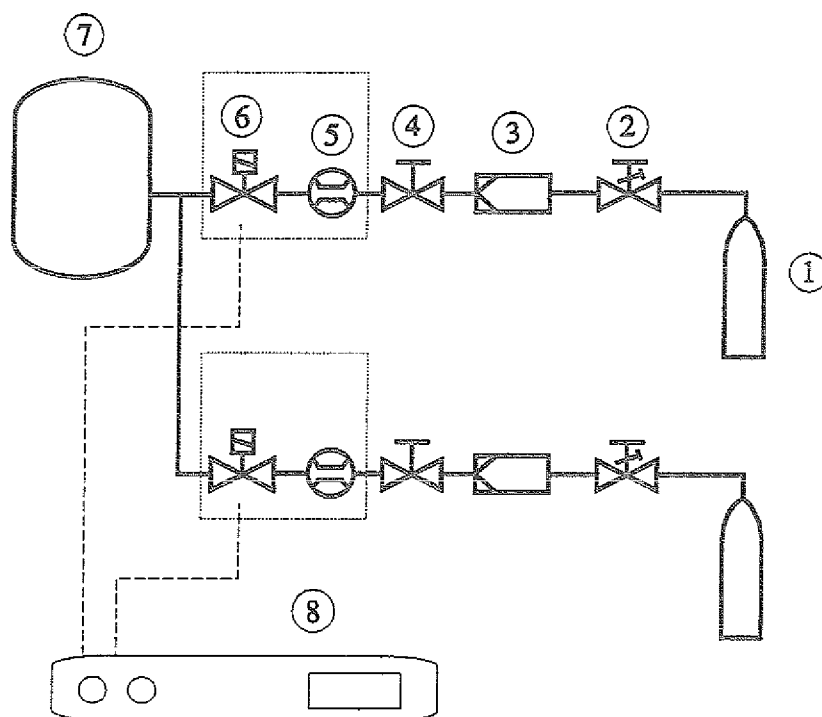


Abb. 3.5

Skizze des Gaseinlaßsystems für zwei verschiedene Gase (Graphische Symbole nach DIN 28 401). (1) Gasflasche, (2) variables Leckventil, (3) Gasfilter, (4) Absperrventil, (5) Massendurchflußregler, (6) Elektromagnetisch gesteuertes Ventil, (7) Ionenquelle und (8) Steuergerät.

Abb. 3.1.1. Schematische Darstellung

des Ionenstrahlgestützten Depositionsvorgangs

Die schematische Darstellung zeigt den Aufbau der Apparatur zur Ionenstrahlgestützten Deposition von Schichten. Ein Ionenstrahl wird durch einen Ionenstrahlkathodenstrahl (IKS) erzeugt, der durch einen Ionenstrahlkathodenstrahl (IKS) in einen Ionenstrahlkathodenstrahl (IKS) überführt wird. Der Ionenstrahlkathodenstrahl (IKS) wird durch einen Ionenstrahlkathodenstrahl (IKS) in einen Ionenstrahlkathodenstrahl (IKS) überführt. Der Ionenstrahlkathodenstrahl (IKS) wird durch einen Ionenstrahlkathodenstrahl (IKS) in einen Ionenstrahlkathodenstrahl (IKS) überführt.

Abb. 3.1.2. Schematische Darstellung

des Ionenstrahlgestützten Depositionsvorgangs

Abb. 3.1.3. Schematische Darstellung

des Ionenstrahlgestützten Depositionsvorgangs

3.3 Faradayauffänger zur Charakterisierung von breiten und niederenergetischen Ionenstrahlen

Die Ionenenergie und die Ionenstromdichte sind entscheidende Größen in der Charakterisierung eines IBAD-Experimentes. Für die Bestimmung dieser Größen wurde innerhalb dieser Arbeit ein einfaches und kompaktes Gerät entwickelt, das die Charakterisierung eines breiten (Strahldurchmesser in der Größenordnung von cm) und niederenergetischen ($E \leq 5$ keV) Ionenstrahls, wie z.B. jener einer Ionenquelle vom Kaufman-Typ, ermöglicht.

Die Ionenenergie der häufig eingesetzten Feinfokusquellen wird einfach mit der Beschleunigungsspannung gleichgesetzt, die mit der Elementarladung multipliziert wird. Dieses ist möglich, da die Ionenoptik dieser Niedrigstromquellen (einige μA) eine sehr geringe Akzeptanzbreite hat. Bei den heute kommerziell verfügbaren niederenergetischen Hochstromquellen ist jedoch die Untersuchung der Breite der Energieverteilung notwendig. Die Ionen stammen, wie im vorherigen Kapitel beschrieben wurde, aus einem Plasma, dessen Ionen eine breite Energieverteilung besitzen. Die Primitivität der in kommerziellen Anlagen verwendeten Faradayauffänger, die nur zur Messung des Ionenstromes ausgelegt sind, ist verwunderlich.

Die Anforderungen an den zu entwickelnden Faradayauffänger waren folgende:

- i) einfacher und kompakter Aufbau wegen des begrenzten Platzes in der Beschichtungskammer,
- ii) einfache Bedienbarkeit, da vor jedem Beschichtungszyklus die Ionenstrahlcharakteristik in relativ kurzer Zeit (Minuten) gemessen werden muß,
- iii) niedrige Winkelakzeptanz von höchstens einigen Grad ($\leq 10^\circ$),
- iv) effektive Sekundärelektronen-Unterdrückung (siehe folgendes Kapitel).

Diese Anforderungen ließen die Verwendung der zwar genauen, aber sehr komplexen Flugzeitmethode nicht zu. Auch unter dem Aspekt des engen finanziellen Rahmens wurde hiervon abgesehen. Die geforderten Randbedingungen konnten am besten durch die Weiterentwicklung eines vorhandenen Faradayauffängers erfüllt werden [75,76].

die Halbleiterschichten hergestellt werden. Die Halbleiterschichten werden in der Regel durch eine Ionengestützte Deposition (IGD) hergestellt.

Die IGD ist eine Methode zur Herstellung von Halbleiterschichten, bei der ein Ionenstrahl auf ein Zielmaterial trifft und dieses in einer Schicht auf einem Substrat abscheidet. Die Ionenstrahlenergie wird durch ein Hochspannungsbeschleuniger erzeugt, der die Ionen auf eine Energie von bis zu 100 keV beschleunigt. Die Ionenstrahlenergie wird durch ein Hochspannungsbeschleuniger erzeugt, der die Ionen auf eine Energie von bis zu 100 keV beschleunigt.

Die IGD ist eine Methode zur Herstellung von Halbleiterschichten, bei der ein Ionenstrahl auf ein Zielmaterial trifft und dieses in einer Schicht auf einem Substrat abscheidet. Die Ionenstrahlenergie wird durch ein Hochspannungsbeschleuniger erzeugt, der die Ionen auf eine Energie von bis zu 100 keV beschleunigt. Die Ionenstrahlenergie wird durch ein Hochspannungsbeschleuniger erzeugt, der die Ionen auf eine Energie von bis zu 100 keV beschleunigt.

Die IGD ist eine Methode zur Herstellung von Halbleiterschichten, bei der ein Ionenstrahl auf ein Zielmaterial trifft und dieses in einer Schicht auf einem Substrat abscheidet. Die Ionenstrahlenergie wird durch ein Hochspannungsbeschleuniger erzeugt, der die Ionen auf eine Energie von bis zu 100 keV beschleunigt. Die Ionenstrahlenergie wird durch ein Hochspannungsbeschleuniger erzeugt, der die Ionen auf eine Energie von bis zu 100 keV beschleunigt.

Die IGD ist eine Methode zur Herstellung von Halbleiterschichten, bei der ein Ionenstrahl auf ein Zielmaterial trifft und dieses in einer Schicht auf einem Substrat abscheidet. Die Ionenstrahlenergie wird durch ein Hochspannungsbeschleuniger erzeugt, der die Ionen auf eine Energie von bis zu 100 keV beschleunigt. Die Ionenstrahlenergie wird durch ein Hochspannungsbeschleuniger erzeugt, der die Ionen auf eine Energie von bis zu 100 keV beschleunigt.

Die IGD ist eine Methode zur Herstellung von Halbleiterschichten, bei der ein Ionenstrahl auf ein Zielmaterial trifft und dieses in einer Schicht auf einem Substrat abscheidet. Die Ionenstrahlenergie wird durch ein Hochspannungsbeschleuniger erzeugt, der die Ionen auf eine Energie von bis zu 100 keV beschleunigt. Die Ionenstrahlenergie wird durch ein Hochspannungsbeschleuniger erzeugt, der die Ionen auf eine Energie von bis zu 100 keV beschleunigt.

3.3.1 Konstruktion eines Faradayauffängers mit Retardationslinse

Ein einfacher Faradayauffänger zur Bestimmung der Ionenstromdichte besteht aus einer geerdeten Blende mit einer definierenden Apertur, hinter der sich ein leitender Auffänger befindet. Eine Spannung von ca. +60 V bis +120 V wird an den Auffänger angelegt, um das Verlassen der durch die einfallenden Ionen im Auffänger induzierten Sekundärelektronen zu verhindern. Eine Unterlassung dieser Vorspannung des Auffängers führt zu einer Überbewertung des vom Auffänger an Erde abfließenden Stromes. Dieser Strom (I_{cup}) charakterisiert die Anzahl der in der Zeiteinheit in den Auffänger einfallenden Ionen.

Sekundärelektronen werden auch beim Auftreffen der Ionen auf die Eintrittsblende erzeugt. Falls diese Elektronen in den Auffänger eindringen können, verfälschen sie den Wert des Ionenstromes nach unten. Dieses Problem wird extrem im Falle breiter Ionenstrahlen, deren Querschnitt größer als die Eintrittsblende ist. Es tritt allerdings auch bei der Bestimmung der radialen Stromdichteverteilung von Feinfokusquellen auf, da die Eintrittsapertur hierfür quer durch den Ionenstrahl gefahren werden muß.

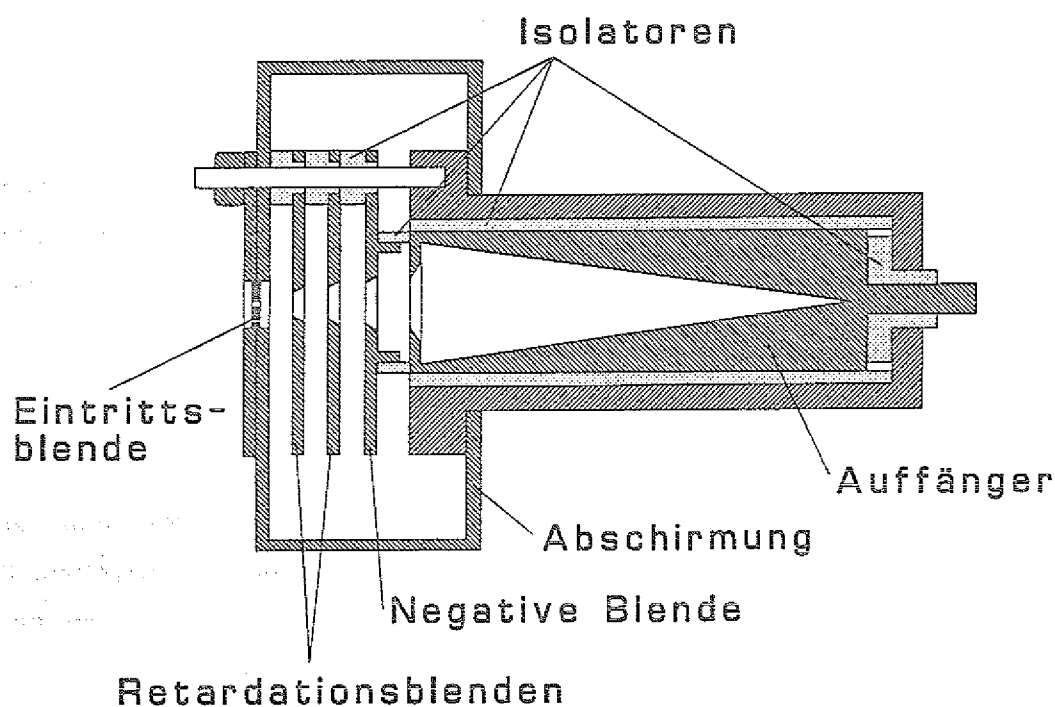


Abb. 3.6

Übersichtszeichnung des Faradayauffängers

Um die genannten Sekundärelektronen-Probleme zu minimieren, wurde in Anlehnung an den Faradayauffänger von *Anderson* und *Bay* /60/ der in Abb 3.6 dargestellte

Faradayauffänger, allerdings mit integrierter Retardationslinse, gebaut. Auf letztere wird später in diesem Kapitel eingegangen.

Die Eintrittsblende enthält die definierende Eintrittsöffnung (Apertur). Der Durchmesser dieser Öffnung muß sehr genau bekannt sein, da sein Wert in die Beziehung zur Bestimmung der Ionenstromdichte eingeht. Es wurde eine Molybdän-Blende der Fa. Plano verwendet mit einer Blendenöffnung von 0.2 mm (eine Erweiterung des von *Paulini* /76/ beschriebenen Faradayauffängers). Eine weitere Blende, im folgenden "Negative Blende" genannt, weil auf negativem Potential liegend, sorgt dafür, daß keine Sekundärelektronen von der Kante der Eintrittsöffnung in den Auffänger eintreten, sowie keine den Auffänger verlassen können. Die Geometrie der Negativen Blende wurde so gewählt, daß die Potentiallinien über der Auffänger-Eintrittsöffnung flach verlaufen (siehe dazu auch Abb. 3.8).

Die Winkelverteilung der Emission von Sekundärelektronen folgt dem Cosinusetz. Somit ist die bevorzugte Emissionsrichtung senkrecht zur emittierenden Oberfläche. Dem Auffänger wurde eine Form verliehen, die dafür sorgt, daß die Eintrittsöffnung nicht in der bevorzugten Emissionsrichtung der Sekundärelektronen liegt. Bei *Kyatt* /77/ ist eine Übersicht über andere mögliche Auffängerformen einzusehen. Die Innenwand des Auffängers wurde mit kolloidalem Graphit beschichtet, um die Emissivität der Sekundärelektronen zu reduzieren /78/.

Bis auf die Eintrittsblende (siehe oben) sind die Blenden wegen der kleinen Erosionsrate aus Tantal gefertigt worden. Die verwendeten Isolatoren wurden alle weit von den Aperturen der Blenden plaziert, um deren Verunreinigung durch Redeposition von zerstäubtem Material zu vermeiden. Eine Abschirmung verhindert die Beeinflussung der Blendenanordnung durch externe elektrische Felder und schützt sie vor dem Depositionsstrahl in der Beschichtungskammer.

Zur Unterdrückung der Sekundärionen, die während des Aufpralls der Ionen auf die Kanten der einzelnen Blenden entstehen, wurden keine Maßnahmen getroffen. Die zu erwartende Ausbeute der Sekundärionen ist sehr klein. Sie liegt maximal bei 10^{-4} Sekundärionen/Primärion bei Primärionenenergien von 0,1 bis 2 keV /79/.

Der Faradayauffänger, bestehend aus Eintrittsblende, Negativer Blende und Auffänger, wurde mit Hilfe einer Feinfokusquelle (IQ 12/38 der Firma Leybold) getestet /75/. Der Strom I_{cup} , der vom Becher an Erde abfließt, wurde als Funktion der negativen Spannung, die an der Negativen Blende anliegt, aufgenommen. Es stellte sich ein Stromplateau im Bereich zwischen -60 und -100 V ein. Eine Spannung von -80 V an der

Negative Blende wurde zur Unterdrückung der Sekundärelektronen des Faradayauffängers (ohne Retardationslinse) als vernünftiger Mittelwert für den Energiebereich um 1 keV angenommen.

Um mit dem oben beschriebenen Faradayauffänger zusätzlich die Möglichkeit zu haben, die Energieverteilung der Ionen im Strahl zu messen, wurde eine Retardationsblende eingebaut. Diese ist nichts anderes als eine "dicke" Blende, die mit Hilfe von zwei separaten dünnen Blenden realisiert wurde. Durch das Anlegen einer positiven Spannung an die Retardationsblende können alle Ionen, deren kinetische Energie kleiner ist als das Potential im Sattelpunkt der Apertur, daran gehindert werden, den Auffänger zu erreichen. Durch das Erhöhen der Spannung kann somit die integrale Energieverteilung der Ionen im Strahl aufgenommen werden. Letztere wird im folgenden Retardationskurve genannt.

Durch den Einbau der Retardationslinse kommt der Negative Blende eine zusätzliche Aufgabe zu: sie sorgt dafür, daß die im Auffänger entstandenen Sekundärelektronen durch die Retardations-Blenden nicht aus dem Auffänger "gezogen" werden. Siehe hierzu auch den Verlauf der Potentiallinien in Abb. 3.8.

Die Dimensionen der Blendenöffnungen wurden so gewählt, daß Ionen mit einem Divergenzwinkel von 10° noch in den Auffänger eintreten können. Wegen der Vergrößerung der Divergenz im Bereich der Retardationslinse müssen die Öffnungen in den nachfolgenden Blenden größer gewählt werden, als einem Konus von 10° entsprechen würde. Durch die Wahl großer Aperturen wird die Verteilung der Potentiallinien gestört [80]. Mit wachsendem Abstand von der Mitte der Aperturen müssen die Ionen größere Potentialschwellen überschreiten. Somit ist die Wahl der Aperturgröße immer mit einem Kompromiß zwischen dem kleinsten nachweisbaren Strom und der Verbreiterung der Energieverteilung, die durch den Feldlinienverlauf bei größeren Aperturen hervorgerufen wird, verbunden. Die Öffnung der Eintrittsblende ist kreisförmig mit einem Durchmesser von 0,2 mm. Es wurde ein Konuswinkel von 14° gewählt, um den Ionen, die einen Divergenzwinkel von 10° haben, das Eindringen in den Auffänger zu ermöglichen.

Die Eintrittsblende liegt auf Erdpotential. An die Stelle dieser Blende wurde später die Probe gesetzt. Auf diese Weise wurden dieselben Feldlinienverteilungen zwischen Eintrittsblende und Quelle erreicht, die auch zwischen der zu beschichtenden Probe und der Quelle herrschen. Durch das Betreiben des Gerätes mit dem Auffänger auf Erdpotential war es möglich, den Strom mit einem geerdeten Gerät zu messen. Der

Anschluß an den Computer wurde dadurch erleichtert und Leckströme wurden minimiert.

Die Ionenstrahlapparatur ist in der Abbildung 3.1 dargestellt. Die Ionenstrahlapparatur besteht aus einer Ionenquelle, einer Ionenoptik, einer Ionenstrahlsteuerung und einer Ionenstrahlschirmung.

Die Ionenquelle ist eine Elektronen- und Ionenquelle, die aus einer Kathode und einer Anode besteht. Die Kathode ist eine Zylinderkathode, die aus einem Material besteht, das Ionen emittiert. Die Anode ist eine Zylinderanode, die aus einem Material besteht, das Ionen beschleunigt.

Die Ionenoptik ist eine Ionenoptik, die aus einer Ionenoptik und einer Ionenstrahlsteuerung besteht. Die Ionenoptik ist eine Ionenoptik, die die Ionenstrahlsteuerung steuert. Die Ionenstrahlsteuerung ist eine Ionenstrahlsteuerung, die die Ionenstrahlsteuerung steuert.

Die Ionenstrahlschirmung ist eine Ionenstrahlschirmung, die die Ionenstrahlsteuerung steuert. Die Ionenstrahlschirmung ist eine Ionenstrahlschirmung, die die Ionenstrahlsteuerung steuert.

Die Ionenstrahlsteuerung ist eine Ionenstrahlsteuerung, die die Ionenstrahlsteuerung steuert. Die Ionenstrahlsteuerung ist eine Ionenstrahlsteuerung, die die Ionenstrahlsteuerung steuert.

Die Ionenstrahlsteuerung ist eine Ionenstrahlsteuerung, die die Ionenstrahlsteuerung steuert. Die Ionenstrahlsteuerung ist eine Ionenstrahlsteuerung, die die Ionenstrahlsteuerung steuert.

Die Ionenstrahlsteuerung ist eine Ionenstrahlsteuerung, die die Ionenstrahlsteuerung steuert. Die Ionenstrahlsteuerung ist eine Ionenstrahlsteuerung, die die Ionenstrahlsteuerung steuert.

Die Ionenstrahlsteuerung ist eine Ionenstrahlsteuerung, die die Ionenstrahlsteuerung steuert. Die Ionenstrahlsteuerung ist eine Ionenstrahlsteuerung, die die Ionenstrahlsteuerung steuert.

Die Ionenstrahlsteuerung ist eine Ionenstrahlsteuerung, die die Ionenstrahlsteuerung steuert. Die Ionenstrahlsteuerung ist eine Ionenstrahlsteuerung, die die Ionenstrahlsteuerung steuert.

Die Ionenstrahlsteuerung ist eine Ionenstrahlsteuerung, die die Ionenstrahlsteuerung steuert. Die Ionenstrahlsteuerung ist eine Ionenstrahlsteuerung, die die Ionenstrahlsteuerung steuert.

Die Ionenstrahlsteuerung ist eine Ionenstrahlsteuerung, die die Ionenstrahlsteuerung steuert. Die Ionenstrahlsteuerung ist eine Ionenstrahlsteuerung, die die Ionenstrahlsteuerung steuert.

3.3.2 Energieanalysator

Die Einsatzfähigkeit des Faradayauffängers mit Retardationslinse wurde mit Hilfe einer Feinfokusquelle untersucht. Die Quelle (Leybold IQ 12/38), mit einer Strahlbreite von ca. $100 \mu\text{m}$, kann Ionen mit Energien von 0,4 bis 5 keV bei Stromdichten von einigen μA liefern. Zur Bestimmung der Instrumentenfunktion des Faradayauffängers mit Retardationslinse wurden Retardationskurven aufgenommen. Es wurde der Strom I_{cup} als Funktion der Retardationsspannung E_r für eine Reihe von Nominalenergien E_p (von 0,5 bis 2 keV) für verschiedene, an der Negativen Blende angelegte Spannungen E_n (-40 V bis -200 V) aufgenommen.

Durch die Einführung einer reduzierten Retardationsspannung $E_{\text{red}} = C_r E_r + C_n E_n - E_p$ können alle Retardationskurven zu einer einzigen Durchschnittskurve reduziert werden, wobei C_r und C_n Konstanten sind. Die Meßpunkte für die Energien $E_p = 500 \text{ eV}$ und 1000 eV sind in Abb 3.7 zusammen mit der Durchschnittskurve (hierauf wird später eingegangen) dargestellt.

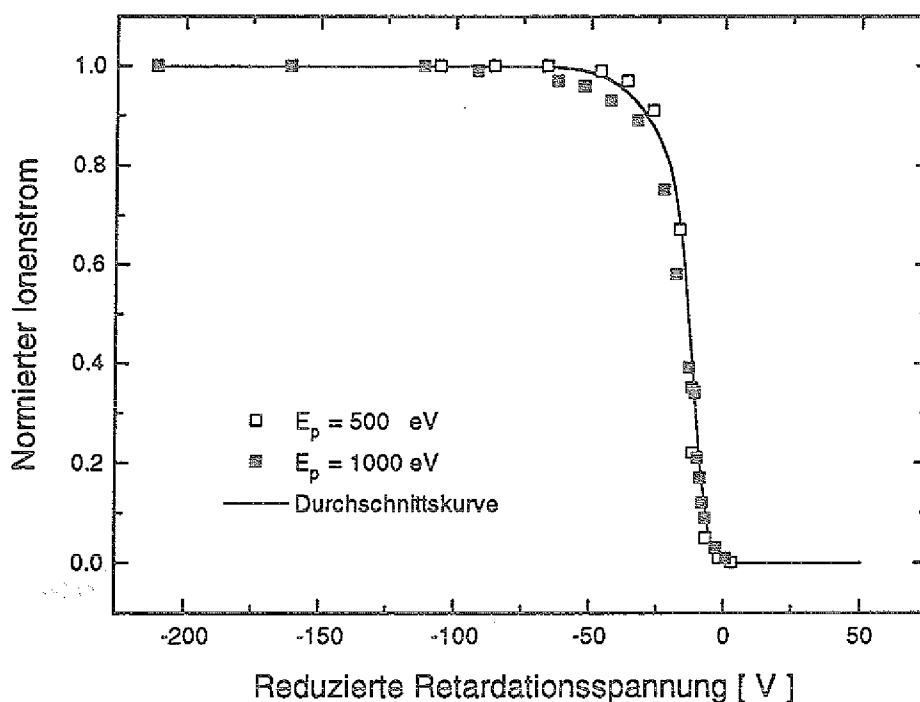


Abb. 3.7

Mit der Feinfokusquelle aufgenommene Retardationskurve für $E_p = 500 \text{ eV}$ (offene Vierecke) und 1000 eV (geschlossene Vierecke). Der beste Fit mit $C_r = 0,988$ und $C_n = 0,01$ aller Meßpunkte ist als durchgezogene Linie dargestellt. (siehe Text).

Die Einführung der Konstanten $C_r < 1$ und des Terms $C_n E_n < 0$ erscheinen bei der Betrachtung des in Abb. 3.8 dargestellten Potentiallinienverlaufs gerechtfertigt. Die gewählten Spannungen für E_r und E_n sind 500 V bzw. -100 V. In der Retardationslinse sind die Potentiallinien entsprechend dem Potential von 486 V noch "offen", während jene entsprechend dem Potential von 484 V "geschlossen" sind. Das Energiefilter sollte aber idealerweise bei 500 V "schließen". Die Effizienz der Retardationslinse ist somit kleiner eins. Um diesem Umstand gerecht zu werden, wurde die Konstante C_r eingeführt.

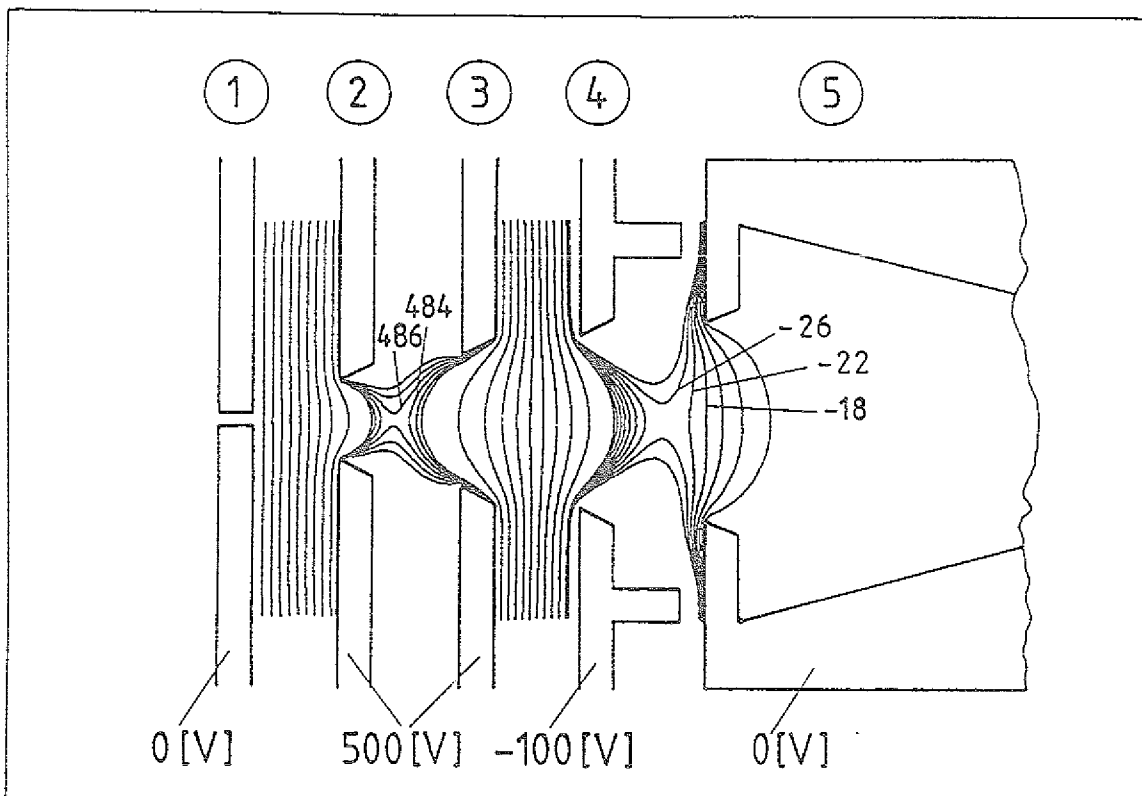


Abb 3.8

Simulationsrechnung der Potentiallinien in dem Linsensystem des Faraday-auffängers für $E_r = 500$ V und $E_n = -100$ V. (1) Eintrittsblende, (2) und (3) Retardationslinse, (4) Negative Blende und (5) Auffänger.

Wegen entgegengesetzter Spannungsverhältnisse von Retardationslinse und Sekundärelektronen-Unterdrückungsblende (Negative Blende) wird die Effizienz der letztgenannten Blende um so geringer, je höher der Spannungsunterschied ist. Diesem Umstand wird durch die Einführung des Zusatzterms $C_n E_n$ Rechnung getragen.

Vom dynamischen Standpunkt her sind die beschriebenen Effizienzen noch kleiner. Der Ionenstrahl mit einer erheblichen Ladungsdichte führt dazu, daß die Potentiallinien weiter

"verschmiert" werden. Die Werte von $C_r = 0,988$ und $C_n = 0,01$ wurden aus der Gesamtheit der gemessenen Kurven bestimmt und stellen ein Maß für die Größenordnung des Einflusses der beiden oben genannten Effekte auf die Effizienz des Retardationssystems dar.

Die Form der Potentiallinien in der Retardationslinse (Sattelpunkt) veranschaulicht die im vorherigen Kapitel behandelte Abhängigkeit des Energieauflösungsvermögens von der Apertur der Linsen. So können die Ionen mit einer Energie von 486 eV das Energiefilter nur passieren, wenn sie entlang der optischen Achse in die Linse eindringen. Ionen gleicher Energie, die aber schon einen kleinen Divergenzwinkel aufweisen, können das Filter nicht mehr durchdringen. Eine Untersuchung des Einflusses der Divergenz auf die Energiebestimmung der Ionen ergab eine frühere "Schließspannung" von 1 V/Grad. Hierfür wurde durch eine Kippung des Faradayauffängers um 0° bis 15° eine erhöhte Divergenz des Strahles simuliert. Dieses Ergebnis steht im Einklang mit ähnlichen Experimenten, die von *Forst* /81/ durchgeführt wurden.

Die in Abb. 3.7 dargestellte Durchschnittskurve ist der beste Fit aller gemessenen Retardationskurven. Wie aus der Abbildung zu entnehmen ist, verläuft die Kurve für $E_p = 500$ eV etwas steiler als jene für $E_p = 1000$ eV. Der ermittelte Fehler bei der Verwendung der Durchschnittskurve, statt der für eine bestimmte Energie gemessenen Retardationskurve, ist kleiner als ± 4 eV.

Der mit dem Faradayauffänger gemessene Ionenstrom ist eine Funktion der Ionenenergie E_p , der negativen Spannung an der Negativen Blende E_n und der Retardationsspannung. Dieser Strom ist das Integral aus dem Produkt der wahren Energieverteilung im Strahl $B(E_p, E) dE$ und der Instrumentenfunktion (Spektrometerfunktion) $S = S(E_r, E_n, E)$ des Gerätes; es gilt also

$$I(E_r, E_n, E_p) = \int B(E_p, E) \cdot S(E_r, E_n, E) \cdot dE \quad (3.2)$$

Die Instrumentenfunktion S ist für ein ideales Retardationssystem eine Heaviside Θ -Funktion. $\Theta(E - E_r)$ und B könnten einfach als Ableitung des Stromes I nach E_r bestimmt werden. Ausgehend von der oben geführten Diskussion über die Effizienz, ist die Ableitung nach E_{red} eine bessere Näherung. In dieser Näherung kann die Ableitung der Durchschnittskurve aus Abb. 3.7 als die Energieverteilung der Feinfokusquelle betrachtet werden (siehe Abb. 3.9). Wie aus den obigen Ausführungen hervorgeht, ist diese Energieverteilung nur eine grobe Näherung. So ist die gefundene Halbwertsbreite von 11 V um voraussichtlich einen Faktor 2 zu groß, und der asymmetrische Verlauf ist

eher auf das "Spektrometer" zurückzuführen als auf die Ionenquelle. Die erwartete Energieverteilung der Ionen der Feinfokusquelle ist eher gaußförmig.

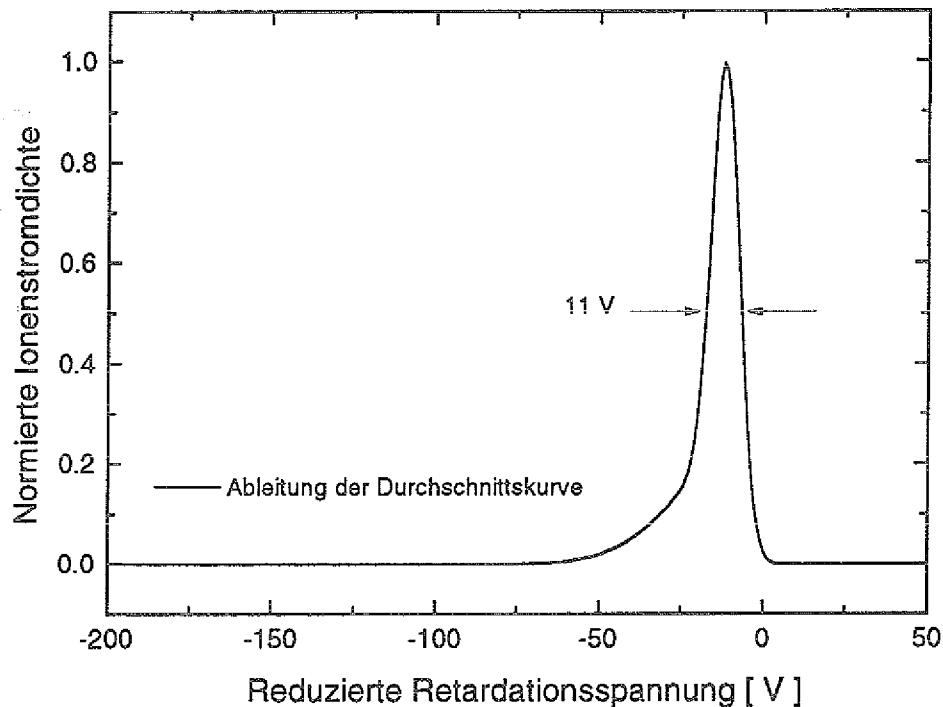


Abb. 3.9

Normierte Ionenstromdichte der Feinfokusquelle.

Um die "wahre" Energieverteilung der Ionen im breiten Ionenstrahl der Kaufman-Quelle zu bestimmen, ist der umgekehrte Weg eingeschlagen worden. Unter der Annahme, daß die Feinfokusquelle einen wesentlich energieschärferen Ionenstrahl als jener der Kaufman-Quelle liefert, wurde die Feinfokusquelle benutzt, um die Instrumentenfunktion des Faradayauffängers mit Retardationslinse zu bestimmen. Es wird angenommen, daß für die Feinfokusquelle $B(E_p, E) = \delta(E - E_p)$ ist. Aus Gl. (3.2) folgt, daß $I(E_r, E_n, E_p) = S(E_r, E_n, E_p)$ ist. Somit kann die Ableitung der Durchschnittskurve als Instrumentenfunktion benutzt werden. In der Notation der reduzierten Energieskala gilt: $I(E_r, E_n, E_p) = I(C_r E_r + C_n E_n - E_p)$ und somit ist $S(E_r, E_n, E) = S(C_r E_r + C_n E_n - E)$. Der vom Faradayauffänger gemessene Strom ist dann:

$$I(E_r, E_n, E_p) = \int B(E_p, E) \cdot S(C_r \cdot E_r + C_n \cdot E_n - E) \cdot dE \quad (3.3)$$

Für eine feste Nominalenergie E_p und Spannung an der Negativen Blende E_n und eine variable Retardationsspannung E_r erhält man durch Definition der Energie $E^* \equiv C_r E_r + C_n E_n$ ein Faltungsintegral:

$$I(E_r, E_n) = J(E_r) = \int B(E) \cdot S(E_r - E) \cdot dE \quad . \quad (3.4)$$

Unter den oben gemachten Annahmen ist es somit möglich, die "wahre" Energieverteilung $B(E)$ aus der gemessenen Retardationskurve eines breiten Ionenstrahles zu bestimmen. Die hier beschriebene Methode wurde angewandt, um die Energiedichteverteilungen, die im folgenden Kapitel beschrieben sind, zu bestimmen.

2000

3.3.3 Ionenstrahlcharakterisierung

Mit dem im vorherigen Kapitel beschriebenen Faradayauffänger mit Retardationslinse wurde der Ionenstrahl der im Kapitel 3.2 beschriebenen Ionenquelle charakterisiert.

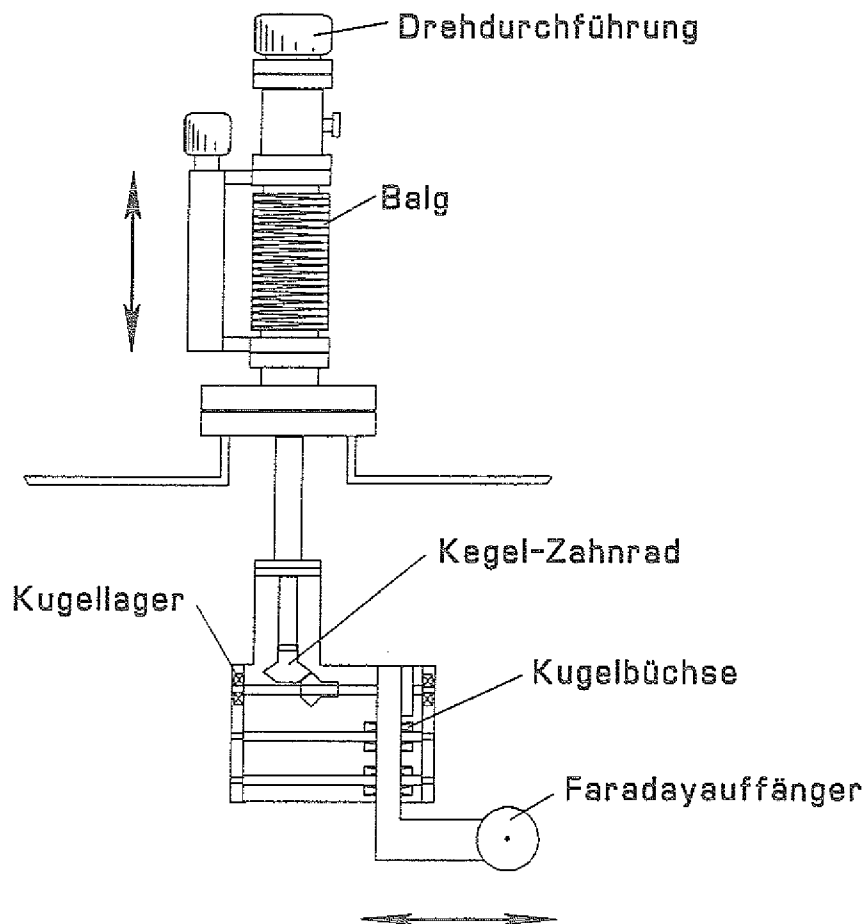


Abb. 3.10

Skizze des Faradayauffänger-Manipulators

Um mit Hilfe des Faradayauffängers die Ionenstrahldichteverteilung am Ort der Probe messen zu können, wurde ein Manipulator angefertigt, der es erlaubt, die Eintrittsblende des Faradayauffängers in der gleichen Ebene, in der die zu beschichtende Probe während der Deposition liegt, bewegen zu können (siehe Abb. 3.10). Während der Beschichtung selbst wird der Faradayauffänger ganz aus dem Strahlengang entfernt, um dem Probenmanipulator (siehe Kapitel 3.5) Platz zu machen.

Eine Skizze der elektronischen Schaltung des Faradayauffängers mit Retardationslinse ist in Abb. 3.11 dargestellt. Ein Timer und ein Rampengenerator können, nach entsprechender Einstellung der Zeitbasis des Timers, die Hochspannungsversorgung der Retardationslinse steuern. Gleichzeitig liefert der Timer ein Triggersignal zum

Speicheroszilloskop. Am Eingang des Oszilloskops liegt der in Spannung umgewandelte Wert des momentanen Ionenstromes an. Der Ionenstrom wird mit Hilfe eines Elektrometers (Keithley, Typ 602) gemessen. Auf diese Weise kann mit dem Speicheroszilloskop die Retardationskurve aufgenommen und via IEC-Bus in den Rechner übernommen und, wie im vorherigen Kapitel beschrieben (Herausfiltern der Instrumentenfunktion mittels Fourieranalyse), weiterverarbeitet werden. Die Versorgung der Negativen Blende mit der Spannung E_n erfolgte mit einem externen Spannungsversorgungsgerät.

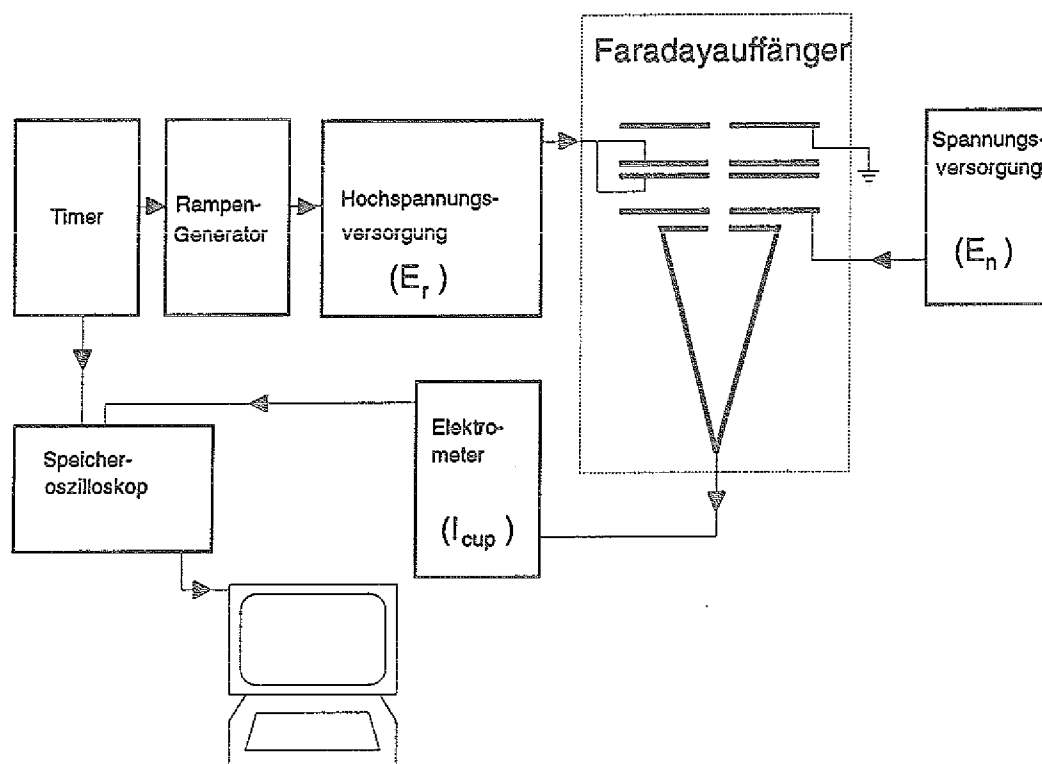


Abb 3.11

Skizze der elektronischen Schaltung des Faradayauffängers mit Retardationslinse

Bevor einige der gemessenen Energieverteilungen vorgestellt werden, wird kurz auf die Problematik der Ladungsneutralisation eingegangen, da diese im Fall von dichten, niederenergetischen Ionenstrahlen wichtig ist.

Ohne Ladungsneutralisation würde sich der Strahl wegen der sich gegenseitig abstoßenden Ionen aufweiten /69/. Die Elektronen zur Ladungsneutralisation kommen von einem externen Neutralisator (Filament) und der Elektronen-Sekundäremission aus den Kammerwänden, die vom Ionenstrahl getroffen werden - im vorliegenden Fall vornehmlich aus dem Blendenbereich der doppelt-differentiellen Pumpstufe. Es sind

somit immer Elektronen im Strahl enthalten /82/. Die eindimensionale Theorie zur Ionenstrahlneutralisation sagt aus, daß die Geschwindigkeit der Elektronen im Ionenstrahl maximal das doppelte der Ionendriftgeschwindigkeit ist /83/. Kaufman /69/ hat eine konstante mittlere Elektronenenergie von 1-2 eV ermittelt. Wie aus Abb. 3.8 ersichtlich, können Elektronen solcher Energien nicht in den Auffänger eindringen. Diese Aussage wird beim Betrieb der Retardationslinse noch verschärft. Die Elektronen werden durch das hohe positive Potential der Linse angezogen. Sekundärelektronen, die von Ionen der Energie 2 keV an den Kanten der Blendenaperturen ausgelöst werden, haben eine Energie kleiner als 10 eV /83/. Um die Neutralisationselektronen und die Sekundärelektronen am Eindringen in den Auffänger zu hindern, muß die Potentiallinie entsprechend dem Potential von -10 eV unter allen Betriebsbedingungen "geschlossen" sein.

Entlang des Strahls werden Ladungsaustauschionen erzeugt, die den Strahl in radialer Richtung verlassen. Diese, zusammen mit den in gleicher Anzahl vorhandenen Elektronen (bei gut neutralisiertem Strahl), bilden das sogenannte Ladungsaustausch-Plasma. Schon schwache elektrische Felder können diese Teilchen kleiner Energie leicht beeinflussen. Damit die Elektronen des Ladungsaustausch-Plasmas nicht durch positive Spannung an den Blenden angezogen werden, ist eine gute Abschirmung aller nicht geerdeten Bauteile und Zuleitungen sehr wichtig. Jede substantielle Entfernung der Elektronen aus dem Strahl führt zu einer starken Störung des Ionenstrahls und kann zu einer Verfälschung der gemessenen Ströme führen.

Für eine Reihe von Nominalenergien der Quelle wurde, unter Beachtung der geforderten Abschirmung, die Ionenstromdichte gemessen. In Abb. 3.12 sind die Energiedichteverteilungen für $E_p = 400$ eV, 500 eV, 600 eV, 700 eV und 800 eV dargestellt. Das Maximum der Verteilungen liegt um ca. 20 eV über der eingestellten Nominalenergie. Der Grund hierfür ist das Plasmapotential, das in der Quelle einige 10 eV höher liegt als das Anodenpotential /69/. Mit steigender Nominalenergie nimmt die Halbwertsbreite ab.

Der negative Anteil der Verteilungen, der bei höheren Nominalenergien beobachtbar ist (siehe Abb. 3.12), kommt durch die Entfaltungsprozedur zustande. Hier macht sich der Fehler der verwendeten Instrumentenfunktion bemerkbar. Die gemachte Annahme, daß die Instrumentenfunktion der Feinfokusquelle eine δ -Funktion ist, ist offensichtlich nicht gerechtfertigt: die Prozedur muß demnach bei Energieverteilungen, deren Halbwertsbreite vergleichbar oder gar kleiner als 11 eV (siehe Abb. 3.8) ist, fehlerhaft sein.

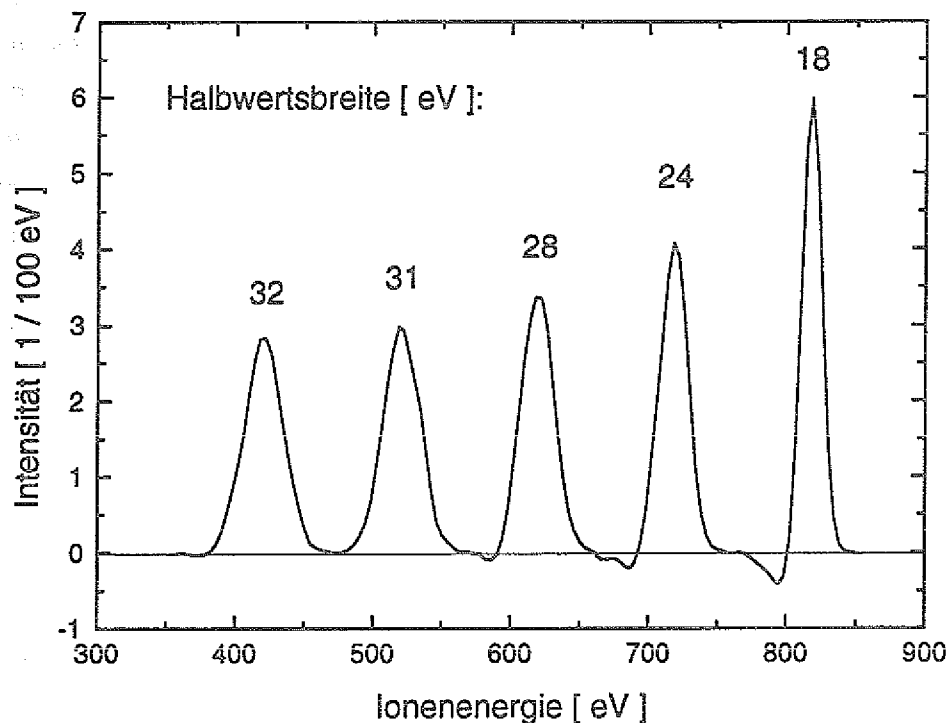
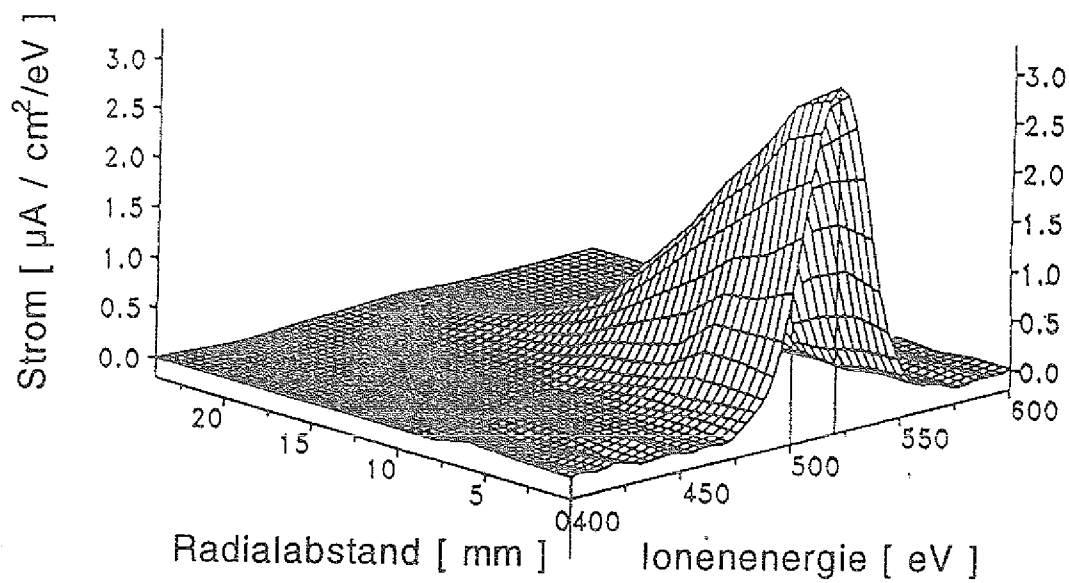


Abb. 3.12

Aus den Retardationskurven entfaltete normierte Energiedichteverteilungen für die Nominalenergien 400 eV, 500 eV, 600 eV, 700 eV und 800 eV.

Die Energie- und Radialverteilung bei der Nominalenergie von 500 eV ist in Abb. 3.13 dargestellt. Diese Verteilungen sind in einem Abstand von 16 cm vor dem Gittersatz der Ionenquelle gemessen worden. Es wurde festgestellt, daß die Energieverteilung unabhängig von der radialen Position ist und eine Halbwertsbreite von 31 eV hat. Die Halbwertsbreite der Radialverteilung betrug 14 mm.

Die in den beiden letzten Abbildungen dargestellten Energiedichteverteilungen entsprechen einer speziellen Trimmung der Quellenparameter mit dem Ziel, eine "scharfe" Energieverteilung zu erhalten. Diese Einstellungen entsprechen dem maximalen Raumladungsparameter pro Gitterlochpaar /84/. Bei einer Trimmung der Quellenparameter mit dem Ziel, eine bessere "Ausleuchtung" der Probe zu erreichen, kann sich die Energieverteilung beträchtlich verbreitern. Die in Abb. 3.12 und Abb. 3.13 dargestellten Verteilungen stellen ein Höchstmaß der erreichbaren Energieschärfe dar.

**Abb. 3.13**

Energieverteilung als Funktion des radialen Abstandes von der Achse, gemessen vor der Ionenoptik in einer Entfernung von 16 cm. Die Nominalenergie der Quelle betrug 500 eV. Die Halbwertsbreite der Energieverteilung war unabhängig von der radialen Position und betrug 31 eV, die Halbwertsbreite der Radialverteilung betrug 14 mm.

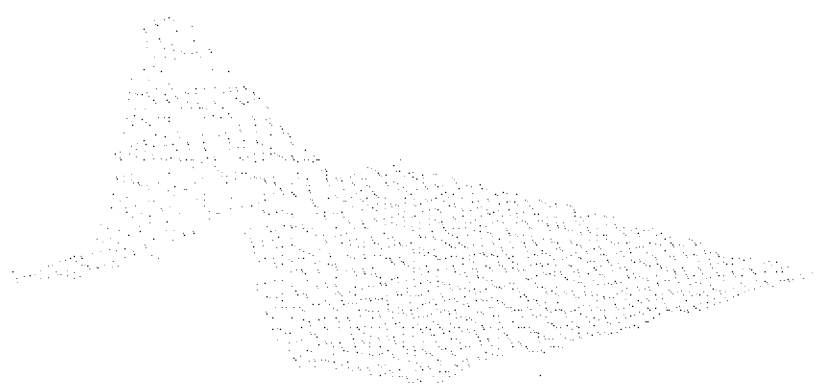


Abb. 1. Schematische Darstellung der Ionenstrahlgestützten Deposition von Schichten. Die Ionenstrahlquelle (1) emittiert einen Ionenstrahl, der auf das Substrat (2) trifft. Die Ionenstrahlquelle ist mit einem Hochspannungsnetz (3) verbunden. Die Ionenstrahlquelle ist mit einem Gaszufuhrsystem (4) verbunden. Die Ionenstrahlquelle ist mit einem Vakuumsystem (5) verbunden. Die Ionenstrahlquelle ist mit einem Temperaturregelsystem (6) verbunden. Die Ionenstrahlquelle ist mit einem Messsystem (7) verbunden.

3.4 Verdampfereinheit

Bei der Wahl einer geeigneten Verdampfereinheit stellen sich folgende Fragen:

- i) Wie hoch ist der Dampfdruck der zu verdampfenden Materialien? Wie "gutmütig" verhält sich das Verdampfergut beim Hochheizen und Abkühlen?
- ii) Wie hoch sind die gewünschten Dampfströme?
- iii) Wie genau müssen die Raten einstellbar sein und wie leicht ist die Bedienbarkeit der Verdampfereinheit?
- iv) Wie hoch ist die Belastung des Vakuums der Beschichtungskammer beim Betrieb der Verdampfereinheit?

Innerhalb der vorliegenden Arbeit wurde hauptsächlich Silizium verdampft. Die folgenden Erläuterungen beziehen sich auf dieses Verdampfergut.

Silizium kann mit Hilfe eines Elektronenstrahlverdampfers verdampft werden. Wegen der hohen Kosten eines solchen Verdampfers und der unmittelbaren Verfügbarkeit einer Verdampfereinheit mit ohmisch geheiztem Tiegel, wurde diese zunächst auf ihre Tauglichkeit hin überprüft.

Die Verdampfereinheit bestand im wesentlichen aus einem in einer Wolframwendel eingefassten Kohlenstofftiegel. Das Verdampfergut im Tiegel wurde durch Heizen der Wolframwendel auf die gewünschte Verdampfungstemperatur gebracht. Durch das Heizen des Tiegels, in dem sich Siliziumpulver befand, kam es wegen des großen Temperaturgradienten (unten "heiß" und oben "kalt") zum "Spritzen". Das Silizium spritzte trotz langsamer Heizzyklen aus dem Tiegel. Dieser Effekt erfolgte, wenn Aufdampfströme von ca. 2 Å/s überschritten wurden. Die mit flüssigem Silizium benetzte Wendel wandelte sich zu Wolframsilizid um und ging wegen des hohen Dampfdruckes dieser Verbindung rasch kaputt. Ab einer Dampfströmung von ca. 1 Å/s kam es zu einer erhöhten Benetzung des heißen Tiegels durch das flüssige Silizium. Dadurch änderte sich die effektive Verdampfungsfläche während des Verdampfungsprozesses. Aus diesen Gründen war eine Steuerung der Dampfströmung nicht möglich.

Während der Abkühlphase verhält sich Silizium ähnlich wie Wasser - es dehnt sich beim Erstarren aus. So wurde der Tiegel trotz langsamen Abkühlens auseinandergedrückt, was auch bei nur geringer Beschickung desselben geschah. Abhilfe brachte die Auskleidung des Tiegels mit Kohlenstoffpulver, allerdings auf Kosten der zur Verfügung

stehenden Siliziummenge. Wegen der nun relativ hohen Masse des "gestopften" Tiegels kam es, trotz vorhandener Wasserkühlung, zu nachteiligen Auswirkungen auf das Vakuum der Beschichtungskammer.

Um den oben genannten Problemen aus dem Weg zu gehen, wurde ein kommerzieller Elektronenstrahlverdampfer ESV 4 der Firma Leybold in die IBAD-Apparatur eingebaut. Der Elektronenstrahlverdampfer verfügt über eine Rastereinheit für den Elektronenstrahl. Damit kann der Elektronenstrahl über das Verdampfergut im Tiegel nach vorwählbaren Amplituden und Frequenzen gerastert werden. Dieses trug wesentlich zur Vermeidung des "Spritzens" bei. Eine Skizze der Kammer mit dem Elektronenstrahlverdampfer ist in Abb. 3.14 dargestellt.

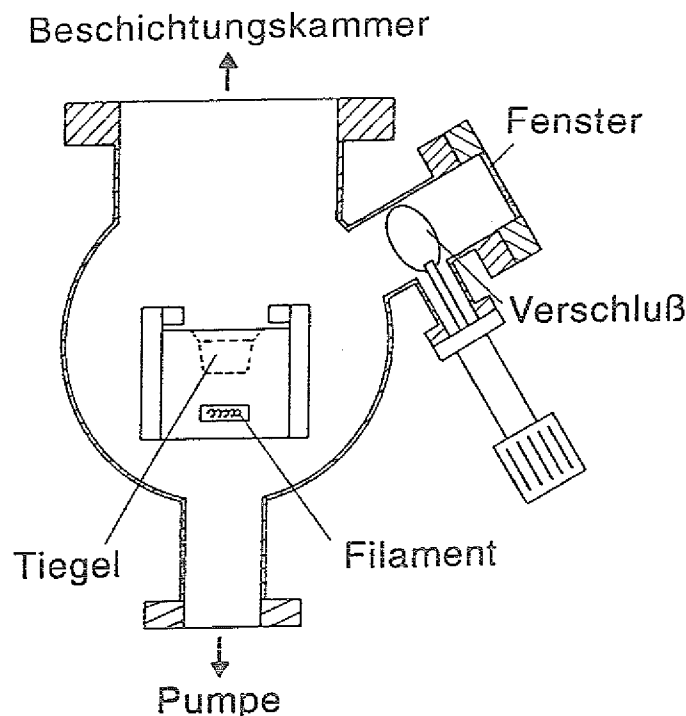


Abb. 3.14

Schnitt durch die Kammer mit dem Elektronenstrahlverdampfer

Wegen der relativ schlechten Leitfähigkeit des Siliziums und der damit verbundenen Aufladung wirkt dieses Verdampfergut wie ein Spiegel auf den einfallenden Elektronenstrahl. Es können bis zu 90 % der Leistung in Vorwärtsrichtung gestreut werden. Um einer erheblichen Temperaturbelastung der Kammer in diesem Bereich vorzubeugen, wurde eine Wasserkühlung an die Kammer angebracht und zusätzlich ein Lüfter installiert, der speziell die belastete Stelle der Kammer kühlt.

Um die Gefahr des Herausspritzens und Aufladens des Verdampfergutes weiter zu minimieren, wurde das Silizium mit kleinstmöglicher Leistung des Elektronenstrahles

verdampft. Dieses war möglich, da in den wassergekühlten Cu-Tiegel ein Kohlenstofftiegel eingesetzt wurde. Dieser zusätzliche Tiegel verringerte die thermische Leitfähigkeit zwischen Verdampfergut und Cu-Tiegel.

Die Bestimmung der Aufdampfraten erfolgte mit Hilfe einer Quarz-Mikrowaage. Es handelt sich hierbei um einen zu Scherschwingungen angeregten Quarz-Kristall, dessen Schwingungsfrequenz von der Massenbelegung abhängig ist. Diese Abhängigkeit wird zur Bestimmung der Schichtdicke verwendet. Einzelheiten über das Funktionsprinzip sowie über die Genauigkeit dieses Gerätes sind bei Lu /85/ beschrieben.

Die Ionenstrahlapparatur ist in der Abbildung 3.1 schematisch dargestellt. Der Ionenstrahl wird durch eine Ionenquelle erzeugt, die aus einer Kathode und einer Anode besteht. Die Kathode ist mit einem Material beschichtet, das die Ionenquelle speist. Die Anode ist mit einem Material beschichtet, das die Ionenquelle speist. Der Ionenstrahl wird durch eine Ionenoptik geleitet, die aus einer Reihe von Elektroden besteht. Die Ionenoptik ist so dimensioniert, dass der Ionenstrahl auf der Kathode fokussiert wird. Der Ionenstrahl wird durch eine Ionenoptik geleitet, die aus einer Reihe von Elektroden besteht. Die Ionenoptik ist so dimensioniert, dass der Ionenstrahl auf der Kathode fokussiert wird.

Der Ionenstrahl wird durch eine Ionenoptik geleitet, die aus einer Reihe von Elektroden besteht. Die Ionenoptik ist so dimensioniert, dass der Ionenstrahl auf der Kathode fokussiert wird. Der Ionenstrahl wird durch eine Ionenoptik geleitet, die aus einer Reihe von Elektroden besteht. Die Ionenoptik ist so dimensioniert, dass der Ionenstrahl auf der Kathode fokussiert wird.

3.5 Probenmanipulator

Damit die Probe in der Beschichtungskammer positioniert werden konnte, wurde ein Probenmanipulator angefertigt. Er ermöglichte es, die Probe in drei Richtungen zu bewegen: longitudinal (entlang der Manipulatorachse), azimuthal (um die Manipulatorachse) und polar (Kippen der Probe um eine Achse senkrecht zur Manipulatorachse). Das Kippen des Probenhalters wurde durch die Verwendung einer Drehdurchführung mit Kippvorrichtung ermöglicht. Das Kippen der Probe wurde notwendig, um die im Abschnitt 3.1 erläuterte Möglichkeit zur Vierstrahl-Deposition zu gewährleisten. Die Ausführung dieser Bewegungen machte den Manipulator relativ aufwendig. Die Probe konnte aus der Schleuse (siehe weiter unten) außer in die Beschichtungsstellung auch weiter in die - in der vorliegenden Ausbaustufe nicht genutzte - Analysen-Position gefahren werden. Durch die Integration von Probenheizung und -kühlung in den Probenhalter konnte die Probe stetig geheizt und gekühlt werden.

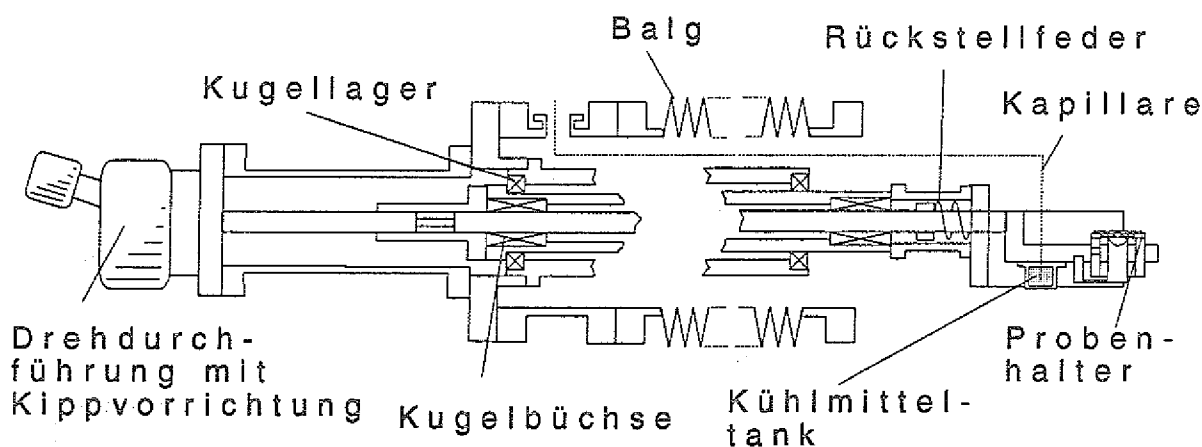


Abb. 3.15

Skizze des Probenmanipulators.

In Abb 3.15 ist eine Skizze des Manipulators dargestellt. Die Manipulation in Richtung der Achse des Manipulators erfolgte über einen motorgetriebenen Kettenantrieb. Für die Realisierung der Probenkühlung wurde eine Kapillare eingeführt, die es erlaubt, einen Kühlmittel-tank in unmittelbarer Nähe des Probenhalters mit flüssigem Stickstoff zu füllen. Der Querschnitt der Kapillare ist klein gewählt worden, um die Drehbewegung um die Achse des Manipulators bei gleichzeitig kurzem Abstand des Kühlmittel-tanks zum Probenhalter zu ermöglichen. Letzterer ist über ein Kupfer-Band mit dem Tank (Wärmetauscher) verbunden. Durch die massive Ausführung des Probenhalters (siehe Abb. 3.16) konnte ein Kühlen der Probe bis auf 130 K erfolgen. Das Füllen des Kühlmittel-tanks erforderte wegen des großen Abstandes zwischen Einfüllöffnung und Tank und des kleinen Querschnittes der Kapillare eine Pumpe.

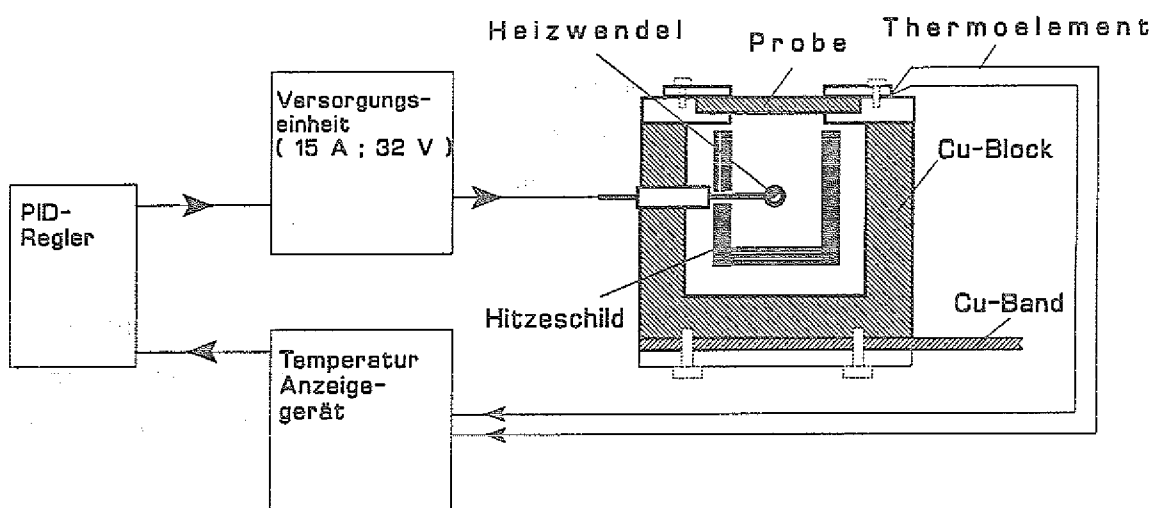


Abb. 3.16

Skizze des Probenhalters. Die Probenheizung und deren Steuer- und Versorgungseinheit sind mit dargestellt.

Die Probe wurde zusammen mit einem Thermoelement im Probenhalter (siehe Abb 3.16) befestigt. Das Heizen der Probe erfolgte mit Hilfe einer Heizwendel, die sich in einem aus Tantal gefertigten Hitzeschild befand. Die Leistung der Heizwendel-Versorgung wurde von einem PID-Regler gesteuert. Den Istwert lieferte das Temperatur-Anzeigegerät. Dieses Gerät beinhaltete auch die für die Temperaturbestimmung erforderliche Vergleichsstelle. Mit Hilfe der Temperatursteuerung wurde die Temperatur an der Stelle des Thermoelementes innerhalb einiger Grad über mehrere Stunden konstant gehalten. Wegen der relativ großen Entfernung des Thermoelementes zur Probenmitte wurden Eichmessungen durchgeführt. Zu diesem Zweck wurde ein zweites Thermoelement auf der Probenmitte mit einem Tropfen Leitsilber befestigt. Die für jedes Probenmaterial unterschiedliche Eichkurve wurde bei der Temperaturbestimmung der Proben berücksichtigt. Die maximale Probentemperatur lag um 1300 K.

Damit das Vakuum in der Beschichtungskammer durch die Häufigkeit des Probenwechsels nicht zu stark beeinträchtigt wurde, wurde eine Schleuse eingesetzt.

3.6 Targetmanipulator

Die in Kapitel 3.1 erläuterte Vierstrahl-Deposition erfordert einen Targethalter. Dieser sollte, wenn möglich, mehrere Targets aufnehmen können und kühlbar sein. Die Kühlung ist notwendig, um eine zu hohe Temperatur des Targets bei intensivem Ionenbeschuß und dadurch eine hohe Wärmestrahlung vom Target auf die Probe zu vermeiden, da sich der Targethalter in unmittelbarer Nähe (ca. 5 cm) der Probe befindet.

Der Targetmanipulator ist in Abb. 3.17 dargestellt. Er erlaubt die Befestigung von drei Targets des Durchmessers 60 mm. Diese Targetgröße wurde gewählt, um die Strahlbreite einer 3 cm Kaufman-Quelle auszunutzen und kommerziell lieferbare Targets an diesem Halter anbringen zu können.

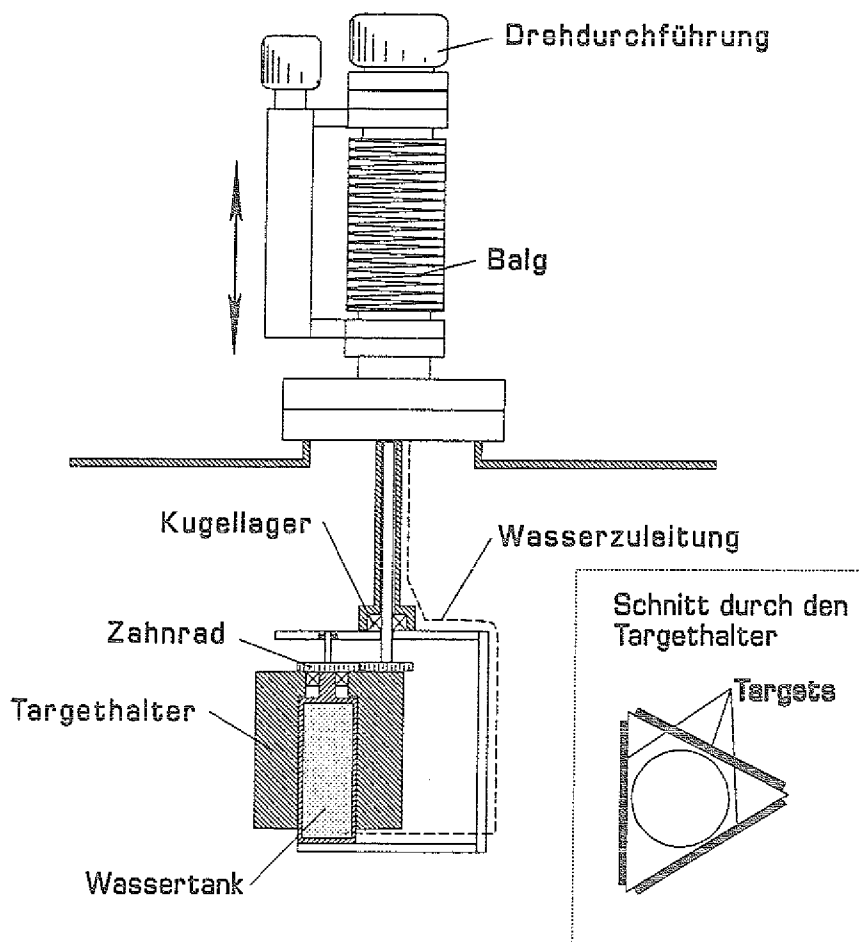


Abb. 3.17

Skizze des Targetmanipulators.

Die drei Targets können, ohne das Vakuum in der Beschichtungskammer zu beeinträchtigen, positioniert werden, da sie durch die gewählte Anordnung vor

gegenseitiger Deposition geschützt sind. Um die oben erwähnte Temperaturbelastung zu minimieren, wurde in den Target-Manipulator eine Wasserkühlung eingebaut.

Um das Fahren des Probenmanipulators in die Analysen-Position zu ermöglichen, ist der Targetmanipulator so konstruiert worden, daß der Targethalter aus dem Fahrweg des Probenmanipulators zur Analysen-Position entfernt werden kann.

Die Anschaffung einer Ionenquelle zur Targetzerstäubung war geplant, ist aber nicht erfolgt. Daher wurde der Target-Manipulator in der vorliegenden Ausbaustufe der IBAD-Apparatur nicht eingesetzt.

3.7 Beschichtungskammer

Die einzelnen Komponenten der IBAD-Apparatur wurden in den vorherigen Kapiteln beschrieben. In Abb. 3.18 ist nun die IBAD-Apparatur in zwei Ansichten dargestellt. Die für ein AES-Spektrometer vorgesehene Position wurde der Vollständigkeit halber angegeben.

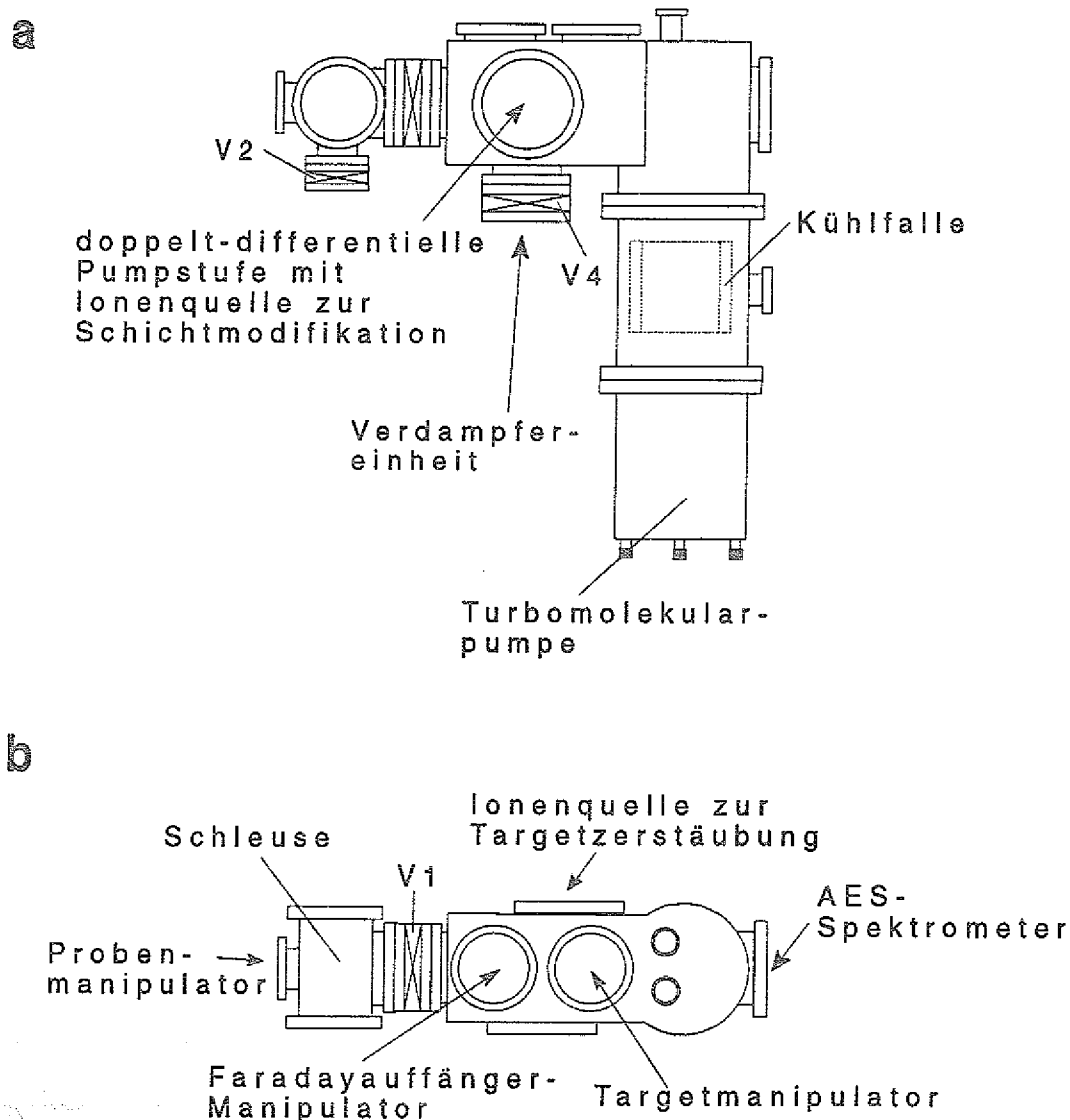


Abb. 3.18

Übersichtsskizze der IBAD-Apparatur (a Seitenansicht und b Aufsicht).

V1, V2 und V4 sind die entsprechenden Ventile aus Abb. 3.19.

Bei der Behandlung der Ionenquelle wurde auf die Wichtigkeit der Reduktion des Gasballastes in der Beschichtungskammer hingewiesen. In Abb. 3.19 ist das Pumpsystem der IBAD-Apparatur dargestellt. Zum Abpumpen der Beschichtungskammer

dient eine Turbomolekularpumpe der Leistung 1500 l/s. Um reaktive Gase, speziell Sauerstoff, zusätzlich pumpen zu können, wurde eine Kühlfalle eingebaut, in deren Mitte sich eine Titan-Verdampferpumpe befindet. Die doppelt-differentielle Pumpstufe wird mit Hilfe von zwei Turbomolekularpumpen der Leistung 330 l/s bzw. 270 l/s und die Schleusen-kammer mit einer Turbomolekularpumpe der Leistung 50 l/s gepumpt. Nach hinreichend langen Pumpzeiten und Ausheizen der Apparatur wurde in der Beschichtungskammer ein Basisdruck im 10^{-10} mbar Bereich erreicht.

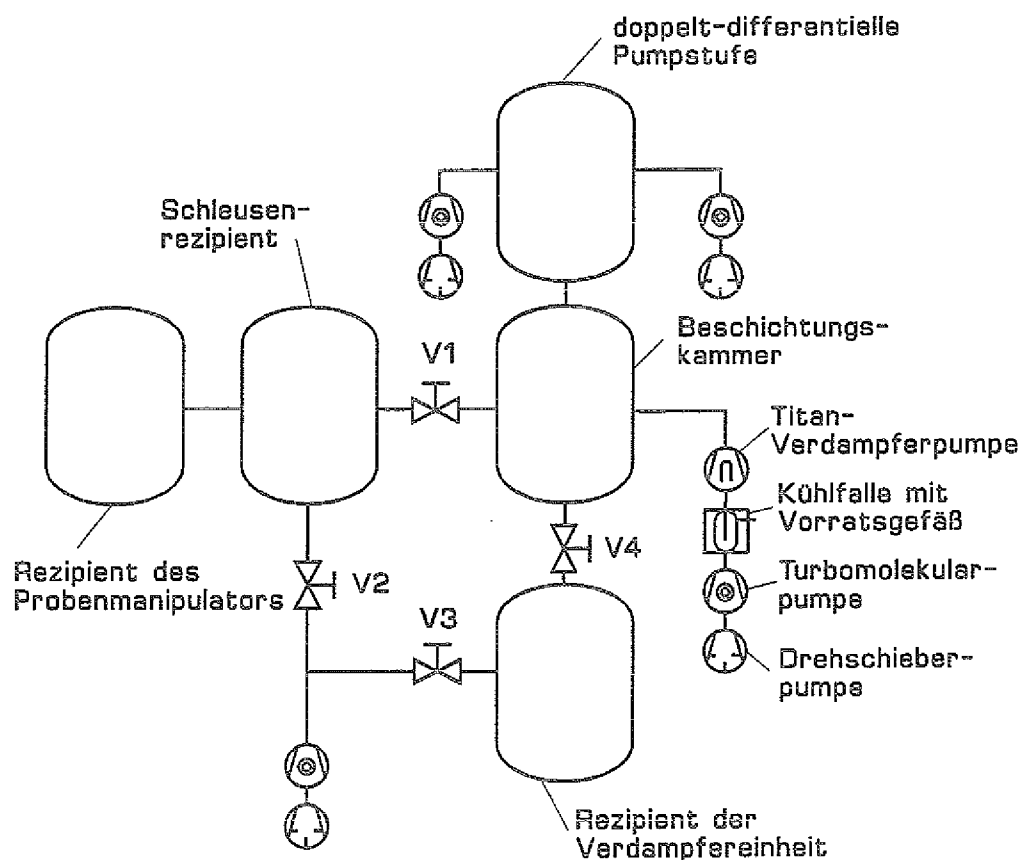


Abb. 3.19

Pumpensystem der IBAD-Apparatur.

Wichtig für kurze Pumpzeiten ist, daß die einzelnen Kammern (Verdampfereinheit, Schleuse mit Probenmanipulator und Beschichtungskammer) unabhängig voneinander belüftet werden können. So braucht bei einem Probenwechsel die Kammer der Verdampfereinheit und der Beschichtungskammer nicht belüftet zu werden, da dann die Ventile V1 und V3 geschlossen sind. Um neues Verdampfergut in den Tiegel zu legen, müssen wiederum die anderen Kammern nicht belüftet werden, da dann die Ventile V2 und V4 geschlossen sind.

4. Deposition und Analyse der Schichten

Wie in Kapitel 2.2 beschrieben, besteht die erste Wand von TEXTOR im wesentlichen aus Kohlenstoff. Daher wurden innerhalb dieser Arbeit als Substratmaterialien verschiedene Kohlenstoffe gewählt. Die im vorangegangenen Kapitel beschriebene Apparatur wurde zum Ionenstrahlgestützten Aufdampfen von Silizium auf Kohlenstoffsubstrate eingesetzt. Der energetische Beschuß der ersten Wand einer Fusionsapparatur erfolgt unter anderem durch Wasserstoffionen mit Energien von einigen hundert eV. Für die Ionenstrahlgestützte Deposition von Silizium auf Kohlenstoff wurden innerhalb dieser Arbeit Argonionen verwendet. Gleichwohl hätte z.B. Xe oder Kr eingesetzt werden können wobei Ar das billigere dieser Gase ist. Die chemischen Prozesse, die der Beschuß mit Wasserstoffionen zur Folge hat (chemische Erosion), wurden somit ausgeklammert. Es ist daher möglich, ausschließlich den ballistischen Effekt des Ionenbeschusses auf die aufwachsende Siliziumschicht zu untersuchen. Die Wahl von Argon war auch dadurch bedingt, daß innerhalb dieser Arbeit keine Analytik eingesetzt werden konnte, die einen bindungsspezifischen Elementnachweis von Wasserstoff liefern kann.

Die einzelnen Substrate werden im folgenden Kapitel behandelt; ebenso einige ihrer Eigenschaften, die über die Relevanz zur ersten Wand einer Fusionsapparatur hinausgehen. Daran anschließend wird die Ionenstrahlgestützte Beschichtung dieser Proben erläutert. Es folgt dann die Beschreibung der eingesetzten Analytik und des Auswerteverfahrens, das entwickelt wurde, um einen bindungsspezifischen Nachweis von Elementen durchführen zu können.

4.1 Ionenstrahlgestützte Deposition von Silizium auf Kohlenstoffsubstrate

4.1.1 Kohlenstoffsubstrate

Es wurden verschiedene Kohlenstoffmaterialien als Substrate benutzt. Eine erste Gruppe bestand aus Kohlenstoff EK 506, ein höchstreiner Elektrographit (Fa. Ringsdorf). Dieser Kohlenstoff besitzt ähnliche Eigenschaften wie der Kohlenstoff EK 98, der in TEXTOR zum Einsatz kommt. So ist z.B. die Dichte von EK 506 $1,75 \text{ g/cm}^3$ und jene von EK 98 $1,85 \text{ g/cm}^3$. Die Kohlenstoffproben der Größe $11 \times 11 \text{ mm}$ und der Dicke 2 mm wurden poliert. Allerdings ist es wegen der Struktur von Graphit nicht möglich, solche Proben über einen Bereich von einigen $10 \text{ }\mu\text{m}$ glatt (Wunschwert Rauigkeit: ca. $100 \text{ \AA}$) zu polieren [86]. Die Rauigkeit dieser Proben ist mit einem Stylus-Instrument (Sloan

Dektak II A) untersucht worden. Dieses Gerät besteht im wesentlichen aus einer Diamantnadel (Stylus), die über die Probe gefahren werden kann, wobei die vertikale Auslenkung über einen elektrischen Sensor aufgezeichnet wird. Die Auflösung liegt bei ca. 30 Å. Die Rauigkeit kann durch die gemessenen Höhenunterschiede charakterisiert werden. Diese Unterschiede betrugen ~1600 Å über einen Bereich der lateralen Ausdehnung $\leq 20 \mu\text{m}$.

Wegen dieser großen Rauigkeit der oben genannten Substrate und den damit verbundenen Problemen bei der Konzentrationsbestimmung als Funktion der Tiefe (siehe auch Kapitel 4.2) wurde ein Kohlenstoffsubstrat gesucht, das wesentlich glatter ist. In einer mit Hochfrequenz betriebenen Plasmabeschichtungsanlage wurden Si-Wafer durch Zerstäuben eines aus EK 506 bestehenden Kohlenstofftargets mit 300 Å Kohlenstoff belegt. Das Ausmessen der Rauigkeit dieser Substrate mit dem Stylus-Instrument ergab eine Verringerung der Rauigkeit im Vergleich zu den aus EK 506 bestehenden Kohlenstoffproben um den Faktor 5.

Eine dritte Gruppe von Kohlenstoffsubstraten waren auf Silizium-Wafer deponierte a-C:D Schichten (amorphe, deuteriumhaltige Kohlenstoffschichten). Die erste Wand von TEXTOR wird mit dieser Art von Schichten belegt, ehe ein Plasma gezündet wird (Kapitel 2.2). Die Abscheidung der Schichten erfolgte in einer Apparatur für plasmaaktivierte Dampfabscheidung PACVD (Plasma Activated Chemical Vapour Deposition). Es handelt sich dabei um eine hochfrequenzunterstützte Glimmentladung wobei als Kohlenstoffquelle ein Gasmisch von D_2 und CD_4 dient. Die hochfrequenzunterstützte Glimmentladung erzeugt ein Plasma, bestehend aus einer Vielzahl von unterschiedlichen Ionen (für CH_4 sind diese z.B. bei Haefer /87/ aufgelistet) und Elektronen. Die Ionen werden zu der Kathode hin beschleunigt und dort beim Aufprall in ihre Komponenten zerlegt, die dann die a-C:D Schicht aufbauen.

Die Eigenschaften der a-C:H-Schichten (a-C:H = amorphe wasserstoffhaltige Kohlenstoffschichten) machen sie für eine Reihe spezieller Aufgaben interessant. So sind diese Schichten extrem hart. Dieses liegt an dem hohen Anteil von Kohlenstoff, der sich im sp^3 -Hybridzustand (diamantartig) befindet /88/. Die Härte hängt kritisch von der Energie der auf das Substrat einfallenden Ionen ab*. Die optische Bandlücke liegt, je nach Wasserstoffgehalt in der Schicht /88/, zwischen 0,9 und 1,8 eV. So kann z.B. das Infrarot-Absorptionsband ($3,4 \mu\text{m}$) in den a-C:H Schichten durch Austausch des Wasserstoffes mit Deuterium /89/ oder Fluor /90/ modifiziert werden. Durch Einstellung der Depositionsparameter kann der Brechungsindex zwischen 1,8 und 2,2 variiert

* Eine zu kleine Energie führt zu weichen und polymerartigen Schichten, die mehr graphitische sp^2 Bindungen enthalten.

werden. Diese außergewöhnlichen optischen Eigenschaften machen solche Schichten zu wichtigen Kandidaten für Schutzschichten und Antireflexionsschichten für optische Anwendungen speziell im Infrarot-Bereich. Die Schichten weisen eine hohe chemische Trägheit gegenüber organischen und anorganischen Säuren auf und bieten Schutz gegen Oxydation durch O_2 und H_2O bei Zimmertemperatur. Daher werden diese Schichten auch als Antikorrosivschichten auf Stähle aufgebracht. Diese Schichten weisen ein hervorragendes tribologisches Verhalten auf und sind glatt ($90 \text{ \AA}$ über einen Bereich der lateralen Ausdehnung von $\leq 20 \text{ }\mu\text{m}$).

4.1.2 Beschichtungsverfahren

Die genannten Substrate wurden in der IBAD-Apparatur mit Si beschichtet, wobei der gewünschte Fluß von Si-Atomen auf das Substrat mit Hilfe der Elektronenstrahlverdampfung und die Zufuhr von Energie in die aufwachsende Schicht durch einen Argon-Ionenstrahl bewerkstelligt wurde. Auf einige experimentelle Details der Beschichtung wird im folgenden eingegangen.

Dank der Schleuse konnte die Apparatur zügig für die jeweilige Deposition nach dem Einschleusen der Probe bereitgestellt werden. Längere Vorbereitungszeiten waren nur nach dem Wechsel des Verdampfergutes notwendig. Neu eingefülltes Verdampfergut (Silizium) mußte sehr langsam eingeschmolzen und dann für einige Stunden auf Temperatur gehalten werden, um ausgasen zu können. Nach dem Probenwechsel und Verstreichen der Abpumpzeit für die Schleuse wurde eine Restgasuntersuchung mit dem Massenspektrometer (QMG 112 der Fa. Balzers) in der Beschichtungskammer vorgenommen. Bei kleinen Aufdampfraten ist die Zusammensetzung und Höhe des Restgasdruckes von entscheidender Bedeutung für die Schichtreinheit. Daher wurde die Aufnahme der Restgas-Massenspektren automatisiert. Das gemessene Massenspektrum konnte auf einem Speicheroszilloskop dargestellt werden und wurde aus diesem in den Rechner übergeben. Die so gespeicherten Spektren konnten nachträglich ausgewertet werden. Es ist demnach ein Restgasmonitor realisiert worden. Mit Hilfe dieses Monitors konnte nach Abpumpen der Schleuse eine Restgasanalyse vorgenommen werden, um sicherzugehen, daß jene auch richtig geschlossen ist. Nach Inbetriebnahme der Verdampferquelle (Elektronenstrahlverdampfer) und der Ionenquelle wurde erneut eine solche Analyse durchgeführt. Mit letzterer konnten Verunreinigungen durch Ausgasen von zu heiß gewordenen Teilen im Bereich des Verdampfers, aber auch eine etwaige Verunreinigung des Prozeßgases der Ionenquelle nachgewiesen werden.

Nach der Kontrolle des Restgasdruckes wurde die Ionenquelle mit Hilfe des in Kapitel 3.3.1 beschriebenen Faradayauffängers charakterisiert. Der Faradayauffänger wurde mittels seines Manipulators an die gleiche Stelle gefahren, an der die Probe während der Beschichtung steht. Durch Veränderung der Parameter der Ionenquelle konnte die "Ausleuchtung" der Probe (Ionenstrahlprofil) und die Intensität des Ionenstrahls eingestellt werden, anschließend wurde dann das Energiespektrum des Ionenstrahls gemessen. Nach der Ionenstrahlcharakterisierung mußte vor der eigentlichen Beschichtung folgendes bewerkstelligt werden: Erst wurde die Probe in die Beschichtungsstellung gebracht, nachdem der Faradayauffänger aus dieser Stellung entfernt worden war. Die Verdampferquelle wurde auf die gewünschte Dampfrate

getrimmt und deren Konstanz überprüft. Die Probenheizung wurde auf die gewünschte Temperatur eingestellt.

Um sicherzugehen, daß in der Zeit, die für die oben genannten Einstellungen und für die Beschichtung verstreicht, die Ionenstrahlparameter konstant bleiben, wurde die Ionenquelle bezüglich der Konstanz ihrer Parameter untersucht. Über ein Zeitintervall von ca. 45 Minuten konnten keine Veränderungen der Parameterwerte der Ionenquelle beobachtet werden. Diese Zeit war ausreichend, um die genannten Einstellungen und die Beschichtung vorzunehmen.

Da es keine externe Quelle für Kohlenstoff gab, war das einzige Kohlenstoffreservoir das Substrat selbst. Es durfte keine zu hohe Aufdampftrate gewählt werden. Durch die dann schnell wachsende Siliziumschicht wäre das Ionenstrahlmischen des Siliziums mit dem Kohlenstoffsubstrat, wegen der Dicke der deponierten Si-Schicht, unterbunden worden. Die Aufdampftrate (Atomauftrefftrate) und die Ionenauftrefftrate mußten so eingestellt werden, daß durch den Ionenbeschuß nicht die gesamte deponierte Si-Schicht durch Zerstäubung abgetragen wurde. Das Ziel war daher die Modifikation der Grenzschicht zwischen dem aufgedampften Silizium und dem Kohlenstoffsubstrat. Oder anders gesagt: Was passiert an der Oberfläche eines Kohlenstoffsubstrates, wenn sie unter Ionenbeschuß mit Silizium belegt wird und die Depositionsparameter derart eingestellt sind, daß nur in der Grenzschicht Silizium deponiert wird? Primär war nicht wichtig, ob das Kohlenstoffsubstrat in seiner ursprünglichen Dicke erhalten bleibt, sondern was in dem Grenzschichtbereich passiert. Wichtig in diesem Zusammenhang ist die Frage, ob es durch Zerstäubung nur zu einer Abtragung der Si-Schicht kommt, oder sich zusätzlich, wegen des Ionenbeschusses, Siliziumkarbid bildet.

Geeignete Beschichtungsparameter waren Atomauftreffraten von ca. 1,5 bis 5 $\text{\AA}/\text{s}$ bei Beschußenergien um 500 eV (Ar^+) und Stromdichten von ca. $1,6 \cdot 10^{-4} \text{ A}/\text{cm}^2$. Die Beschichtungen der drei genannten Substratgruppen erfolgte bei Zimmertemperatur, bei 770 K und 1070 K. Die mit dem Ionenstrahl erwirkten Veränderungen in der deponierten Siliziumschicht und dem darunterliegenden Kohlenstoffsubstrat werden in Kapitel 5 beschrieben.

4.2 Analytik: AES-Tiefenprofil-Analyse

Zur kontrollierten Herstellung von dünnen Schichten benötigt man eine detaillierte und zuverlässige, räumlich auflösende chemische und strukturelle Analyse. Idealerweise wird eine in situ Analyse von der Oberfläche der aufwachsenden Schicht benötigt, die die bindungsspezifischen Konzentrationen der Konstituenten bestimmen kann.

Existierende Analytiken genügen den genannten Forderung nur teilweise. Es handelt sich dabei um Methoden, die eine nachträgliche Analyse (ex situ) der aufgewachsenen Schicht ermöglichen. Diese Art der Analyse liefert ein Konzentrationsprofil, das durch eine Reihe von Prozessen, die mit der Abtragungsmethode der Schicht in Verbindung stehen, verschmiert ist. Hierauf wird in diesem Kapitel eingegangen. Eine Vielzahl dieser Analytiken wurde in den letzten zwei Jahrzehnten entwickelt /91, 92/. Die Methoden, die einen Ionenstrahl zur Abtragung (Zerstäubung) der Schicht und eine Oberflächen-Analytik zur Bestimmung der Elemente einsetzen, haben sich durchgesetzt /93/. Die Oberflächen-Analytiken können in zwei Gruppen eingeteilt werden. Diese unterscheiden sich dadurch, daß entweder die zerstäubte Materie oder die übriggebliebene Oberfläche analysiert wird. Vertreter der ersten Gruppe sind die Sekundärionen-Massenspektrometrie (SIMS) und die Massenspektrometrie zerstäubter Neutralteilchen (SNMS, engl. Sputtered Neutral Mass Spectroscopy). Diese Methoden erlauben nur einen Elementnachweis. Zur zweiten Gruppe gehören die Auger-Elektronen-Spektroskopie (AES), die Röntgen-Photoelektronen-Spektroskopie (XPS) und die Ionenstreu-Spektroskopie (ISS). Diese Methoden erlauben teilweise den bindungsspezifischen Nachweis der Elemente.

AES-Tiefenprofil-Analyse

Innerhalb der vorliegenden Arbeit stand die AES-Tiefenprofil-Analyse zur Verfügung. Dieses Analyseverfahren ist eine Kombination von Zerstäubung (Erosion) und gleichzeitiger oberflächenempfindlicher Analyse mit Hilfe der Auger-Spektroskopie*. Die zu untersuchende Probe wird mit Hilfe eines gerasterten Ionenstrahls erodiert, wobei ein Krater entsteht. In unserem Fall beträgt die Fläche des Kraterbodens ca. 1,6 mm². Die hierfür verwendete Ionenquelle ist eine Feinfokusquelle (Fa. Leybold IQ 12/38) mit Intensitäten von einigen $\mu\text{A}/\text{cm}^2$. Zur Tiefenprofilierung wurden Xe⁺-Ionen verwendet. Während des Abtragungsvorganges wird durch Beschuß des Kraterbodens mit einem Elektronenstrahl gleichzeitig die Erzeugung von Augerelektronen bewirkt.

* Von Hofmann /93, 94/ ausführlich beschrieben worden.

Für die kinetische Energie des Auger-Elektrons gilt /96/:

$$E_A = E_K - E_1 - (E_2 + e\Phi) \quad (4.1)$$

E_K ist die Bindungsenergie des Elektrons in der K-Schale, E_1 und E_2 sind Energien der beteiligten Energieniveaus im Valenzband (V) und Φ ist die Austrittsarbeit der Probe. Für das Messen der Energie der austretenden Augerelektronen mit einem Spektrometer ist auch die Austrittsarbeit des Spektrometers zu berücksichtigen /96/.

Damit Kraterrand-Effekte /95/ vermieden werden, ist der gerasterte Elektronenstrahl auf einen begrenzten Teil des Kraterbodens beschränkt (Durchmesser ca. $200 \mu\text{m}^2$). Die von der Probe (Kraterboden) emittierten Augerelektronen werden mit einem Elektronenspektrometer energieselektiv nachgewiesen. Es wurde ein Zylinder-Spiegel-Analysator (CMA) der Firma Varian (Typ. 981-2707) verwendet. Die Elektronenquelle befindet sich in dem CMA koaxial integriert, und die das Spektrometer durchlaufenden Elektronen werden mit einem Channeltron registriert. Die apparative Anordnung der Geräte ist in Abb. 4.1 dargestellt.

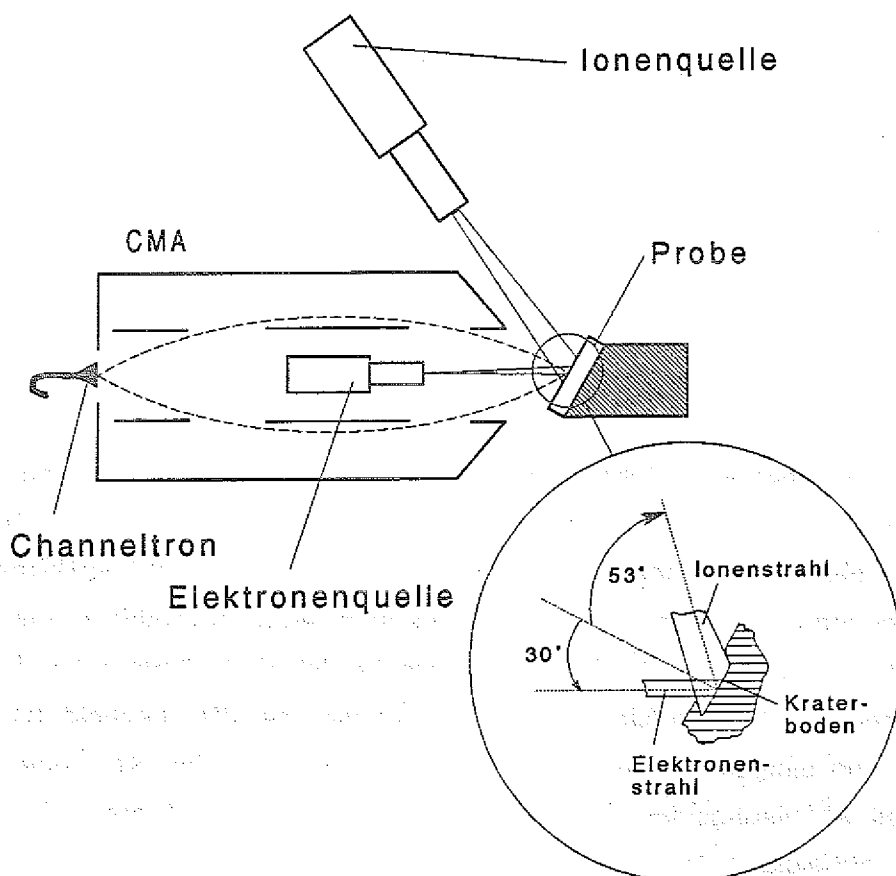


Abb. 4.1

Anordnung der Geräte für die AES-Tiefenprofil-Analyse.

Die eingesetzte Apparatur zur AES-Tiefenprofilierung ist rechnersteuerbar. Die Auger-Spektren werden im abgeleiteten Modus mit Hilfe der Lock-In Technik aufgenommen. Diese Verfahrensweise ist z.B. bei *Ertl* und *Küppers* /96/ ausführlich beschrieben. Die gemessenen Auger-Spektren können direkt auf den Festspeicher des Rechners geschrieben werden. Für jedes in der Schicht vorkommende Element wurde ein Energiefenster eingestellt und für jedes Energiefenster das Auger-Spektrum gemessen. Auf diese Weise wurden Auger-Spektren als Funktion der Erosionszeit aufgenommen. Wichtig für die Analyse einer Schicht ist die qualitative Kenntnis des jeweiligen Tiefenbereichs, d.h. es ist wichtig zu wissen, ob die Grenzschicht schon vollständig analysiert (durchzerstäubt) worden ist oder ob der Meßprozeß (auf die Tiefe bezogen) sich noch mitten in der Grenzschicht befindet. Mit der eingesetzten Software ist es möglich, während der Messung eine vereinfachte Analyse der gemessenen Spektren durchzuführen. Man kann daher schon während der Messung ein qualitatives Tiefenprofil der einzelnen Elementkonzentrationen als Funktion der bis dahin verstrichenen Erosionszeit erhalten. Trotz dieser wichtigen apparativen Voraussetzungen ist der Zeitaufwand, der zur Aufnahme eines Tiefenprofils benötigt wird, hoch. Für eine Schichtdicke von 500 Å einer Kohlenstoffschicht beträgt die Aufnahmezeit eines Tiefenprofils bei 1 keV Beschußenergie und einer Ionenstromdichte von $\sim 1 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ ca. 6 Stunden. Jedes einzelne Auger-Spektrum (elementbezogen) ergibt einen Punkt im Tiefenprofil. Die Genauigkeit hängt u.a. von der Energieauflösung ab, mit der das Auger-Spektrum gemessen wird. Hohe Energieauflösung ist gleichbedeutend mit hohem Zeitaufwand pro Spektrum und steht im Gegensatz zu der Forderung, ein gut aufgelöstes Tiefenprofil zu erhalten (viele Punkte relativ zur verstrichenen Erosionszeit). Daher muß von Anfang an ein Kompromiß geschlossen werden zwischen der Genauigkeit, mit der die Auger-Spektren und jener, mit der Tiefenprofile gemessen werden können.

Tiefenauflösung

Sehr vereinfacht könnte man sich die Sputtererosion als ein störungsfreies Wegschleifen von Oberflächenschichten vorstellen. Eine simultane Aufnahme der Auger-Signale von den Elementen einer solchen Oberfläche würde dann eine direkte Abbildung der in der Probe vorhandenen Konzentrationsprofile (Tiefenprofile) liefern (wenn man von der endlichen Austrittstiefe der Augerelektronen absieht). Die Zerstäubungserosion der Oberfläche hat aber zur Folge, daß es durch den komplizierten Wechselwirkungskomplex des Ionenstrahls mit der Probe (Kollisionskaskade) zu Veränderungen in der Topographie und der Zusammensetzung des oberflächennahen Bereiches kommt. Eine Reihe von Effekten führt zu einer "Verschmierung" der Konzentrationsprofile unterhalb der

Oberfläche, und eine Auflösung im Monolagen-Bereich bleibt daher auch bei vollständiger Aufklärung dieser Effekte unerreichbar.

Konventionsgemäß wird die Tiefenauflösung Δz , die während der Tiefenprofilierung erreicht wird, als jener Tiefenbereich angegeben, in dem die Intensität eines Stufenprofils von 84% auf 16% abfällt. Diese Konvention rührt daher, daß viele Profile große Ähnlichkeiten mit einer Fehlerfunktion aufweisen. Die gewählten Punkte (84%-16%) entsprechen der Standardabweichung der Fehlerfunktion. Die zur Verbreiterung der Tiefenprofile führenden Prozesse werden in der Praxis durch die quadratische Summennäherung addiert /98/:

$$\Delta z = \sqrt{\sum_i \Delta z_i^2} \quad (4.2)$$

Die einzelnen Beiträge Δz_i zur Verbreiterung (genauer: Verformung) der Tiefenprofile werden in instrumentelle Faktoren, in Charakteristiken der Probe und in Faktoren, die mit der Wechselwirkung des Ionenstrahles mit der Probe in Zusammenhang stehen, eingeteilt. Diese sind von *Hofmann* /94/ eingehend beschrieben worden. Im folgenden wird die Oberflächenrauigkeit als Repräsentant der Probencharakteristiken kurz behandelt. Daran anschließend wird aus dem Bereich der strahlungsinduzierten Effekte das Ionenstrahlmischen und sein Einfluß auf die Verbreiterung der Tiefenprofile beschrieben. Letzteres ist der gleiche Effekt, der zur Schichtmodifikation während der Ionenstrahlgestützten Deposition führt. Daher sind die Ionenstrahlgestützte Deposition und die Tiefenprofilierungs-Methode, in der ein Ionenstrahl zur Schichtabtragung eingesetzt wird, eng miteinander verbunden.

Die Einflüsse der Rauigkeit der Probenoberfläche auf die "Verschmierung" der Tiefenprofile wurden von *Seah* und *Lea* /99/ untersucht. Sie kamen zu der Schlußfolgerung, daß optimale Profile nur dann erzielbar sind, wenn die Probenoberfläche flach und poliert ist und der Ionenstrahl senkrecht zur Oberfläche einfällt. Letzteres ist bei Tiefenprofil-Untersuchungen, in denen ein CMA benutzt wird, wegen dessen Geometrie und des kleinen Arbeitsabstandes (9,5 mm zwischen Eintrittsspalt des CMA und der Probenoberfläche) nicht realisierbar. Auch bei ursprünglich glatten Oberflächen kann es wegen der Winkelabhängigkeit der Zerstäubungsausbeute oder wegen Verunreinigungen zur Konusbildung kommen /100, 101/. Durch Drehen der Probe /102-105/ oder der Verwendung zweier Ionenquellen /106/, die die Probe aus unterschiedlichen Richtungen bestrahlen, kann dieser Einfluß minimiert werden. Zu beschußinduzierter Rauigkeit kommt es auch wegen unterschiedlicher Zerstäubungsausbeuten in einer Mehrkomponenten-Probe. Durch

Verringerung des Elektronenstrahlquerschnittes kann der Einfluß der Rauigkeit minimiert werden. Dabei kann es jedoch zur elektronenstimulierten Desorption /107/ oder Absorption kommen. Dadurch erzeugt der Elektronenstrahl seinen eigenen Krater innerhalb des vom Ionenstrahl erzeugten Kraters.

Es wurde gezeigt, daß der Beitrag der Rauigkeit Δz , zur zerstäubten Tiefe proportional ist /99/ und der Rauigkeitsbeitrag mit dem Einfallswinkel wächst. Für Winkel unterhalb 60° zur Probennormalen ist dieser Zuwachs jedoch vernachlässigbar klein. Bei rauen Proben erfolgt der dominante Beitrag zur Verschmierung der Tiefenprofile durch Abschattung des Ionenstrahls und durch Redeposition von zerstäubten Teilchen. Beide Prozesse hängen stark von der Neigung der benachbarten Flächen ab /106/. Im vorliegenden Fall betrug der Winkel zwischen Probennormale und Achse des CMA 30° . Der Ionenbeschuß erfolgte aus einem Winkel von 53° zur Probennormalen.

Die Wechselwirkung des Ionenstrahls mit der Oberfläche der Proben führt zu den in Kapitel 2.3 erläuterten Prozessen. Für die Auflösung der Tiefenprofile ist das Ionenmischen von entscheidender Bedeutung. Der Beitrag des Ionenmischens unter Ar^+ -Beschuß im Bereich 1 keV bis 10 keV ist von *Andersen* /108/ untersucht worden. Er zeigte, daß die Verbreiterung mit der Ionenenergie quadratisch ansteigt. *Littmark* und *Hofer* /109/ sowie *King* und *Tsong* /110/ zeigten, daß der Einfluß des Atommischens zu einer unsymmetrischen Auflösungsfunktion führt. Diese ist durch einen steilen Anstieg, gefolgt von einem exponentiellen Abfall, charakterisiert. Der lange Abfall der Auflösungsfunktion wird durch isotrope Verlagerung der Teilchen in der Kaskade, verbunden mit gleichzeitigem Abtragen der Oberfläche, erklärt. Die wichtigsten Charakteristiken der durch das Atommischen hervorgerufenen Verbreiterungen erhält man unter der Annahme, daß über einen festen Tiefenbereich w , in dem das Ionenmischen abläuft, eine extrem schnelle Diffusion stattfindet. Das bedeutet, daß über den Bereich w die Konzentration konstant ist. Diese Annahme erlaubt dann eine analytische Beschreibung der unsymmetrischen Auflösungsfunktion, wie von *Liau* /111/ gezeigt wurde.

Wie in Kapitel 2.3.1 erwähnt, wird der Bereich, in dem das Ionenstrahlmischen stattfindet, durch die projizierte Reichweite der einfallenden Ionen annähernd beschrieben. Aus diesem Grund muß in jedem Tiefenprofil nach Ausschluß aller sonstigen Fehlerquellen mit einer Verbreiterung der Profile in der Größenordnung der projizierten Reichweite gerechnet werden. Diese beträgt für Xe^+ -Ionen der Energie 1 keV und 5 keV, die auf eine Probe aus Silizium einfallen, $37 \text{ \AA}$ bzw. $78 \text{ \AA}$ (gemäß TRIM).

Zur Erlangung der geeigneten Tiefen-Auflösung ist immer ein Kompromiß zwischen den gegebenen Proben-Charakteristiken und den instrumentellen Möglichkeiten zu schließen. Als grober Leitfaden gilt: Die Ionenenergie muß klein gehalten werden, und die Ionenmasse sollte groß sein, damit das Ionenstrahlmischen verringert wird. Der Einfallswinkel sollte, speziell bei rauen Oberflächen, klein gehalten werden, um Abschattung und Redeposition zu vermeiden. Im Gegensatz zu rauen Oberflächen wurde mit höheren Einfallswinkeln für glatte Oberflächen eine verbesserte Auflösung erzielt /93/. Der Grund liegt in dem verminderten Ionenmischen, das durch den schrägen Einfall des Ionenstrahls verursacht wird.

4.3 Auswerteverfahren

Im Prinzip ist eine genaue Bestimmung der chemischen Zusammensetzung von Proben mit AES möglich, wenn Standards ähnlicher, aber bekannter Zusammensetzung zur Verfügung stehen. Da mit der Ionenstrahlgestützten Deposition jedoch neue Verbindungen synthetisiert werden können, entfällt diese Möglichkeit, und es muß ein allgemeines, d.h. für beliebige Konzentrationsverhältnisse gültiges Auswerteverfahren, eingesetzt werden. Gegenüber dieser Forderung ist die Genauigkeit der absoluten Konzentrationsbestimmung als zweitrangig anzusehen. In diesem Kapitel wird zunächst auf das beim Tiefenprofilieren mehrkomponentiger Proben übliche Auswerteverfahren eingegangen. Anschließend wird das innerhalb der vorliegenden Arbeit entwickelte Verfahren zur Entnahme bindungsspezifischer Informationen aus Kohlenstoff-Auger-Spektren vorgestellt.

Die direkt gemessenen Augersignale (Peak zu Peak) als Funktion der Zerstäubungszeit geben nur eine qualitative Beschreibung der Elementkonzentrationen als Funktion der Erosionszeit. Um ein Konzentrations-Tiefenprofil zu erhalten, ist eine Umwandlung der gemessenen Intensitäten in Konzentrationen sowie eine Umrechnung der Zerstäubungszeit in zerstäubte Tiefe notwendig. Wir werden nun die Umwandlung von Zerstäubungszeit in zerstäubte Tiefe kennenlernen, und anschließend wird das übliche Verfahren zur Umrechnung von Auger-Signalen in Konzentrationen kurz beschrieben.

Die Umrechnung der Zerstäubungszeit in zerstäubte Tiefe erfolgt nach folgenden Verfahren: Da während der Tiefenprofilierung die Parameter (Gasfluß, Emissionsstrom und Energie) der Ionenquelle konstant gehalten werden, ist die Ionenstromdichte konstant. Die zerstäubte Tiefe ist dieser Ionenstromdichte proportional, und es gilt für die Zerstäubungsrate /93/

$$\dot{z} = \frac{j_p \cdot Y}{e \cdot N} \quad (4.3)$$

- j_p : Ionenstromdichte [$A \cdot s^{-1} \cdot cm^{-2}$]
- Y : Zerstäubungsausbeute [Atome / Ion]
- N : Atomare Dichte [cm^{-3}]
- e : Elementarladung [C]

Für eine konstante Zerstäubungsrate gilt für die Erosionstiefe z als Funktion der Erosionszeit t : $z(t) = \dot{z} \cdot t$. Diese Umrechnung setzt die Kenntnis der Zerstäubungsrate voraus. Durch Messen des Ionenstromes mit Hilfe eines Faradayauffängers und unter

Verwendung der Zerstäubungsausbeute aus der Literatur /60/ oder aus TRIM-Rechnungen kann die Zerstäubungsrate annähernd bestimmt werden. Oft wird obiges Verfahren durch die Erosion eines Kraters in eine Schicht bekannter Schichtdicke ersetzt. Dabei wird bei konstanter Ionenstromdichte die Zeit t bestimmt, die zum Abtragen der Schicht benötigt wird.

Besteht die zu untersuchende Schicht aus mehreren Elementen, die verschiedene Konzentrationsgradienten mit der Tiefe aufweisen, so ist die Zerstäubungsrate, wegen der Abhängigkeit von der momentanen Oberflächenkonzentration, nicht konstant mit der Tiefe /112, 113/. Eine Korrektur für die Nichtlinearität zwischen Zerstäubungszeit und abgetragener Schichtdicke kann nur erfolgen, wenn die Abhängigkeit der Zerstäubungsrate von der Zusammensetzung bekannt ist. Da dies selten der Fall ist, wird stattdessen eine mittlere momentane Zerstäubungsrate unter der Annahme einer linearen Abhängigkeit von der Konzentration verwendet /114, 115/:

$$\langle \dot{z} \rangle = \sum_i C_i^{\text{Oberfläche}} \cdot \dot{z}_i \quad (4.4)$$

$C_i^{\text{Oberfläche}}$: Oberflächenkonzentration
 $\dot{z}_i$: Erosionsrate des Elementes i in der Oberfläche.

4.3.1 Übliche Umrechnung von AES-Signalen in Konzentrationen

Das allgemeine Vorgehen zur Auswertung gemessener Auger-Spektren wird im folgenden, gemäß dem von Seah /116/ aufgezeigten Verfahrensweg, kurz beschrieben. Wenn das ionisierte Rumpfniveau X durch eine Augerelektronen-Emission zerfällt, kann das Augerelektron einen Abstand entsprechend der mittleren freien Weglänge λ durchlaufen, ehe es inelastisch gestreut wird. Der Fluß der erzeugten Augerelektronen fällt als Funktion des Abstandes x von dem Ursprung nach $\exp(-x/\lambda)$. Daher ist die Tiefe, aus der die Augerelektronen noch nachgewiesen werden können, in einer ersten Abschätzung durch $\lambda \cdot \cos\theta$ gegeben, wobei θ der Emissionswinkel in bezug zur Oberflächennormalen ist. Die Werte für λ liegen im Bereich von 2 bis 10 Atomlagen /117/. Dieses ist der Grund für die Oberflächenempfindlichkeit der Auger-Elektronen-Spektroskopie.

Beim Auftreffen des Primärelektronenstrahls ($E_p = 5 \text{ keV}$) auf die zu untersuchende Probenoberfläche können die Elektronen trotz elastischer und inelastischer Streuung bis zu $1\text{-}2 \text{ }\mu\text{m}$ in die Probe eindringen. Die Ionisation der Rumpfniveaus mit einer Wahrscheinlichkeit σ_{AX} (Ionisations-Wirkungsquerschnitt) erfolgt durch die Primärelektronen und durch rückgestreute energetische Elektronen. Wenn $n(E, \alpha)$ das rückgestreute Elektronenspektrum pro einfallendes Elektron ist, so gilt für die Gesamtionisation des Rumpfniveaus X

$$\sigma_{AX}(E_p) + \int_{E_{AX}}^{E_p} \sigma_{AX}(E) \cdot n(E, \alpha) \cdot dE \quad , \quad (4.5a)$$

oder anders ausgedrückt

$$\sigma_{AX}(E_p) \cdot [1 + r_M(E_{AX}, E_p, \alpha)] \quad , \quad (4.5b)$$

wobei r_M der Rückstreuoeffizient ist. Dieser ist abhängig von der Matrix, in der die Atome A eingebunden sind; α ist der Einfallswinkel der Elektronen in bezug zur Probennormalen.

Werden die Augerelektronen mit einem Detektor der Transmission T und Detektionseffizienz D gemessen, so gilt für die Augerintensität der Atomart A in der Probe

$$S_A = I_0 \cdot \sigma_A(E_p) \cdot [1 + r_M(E_A, E_p, \alpha)] \cdot T(E_A) \cdot D(E_A) \cdot \int_0^{\infty} N_A(z) \cdot \exp(-z / \lambda \cdot \cos\theta) \cdot dz \quad (4.6)$$

In obiger Gleichung sind I_0 die primäre Elektronenstrahlintensität und N_A die A-Atomdichte in der Tiefe z von der Probenoberfläche. Gl. (4.6) kann nicht direkt zur Bestimmung der Konzentration der Konstituenten eingesetzt werden. Bei Verwendung von Referenzspektren, die unter gleichen Bedingungen gemessen wurden und unter Vernachlässigung des Rückstreutterms kann der relative Konzentrationsanteil der Komponente A des untersuchten oberflächennahen Bereiches gemäß folgender Beziehung bestimmt werden:

$$C_A = \frac{\frac{S_A}{S_A^\infty}}{\sum_i \frac{S_i}{S_i^\infty}} \quad [\text{Atom-\%}] \quad (4.7)$$

S_A : Gemessene Auger-Intensität von Element A

S_A^∞ : Gemessene Auger-Intensität einer Referenzprobe des Materials A

S_i, S_i^∞ : Gemessene Auger-Intensitäten der in der Oberfläche befindlichen Atomarten und deren Auger-Intensitäten von reinen Referenzproben.

Auf diese Art können alle apparativen Größen zur Bestimmung der Konzentration ausgeschlossen werden, jedoch muß für jedes in der Probe befindliche Element ein Referenzspektrum vorhanden sein. Die Gl. (4.7) ist ferner als eine einfache Normierung der Konzentrationen zu verstehen (die Summe der so bestimmten Konzentrationen ergibt 100 Atom-%).

Wenn sich die Auger-Spektren der in der Probe vorkommenden Elemente nicht überlagern, kann in der Regel die Peak-zu-Peak Höhe der charakteristischen Peaks im abgeleiteten Auger-Spektrum als Auger-Intensität (der Oberflächenkomponente) verwendet werden. Wie im folgenden Kapitel gezeigt wird, kann diese Auswertemethode nicht erfolgreich eingesetzt werden, wenn es darum geht, wie z.B. für Kohlenstoff und Silizium, die bindungsspezifischen Konzentrationen zu bestimmen.

Die Gl. (4.7) ist dann genau, wenn die gemessenen Auger-Spektren unabhängig von der chemischen Umgebung des Atoms sind, welches das Augerelektron emittiert. Diese Voraussetzung ist, wie oben beschrieben, nicht grundsätzlich erfüllt, da die mittlere freie Weglänge der Augerelektronen matrixabhängig ist [118] und der Rückstreukoeffizient r_M mitberücksichtigt werden muß. Dies ist möglich durch einen Matrixfaktor im Nenner von Gl. (4.7). Der Beitrag des Matrixfaktors ist klein und kann anhand von Tabellen von Hall

und *Morabito* /119/ und Berechnungen von *Ichimura* und *Shimizu* /120/ abgeschätzt werden. Innerhalb dieser Arbeit ist er nicht berücksichtigt worden.

Mit Gleichung (4.7) und mit Hilfe der Empfindlichkeitsfaktoren der wichtigsten Auger-Linien, die in bezug auf die Silberlinie 351 eV für eine Standard-Experimentkonfiguration tabelliert /121/ sind, kann eine Umwandlung der gemessenen Auger-Signale in Konzentrationen vorgenommen werden. Abgesehen von der begrenzten Auswahl dieser Empfindlichkeitsfaktoren ist wegen der experimentellen Unterschiede (Winkeleinstellungen und Probenbeschaffenheit) eine genaue Auswertung mit Hilfe dieser Empfindlichkeitsfaktoren nicht möglich. Es gibt auch Autoren /122/, die behaupten, die angegebenen Faktoren seien nur bedingt genau und daher auch nur bedingt verwertbar.

Es folgen nun die angewandten Verfahren zur quantitativen Elementidentifikation von Kohlenstoff, Silizium und Sauerstoff aus den gemessenen Auger-Spektren, wobei besonderes Gewicht auf die bindungsspezifische Identifikation von Kohlenstoff gelegt wird.

4.3.2 Kohlenstoff-Identifikation

Die Fragestellung innerhalb dieser Arbeit erforderte den bindungsspezifischen Nachweis von Kohlenstoff und Silizium. Mit Hilfe der AES-Spektroskopie kann eine Unterscheidung des Bindungszustands durch die Analyse der Linienform erfolgen. Daher liegt die Basis des hier erläuterten Auswerteverfahrens im wesentlichen darin, daß das gesamte Kohlenstoff-Auger-Spektrum zur Auswertung herangezogen wird und nicht lediglich ein Peak-zu-Peak Wert für den Gesamtgehalt von Kohlenstoff verwertet wird. Dadurch wird es möglich, Informationen in der Linienform quantitativ zu erfassen. Die Auger-Spektren der karbidischen Verbindungen haben eine besonders ausgeprägte Feinstruktur /94/. Bei Kohlenstoff liegt die L-Schale schon im Valenzband. Daher sind, je nach Bindungszustand, große Unterschiede in der Wellenfunktion dieser Elektronen zu erwarten /97/.

Im folgenden wird jeder in der Probe vorkommende chemische Bindungszustand der einzelnen Elemente als primitive Komponente bezeichnet. Die Konzentration dieser Komponente wird primitive Konzentration genannt. Somit bildet die Gesamtheit der primitiven Konzentrationen eines Elementes die Gesamtkonzentration dieses Elementes in der Probe. Diese Konzentrationen sind von der betrachteten Probentiefe z abhängig. In den untersuchten Proben kann Kohlenstoff prinzipiell mit Silizium, mit Sauerstoff oder mit sich selbst gebunden sein. Die Bindung zu Sauerstoff konnte mit der verwendeten Analytik nicht identifiziert werden. Auf einer reinen Kohlenstoffoberfläche bei Raumtemperatur bildet sich keine Oxydschicht aus, und es konnte innerhalb der vorliegenden Arbeit auch keine identifiziert werden. Im Fall von Kohlenstoff haben wir es somit mit zwei primitiven Komponenten zu tun: Kohlenstoff, der mit Kohlenstoff gebunden ist (graphitischer Kohlenstoff) und Kohlenstoff, der mit Silizium gebunden ist (karbidischer Kohlenstoff).

Struktur des Kohlenstoff-Auger-Spektrums

Das Kohlenstoff-Auger-Spektrum setzt sich aus der Gesamtheit der für Kohlenstoff möglichen Auger-Übergänge (Linien) zusammen. Die Werte der möglichen Peakpositionen für Kohlenstoff sind in Tabelle 4.1 enthalten. Sie wurden unter Verwendung des intermediären Kopplungsschemas (*Siegbahn* /123/) von *Haas* und Mitarbeitern /97/ berechnet (der Energiewert bezieht sich auf den Peakwert im $N(E)$ Spektrum). Gleichzeitig sind die beteiligten Übergänge und die Endzustände des Kohlenstoff-Ions eingetragen.

Tabelle 4.1

Endzustand	$2s^0 2p^2$	$2s^1 2p^1$		$2s^2 2p^0$		
Übergang	$KL_1 L_1$	$KL_1 L_2$	$KL_1 L_3$	$KL_2 L_2$	$KL_2 L_3$	$KL_3 L_3$
Energie [eV]	243	252	258	265	266	267

Im Gegensatz zu den theoretischen Werten aus Tabelle 4.1 haben *Lurie* und *Wilson* /124/ gezeigt, daß für Graphit nur drei Übergänge zu beobachten sind: der $KL_3 L_3$ - (268 eV), der $KL_1 L_2$ - (255 eV) und $KL_1 L_1$ -Übergang (241 eV).

Wegen der großen Komplexität des Auger-Prozesses konnte bislang noch kein Modell entwickelt werden, das Änderungen in der Auger-Linienform mit den entsprechenden Änderungen in dem Bindungszustand erklärt. Für den Anwender der AES bleibt nur die Möglichkeit, die gemessenen Auger-Spektren mit den auf Standards gemessenen Referenzspektren zu vergleichen. Die Qualität dieses Vergleichs ist entscheidend für die Qualität der damit verbundenen Bestimmung der Konzentration der Konstituenten. Dieser Ansatz setzt die Existenz von gemessenen Standardspektren (Referenzspektren) voraus. Wie in Kapitel 4.3.4 gezeigt wird, sind unter gewissen Voraussetzungen nicht für alle primitiven Komponenten in den Proben die Referenzspektren notwendig, um eine Konzentrationsbestimmung vornehmen zu können.

In Abb. 4.2 sind zwei Kohlenstoff-Auger-Spektren dargestellt: Kohlenstoff in der sputterdeponierten Kohlenstoffschicht (dünne Linie), und Kohlenstoff, der in einer Siliziumkarbid-Probe mit Silizium gebunden ist (dicke Linie). Letztere wurde mit Hilfe der chemischen Dampfabcheidung (CVD $\equiv$ Chemical Vapour Deposition) hergestellt (Referenzprobe der Fa. Plano). Alle untersuchten Kohlenstoffsubstrate zeigen genau diese Art (dünne Linie) von Kohlenstoff-Spektrum, sei es a-C:D, EK 506 oder durch Zerstäubung aufgebracht Kohlenstoffilm. Dieser Bindungszustand von Kohlenstoff wird fortan graphitischer Kohlenstoff genannt, um ihn von dem in Siliziumkarbid (SiC) gebundenen Kohlenstoff, künftig karbidischer Kohlenstoff genannt, zu unterscheiden.

Soll anhand der beiden Spektren der Gesamtkohlenstoffgehalt der jeweiligen Probe bestimmt werden, so bietet sich hierfür das wesentliche Merkmal dieser Auger-Spektren, der negative Peak (a und a') um 273 eV, an. Wird der Peak $KL_3 L_3$ (268 eV) abgeleitet so ist 273 eV der Energiewert des Maximums des negativen Peaks dieser Ableitung. Ein Vergleich dieser Peaks für die beiden Grenzfälle reiner Kohlenstoff (graphitisch gebundener Kohlenstoff) und in Siliziumkarbid gebundener Kohlenstoff zeigt, daß der entsprechende Peak für Kohlenstoff in Siliziumkarbid verringert ist. Diese Verringerung erfolgt nicht, wie von der Stöchiometrie her erwartet wird, um 50 %,

sondern nur um 29 %. Das heißt, daß die Empfindlichkeitsfaktoren für die angesprochenen Kohlenstoff-Verbindungen unterschiedlich sind und unterstreicht die Notwendigkeit eines verlässlichen Referenzspektrums für beide Kohlenstoff-Verbindungen, um bindungsspezifische Konzentrationen angeben zu können.

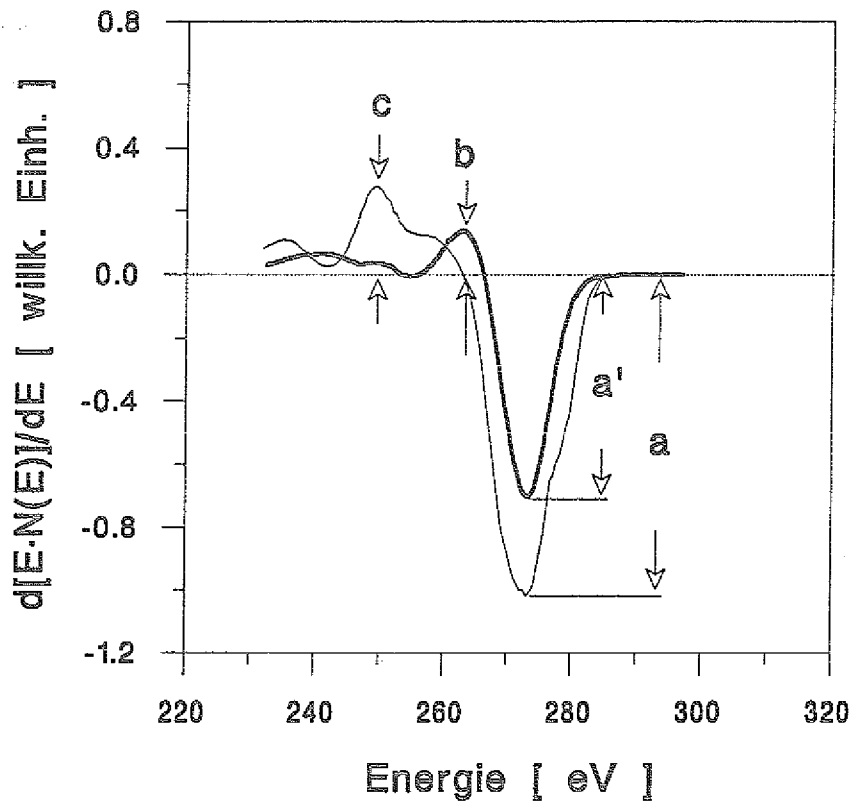


Abb. 4.2

- Kohlenstoff-Auger-Spektren von sputterdeponiertem Kohlenstoff (dünne Linie)
- und von Kohlenstoff, der mit Silizium in einer SiC-Probe gebunden ist (dicke Linie).

In der Feinstruktur des Spektrums, in der die meiste Information über das Bindungsverhältnis von Kohlenstoff steckt, bieten sich als bindungsspezifische Auger-Signale für Karbid der mit b, und für Graphit jener mit c gekennzeichnete Peak an. Wie aus Abb. 4.2 zu entnehmen ist, kann mit diesen Peakgrößen keine eindeutige Trennung der beiden Bindungsverhältnisse (bei Superposition der beiden Spektren) vorgenommen werden, da jeweils die andere Peakhöhe am gleichen Ort verschieden von Null ist. Die Verwendung von Peak b für den Anteil von zu Silizium gebundenem Kohlenstoff ist eine gute Näherung, da letztgenannte Bedingung hier am ehesten erfüllt ist. Dieses ist auch der Peak, der für die vereinfachte Auswertung während der Messung verwendet wurde.

Da es nicht möglich ist, mit der konventionellen Auger-Auswertemethode die beiden primitiven Komponenten von Kohlenstoff strikt zu trennen, muß ein anderes Verfahren zum Vergleich der Auger-Peaks herangezogen werden.

Faktorenanalyse

Ein relativ aufwendiges Auswerteverfahren ist die Faktorenanalyse. Diese Analyse wird in der Chemie und Psychologie angewendet, wo es oft darum geht, zwei unabhängige Kurven (Spektren) auf ihre Gemeinsamkeiten zu untersuchen (Schlagwörter: pattern recognition und fingerprinting). Der Erste, der dieses Verfahren zur Untersuchung von Kohlenstoff-Bindungszuständen verwendet hat, war *Gaarenstroom* /125/. Die zugrundeliegende Mathematik ist z.B. bei *Malinowski* /126/ ausgiebig beschrieben worden.

Als Ausgangspunkt für die Faktorenanalyse dient eine Datenbasis, z.B. alle in einem Tiefenprofil gemessenen Auger-Spektren. Die Daten werden in einer Datenmatrix angeordnet, wobei z.B. jede Zeile ein individuell gemessenes Spektrum enthält. Die Werte in der Spalte sind dann die gemessenen Intensitäten bei einer bestimmten Energie. Es wird die algebraische Methode der Eigenwertbildung angewendet, um die Dimension des Datenraumes zu ermitteln, d.h. die Anzahl der Eigenwerte wird bestimmt. Das hierzu verwendete Verfahren stützt sich auf die Methode der kleinsten quadratischen Abweichung (MKQA) und wird Hauptkomponentenanalyse /126/ genannt. Für Kupfer-Auger-Spektren ist dieses Vorgehen von *Gaarenstroom* /127/ ausführlich beschrieben worden. Die auf diese Art umgewandelte Datenmatrix kann als Produkt zweier Matrizen geschrieben werden, wobei die eine nur die Eigenvektoren (E) enthält und die zweite aus den sogenannten Faktoren (F) besteht. Der Wert der Faktoren entspricht der relativen Wichtigkeit der entsprechenden Eigenvektoren. Wegen des Rauschens in den Spektren wird ein Kriterium benötigt, um zu entscheiden, wann ein Eigenwert statistisch verschieden von Null ist. *Malinowski* /128/ hat ein solches Kriterium entwickelt, um die Rausch-Eigenvektoren anhand des Zahlenwertes ihrer Eigenwerte zu eliminieren. Man erhält so die Matrix der relevanten Eigenvektoren (E*). Die Anzahl der übriggebliebenen Eigenwerte der so erhaltenen Datenmatrix ist gleich der Anzahl der primitiven Komponenten mit trennbaren Peakformen in dem untersuchten Probenvolumen. Somit wird ein linearer Raum aufgespannt, in dem die Faktoren zunächst abstrakte Koordinaten dieses Raumes darstellen.

Nach der Hauptkomponentenanalyse müssen im zweiten Schritt der Faktorenanalyse, in dem genannten Raum, physikalisch oder chemisch relevante Vektoren gefunden werden. Dieses wird durch eine Transformation der Faktoren derart erreicht, daß sie

nach physikalisch relevanten Basisvektoren ausgerichtet werden. Diese sind durch eine Matrix von Referenzspektren (R) gegeben.

Diese Transformation erfolgt mit Hilfe eines multilinearen Regressionsverfahrens auf der Basis der MKQA. Es wird eine Transformationsmatrix (T) derart erhalten, daß die Matrix der Referenzspektren minus Faktorenmatrix, die mit der Transformationsmatrix multipliziert wird, ein Minimum ergeben ($R - F \cdot T = \text{Min}$). Diese Vorgehensweise führt nur dann zum Ziel, wenn die Matrix der Referenzspektren geeignet ist und in dem gleichen Datenraum (Energien) liegt und sämtliche vorkommenden primitiven Komponenten enthält. Mit Hilfe der erhaltenen Transformationsmatrix kann dann die transformierte Eigenvektormatrix ($T^{-1} \cdot E^*$) erhalten werden. Die Elemente dieser Matrix sind (in guter Näherung) die relativen Konzentrationen der reinen Elemente in den untersuchten Spektren der Datenmatrix.

Die Faktorenanalyse beruht auf der linearen Zerlegung der experimentellen Daten. Aus diesem Grund ist ihre Anwendbarkeit auf die gemessenen Auger-Spektren nur dann zulässig, wenn die gemischten Spektren eine lineare Kombination von jenen ist, die von reinen Elementen erhalten werden. Für Kohlenstoff ist dieses für Nickelkarbid von *Smith* /129/ und für eine Reihe anderer Karbide von *Craig* /130/ gezeigt worden.

Abgesehen von der mathematischen Genauigkeit der eingesetzten multilinearen Regressionsverfahren ist für die Genauigkeit des beschriebenen Verfahrens die Verlässlichkeit der Referenzspektren von entscheidender Bedeutung. Der Aufbau einer Referenzmatrix muß mit größter Sorgfalt erfolgen. Daß diese Methode im Fall der Karbide gut einsetzbar ist, wurde kürzlich für Wolframkarbid von *Pütz* u.a. /131/ bewiesen.

Vereinfachte Faktorenanalyse

Es wurde ein einfacherer Weg für die Auswertung der Auger-Spektren von Kohlenstoff eingeschlagen, nicht zuletzt wegen der hohen Anzahl der auszuwertenden Spektren. Ein ähnlicher Ansatz wurde schon von *Hofmann* /132/ und auch von *Roth* /133/ gemacht, allerdings ohne Erklärung der Vorgehensweise. Der im Vergleich zur Faktorenanalyse vereinfachte Weg führt nicht an der genauen Bestimmung der Referenzspektren für reinen Kohlenstoff und für Kohlenstoff in Siliziumkarbid vorbei.

Wie schon erwähnt wurde, steckt die ganze Information in der Linienform der gemessenen Auger-Peaks. Für die Aufnahme des Referenzspektrums für reinen Kohlenstoff wurde die durch Sputterdeposition erzeugte Kohlenstoffschicht verwendet. Für Siliziumkarbid war es durch die apparativen Gegebenheiten in der IBA-Apparatur

(kein unabhängiger Kohlenstofffluß) nicht möglich, einen eigenen Siliziumkarbid-Standard herzustellen. Ein solcher wurde von der Fa. Plano bezogen.

Das Kohlenstoff-Referenzspektrum im Fall von Kohlenstoff in Siliziumkarbid entspricht nur 50 Atom-% Kohlenstoff. Um die Empfindlichkeitsfaktoren für graphitischen und karbidischen Kohlenstoff zu vereinheitlichen, muß das gemessene karbidische Spektrum in seiner Intensität nachträglich verdoppelt werden. Ein Vergleich des wesentlichen Merkmales dieser Spektren, der Peaks (a und a') in Abb. 4.2, ergab unter Berücksichtigung der eben genannten Normierung des Kohlenstoffgehaltes einen Multiplikator von 1.42 für das Kohlenstoffspektrum von Siliziumkarbid.

Sowohl aus XPS-Messungen als auch aus Auger-Messungen ist bekannt, daß die Haupt-Peakpositionen der beiden Kohlenstoffverbindungen um ca. 1,4 eV auseinander liegen /134/; jener der Karbid-Verbindung liegt in Richtung kleinerer Energie. Dieses wurde bei der Bildung der Matrix mit den Referenzspektren für die bindungsabhängige Konzentrationsbestimmung berücksichtigt. Die Matrix der Referenzspektren enthielt die in Abb 4.3 dargestellten Auger-Spektren von Kohlenstoff in den beiden Bindungszuständen Graphit und Karbid (SiC).

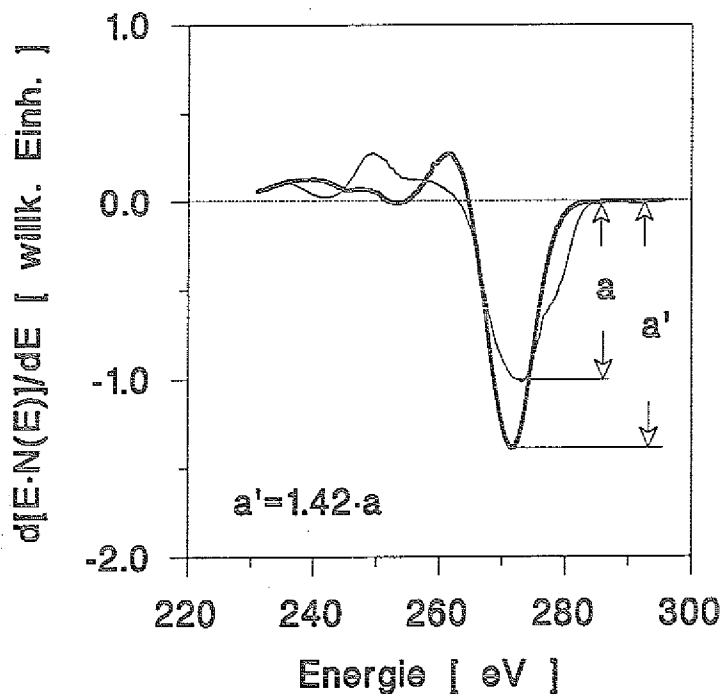


Abb. 4.3

Die beiden als Referenzspektren verwendeten Kohlenstoff-Auger-Spektren (dünne Linie: Graphit und dicke Linie: Karbid). Die Vereinheitlichung der Empfindlichkeitsfaktoren mit dem Multiplikator $\xi = 1,42$ ist mitberücksichtigt worden, ebenso der 1,4 eV Shift des Negativ-Peaks im Spektrum von Kohlenstoffkarbid.

Bevor das eigentliche Verfahren vorgestellt wird, muß noch auf drei wichtige Aspekte bei der Aufnahme der Auger-Spektren hingewiesen werden, deren Problematik sowohl für die Faktorenanalyse als auch für das folgende Verfahren von entscheidender Bedeutung ist.

Der erste dieser Aspekte betrifft das Rauschen. Sowohl die Referenzspektren als auch die Auger-Spektren, die während des Tiefenprofilierens aufgenommen wurden, sind mit Rauschen behaftet (im allgemeinen weißes Rauschen). Für die Faktorenanalyse wurde, wie schon berichtet, hierfür ein spezielles Kriterium gefunden. Im allgemeinen muß dieses Rauschen durch eine geeignete Glättung oder Filterung minimiert werden. Das hierfür wohl effektivste Verfahren ist die Transformation der Spektren in den Fourierraum und die Verwendung der niedrigen Frequenzen für die Analyse, da das weiße Rauschen bei höheren Frequenzen liegt. Wird aber bei der Aufnahme der Spektren mehrmals das gleiche Spektrum durchgefahren und addiert, so wird der Beitrag des Rauschens wesentlich reduziert. Die Aufnahme der Tiefenprofile erfolgte durch viermaliges Durchfahren der einzelnen Auger-Spektren. Diese Vorgehensweise führt allerdings zu einer Mittelung über einen Tiefenbereich, der in der Zeit erodiert wird, in der die Aufnahme der vier Spektren erfolgt.

Der zweite Aspekt betrifft die Möglichkeit, durch Aufladung der Probe eine Energieverschiebung des Auger-Spektrums zu erhalten. In diesem Fall wird das Superpositionsprinzip (Linearität) verletzt und die linearen Verfahren dürfen nicht angewendet werden. Zu Aufladungen kommt es naturgemäß vor allem bei Isolatoren. Dieser Effekt ist speziell bei der Tiefenprofilierung wichtig, da es, bedingt durch die unterschiedlichen Zusammensetzungen verschiedener Tiefenbereiche, zur Änderung des Aufladungsvermögens kommen kann. Somit ist in diesen Fällen eine Voraussage über die Aufladungsverschiebung nicht machbar. Einen wesentlichen Beitrag zum Gelingen des vorzustellenden Auswerteverfahrens hat die Feststellung geleistet, daß innerhalb der vorliegenden Arbeit für Kohlenstoff keine solchen Verschiebungen im Auger-Spektrum beobachtet worden sind. Für die reinen Silizium-Substrate sind solche Verschiebungen sehr wohl beobachtet worden, und zwar bis zu einem Wert von 12 eV.

Der dritte Aspekt betrifft die Tatsache, daß es wegen des Untergrundes eines Auger-Spektrums auch innerhalb der abgeleiteten Auger-Spektren zu einem nicht wohldefinierten Offset kommt. Dieser kann aber durch einen relativ einfachen Trick berücksichtigt werden, wie im folgenden Auswerteverfahren gezeigt wird.

Angeregt von dem in der Faktorenanalyse angewandten Auswerteverfahren wird für die Identifikation der primitiven Kohlenstoffkomponenten angenommen, daß:

- in den zu untersuchenden Proben für Kohlenstoff nur die beiden primitiven Komponenten, graphitischer und karbidischer Kohlenstoff, vorhanden sind, und
- das Linearitätsprinzip gilt, d.h. daß das Auger-Spektrum eines Gemisches aus beiden primitiven Komponenten eine lineare Superposition der beiden Auger-Spektren von reinen Elementen ist.

Mit Hilfe eines multilinearen Regressionsverfahrens wird jedes gemessene Auger-Spektrum von Kohlenstoff in eine lineare Superposition der Referenzspektren zerlegt. Sind $S_g(E)$ das gemessene Spektrum und $S_1(E)$ und $S_2(E)$ die beiden Referenzspektren (Standardspektren), so erfolgt die Zerlegung des gemessenen Spektrums gemäß der Beziehung

$$S_g(E) = F_1 \cdot S_1(E) + F_2 \cdot S_2(E), \quad (4.8)$$

wobei die Konstanten F_1 und F_2 im folgenden Faktoren genannt werden. Diese drücken den jeweiligen Anteil der den Referenzspektren entsprechenden primitiven Konzentration von Kohlenstoff aus. Oder anders gesagt, das gemessene Spektrum wird mit dem Set der Referenzspektren verglichen, um die Faktoren zu erhalten, mit denen die Referenzspektren belegt werden müssen, um das gemessene Spektrum mit der kleinsten quadratischen Abweichung zu erhalten.

Um einen eventuell vorkommenden Offset zu eliminieren, wird ein Einheitsreferenzspektrum $S_3(E) = 1$ hinzugefügt. Der Offset wird dann durch dieses dritte Referenzspektrum "absorbiert". Es gilt dann

$$S_g(E) = F_1 \cdot S_1(E) + F_2 \cdot S_2(E) + F_3 \cdot S_3(E). \quad (4.9)$$

Das verwendete multilineare Regressionsverfahren basiert auf der Methode der kleinsten quadratischen Abweichung. Es löst das überbestimmte Gleichungssystem (4.9) und bestimmt dadurch die Konstanten F_i in einer Weise, so daß

$$\sum_i \left[S_g(E_i) - \sum_j F_j \cdot S_j(E_i) \right]^2 = \text{Min} \quad (4.10)$$

gilt. Hier ist i die Laufvariable (über die Energiewerte) in den einzelnen Spektren.

Ist $S_1(E)$ das Referenzspektrum für graphitischen Kohlenstoff und $S_2(E)$ jenes für karbidischen, so geben die Faktoren F_1 und F_2 die jeweilige Atomkonzentration an graphitischem und karbidischem Kohlenstoff wieder. F_1 und F_2 sind die aus den gemessenen Auger-Spektren bestimmten Intensitäten, während F_3 unberücksichtigt bleibt.

Die Schichten sind in der Regel durch die Schichtdicke und die Schichtfarbe gekennzeichnet. Die Schichtdicke wird durch die Schichtdicke und die Schichtfarbe gekennzeichnet. Die Schichtfarbe wird durch die Schichtdicke und die Schichtfarbe gekennzeichnet.

4.3.2 Silizium-Identifikation

Für Silizium wurde das Auger-Spektrum des LVV-Übergangs um 92 eV gemessen und verwendet, um den Gehalt von Silizium in den Schichten zu identifizieren. Wie für Kohlenstoff, ist auch für Silizium der Bindungszustand in der Feinstruktur des Auger-Spektrums beobachtbar, allerdings nicht so ausgeprägt.

In Abb. 4.4 sind drei Auger-Spektren für Silizium dargestellt. Der Unterschied zwischen dem Auger-Spektrum für reines Silizium (a) und jenem für Silizium in Siliziumkarbid (b) liegt an der Verbreiterung des Hauptpeaks um 92 eV und an der Feinstruktur, die eher einer breiten Schulter gleicht (Pfeil auf Spektrum (b)).

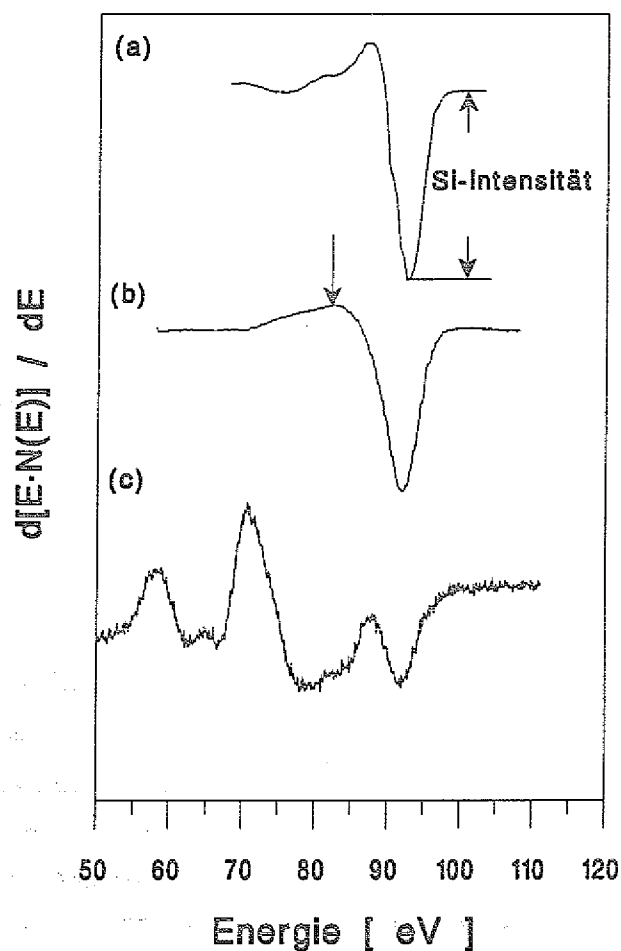


Abb. 4.4

Auger-Spektren von Silizium. (a) für reines Silizium, (b) für Silizium in SiC gebunden und (c) für mit Sauerstoff stark verunreinigtes Silizium. Die unterschiedlichen Rauschpegel sind auf unterschiedliche Einstellungen der Apparatur zurückzuführen.

Zur Silizium-Identifikation bietet sich der stark ausgeprägte negative Peak um 92 eV (in Abb. 4.4 (a) mit "Si-Intensität" bezeichnet) an. Hinsichtlich der Peakhöhe treten für Silizium in den unterschiedlichen Bindungszuständen die gleichen Probleme auf wie für Kohlenstoff. Die Peakhöhe verhält sich nicht wie die Stöchiometrie, sondern Silizium hat in den unterschiedlichen Bindungszuständen einen spezifischen Empfindlichkeitsfaktor. Der Vergleich der Peakhöhen des negativen Peaks um 92 eV für reines Silizium und für Siliziumkarbid erbrachte bei erneuter Berücksichtigung der Stöchiometrie für das Siliziumspektrum von in SiC gebundenem Silizium einen Multiplikator von $\delta = 0.8$.

Im Gegensatz zu Kohlenstoff hat Silizium eine sehr hohe Affinität zu Sauerstoff. Silizium hat daher eine primitive Komponente mehr als Kohlenstoff. Für die Auger-Analyse ergeben sich wegen der durch die Verbindung mit Sauerstoff induzierten Spektrumsveränderungen erhebliche Probleme. Der negative Peak um 92 eV ist z.B. für eine aus reinem SiO_2 bestehende Probe aus dem Spektrum ganz "verschwunden" /135/. Durch die Oxydation werden auch die Rumpfelektronenniveaus verschoben /97/. Es kommt daher zu einer Energieverschiebung des gesamten Silizium-Auger-Spektrums. Beim Vorhandensein kleinster Mengen von Sauerstoff in der Probe ist das Si-Auger-Spektrum im Vergleich zu den Charakteristiken des Spektrums von reinem und/oder zu Kohlenstoff gebundenem Silizium "verwischt".

Ein Silizium-Auger-Spektrum für eine mit Sauerstoff verunreinigte Siliziumoberfläche ist in Abb. 4.4 (c) dargestellt. Aus der Existenz des negativen Peaks um 92 eV kann geschlossen werden, daß es sich nicht um reines SiO_2 handelt. Der Unterschied dieses Spektrums zu den beiden Spektren (a) und (b), speziell was den Bereich der Feinstruktur angeht, ist offensichtlich.

Wenn kein Sauerstoff in den Proben vorhanden ist, kann die gleiche Verfahrensweise (lineare Zerlegung) wie für Kohlenstoff auch für Silizium erfolgen. Erwartungsgemäß ist dieses Verfahren im Vergleich zu Kohlenstoff wegen der geringeren Ausgeprägtheit der Feinstruktur für Silizium weniger erfolgreich. Da kleinste Mengen von Sauerstoff, bedingt durch das Herstellungsverfahren der Schichten, in einigen der erzeugten Filme vorhanden waren, ist diese Art der Auswertung der Silizium-Auger-Spektren nur versuchsweise erfolgt. Wie im vorigen Kapitel beschrieben, setzt eine solche Analyse das Vorhandensein von Referenzspektren aller primitiven Komponenten in der Probe voraus. Da, wie oben erläutert, für mit Sauerstoff verbundenes Silizium die Auger-Spektren je nach Verunreinigungsgehalt von Sauerstoff (SiO bzw. SiO_x) verschieden sind, werden entsprechend dem Sauerstoffgehalt die jeweiligen Referenzspektren benötigt, eine Forderung, die offensichtlich nicht erfüllt werden kann. Die Auswertung mit der linearen Zerlegung der Spektren, wobei als Referenzspektren die Spektren (a)

und (b) in Abb. 4.6 verwendet wurden, führte zu einem ähnlichen anomalen Verhalten der Siliziumkonzentration wie jenes von *Roth* und *Crowell* /133/ in Pd/Si-Grenzschichten beobachtete: es kommt zu einem negativen Siliziumanteil im Konzentrationsprofil. Auch für die Pd/Si-Grenzschicht wurde mit dem Vorhandensein einer durch die Referenzspektren nicht abgedeckten Silizium-Phase argumentiert.

Ein zweiter, für die lineare Zerlegung kritischer Aspekt, betrifft die durch die Aufladung der Probe verursachte Verschiebung der Silizium-Auger-Spektren. Zwar konnte in allen Bereichen, in denen auch Kohlenstoff vorhanden war, keine diesbezügliche Verschiebung beobachtet werden, wohl aber im Bereich, in dem nur Silizium vorhanden war (Si-Wafer, der als Substrat diente). Dieses wird durch die erhöhte Möglichkeit zur Aufladung erklärt. Für die Auswertung eines Tiefenprofils, in dem sich die Aufladungsverschiebungen mit der Tiefe verändern, ist eine Auswertung mit der linearen Zerlegung nicht möglich. Der Grund hierfür liegt in der Verletzung des Superpositionsprinzips innerhalb dieser Bereiche, die nicht von vornherein bekannt sind.

Schließlich wurde zur Identifikation des Siliziumgehaltes der untersuchten Schichten der negative Peak um 92 eV verwendet. Auf die Messung der Feinstruktur der Auger-Spektren des Siliziums wurde, mit Rücksicht auf eine zügige Aufnahme der Spektren, verzichtet.

4.3.4 Sauerstoff-Identifikation

Für die Identifikation von Sauerstoff wurde die Peak-zu-Peak Höhe des abgeleiteten Auger-Spektrums um 503 eV verwendet. Der Empfindlichkeitsfaktor für Sauerstoff ist hoch /121/, so daß kleine Mengen (ca. 5 Atom-%) von Sauerstoff mit der Auger-Analyse nachgewiesen werden können.

In Abb. 4.5 ist das abgeleitete Sauerstoff-Auger-Spektrum dargestellt, und die Größe, die als Sauerstoff-Intensität verwendet wurde, ist mit "O-Intensität" bezeichnet worden.

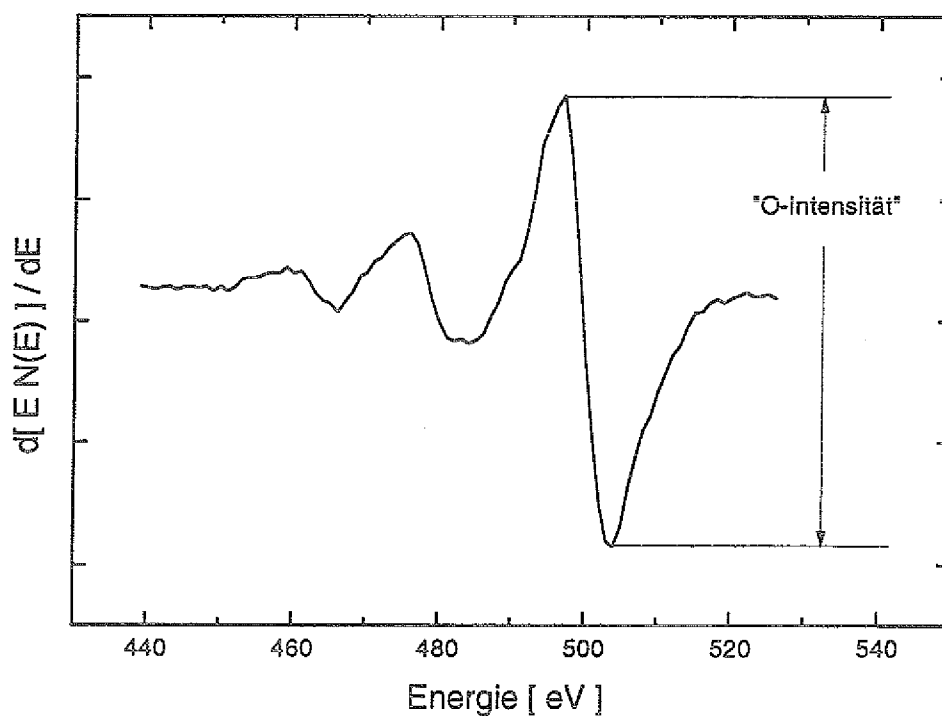


Abb 4.5

Auger-Spektrum von Sauerstoff.

1. Schritt:

2. Schritt:

3. Schritt:

4. Schritt:

5. Schritt:

6. Schritt:

7. Schritt:

8. Schritt:

4.3.5 Modell zur selbstkonsistenten Bestimmung der Elementkonzentrationen

Das hier vorgestellte Modell geht von der Annahme aus, daß die einzigen in der Probe befindlichen Elemente Kohlenstoff, Silizium und Sauerstoff sind. Die Bestimmung der Signale der einzelnen Komponenten erfolgte wie in den vorangegangenen drei Unterkapiteln beschrieben. Ausgehend von den gemessenen Signal-Tiefenprofilen und unter der Annahme, daß eine strenge Proportionalität zwischen den Signalwerten und der Konzentration besteht, werden Konzentrations-Tiefenprofile, d.h. Elementkonzentrationen (in Atom-%) als Funktion der erodierten Tiefe, bestimmt.

Allgemein gilt, daß die Summe der einzelnen Elementkonzentrationen C_i (in Atom-%) in der Tiefe z den Wert Eins ergibt (100 Atom-%)

$$\sum_i C_i(z) = 1. \quad (4.11)$$

Das Signal $S_i(z)$ einer in der Probe befindlichen Atomart i ist allgemein über den Empfindlichkeitsfaktor f_i mit der entsprechenden Elementkonzentration verbunden:

$$S_i(z) = f_i \cdot C_i(z) \quad (4.12)$$

Der Ansatz für diese Gleichung ist derselbe wie für Gl. (4.7) in Kapitel 4.3. Aus den Beziehungen (4.11) und (4.12) folgt

$$\sum_i C_i(z) = \sum_i g_i \cdot S_i(z) = 1 \quad (4.13)$$

mit

$$g_i = 1 / f_i \quad (4.14)$$

Wären die Empfindlichkeitsfaktoren durch Messungen auf Standardproben bestimmt worden, deren Konzentrationen bekannt sind, so wäre die Aufgabe der Bestimmung der Konzentrations-Tiefenprofile einfach. Schwierig wird es aber dann, wenn nicht alle Empfindlichkeitsfaktoren durch Messungen auf Referenzproben bekannt sind.

Mit Hilfe eines selbstkonsistenten Ansatzes wird die Lösung der oben genannten Aufgabe angestrebt, indem weitgehend auf die Bestimmung der Empfindlichkeitsfaktoren von Standards verzichtet wird. Dieser Ansatz ist dann erlaubt, wenn die

Signale aller vorhandenen Elemente bestimmt werden können und kein linearer Zusammenhang zwischen zwei dieser Signale besteht.

Gleichung (4.12) gilt nur für primitive Elementkonzentrationen, wie folgendes Beispiel zeigt. Vorausgesetzt, es befänden sich zwei primitive Konzentrationen C_{Ai} und C_{Aj} eines Elementes A in der Probe, dann ist die Gesamtkonzentration C_{At} gegeben durch

$$C_{At} = C_{Ai} + C_{Aj} \quad (4.15)$$

Unter der Annahme, daß sich die Signale untrennbar superponieren, darf die Signalgleichung als $S_{At} = S_{Ai} + S_{Aj}$ geschrieben werden (bei AES nur bei der Superposition der beiden zur Auswertung herangezogenen Auger-Peaks). Ausgegangen wird davon, daß S_{At} und S_{Ai} bekannt sind (experimentell bestimmt); dann gilt:

$$\begin{aligned} C_{At} &= g_i \cdot S_{Ai} + g_j \cdot S_{Aj} \\ &= g_i \cdot S_{Ai} + g_j \cdot (S_{At} - S_{Ai}) \\ &= g_j \cdot S_{At} + (g_i - g_j) \cdot S_{Ai} \end{aligned} \quad (4.16)$$

Letztere Gleichung entspricht der Gl. (4.12) im Sonderfall dann, wenn $g_i = g_j$ gilt, d.h. nur in diesem Fall kann ein eindeutiger Empfindlichkeitsfaktor f_{At} definiert werden. Dieses ist allgemein nicht der Fall, und es können daher auf diesem Wege nicht alle Einzelkonzentrationen bestimmt werden. Wenn nicht alle Signale der primitiven Komponente *eines* Elementes in der Probe bestimmbar sind, so können *nicht* alle Einzelkonzentrationen der primitiven Elemente bestimmt werden.

Wie im folgenden gezeigt wird, gibt es einen Weg, die einzelnen Konzentrationen der Elemente mit Hilfe von Zusatzinformationen zu bestimmen und zwar dann, wenn alle primitiven Komponenten *eines* Elementes meßbar sind, wie das für die zu beschreibenden Proben für Kohlenstoff über die vereinfachte Faktorenanalyse (lineare Zerlegung) möglich war.

Unter der Annahme, daß in der Probe nur die drei Elemente Kohlenstoff, Silizium und Sauerstoff vorhanden sind, gibt es neun Möglichkeiten für primitive Konzentrationen. Kohlenstoff, der zu sich selbst gebunden ist (Graphit), habe die Konzentration C_{gr} und solcher Kohlenstoff, der zu Silizium gebunden ist (Karbid), habe die Konzentration C_{cs} . Es wurde keine Verbindung zwischen C und O erwartet und es wurde auch keine beobachtet. Allgemein wird davon ausgegangen, daß sich bei Zimmertemperatur an einer Kohlenstoff-Oberfläche keine Oxydschicht bildet. Somit gibt es innerhalb dieses Modells diese primitive Komponente nicht. Für Silizium gibt es für die Bindung

untereinander eine primitive Komponente der Konzentration C_{Si} , und für Silizium, das an Kohlenstoff gebunden ist, gibt es den Beitrag C_{SiC} zur Konzentration. Sauerstoff wird nur an Silizium gebunden und umgekehrt. Der Konzentrationsbeitrag C_O gilt für den an Silizium gebundenen Sauerstoff und der Konzentrationsbeitrag C_{SiO} gilt für an Sauerstoff gebundenes Silizium. Molekularen Sauerstoff gibt es unter dieser Annahme nicht. Auf diese Weise reduzieren sich die neun Möglichkeiten für primitive Komponenten auf sechs. Gemäß Gl.(4.11) und Gl.(4.13) folgt dann:

$$\begin{aligned} C_{gr} + C_{ca} + C_{Si} + C_{SiC} + C_{SiO} + C_O &= \\ g_{gr} \cdot S_{gr} + g_{ca} \cdot S_{ca} + g_{Si} \cdot S_{Si} + g_{SiC} \cdot S_{SiC} + g_{SiO} \cdot S_{SiO} + g_O \cdot S_O &= 1 \end{aligned} \quad (4.17)$$

Wegen der Bestimmung des graphitischen und des karbidischen Kohlenstoffes mit Hilfe der linearen Zerlegung, die an zwei geeichten Standards ausgeführt wurde, gilt

$$g_{ca} = g_{gr} \quad (4.18)$$

C_{ca} ist die Konzentration der Kohlenstoffatome, die 1:1 an Silizium gebunden sind. Somit gilt für die entsprechende Siliziumkonzentration der Atome, die an Kohlenstoff gebunden sind,

$$C_{SiC} = \alpha \cdot C_{ca} \quad (4.19)$$

Das für Silizium bestimmte Signal S_{Si} entspricht der Summe der Signale von S_{Si} und S_{SiC} . Diese Annahme beinhaltet, daß die gemessene Peakhöhe für Silizium einer Superposition der beiden, für freies und für in SiC gebundenes Silizium, entspricht. Dieses ist zulässig, da beobachtet wurde, daß der untersuchte Peak (siehe Kapitel 4.3.2) bei dem Übergang von freiem zu in SiC gebundenem Silizium sich lediglich verbreitert. In der Summe der Signale für S_{Si} ist das Signal für an Sauerstoff gebundenes Silizium nicht enthalten. Das Auger-Spektrum für eine SiO_2 -Verbindung enthält den untersuchten Peak um 92 eV nicht, das Spektrum ist insgesamt verschoben. In diesem Fall liegt sicherlich keine Superposition vor. Mit

$$S_{Si} = S_{Si} + S_{SiC} \quad (4.20)$$

gilt unter Anwendung von (4.18) und (4.19), daß

$$\begin{aligned}
 g_{Si} \cdot S_{Si} &= g_{Si} \cdot S_{Sit} - g_{Si} \cdot S_{SiC} \\
 &= g_{Si} \cdot S_{Sit} - g_{Si} \cdot \frac{\alpha \cdot g_{gr} \cdot S_{ca}}{g_{SiC}} \\
 &= g_{Si} \cdot S_{Sit} - \alpha \cdot g_{gr} \cdot S_{ca} \cdot \frac{g_{Si}}{g_{SiC}} .
 \end{aligned} \tag{4.21}$$

Mit der Bezeichnung $\delta = g_{Si} / g_{SiC}$ folgt, daß

$$g_{Si} \cdot S_{Si} = g_{Si} \cdot S_{Sit} - \alpha \cdot g_{gr} \cdot \delta \cdot S_{ca} . \tag{4.22}$$

δ muß als Zusatzinformation zur Verfügung stehen und wurde durch die Messung entsprechender Standards bestimmt ($\delta = 0.8$).

Unter der Annahme, daß sich das gesamte an Sauerstoff gebundene Silizium in der Verbindung SiO_2 wiederfindet, gilt

$$C_{SiO} = \beta \cdot C_O . \tag{4.23}$$

Mit Hilfe dieser Zusatzinformationen erhält man aus Gl. (4.17)

$$\begin{aligned}
 g_{gr} \cdot S_{gr} + g_{gr} \cdot S_{ca} + g_{Si} \cdot S_{Sit} - \alpha \cdot \delta \cdot g_{gr} \cdot S_{ca} + \alpha \cdot g_{gr} \cdot S_{ca} + \beta \cdot g_O \cdot S_O + g_O \cdot S_O &= \\
 g_{gr} \cdot S_{gr} + g_{gr} \cdot (1 + \alpha - \alpha \cdot \delta) \cdot S_{ca} + g_{Si} \cdot S_{Sit} + g_O \cdot (1 + \beta) \cdot S_O &= \\
 g_{gr} \cdot (S_{gr} + (1 + \alpha - \alpha \cdot \delta) \cdot S_{ca}) + g_{Si} \cdot S_{Sit} + g_O \cdot (1 + \beta) \cdot S_O &= 1
 \end{aligned} \tag{4.24}$$

Die Signale wurden in einer Anzahl von $z = z_j$ Tiefenpositionen gemessen. Die hergeleitete Signalwert-Gleichung (4.24) drückt die Tatsache aus, daß der Wert von eins als eine Linearkombination der Signalwerte S_i für alle z_j geschrieben werden kann. Sind die erhaltenen Signalwerte $S_i(z)$ linear unabhängig und die Anzahl der Tiefenpositionen, in denen diese Werte ermittelt wurden, größer als die Anzahl der S_i , so ist es möglich, die Konstanten g_{gr} , g_{Si} und $g_O(1 + \beta)$ (reziproke Empfindlichkeitsfaktoren) mit Hilfe der multilinenaren Regression zu bestimmen. Dieses ist eine mathematische Prozedur, die das überbestimmte Gleichungssystem der linearen Gleichungen im Sinne der Methode der kleinsten quadratischen Abweichung löst. Auf diese Weise werden die reziproken Empfindlichkeitsfaktoren bestimmt und müssen nicht aus Messungen von Standards ermittelt werden. Der lokale Anpassungsfehler kann als Standardabweichung $\sigma(z_j)$ berechnet werden

$$\sigma(z_j) = 1 - \sum_i g_i \cdot S_i(z_j) \quad , \quad (4.25)$$

und der gesamte Fehler der Fitprozedur σ_t ist gegeben durch

$$\sigma_t = \sqrt{\frac{\sum_j \sigma^2(z_j)}{\sum_j 1}} \quad . \quad (4.26)$$

Wird diese Prozedur auf Gleichung (4.24) angewendet, so erhält man g_{gr} , g_{si} und $g_o(1 + \beta)$ und ist somit in der Lage, die einzelnen Konzentrationen zu berechnen. Mit $\alpha = 1$ und $\beta = 0.5$ gilt:

$$\begin{aligned} C_{gr} &= g_{gr} \cdot S_{gr} \\ C_{ca} &= g_{gr} \cdot S_{ca} \\ C_{si} &= g_{si} \cdot S_{sit} - \delta \cdot g_{gr} \cdot S_{ca} \\ C_{sic} &= C_{ca} \\ C_o &= g_o \cdot S_o \\ C_{sio} &= 0.5 \cdot C_o \end{aligned} \quad (4.27)$$

Die so ermittelten Elementkonzentrationen werden in den Tiefenprofilen im folgenden Kapitel eingesetzt.

Aus Gleichung (4.17) erhält man für die Gesamtkonzentration immer den Wert Eins, während mit dem hier beschriebenen Verfahren die Abweichung von diesem Wert als Maß für die Güte, mit der die Empfindlichkeitsfaktoren durch das selbstkonsistente Verfahren bestimmt wurden, gewertet werden kann. Der Vorteil des beschriebenen Verfahrens besteht darin, daß sich die Bestimmung der Empfindlichkeitsfaktoren auf alle gemessenen Auger-Spektren eines Tiefenprofils stützt.

Im folgenden wird auf eine Möglichkeit hingewiesen, mit der das Problem unterschiedlicher Rückstreukoeffizienten innerhalb des beschriebenen Verfahrens berücksichtigt werden kann. Die Rückstreukoeffizienten von Kohlenstoff und Silizium sind unterschiedlich: Bei einer Elektronen-Bindungsenergie im Bereich von 100 eV (der Fall für Si) ist der Rückstreukoeffizient für Si ca. 0,6 und jener für C ca. 0,25 /116/. Für eine Elektronenbindungsenergie im Bereich von 300 eV (der Fall für C) betragen die eben genannten Koeffizienten ca. 0,5 bzw. ca. 0,20. Befindet sich eine Schicht aus Kohlenstoff (kleiner Rückstreukoeffizient) zwischen zwei Lagen aus Silizium (großer

Rückstreukoeffizient), so wurden relative Konzentrationsprofile der Form, wie sie in Abb. 4.6 dargestellt sind, beobachtet. Eine eindeutige Beobachtung dieses Effektes erfolgte nur bei den a-C:D-Schichten, die mit Silizium belegt wurden. Diese Schichten sind auch fünf mal dicker als die sputterdeponierten Kohlenstoffschichten.

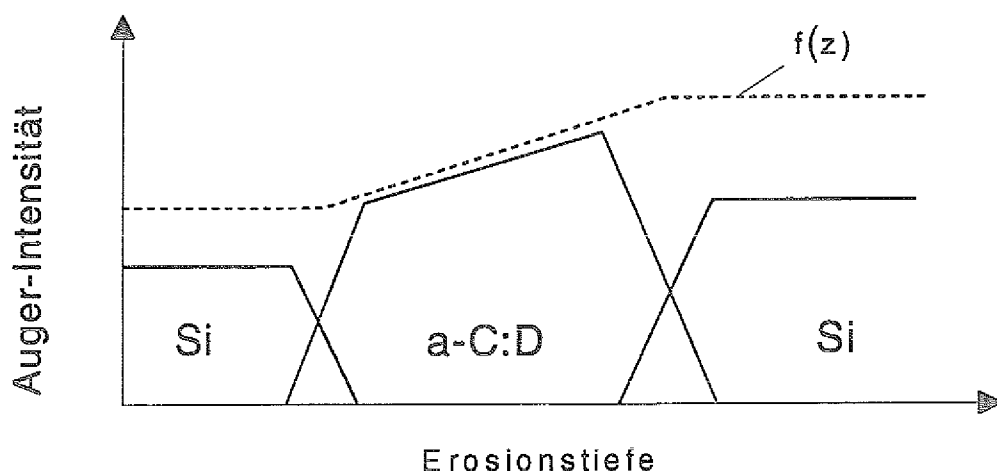


Abb. 4.6

Verlauf der relativen Konzentrationen eines durch unterschiedliche Rückstreukoeffizienten charakterisierten Schichtsystems.

Die gebrochene Linie ist eine Funktion $f(z)$, die den genannten Effekt beschreibt. Wenn man eine Modellvorstellung von dieser Funktion hat, kann diese mit in den selbstkonsistenten Ansatz zur Bestimmung der Empfindlichkeitsfaktoren aufgenommen werden. Im vorliegenden Fall wurde eine Funktion $f(z)$ die dem Kurvenverlauf in Abb. 4.6 entspricht, zur Auswertung der Tiefenprofile mit a-C:D-Schichten, eingesetzt.

Die Summe in Gl.(4.24) $\sum_i S_i(z) \cdot g_i = 1$ kann folgendermaßen ersetzt werden:

$$\sum_i S_i(z) \cdot g_i + f(z) \cdot g = 1 \quad (4.28)$$

Die Lösung dieser überbestimmten Gleichung ergibt einen zusätzlichen Faktor g , so daß die Ermittlung der Konzentrationen nach folgender Beziehung geschehen kann:

$$C_i(z) = \frac{g_i \cdot S_i(z)}{1 - g \cdot f(z)} \quad (4.29)$$

Diese "Korrektur" wurde bei der Bestimmung der Empfindlichkeitsfaktoren mit der beschriebenen selbstkonsistenten Methode für die Auswertung der Tiefenprofile mit a-C:D-Schichten angewandt.

4.3.6 Über die Güte des Auswertverfahrens

Für die Beschreibung der Güte des Auswertverfahrens ist ein einfaches Schicht-Substrat-System gewählt worden: eine durch Sputterdeposition auf Silizium deponierte Kohlenstoffschicht (wie in Kapitel 4.1 beschrieben). Eine solche Kohlenstoffschicht wurde mit Xe^+ -Ionen der Energie 1 keV bei Zimmertemperatur durcherodiert. Die Elementkonzentrationen als Funktion der Erosionszeit, die mit Hilfe des in Kapitel 4.3.5 beschriebenen Verfahrens zur selbstkonsistenten Ermittlung der Elementkonzentrationen bestimmt wurden, sind in Abb. 4.7 dargestellt. Man sieht eine einige tausend Sekunden "dicke" C-Schicht auf einem Si-Substrat. In der Grenzschicht ist Siliziumkarbid zu beobachten und ein geringer Anteil an Sauerstoff.

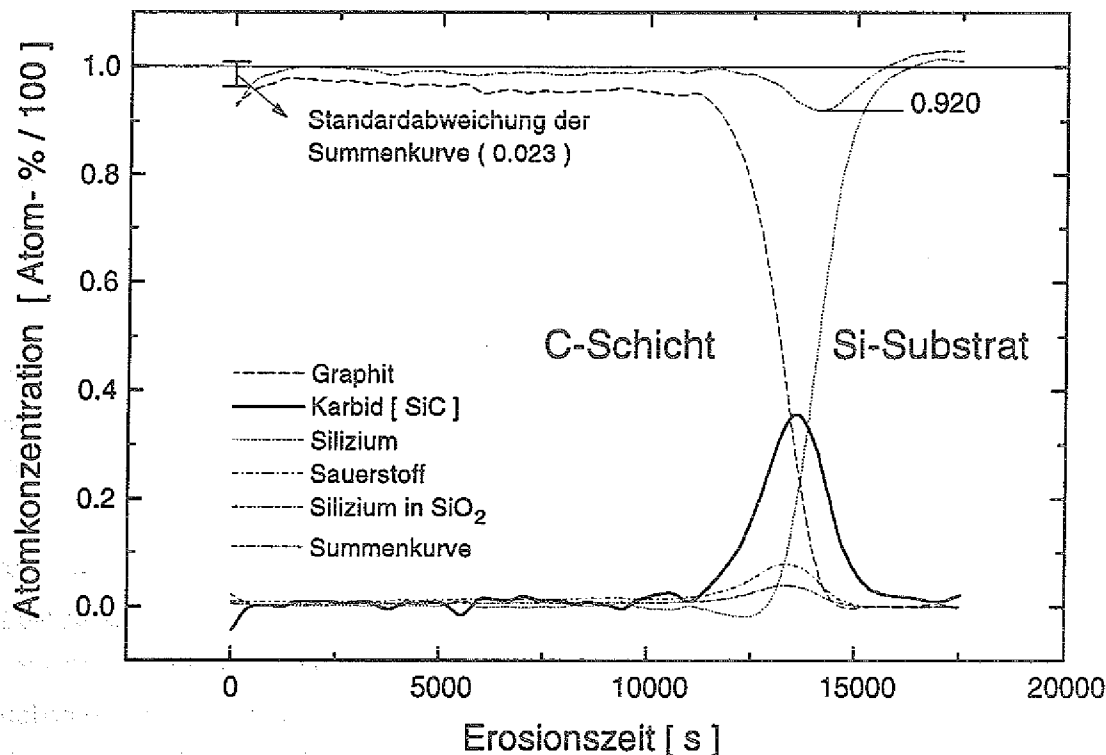


Abb. 4.7

Konzentration als Funktion der Erosionszeit einer durcherodierten Kohlenstoffschicht auf Silizium.

Außer den Konzentrationsprofilen ist auch die Summenkurve, d.h. die Summe der Elementkonzentrationen zu der jeweiligen Erosionszeit, dargestellt. An dieser Kurve kann der Fehler der selbstkonsistenten Bestimmung der Konzentrationen abgelesen werden. Der lokale Fehler bei einer bestimmten Erosionszeit ist durch die Abweichung des entsprechenden Summenkurvenwertes von 100 Atom-% charakterisiert (σ aus Gl.(4.25) Kapitel 4.3.5). Die Standardabweichung der Summenkurve von 100 Atom-% kann als Indikator für den Gesamtfehler in den bestimmten Konzentrationen gewertet werden (σ_t in Gl.(4.26) Kapitel 4.3.5). Diese beträgt für das dargestellte Tiefenprofil 2,3 %.

Die Abweichung der Summenkurve von 100 Atom-% ist im Bereich der Oberfläche und im Bereich der Grenzschicht zwischen der Kohlenstoffschicht und dem Siliziumsubstrat am größten. Dieses sind auch jene Bereiche, in denen eine Verunreinigung durch Sauerstoff beobachtbar ist. Die beschichteten Proben wurden von der Beschichtungskammer zur Analyseapparatur an Luft transportiert. Daher ist auf deren Oberfläche immer ein dünner Verunreinigungsfilm zu sehen, der im wesentlichen aus Sauerstoff und Kohlenstoff besteht. Es wurde beobachtet, daß das erste Auger-Spektrum (quasi das Auger-Spektrum der "Verunreinigungsschicht") für Kohlenstoff nicht mit einem der Referenzspektren für Kohlenstoff (Kapitel 4.3.1) vergleichbar war. Daher kann auch keine geeignete Auswertung dieses ersten Punktes des Konzentrationsprofils erfolgen. Naturgemäß kann kein Referenzspektrum für Kohlenstoff in der "Verunreinigungsschicht" vorhanden sein.

Der Sauerstoffanteil in der Grenzschicht zwischen der Kohlenstoffschicht und dem Siliziumsubstrat ist auf den Depositionsprozeß der Kohlenstoffschicht zurückzuführen. Hierbei ist das Siliziumsubstrat nicht vollständig von der Oxydschicht befreit worden, und/oder während der Deposition wurde der Sauerstoff, bedingt durch den relativ hohen Restgasdruck in der Depositionskammer, an Silizium gebunden. Für die Analyse der Proben, die mit der Ionenstrahlgestützten Deposition hergestellt wurden, ist die Tatsache, daß sich in der Grenzschicht zwischen Kohlenstoff und dem Siliziumsubstrat Siliziumkarbid gebildet hat, sehr wichtig. Hierauf wird im folgenden Kapitel eingegangen.

Die größten Fehler des Auswerteverfahrens werden im Bereich der Grenzschichten beobachtet, also dort, wo es steile Konzentrationsübergänge gibt. Jedoch kann *nicht* der ganze Fehler, der in diesem Bereich ein Maximum von 8% erreicht (der eingezeichnete Wert von 0.92 in Abb. 4.7), dem Auswerteverfahren zugeschrieben werden. Im Gegensatz zu den Augerelektronen von Silizium und Kohlenstoff haben die Augerelektronen von Sauerstoff eine relativ hohe Austrittstiefe von ca. 14,5 Å (Silizium 5,4 Å und Kohlenstoff 7,4 Å). Dieses hat zur Folge, daß die Sauerstoff-Augerelektronen relativ früh "gesehen" werden und daher der in der Grenzschicht vorhandene Sauerstoff im Tiefenprofil früher auftritt. Bei einer geeigneten Korrektur der Austrittstiefe wäre die beobachtete Vertiefung in der Summenkurve eher ausgeschmiert, so daß der Fehler von 8% ein Höchstmaß darstellt.

Um die Empfindlichkeit gegenüber den verwendeten Referenzspektren zu untersuchen, wurde das Referenzspektrum von Karbid zunächst künstlich um 1 eV in Richtung kleinerer Energie gegenüber dem von Graphit verschoben. Das Resultat der Auswertung ist in Abb 4.8 dargestellt. Obwohl die Abweichungen der Summenkurve vergleichbar

sind mit jenen in Abb. 4.7, ist der Unterschied der einzelnen Atomkonzentrationen, speziell für Siliziumkarbid, gegenüber Abb. 4.7 groß. Die Abweichungen im Karbidgehalt (speziell der negative Anteil: schraffierter Bereich von 0 bis 12500 s) machen gleichzeitig deutlich, wie empfindlich einerseits die lineare Zerlegung der Auger-Spektren erfolgt und andererseits, wie wichtig es ist, geeignete Referenzspektren einzusetzen.

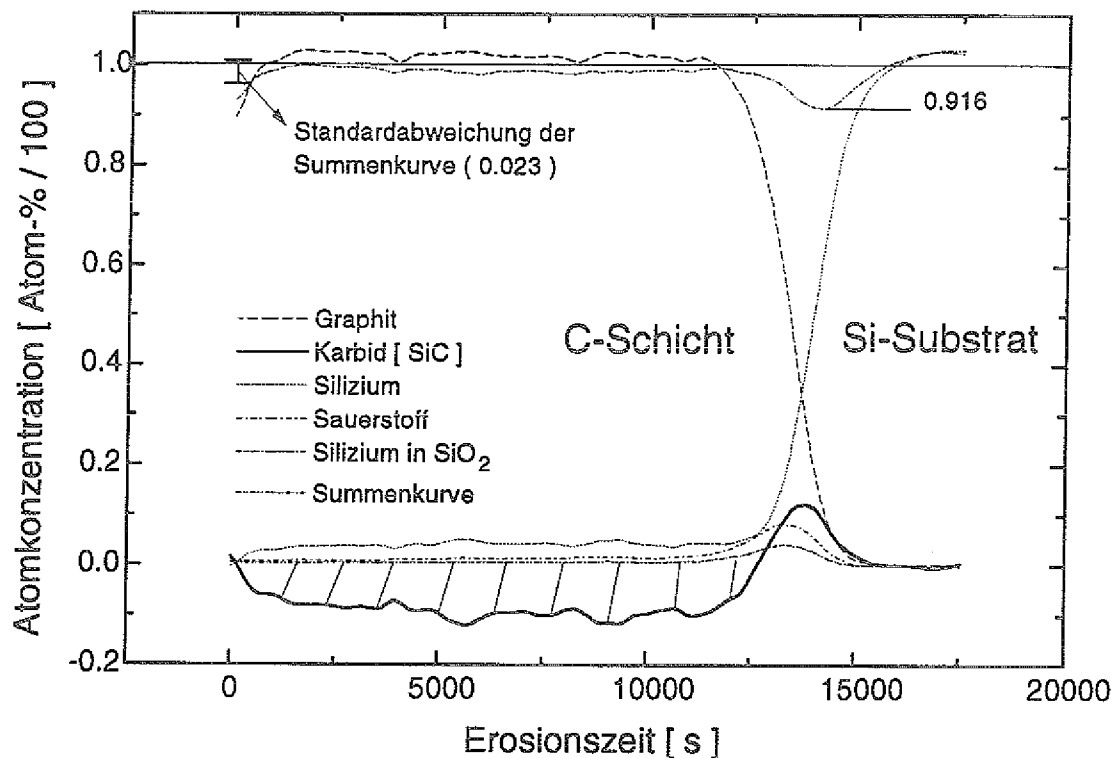


Abb. 4.8

Konzentration als Funktion der Erosionszeit einer durcherodierten Kohlenstoffschicht auf Silizium. Für die Auswertung wurde das Karbid-Referenzspektrum um 1 eV gegenüber dem Graphit-Referenzspektrum hin zu kleineren Energien verschoben.

Weil die Karbidkonzentration und die Siliziumkonzentration im Auswerteverfahren über den Anteil des in Siliziumkarbid gebundenen Siliziums verbunden ist (siehe Kapitel 4.3.4), führt eine negativ Bewertung des Karbidgehaltes gleichzeitig zu einem erheblichen Fehler in der Kurve, die den Gesamtgehalt an freiem Silizium beschreibt.

Wird das Referenzspektrum von Karbid künstlich um 1 eV in Richtung höherer Energie gegenüber dem Referenzspektrum von Graphit verschoben, so erhält man die in Abb. 4.9 dargestellten Konzentrationen als Funktion der Erosionszeit. Die Summenkurve weist auch in diesem Fall vergleichbare Abweichungen mit jenen in Abb. 4.7 auf. Der Fehler in der Karbidkonzentrationskurve ist in diesem Fall "positiv" und führt zur "Negativ"-Bewertung von freiem Silizium im Bereich der Kohlenstoffschicht.

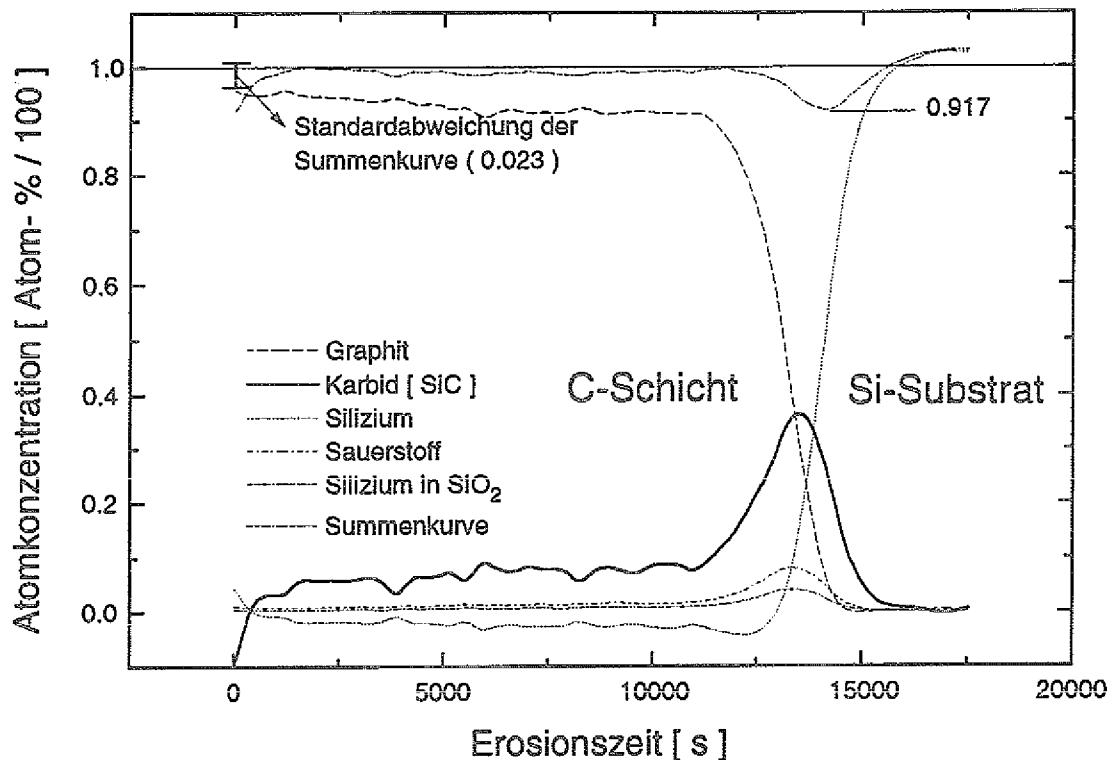


Abb. 4.9

Konzentration als Funktion der Erosionszeit einer durcherodierten Kohlenstoffschicht auf Silizium. Das Referenzspektrum von Karbid wurde um 1 eV gegenüber dem Graphit-Referenzspektrum in Richtung höherer Energien verschoben.

Weil die Standardabweichung in den drei oben beschriebenen Fällen vergleichbar ist, ist die damit verbundene Fehlerbeschreibung nur in solchen Fällen zulässig, in denen geeignete Referenzspektren zur Auswertung von Kohlenstoff herangezogen werden können. Der Fehler bezüglich der Verwendung von ungeeigneten Referenzspektren kann nicht aus der Summenkurve abgelesen werden, sondern nur jener, der durch die selbstkonsistente Bestimmung der Empfindlichkeitsfaktoren verursacht wird.

Ein Beispiel, in dem kein geeignetes Karbid-Referenzspektrum zur Auswertung herangezogen wurde, ist in Abb. 4.10 dargestellt. Es wurde ein Tiefenprofil von der sputterdeponierten Kohlenstoffschicht auf Silizium aufgenommen, wobei die Messung im Gegensatz zu Abb. 4.7 bei hoher Temperatur (950 K) durchgeführt wurde. Im Vergleich zu Abb. 4.7 ist wesentlich mehr Siliziumkarbid durch den zur Erosion eingesetzten Ionenstrahl in der Grenzschicht erzeugt worden.

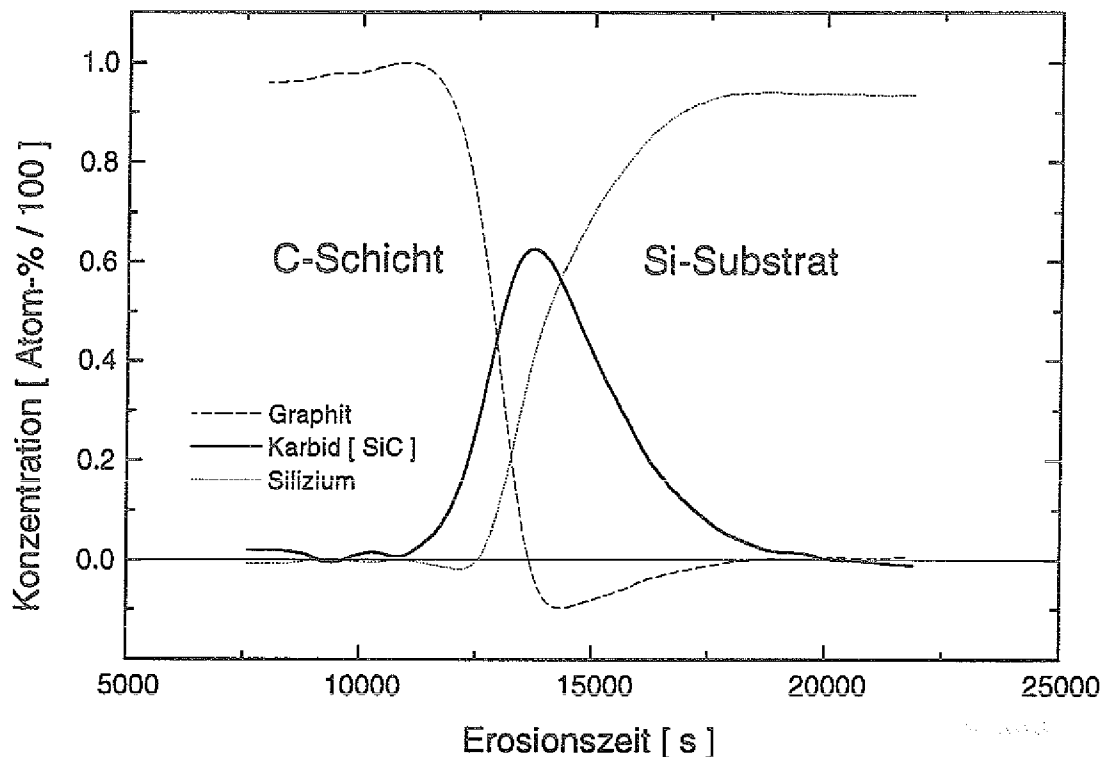


Abb. 4.10

Konzentration als Funktion der Erosionszeit einer Kohlenstoff-Silizium-Grenzschicht, die bei hoher Temperatur (950 K) tiefenprofiliert wurde.

Ein negativer Konzentrationsanteil in der Graphit-Kurve (um 15000 s) ist deutlich zu erkennen. Eine Untersuchung der Karbid-Auger-Spektren in diesem Bereich des Tiefenprofils hat ergeben, daß das Spektrum von dem Karbid-Referenzspektrum abweicht. Die Abweichungen sind in Abb. 4.11 dargestellt. Das gepunktete Spektrum in dieser Abbildung wurde hochskaliert, um es mit dem Referenzspektrum von Karbid vergleichen zu können. Die wesentlichen Abweichungen von letzterem befinden sich im Bereich der Feinstruktur des Spektrums (240 bis 265 eV in Abb. 4.11). Insgesamt erscheint dieses Spektrum wie ein besser aufgelöstes Karbid-Auger-Spektrum im Vergleich zu dem bei Zimmertemperatur aufgenommenen Referenzspektrum. Der Zusammenhang zwischen der hohen Temperatur und der Form des Spektrums ist nur teilweise geklärt worden.

In solchen Fällen, in denen sich das eingesetzte Referenzspektrum als ungeeignet erweist, kann die lineare Zerlegung nicht zu vernünftigen Ergebnissen führen, es sei denn, man kann aus der Messung selbst ein Referenzspektrum herleiten. Dieses ist dann möglich, wenn für die primitive Komponente in der Probe ein Tiefenbereich existiert, in dem diese Komponente 100 % der Konzentration ausmacht. Unter dieser Voraussetzung kann aus diesem Tiefenbereich das Referenzspektrum für die entsprechende Komponente entnommen werden. Es muß also sichergestellt sein, daß der ausgewählte Tiefenbereich nur eine einzige Komponente enthält.

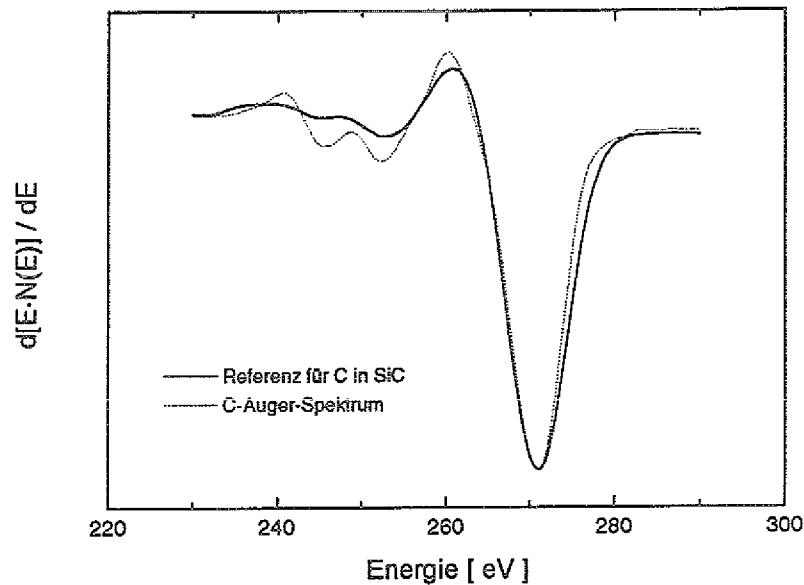


Abb. 4.11

Vergleich zwischen dem Karbid-Referenzspektrum und dem Kohlenstoff-Auger-Spektrum aus dem Bereich um 15000 s in Abb. 4.10. Letzteres wurde auf die gleiche Höhe bezüglich des negativen Peaks skaliert.

Für Abb. 4.7 funktioniert obiges Verfahren, das der Faktorenanalyse sehr verwandt ist, zur Erstellung geeigneter Referenzspektren für Graphit. Aus dem Tiefenbereich, z.B. um 10000 s, kann das Auger-Spektrum von Kohlenstoff als Referenzspektrum für Graphit eingesetzt werden. Für Karbid in Abb. 4.10 ist dieses Verfahren nicht zulässig, da es keinen Tiefenbereich gibt, in dem die Konzentration von Karbid auf 100 % gestiegen ist.

Zusammenfassend kann gesagt werden, daß die lineare Zerlegung eine empfindliche Methode ist, um Tiefenprofile auszuwerten unter der Voraussetzung, daß geeignete Referenzspektren zur Auswertung verwendet werden. Kleinste (1 eV) gegenseitige Verschiebungen der Referenzspektren können zu großen Fehlern in der Bewertung der einzelnen Konzentrationen führen, ebenso ungünstige Referenzspektren. In besonderen Fällen können die Referenzspektren aus dem Tiefenprofil selbst entnommen werden. Um letztgenannte Möglichkeit ausschöpfen zu können, müssen die Schichtsysteme durchgemessen werden, auch dann, wenn nur die Konzentrationsverhältnisse in der Oberfläche interessieren. Diese Bedingung führt auch zur verbesserten selbstkonsistenten Bestimmung der Konzentrationen, da sich das Verfahren dann auf mehrere Werte (Punkte) im Tiefenprofil stützt. Man nähert sich dann stark der erwähnten Faktorenanalyse.

5. Tiefenprofile ionengestützt deponierter Siliziumschichten auf Kohlenstoff

Das beschriebene Auswerteverfahren für den bindungsspezifischen Elementnachweis von Kohlenstoff (Kapitel 4.3.2) und das Modell zur selbstkonsistenten Bestimmung der Elementkonzentrationen (Kapitel 4.3.5) sind eingesetzt worden, um die Tiefenprofile von den mit Silizium beschichteten Kohlenstoffsubstraten auswerten zu können. Der Schwerpunkt dieser Untersuchungen lag auf dem unter Ionenbeschuss gebildeten Siliziumkarbid.

Zunächst wird der Einfluß des zur Probenerosion eingesetzten Ionenstrahls während der Tiefenprofilierung auf die Bildung von Siliziumkarbid behandelt. Anschließend wird auf die einzelnen Schichtsysteme eingegangen, unterteilt nach der Substrattemperatur während der Beschichtung.

5.1 Siliziumkarbidbildung während der Tiefenprofilierung

Während des Ionenbeschusses durch den zur Erosion der Probe eingesetzten Xe^+ -Strahls laufen bezüglich der Energiedeposition die gleichen Prozesse ab, wie im Falle der Ionenstrahlgestützten Deposition von Schichten. Wird eine Grenzschicht zwischen Silizium und Kohlenstoff durch einen energetischen Ionenstrahlbeschuss durcherodiert, kann es zur Ionenstrahlinduzierten Bildung von Siliziumkarbid kommen. Das auf diese Weise entstandene Siliziumkarbid ist von dem durch die Ionenstrahlgestützte Deposition erzeugten nicht zu unterscheiden. Daher ist es notwendig, die Grenzschicht zwischen Kohlenstoff und Silizium auf die Bildung von Siliziumkarbid unter dem Einfluß des Erosionsstrahles zu untersuchen.

Wie bereits aus Kapitel 4.3.6 bekannt ist, kommt es zu einer solchen SiC-Bildung im Bereich der Grenzschicht zwischen Kohlenstoff und Silizium. Die schon von anderen Experimentatoren unternommenen Untersuchungen ergaben zum Teil gegensätzliche Aussagen bezüglich der Menge von Siliziumkarbid, die durch den Erosionsstrahl erzeugt wird. *Sander* /134/ und Mitarbeiter haben das Entstehen von Siliziumkarbid unter Ionenbeschuss bei der Adsorption von Methan und Ethylen auf einer Siliziumoberfläche mit winkelaufgelösten XPS-Messungen beobachtet. Es wurden verschiedene Ionenarten eingesetzt und gezeigt, daß der kleinste Konzentrationsanteil an gebildetem Siliziumkarbid beim Beschuss mit Xe^+ - und Ar^+ -Ionen (5 keV, 70° Einfallswinkel) zu verzeichnen ist. Der gesamte Gehalt an Siliziumkarbid, der bei der Tiefenprofilierung von a-C:H-Schichten auf Silizium gefunden wurde, ist von *Sander* auf den Beschichtungsprozeß der a-C:H-Schichten zurückgeführt worden.

Untersuchungen neueren Datums ergaben, daß sich beim Aufdampfen von Kohlenstoff auf Silizium bei Zimmertemperatur nur eine Monoschicht Siliziumkarbid bildet /136/. Das Nichtzustandekommen einer dickeren Karbidschicht wurde mit der hohen Aktivierungsenergie für die Diffusion von Kohlenstoff in Silizium begründet. Bei der Tiefenprofilierung der Grenzschicht mit einem Ar^+ -Ionenstrahl (3 keV) konnte die Ausbildung einer ca. 30 Å dicken SiC-Schicht beobachtet werden /136/.

Daß es zu einer durch Ionenbeschuß initiierten Bildung von SiC kommen kann, beweisen auch die a-C:H-Schichten. Für solche Schichten auf Silizium-Substraten ist bekannt, daß sich durch den Herstellungsprozeß eine ca. 20 Å dicke Siliziumkarbidschicht in der Grenzschicht zwischen a-C:H und dem Si-Substrat ausbildet /137/. Dieser Anteil wird auf den Ionenbeschuß während der Deposition zurückgeführt. Diese Schichten weisen eine gute Haftung auf Silizium auf /138/. Es ist noch nicht eindeutig geklärt, ob die gute Haftung durch das Vorhandensein des Karbides selbst oder durch das Ionenstrahlmischen der Grenzschicht während der Beschichtung bewirkt wird, ein Prozeß, der zu der Ionenstrahlinduzierten Bildung des Karbides führt. Vergleichbare Ergebnisse wurden für a-C:H-Schichten auf Silizium auch von *Kawasaki*, *Vandentop* und *Somorjai* /139/ erhalten. Sie konnten mit winkelaufgelösten XPS-Messungen in der Grenzschicht eine Siliziumkarbidschicht von ca. 7 bis 12 Å ausfindig machen.

Um den Anteil von Karbid, der durch den Analysestrahl erzeugt wurde, experimentell zu bestimmen, sind Tiefenprofile der Grenzschicht zwischen Kohlenstoff und Silizium aufgenommen worden. Die in Kapitel 4.1 beschriebenen, mit der Sputterdeposition auf Si-Wafern deponierten Kohlenstoffschichten dienten hierzu als Proben. Diese Proben, die gleichzeitig auch Substrate für die Ionenstrahlgestützte Deposition von Silizium sind, werden fortan "C-Schicht" genannt. Es wurden zwei Energien des Xe^+ -Ionenstrahls zur Erosion verwendet. Für beide Energien, 1 keV und 5 keV, ist die Grenzschicht zwischen der C-Schicht und dem Si-Substrat (C/Si-Grenzschicht) auf Karbid untersucht worden. Bei der Tiefenprofilierung wurden die gleichen Ionenstrahlparameter (1 keV, 0,81 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$; 5 keV, 3,15 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$) eingestellt wie jene, die während der Tiefenprofilierung der Ionenstrahlgestützt deponierten Schichten verwendet werden.

Aus Kapitel 4.3.6 (Abb. 4.7) ist bekannt, daß es durch den Beschuß mit dem Xe^+ -Erosionsstrahl zur Bildung einer nicht unerheblichen Menge von Karbid im Grenzschichtbereich zwischen Kohlenstoff und Silizium kommt. Um die gebildete Menge von Siliziumkarbid zu quantifizieren, damit sie mit entsprechenden Karbidanteilen in verschiedenen Tiefenprofilen verglichen werden kann, ist es notwendig, die Zeitskala (Erosionszeit) der Profile in Tiefe [Å] umzuwandeln. Für eine solche Umwandlung der Zerstäubungszeit in zerstäubte Tiefe müssen, wie aus Kapitel 4.3 bekannt, die

Zerstäubungsraten (Erosionsraten) für die einzelnen in der Schicht vorkommenden Elemente und deren Verbindungen bekannt sein. Ist dieses für Verbindungen nicht der Fall, wird eine mittlere Zerstäubungsrate unter der Annahme ihrer linearen Abhängigkeit von der Konzentration verwendet (siehe Gl. (4.4) Kapitel 4.3). Ein solcher Ansatz wurde auch hier vorgenommen. Die Erosionsrate von Kohlenstoff ($\dot{z}_C$) und Silizium ($\dot{z}_{Si}$) konnte aus Tiefenprofilen entnommen werden, in denen die Dicke dieser durcherodierten Schichten bekannt war. Die Erosionsrate $\dot{z}$ wurde nach

$$\dot{z} = C_{Si} \cdot \dot{z}_{Si} + C_C \cdot \dot{z}_C \quad (5.1)$$

bestimmt, wobei C_{Si} und C_C die der jeweiligen Erosionszeit entsprechenden Gesamtkonzentrationen von Silizium und Kohlenstoff sind.

Die so erfolgte Umwandlung ist mit nicht unerheblichen Fehlern behaftet. Der wesentliche Fehler kommt aus der Bestimmung der Schichtdicke von Kohlenstoff. Die sputterdeponierten Schichten weisen, trotz immer konstant gehaltener Beschichtungsparameter, Schwankungen in der Schichtdicke auf (bis zu 10%). Die geringen Anteile von Sauerstoff in den ausgewerteten Proben sind bei der Bestimmung der Erosionstiefe ignoriert worden.

Das von Erosionszeit zu Erosionstiefe umgewandelte Tiefenprofil aus Abb. 4.7 (Kapitel 4.3.6) ist in Abb. 5.1 dargestellt. Der Vergleich beider Abbildungen zeigt, daß die Umwandlung der Erosionszeit in Erosionstiefe eine Stauchung oder Dehnung der X-Achse, abhängig von der Erosionsrate der in jeweiliger Tiefe befindlichen Elemente, zur Folge hat. Kohlenstoff läßt sich im Vergleich zu Silizium um einen Faktor 2 schwerer zerstäuben. Der Kohlenstoffbereich (C-Schicht) wurde demnach in Abb. 5.1 gestaucht im Vergleich zu Abb. 4.7. Umgekehrt ist der Siliziumbereich "gedehnt" worden.

Die zu erwartende Tiefenauflösung beim Tiefenprofilieren mit Hilfe eines Xe^+ -Ionenstrahls der Energie 1 keV liegt im Bereich der projizierten Reichweite R_p . Mit TRIM wurde ein Wert von 37 Å errechnet. Dieser Wert kann verglichen werden mit dem Wert von 48 Å (84%-16%-Kriterium, siehe Kapitel 4.2). Es besteht eine relativ gute Übereinstimmung. Daher kann davon ausgegangen werden, daß die gesamte Grenzschriftverbreiterung auf die durch den Ionenbeschuß verursachte Durchmischung zurückzuführen ist.

Die Integration der Karbid-Kurve in dem Bereich zwischen den beiden Pfeilen in Abb. 5.1 entspricht 23 Å. Das ist die Menge an reinem Siliziumkarbid, das durch die Erosion einer C/Si-Grenzschrift mit einem Xe^+ -Ionenstrahl der Energie 1 keV erzeugt wird.

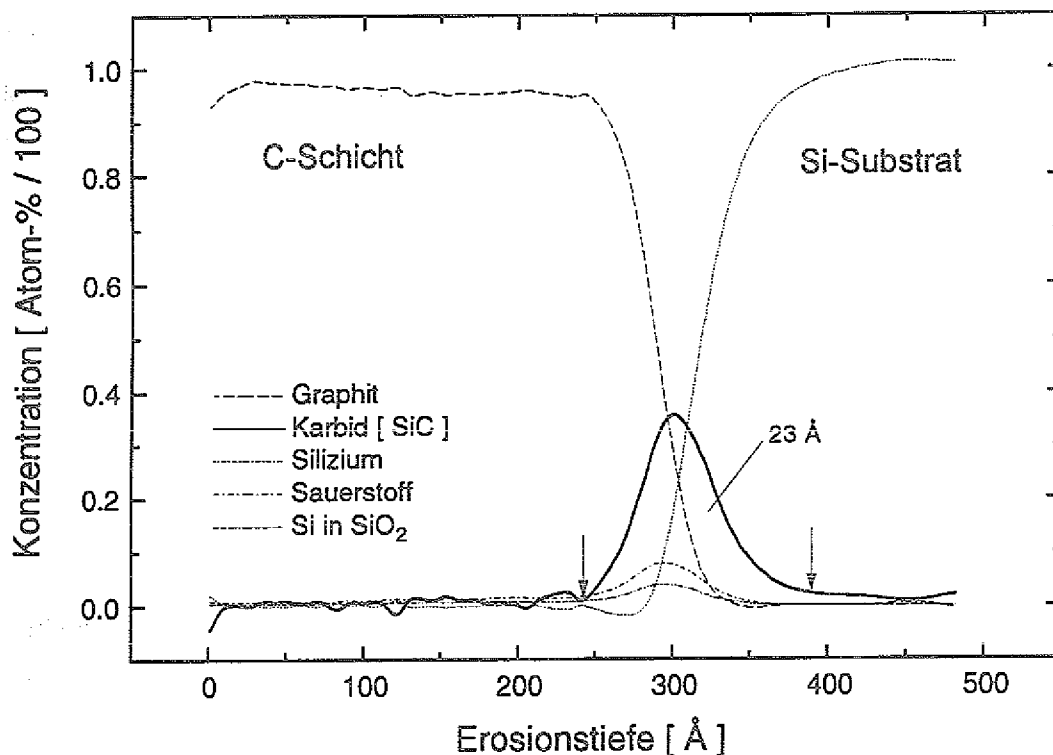


Abb. 5.1

Konzentration als Funktion der zerstäubten Tiefe (Tiefenprofil) einer bei Zimmertemperatur durcherodierten Kohlenstoffschicht auf Silizium.

Erosionsstrahl: Xe^+ -Ionen (1 keV). Integration der Karbid-Kurve im Bereich der beiden Pfeile ergibt 23 Å reines SiC .

Um zu untersuchen, ob sich durch eine Wärmebehandlung einer solchen Probe möglicherweise in der C/Si-Grenzschicht zusätzliches Siliziumkarbid bildet, wurden die Proben für 20 min auf 950 K aufgeheizt und anschließend tiefenprofiliert. Der Gehalt an gebildetem Siliziumkarbid in der Grenzschicht zwischen Kohlenstoff und dem Siliziumsubstrat hat sich innerhalb der Fehlergrenzen von $23 \text{ Å} \pm 4 \text{ Å}$ nicht verändert. Diese Temperatur reicht offenbar nicht aus, um eine Diffusion von C in Si zu begünstigen, so daß die beiden Reaktionspartner (C und Si) nicht zueinander finden können.

Es stellte sich anschließend die Frage, ob durch eine Tiefenprofilierung bei erhöhter Temperatur der Karbidanteil in der C/Si-Grenzschicht nicht vergrößert werden kann. Die Probe wurde erneut auf 950 K geheizt und bei dieser Temperatur tiefenprofiliert. Das Ergebnis ist schon aus Abb. 4.10 (Kapitel 4.3.6) bekannt. Es kommt offensichtlich zu einem Synergieeffekt der Temperatur und des Ionenbeschusses, der zur Bildung einer zusätzlichen Menge an Siliziumkarbid führt. Trotz der im vorangegangenen Kapitel angesprochenen Schwierigkeiten bei der Auswertung dieses Tiefenprofils kann beim Vergleich der integralen Mengen (104 Å integraler Karbidanteil in Abb. 4.10 zu 23 Å in

Abb. 5.1) davon ausgegangen werden, daß für den Fall *erhöhter Temperatur* ca. 4 mal so viel SiC gebildet wird.

Zum Unterschied zu den gezeigten Tiefenprofilen, die mit einem Xe^+ -Ionenstrahl der Energie 1 keV durcherodiert worden sind, ist in Abb 5.2 das Tiefenprofil einer C-Schicht auf Silizium dargestellt, das mit einem Erosionsstrahl der Energie 5 keV zerstäubt wurde. Die Menge des gebildeten Karbides (53 Å) ist etwa doppelt so hoch wie jene (23 Å) bei den 1 keV-Messungen.

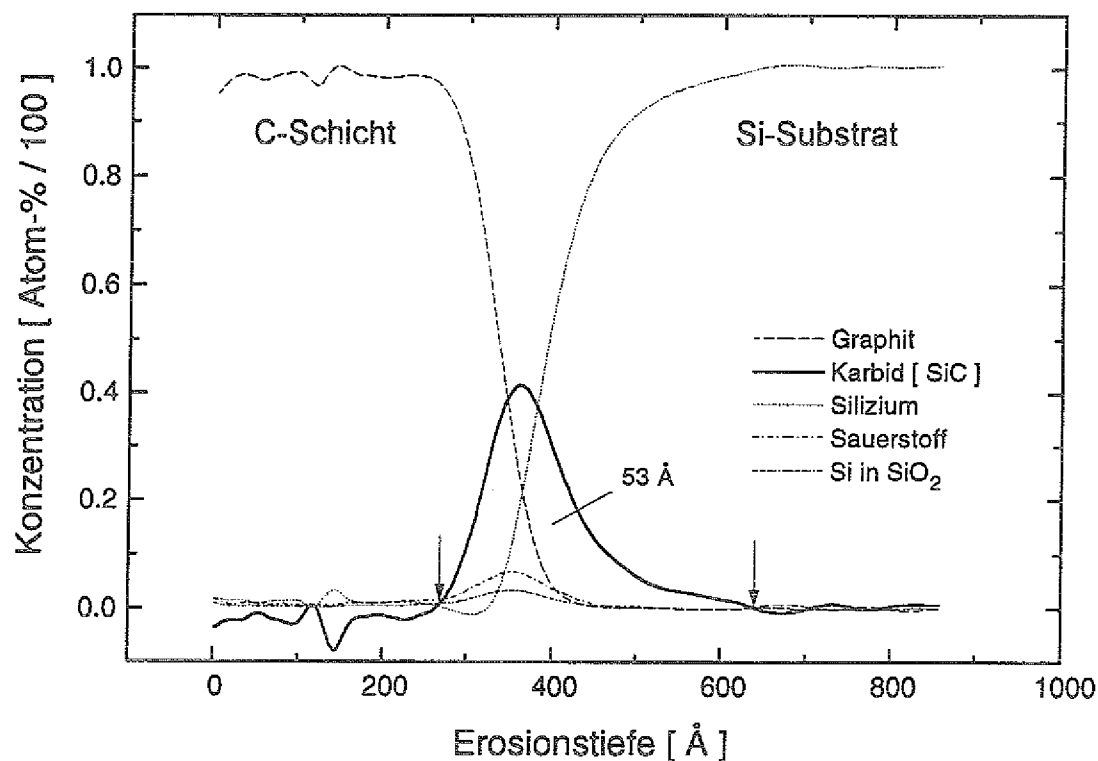


Abb. 5.2

Tiefenprofil einer bei Zimmertemperatur durcherodierten Kohlenstoffschicht auf Silizium. Erosionsstrahl: Xe^+ -Ionen (5 keV).

Die Tiefenprofilierung bei *erhöhter Temperatur* (950 K) der Probe mit einem Erosionsstrahl der Energie 5 keV ergab, wie im Fall der 1 keV-Messung, eine wesentliche Erhöhung der Karbidmenge in der Grenzschicht (Faktor 3 in bezug auf die Messung bei Zimmertemperatur). Auch in diesem Fall trat ein Fehler in der Auswertung der Graphit-Kurve auf (wie in Abb. 4.10 Kapitel 4.3.6 für die 1 keV-Messung beschrieben wurde). Das Auger-Spektrum von Kohlenstoff hat auch in diesem Fall eine von den verwendeten Referenzspektren abweichende Form.

Nach den Tiefenprofilierungen bei erhöhter Temperatur, die im Vergleich zu der lediglich für 20 min geheizten Proben viel länger andauerten, lag der Verdacht nahe, daß sich

eventuell SiC rein thermisch gebildet haben könnte. Für beide Ionenstrahlenergien (1 keV und 5 keV) sind an anderer Stelle der Probe erneut Tiefenprofile bei Zimmertemperatur gemessen worden. Es zeigte sich, daß in der Grenzschicht keine erhöhte Menge an Siliziumkarbid gebildet wurde. Die Tiefenprofile enthielten die gleiche Siliziumkarbidmenge wie jene aus Abb. 5.1 und Abb. 5.2. Das bestätigt erneut, daß in diesem Temperaturbereich kein thermischer Transport (Diffusion) stattfindet, der es erlaubt, die beiden Verbindungspartner Silizium und Kohlenstoff zusammenzubringen. Dieses funktioniert andererseits offensichtlich gut beim Ionenbeschuß der Proben, die sich während des Beschusses auf erhöhter Temperatur befinden. Der "Synergismus" besteht wahrscheinlich darin, daß der Transport, der die beiden Verbindungspartner zusammenführt, durch den Ionenbeschuß initiiert und die Bildung der chemischen Verbindung durch die hohe Temperatur begünstigt wird.

5.2 Ionengestützt deponierte Siliziumschichten bei unterschiedlichen Substrattemperaturen

Die in Kapitel 4.1 beschriebenen Kohlenstoffsubstrate, auf die bei unterschiedlichen Depositionstemperaturen (Zimmertemperatur, 770 K und 1070 K) Silizium ionenstrahlgestützt deponiert wurde, sind mit der in Kapitel 4.2 vorgestellten Auger-Tiefenprofilanalyse untersucht worden. Die Auswertung erfolgte nach dem in Kapitel 4.3 erläuterten Verfahren.

Im folgenden werden die gemessenen Tiefenprofile vorgestellt, unterteilt nach der jeweiligen Temperatur des Substrates während der Beschichtung. Die Tiefenprofilierung wurde ausschließlich bei Zimmertemperatur durchgeführt.

5.2.1 Beschichtungen bei Zimmertemperatur

Ohne Ionenbeschuß aufgedampfte Si-Schichten

Damit mögliche Modifikationen, die durch die ionenstrahlgestützte Deposition verursacht werden, in den Tiefenprofilen erkennbar werden, müssen die Tiefenprofile von einfach aufgedampften Siliziumschichten bekannt sein. Solche wurden zunächst als Referenz gemessen und der Einfluß verschiedener Kohlenstoffsubstrate untersucht.

In Abb. 5.3 ist das Tiefenprofil einer Si-Schicht auf Kohlenstoff EK 506 dargestellt. Dieses Substrat wird fortan *Graphit* genannt. Die Verdampfung von Silizium erfolgte mit einer Rate von $1,6 \text{ Å/s}$. Die geringe Dampfrate in Verbindung mit einem nicht sauerstofffreien Restgas ist einer der möglichen Ursachen für das Vorhandensein von Sauerstoff (Strich-Punkt-Linie in Abb. 5.3) in der deponierten Si-Schicht. Er kann auch daher rühren, daß die Proben an Luft zur Analysekammer transportiert wurden und oft nicht gleich in diese eingeschleust werden konnten. Es wurde beobachtet, daß sich bei wochenlanger Lagerung dieser Proben an Luft der Sauerstoffanteil in der Si-Schicht erhöhte.

Aus Kapitel 4.1 ist bekannt, daß die Proben aus Graphit trotz Politur sehr rauh sind. Bei Betrachtung des Konzentrationsverlaufes von Karbid in Abb. 5.3 bemerkt man einen breiten Verlauf des Karbid-Konzentrationsprofils innerhalb der Grenzschicht. Dieser Befund wird noch deutlicher beim Vergleich des Karbidprofils mit jenem aus Abb. 5.2. Es handelte sich dabei um das Schichtsystem Kohlenstoff auf Silizium, wobei sich das Karbidprofil im wesentlichen über einen Bereich von ca. 200 Å erstreckte. Diesem steht ein Bereich von ca. 800 Å in Abb. 5.3 gegenüber. Das 84%-16%-Kriterium für das

Graphit-Profil liefert 395 Å, ein Wert, der um eine Größenordnung größer ist als die projizierte Reichweite der verwendeten Ionen (Xe^+ , 5 keV). Diese beobachtete große Grenzschichtbreite ist eine Konsequenz der hohen Rauigkeit.

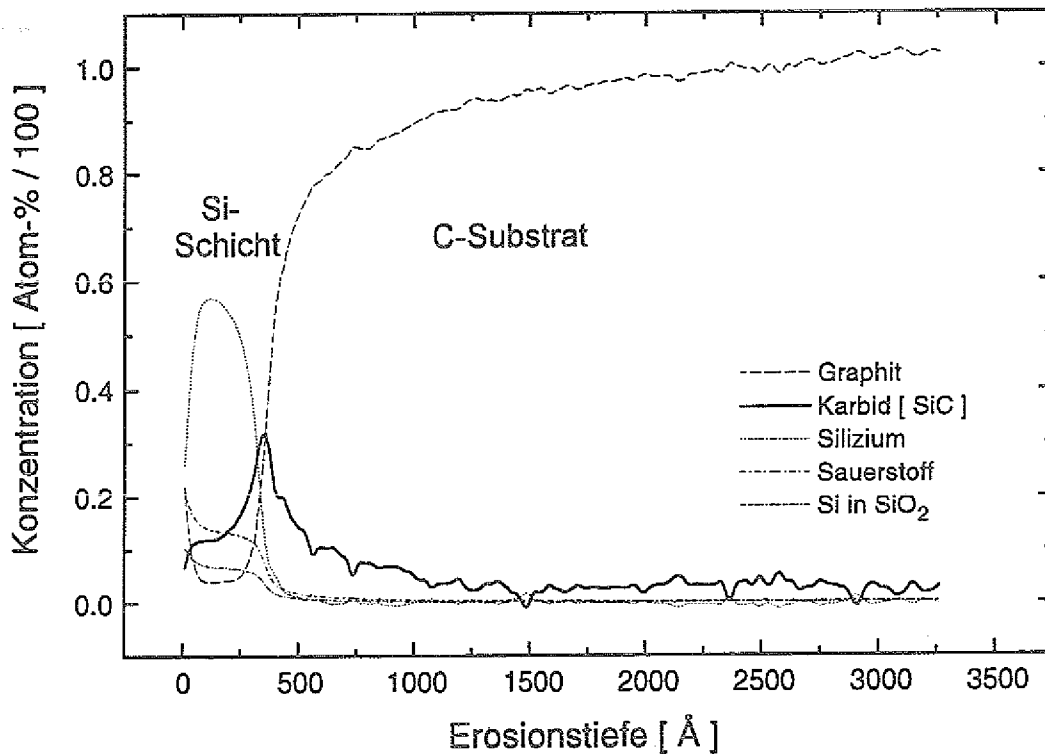


Abb. 5.3

Tiefenprofil einer Siliziumschicht, die bei Zimmertemperatur auf Graphit aufgebracht wurde. Wenn nicht gesondert vermerkt, erfolgte die Zerstäubung mit einem Erosionsstrahl von Xe^+ -Ionen der Energie 5 keV.

In Abb. 5.4 ist das Tiefenprofil einer auf eine C-Schicht bei Zimmertemperatur aufgedampften Si-Schicht dargestellt. Das Tiefenprofil ist bis tief in das Si-Substrat, auf das die C-Schicht deponiert wurde, aufgenommen. Die C-Schicht von 300 Å befindet sich daher in der Mitte zwischen dem Si-Substrat für die C-Schicht und der aufgedampften Si-Schicht. In der aufgedampften Si-Schicht ist erneut ein Sauerstoffanteil zu beobachten. Die Gründe hierfür sind die gleichen, wie jene für das vorangegangene Tiefenprofil. Interessant ist der relativ hohe Karbidanteil im Bereich der aufgedampften Si-Schicht (nicht zu verwechseln mit jenem aus der Grenzschicht selbst). Weil die Sauerstoffkonzentration in der Schicht auf gleichem Niveau mit der SiC-Konzentration verläuft, ist folgender Mechanismus denkbar: Jedes aus dem Restgas auf die Oberfläche auftreffende CO-Molekül dissoziiert, und das freigesetzte C-Atom bildet mit den ankommenden Siliziumatomen SiC. Dieser Mechanismus könnte für die Herstellung von SiC-Schichten auf Oberflächen niedriger Temperatur von Interesse sein. In der vorliegenden Arbeit wird auf diesen Aspekt nicht weiter eingegangen, da der Schwerpunkt auf das System Silizium/Kohlenstoff gelegt wurde.

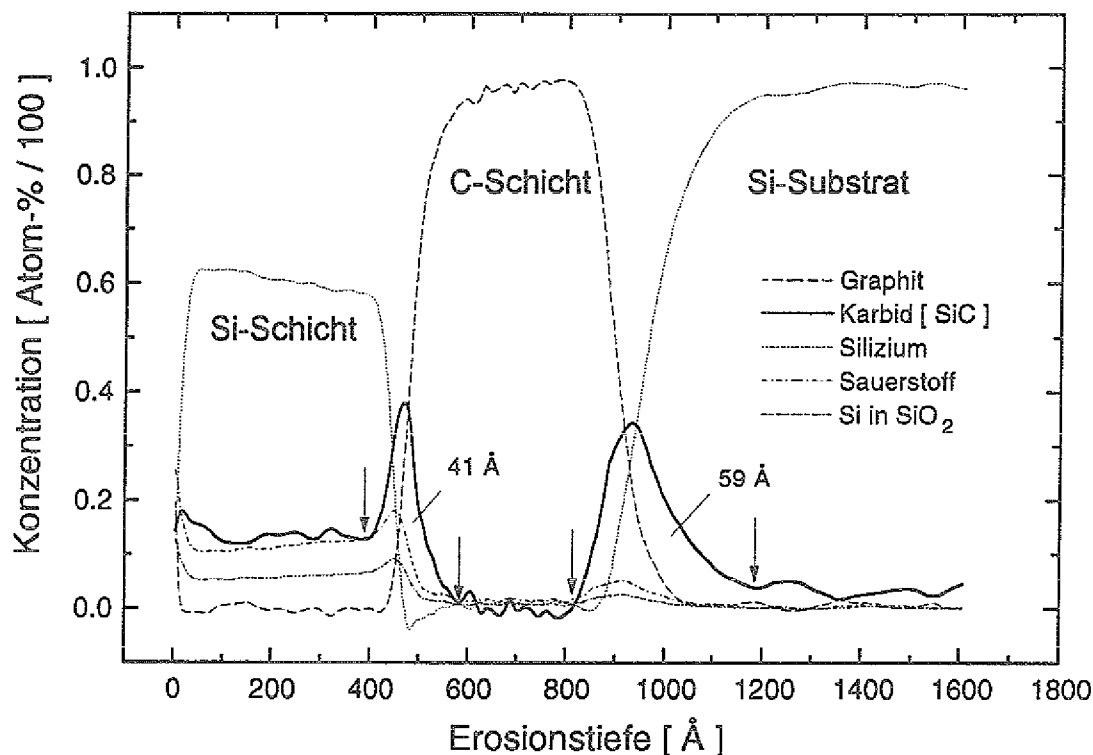


Abb. 5.4

Tiefenprofil einer Siliziumschicht, die bei Zimmertemperatur auf eine C-Schicht aufgebracht wurde.

Der integrale Anteil an Karbid (mit den beiden ersten Pfeilen markierter Bereich) in der Grenzschrift zwischen der aufgedampften Si-Schicht und der C-Schicht erreicht 41 Å. In der Grenzschrift zwischen der C-Schicht und dem Si-Substrat beträgt der integrale Wert (mit den beiden letzten Pfeilen markierter Bereich) 59 Å. Gleichzeitig ist zu beobachten, daß die Grenzschriftbreite im letzteren Fall größer ist als jene zwischen der aufgedampften Si-Schicht und der C-Schicht. Ein möglicher Grund für diese Verbreiterung ist die Rauigkeit, die sich mit immer größer werdender Tiefe während der Tiefenprofilierung aufbaut. Das 84%-16%-Kriterium liefert für das Si-Profil in dieser Grenzschrift 160 Å. Die Breite dieser Grenzschrift wird außer von dem Ionenstrahlmischen auch von der Rauigkeit mitbestimmt. Unter diesem Gesichtspunkt kann behauptet werden, daß die Rauigkeit in der zweiten Grenzschrift von Abb. 5.4 um ca. die Hälfte kleiner ist als die beobachtete Rauigkeit der Graphit-Proben.

Das Tiefenprofil einer bei Zimmertemperatur auf eine a-C:D-Schicht aufgedampften Si-Schicht ist in Abb. 5.5 dargestellt. Dieses wurde auch bis tief in das Silizium, das als Substrat für die a-C:D-Schicht diente, aufgenommen. Daher liegt in Abb. 5.5 die 1500 Å dicke a-C:D-Schicht in der Mitte zwischen der Si-Schicht und dem Si-Substrat. Der Karbidgehalt in der ersten Grenzschrift weist einen integralen Anteil von 54 Å (mit

Pfeilen markierter Bereich) auf. Dieser Wert ist innerhalb der Fehlergrenzen gleich dem Anteil von Karbid in der Grenzschicht des in Abb. 5.2 dargestellten Tiefenprofils.

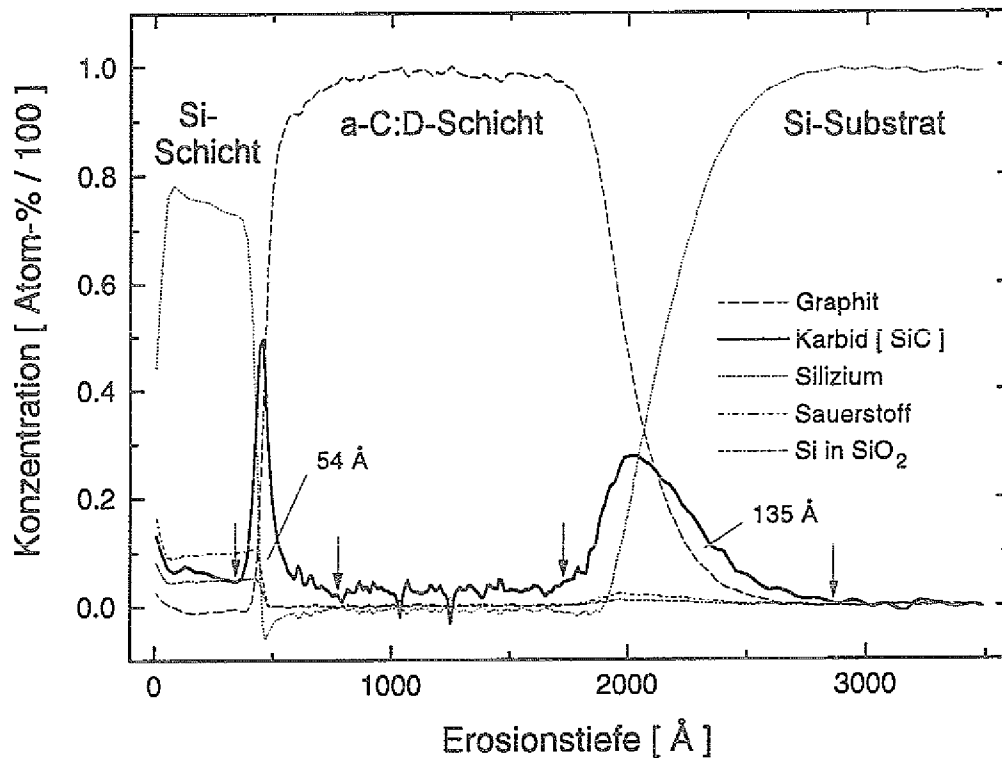


Abb. 5.5

Tiefenprofil einer Si-Schicht, die bei Zimmertemperatur auf eine a-C:D-Schicht aufgebracht wurde.

Der integrale Anteil an Karbid in der zweiten Grenzschicht ist erheblich größer als im Fall der C-Schicht auf Silizium (vergleiche mit Abb. 5.4). Der Tiefenbereich, über den sich Rauigkeit aufbauen konnte, ist im Vergleich zur sputterdeponierten C-Schicht um einen Faktor fünf gestiegen. Wie aus Kapitel 5.2 bekannt ist, kann wegen der Beschichtungsprozedur dieser Schichten, einen nicht unerheblichen Anteil von SiC in der Grenzschicht zwischen a-C:D und Si liegen. Letzteres liegt an dem bei der Beschichtung gleichzeitig stattfindenden Ionenbeschuß. Diese Situation ist vergleichbar mit einem IBAD-Experiment, in dem über den Ionenbeschuß keine quantitativen Aussagen gemacht werden können.

Ionenstrahlgestützt aufgedampfte Si-Schichten

Es folgt nun die Beschreibung der gleichen Substrate, auf die Silizium unter Ionenbeschuß deponiert wurde, um zu sehen, was die Ionen während des Schichtwachstums bewirken.

Das Tiefenprofil in Abb. 5.6 stellt den Konzentrationsverlauf einer unter Ionenbeschuß (Ar^+ , 500 eV) auf Graphit deponierten Si-Schicht dar. Obwohl eine Si-Schicht der Dicke 750 Å mit einer Rate von 2,8 Å/s deponiert wurde, ist in Abb. 5.6 nur eine Schichtdicke von ca. 65 Å Si zu beobachten. Die Differenz der genannten Schichtdicken ist durch Zerstäubung abgetragen worden. Es ist also gelungen, durch die geeignete Wahl der Ionenstrahlparameter und der Depositionsrate ein Beschichtungsregime zu finden, in dem nur eine dünne Si-Schicht auf dem C-Substrat übrig bleibt. Es ist daher gewährleistet, daß die durch den Ionenstrahl verursachte Energiedeposition ständig in den Bereich der Grenzschicht zwischen dem deponierten Silizium und dem C-Substrat erfolgt.

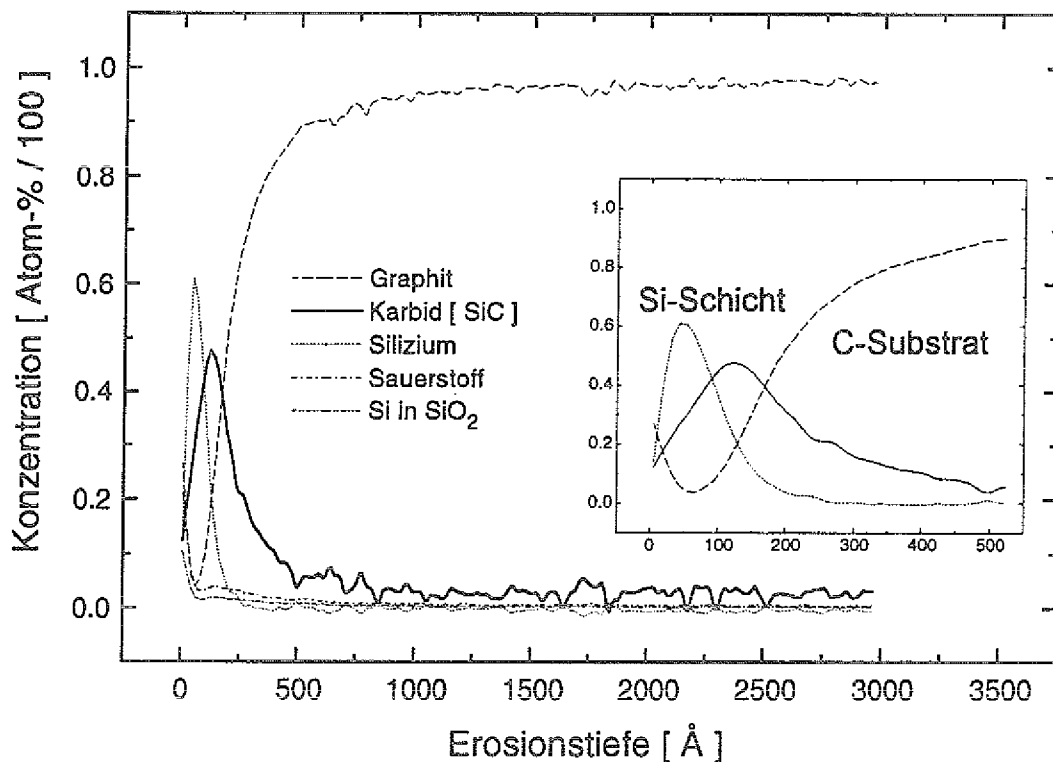


Abb. 5.6

Tiefenprofil einer Si-Schicht, die bei Zimmertemperatur unter Ar^+ -Beschuß (500 eV) auf Graphit aufgebracht wurde. Das eingesetzte Bild zeigt eine Vergrößerung der ersten 550 Å.

Die Verunreinigungen, die ohne den Ionenbeschuß in die aufwachsende Schicht eingebettet wurden, sind zerstäubt worden. Der Sauerstoffanteil in der Si-Schicht im Vergleich zu jenem aus Abb. 5.3 ist erheblich reduziert worden.

Entscheidend für die Frage nach dem Anteil von SiC, der durch den Beschichtungsprozeß erzeugt wurde, sind die ersten Punkte auf dem SiC-Konzentrationsprofil. Nur diese beschreiben wirklich das bei dem Beschichtungsprozeß gebildete SiC. Der Grund

hierfür liegt in der sogenannten Anlaufzeit der Veränderungen der Konzentrationsprofile, die durch den Erosionstrahl induziert werden. Typische Zeiten hierfür sind vergleichbar mit der Zeit, in der eine Ionenreichweite abgetragen wird (siehe hierzu auch Abb. 5.18 in Kapitel 5.3.2). Für Abb. 5.6 liegen diese "Anfangs"-Konzentrationen im Bereich von 10 bis 15 %. Diese Konzentrationen sind so gering, daß angenommen werden muß, daß bei dem Beschichtungsprozeß nur ein geringer Anteil an SiC gebildet wurde.

Abb. 5.7 zeigt das Tiefenprofil einer C-Schicht, auf die bei Zimmertemperatur unter Ar^+ -Beschuß Silizium deponiert wurde. Erneut ist das Tiefenprofil bis in den Si-Wafer gemessen worden, auf dem die C-Schicht deponiert wurde. Die tiefe Grenzschicht muß daher identisch aussehen wie die entsprechende Grenzschicht in Abb. 5.4. In der Tat sind diese beiden Grenzschichten vergleichbar und enthalten innerhalb der Fehlergrenzen ($55 \pm 5 \text{ \AA}$) den gleichen Anteil an SiC.

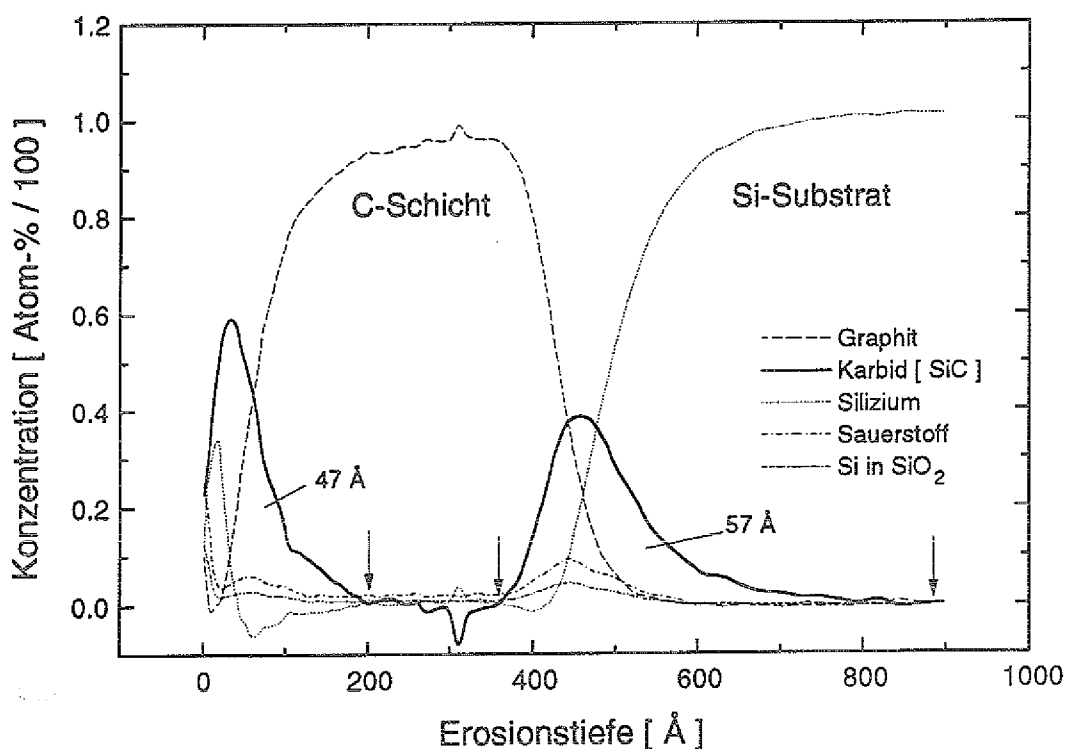


Abb. 5.7

Tiefenprofil einer Si-Schicht, die bei Zimmertemperatur unter Ar^+ -Beschuß (500 eV) auf eine C-Schicht aufgebracht wurde.

Auf dem C-Substrat ist eine nicht vollständig aufgelöste Si-Schicht der Schichtdicke $\leq 10 \text{ \AA}$ und in der oberflächennahen Grenzschicht ist ein SiC-Profil mit einem integralen Anteil von $47 \text{ \AA}$ zu beobachten. Dieser Wert ist im Vergleich zu dem entsprechenden Grenzschichtbereich in Abb. 5.4 leicht erhöht. Die Konzentrationswerte der ersten Punkte der Kurve liegen höher als jene in Abb. 5.4.

Um den Verlauf des SiC-Konzentrationsprofils in dem oberflächennahen Bereich besser zu erkennen, ist ein Tiefenprofil dieses Bereiches mit einem Erosionstrahl der Energie 1 keV gemessen worden (siehe Abb. 5.8). In diesem Tiefenprofil ist das Si-Profil besser aufgelöst als in jenem, das mit 5 keV erodiert wurde. Der Anteil an SiC, der durch die Analyse erzeugt wurde ist geringer als in Abb. 5.7. Zu erkennen ist eine kleine Schulter in den ersten Konzentrationswerten des SiC-Profiles. Dieses könnte gedeutet werden als Überlagerung eines durch die Ionengestützte Deposition erzeugten Oberflächen SiC-"Peaks" mit jenem in der Si/C-Grenzschicht, der durch die Analyse erzeugt wurde. Der bei der Deposition erzeugte SiC-Anteil ist gering und nicht zu quantifizieren.

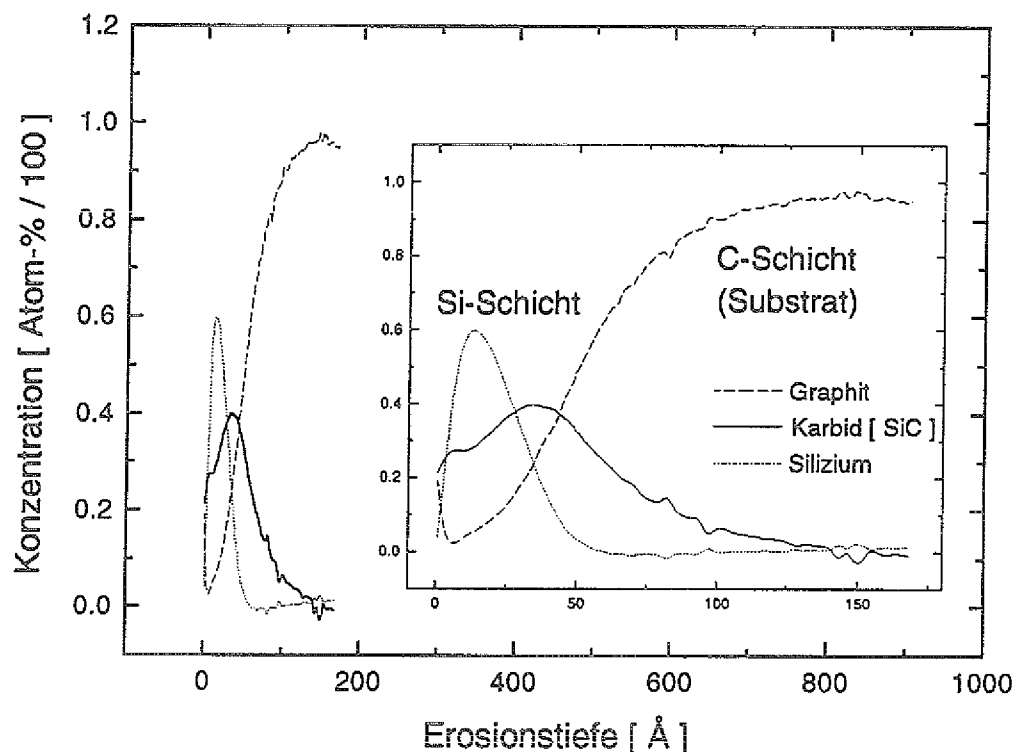


Abb. 5.8

Tiefenprofil des oberflächennahen Bereiches der unter Ionenbeschuß mit Si belegten C-Schicht, wobei der Erosionsstrahl eine Energie von 1 keV besaß. Die Konzentrationsprofile von O und zu O gebundenem Si sind der Übersicht wegen weggelassen worden. Das eingesetzte Bild zeigt die Vergrößerung der ersten 170 Å.

Die Verhältnisse der bei Zimmertemperatur unter Ionenbeschuß aufgetragenen Si-Schichten auf die a-C:D-Substrate sind mit denen auf der C-Schicht bestimmten zu vergleichen. Die Anteile an SiC in den Grenzschichten sind gleich hoch mit jenen, die von den lediglich bedampften Proben bekannt sind. Daher sind diese Profile hier nicht explizit dargestellt worden.

Abschließend kann gesagt werden, daß die bei Zimmertemperatur unter Ionenbeschuß deponierten Schichten wesentlich sauberer sind (Sauerstoffanteil) als jene, die durch Aufdampfen ohne Ionenbeschuß aufgebracht wurden. Für eine Bildung von SiC während des Beschichtungsprozesses gibt es nur Anhaltspunkte, so daß für dieses Beschichtungsregime davon ausgegangen werden muß, daß fast der gesamte SiC-Anteil in den dargestellten Tiefenprofilen auf den Analyseprozeß zurückgeführt werden kann.

5.2.2 Beschichtungen bei 770 K

Ohne Ionenbeschuß aufgedampfte Si-Schichten

Bevor die Ionenstrahlgestützte Deposition von Si bei einer Substrattemperatur von 770 K durchgeführt wurde, sind erneut Si-Schichten aufgedampft (ohne simultanen Ionenbeschuß) und tiefenprofiliert worden. Es galt zu bestätigen, daß durch die hohe Temperatur keine Diffusion von C in Si und umgekehrt stattfindet, da bei der Probe, die bei 950 K tiefenprofiliert wurde (siehe Kapitel 4.3.6), keine solche Diffusion beobachtet wurde.

In Abb. 5.9 ist das Tiefenprofil einer bei 770 K auf eine C-Schicht aufgedampften Si-Schicht dargestellt.

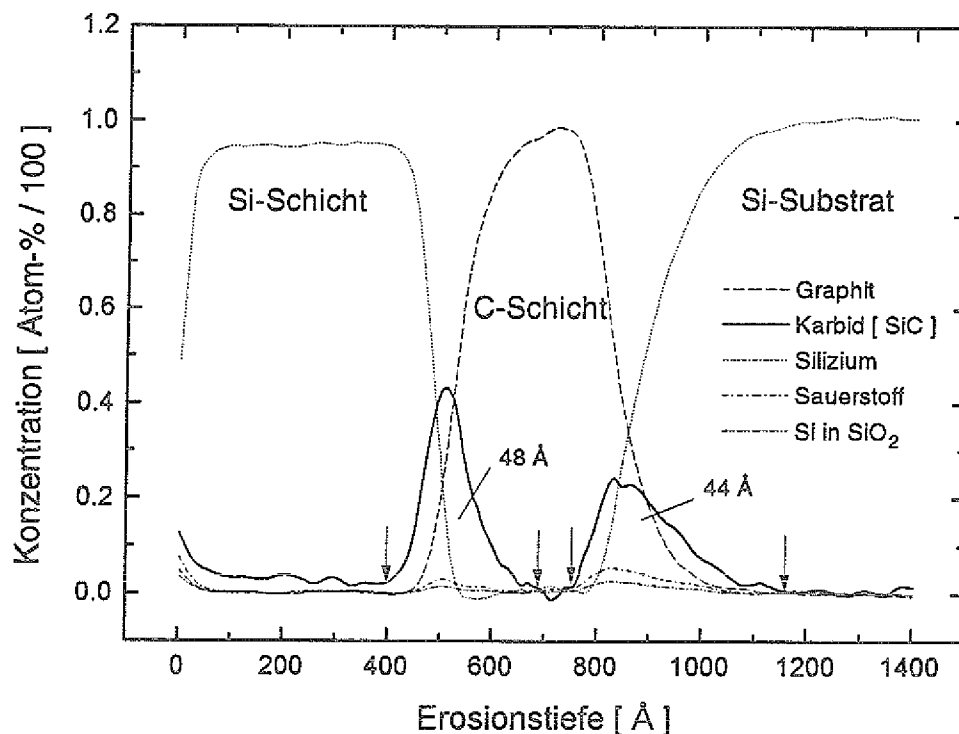


Abb. 5.9

Tiefenprofil einer Si-Schicht, die bei 770 K auf eine C-Schicht aufgebracht wurde.

Beim Vergleich dieses Tiefenprofils mit jenem Profil, das von Proben, die bei Zimmertemperatur mit Si belegt wurden, aufgenommen wurde (siehe Abb. 5.4), ist keine erhöhte SiC-Bildung festzustellen. Der Anteil der SiC-Konzentration in der Grenzschicht zwischen der aufgedampften Si-Schicht und der C-Schicht von 48 Å ist mit dem von 41 Å aus Abb. 5.4 zu vergleichen. Diese Anteile sind innerhalb der Fehlergrenzen gleich.

Der Verunreinigungsgrad (Sauerstoffanteil) in der Si-Schicht liegt im Bereich der Nachweisgrenze. Die Temperatur von 770 K reicht offensichtlich aus, um die Desorption der Verunreinigungen (Sauerstoffverbindungen) zu gewährleisten. Nur auf der Oberfläche ist eine Sauerstoffverunreinigung zu beobachten. Diese kann auf den Transport der Proben zur Analysekammer an Luft zurückgeführt werden.

Die Verhältnisse der Konzentrationsprofile in den Graphit Proben sind ähnlich denen, die auf C-Schichten erzielt worden sind, mit dem wesentlichen Unterschied der "Verschmierung" durch die große Rauigkeit der Graphit-Proben. Daher wurde im weiteren auf die explizite Darstellung dieser Tiefenprofile verzichtet.

Ionenstrahlgestützt aufgedampfte Si-Schichten

In Abb. 5.10 ist das Tiefenprofil einer unter Ionenbeschuß auf eine C-Schicht aufgetragenen Si-Schicht dargestellt.

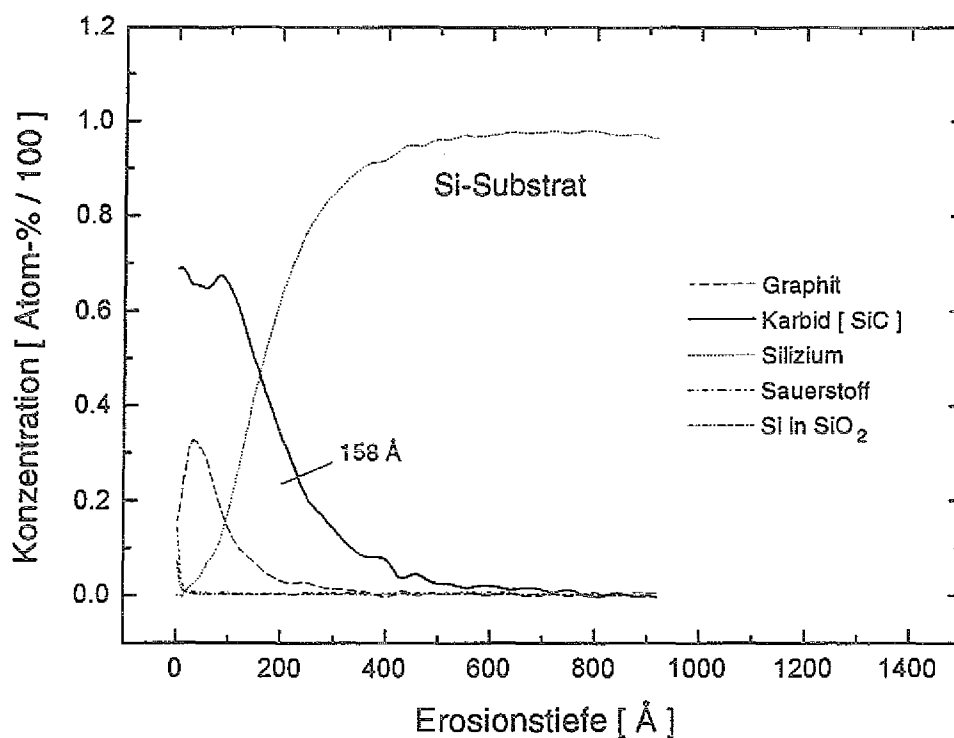


Abb. 5.10

Tiefenprofil einer Si-Schicht, die bei 770 K unter Ar^+ -Beschuß (500 eV) auf eine C-Schicht aufgebracht wurde.

Dieses Konzentrationsprofil besitzt zwei herausragende Merkmale im Vergleich zu den bislang behandelten Tiefenprofilen: zum einen ist fast die gesamte sputterdeponierte C-Schicht bei der Deposition von Si abgetragen worden, und zum anderen befindet sich ein hoher Prozentsatz (knapp 70 Atom-%) SiC in dem oberflächennahen Bereich. Die

Deposition von Si erfolgte mit einer Aufdampfrate von $4,5 \text{ \AA/s}$ unter simultanem Ionenbeschuß mit einer Ionenstromdichte von $1,8 \cdot 10^{15} \text{ Ionen/cm}^2\text{s}$. Diese Ionenstromdichte ist um einen Faktor 1,8 höher als diejenige, die bei der Deposition auf dem gleichen Substrat bei Zimmertemperatur verwendet wurde. Letzteres erklärt die relativ hohe Abtragung der C-Schicht im Vergleich zu Abb. 5.7.

In diesem Temperaturbereich ist es offensichtlich möglich, einen erheblichen Anteil an SiC durch die ionenstrahlgestützte Deposition zu erzeugen. Wie im vorangegangenen Kapitel schon erwähnt, kann der SiC-Anteil in dem oberflächennahen Bereich ($\leq 70 \text{ \AA}$) nicht auf den Erosionsstrahl bei der Analyse zurückgeführt werden. Dieses wird durch folgende Beobachtung untermauert: In Kapitel 5.1 wurde gezeigt, daß bei einem Erosionsstrahl von 1 keV (Xe^+) der Anteil der dadurch induzierten SiC-Bildung geringer ist als bei einem Erosionsstrahl der Energie 5 keV (Xe^+). In Abb. 5.11 ist deshalb das Tiefenprofil der gleichen Probe wie derjenigen von Abb. 5.10 dargestellt, die jedoch diesmal mit einem Erosionsstrahl von 1 keV (Xe^+) zerstäubt wurde.

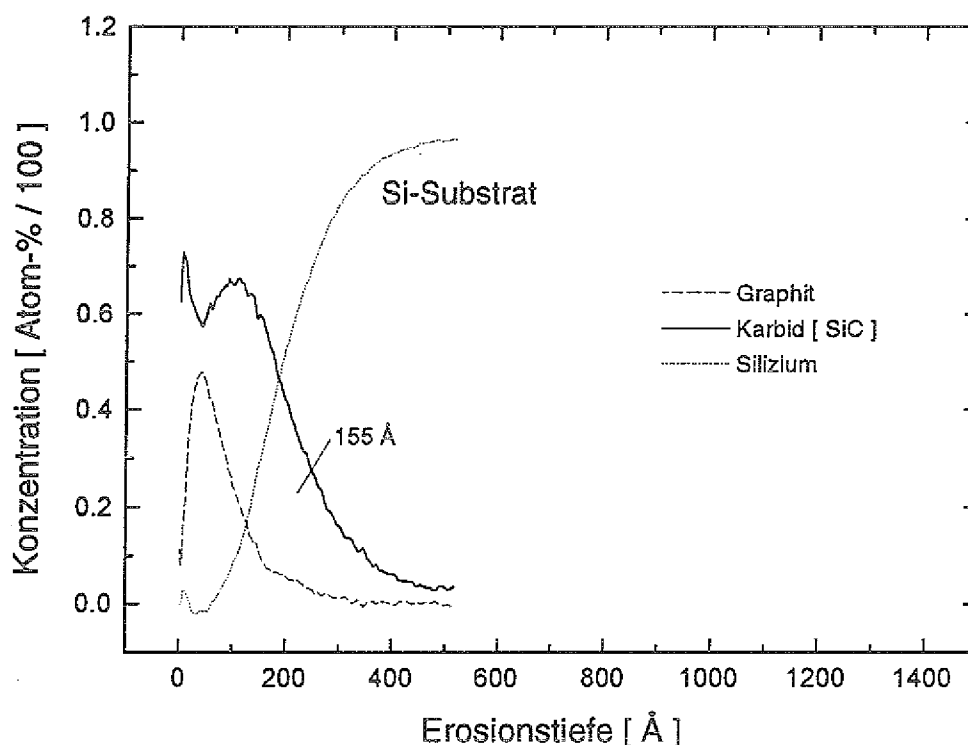


Abb. 5.11

Tiefenprofil des oberflächennahen Bereiches der gleichen Probe wie der von Abb. 5.10. Erosionsstrahl: 1 keV, Xe^+ . Die O-Profile sind wegen ihrer Geringfügigkeit weggelassen worden.

Das Konzentrationsprofil von SiC weist im Vergleich zur 5 keV-Messung keine Unterschiede im SiC-Anteil des oberflächennahen Bereiches auf. Es kann bessere Tiefenauflösung festgestellt werden. Der integrale Anteil von SiC in den beiden

Tiefenprofilen, die mit unterschiedlichen Ionenenergien gemessen wurden, ist vergleichbar ($158 \text{ \AA}$ zu $155 \text{ \AA}$). Dieser integrale Anteil beinhaltet den vom Erosionstrahl erzeugten SiC-Anteil und die durch die Beschichtung erzeugte SiC-Konzentration im oberflächennahen Bereich. Daher stellt der integrale Anteil leider kein gutes Maß für das bei der Beschichtung erzeugte SiC dar. Lediglich der hohe Zahlenwert, deutet auf einen beträchtlichen Anteil von SiC hin, der durch den Beschichtungsprozeß erzeugt wurde. Der SiC-Konzentrationsverlauf in den ersten $70 \text{ \AA}$ ist durch beide Messungen (Abb. 5.10 und Abb. 5.11) bestätigt worden, so daß dieser Anteil an SiC auf den Beschichtungsprozeß zurückzuführen ist.

Die Konzentrationsverhältnisse einer bei 770 K auf einer a-C:D-Schicht deponierten Si-Schicht unter gleichzeitigem Ionenbeschuß ist in Abb. 5.12 gezeigt.

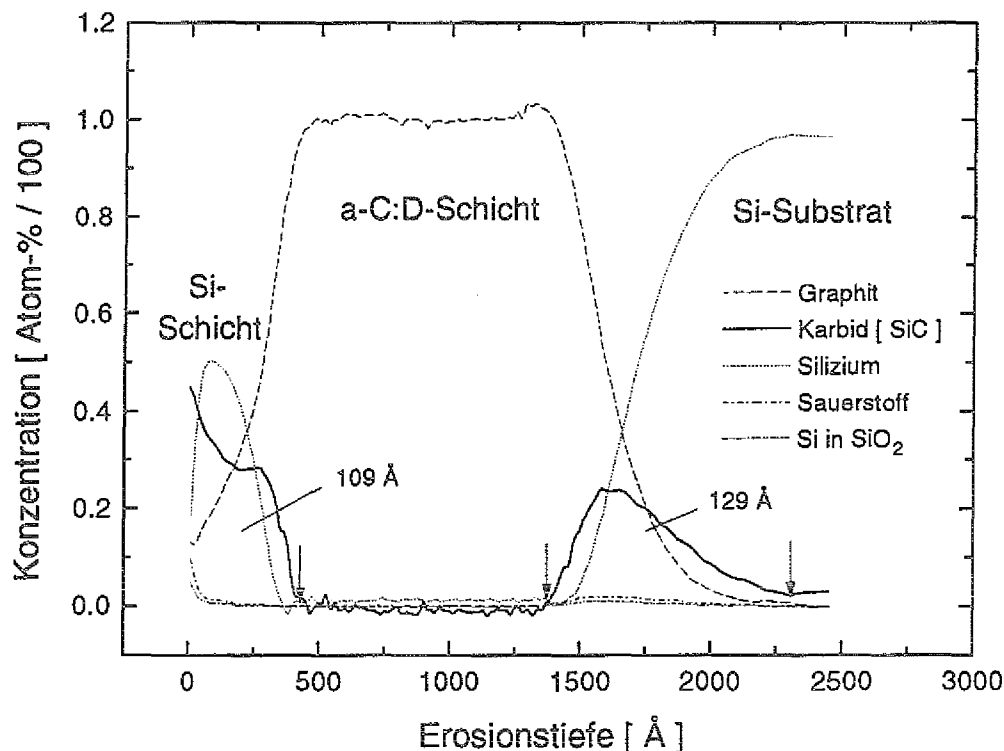


Abb. 5.12

Tiefenprofil einer Si-Schicht, die bei 770 K unter Ionenbeschuß (500 eV Ar^+) auf ein a-C:D-Substrat aufgebracht wurde.

In diesem Fall wurde die a-C:D-Schicht nur geringfügig abgetragen (ca. 7 %). Es bildet sich wiederum ein hoher Anteil an SiC im oberflächennahen Bereich. Analog zu der oben geführten Argumentation kann dieser in der Oberfläche beobachtete SiC-Anteil auf den Beschichtungsprozeß zurückgeführt werden.

In der zweiten Grenzschicht ist erneut ein erheblicher Anteil an SiC zu beobachten, der im Vergleich zum Tiefenprofil bei Zimmertemperatur (Abb. 5.5) aber nicht angestiegen

ist ($135 \text{ \AA}$ bei Zimmertemperatur und $129 \text{ \AA}$ bei 770 K). Es wird dadurch bestätigt, daß in diesem Temperaturbereich auch für die a-C:D-Schichten kein C-Transport durch Diffusion zu beobachten ist. Für die hohe SiC-Konzentration im oberflächennahen Bereich muß also die ionenstrahlinduzierte SiC-Bildung während der Deposition verantwortlich gemacht werden.

Da keine C-Quelle zur Verfügung stand, konnte der Bereich, in dem SiC ionenstrahlgestützt erzeugt wurde, nicht über größere Bereiche ausgedehnt werden. Die Beschichtungsparameter sind aber, durch oben gemachte Beobachtung, offenbar sehr geeignet, SiC mit Hilfe der ionenstrahlgestützten Deposition herzustellen.

Die Abbildung zeigt die Konzentrationsprofile der Siliziumschichten auf Kohlenstoff. Die Kurven stellen die Konzentration in Abhängigkeit von der Tiefe dar. Die Kurven sind für verschiedene Depositionszeiten und -temperaturen dargestellt.

1

5.2.3 Beschichtungen bei 1070 K

Der für TEXTOR relevante Temperaturbereich für die thermische Belastung des größten Teils* der ersten Wand reicht von Zimmertemperatur bis ca. 1100 K. Damit dieser relevante Temperaturbereich in bezug auf die SiC-Bildung von unter Ionenbeschuß deponierten Si-Schichten untersucht werden kann, wurden Si-Schichten auch bei 1070 K unter Ionenbeschuß auf Kohlenstoffsubstrate deponiert.

Ohne Ionenbeschuß aufgedampfte Si-Schichten

Erneut wurden zunächst nur Si-Schichten auf die bekannten Substrate aufgedampft. In Abb. 5.13 ist das Tiefenprofil einer bei 1070 K aufgedampften Si-Schicht auf einer C-Schicht dargestellt.

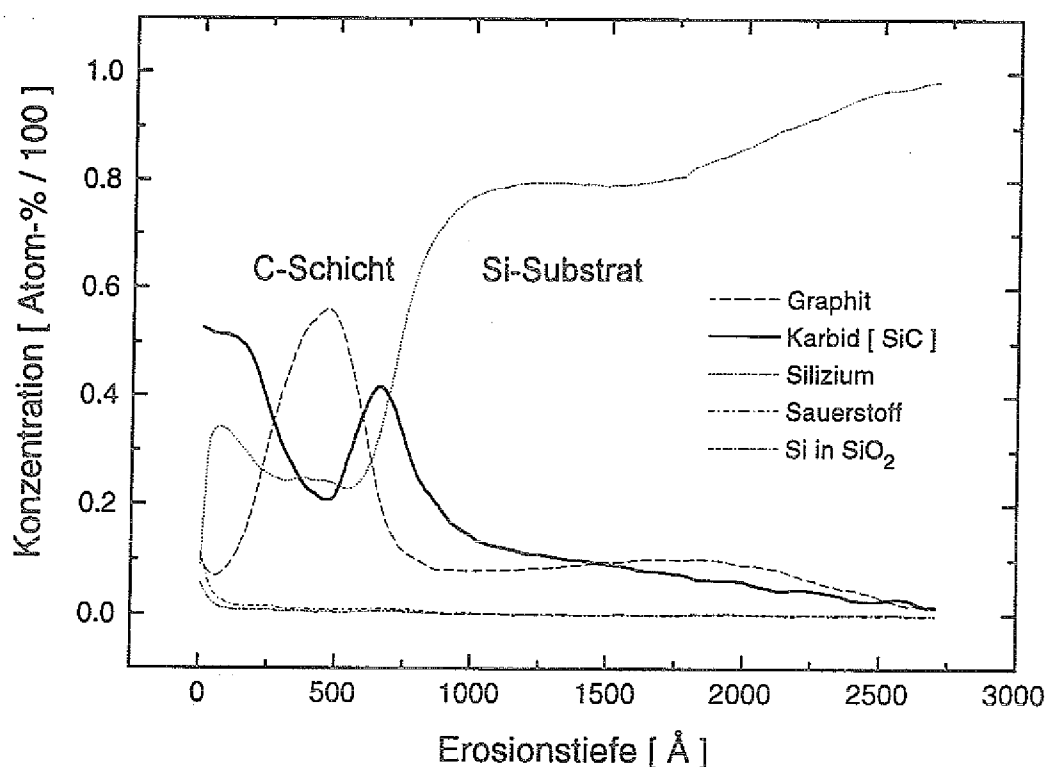


Abb. 5.13

Tiefenprofil einer Si-Schicht, die bei 1070 K auf eine C-Schicht aufgebracht wurde.

Trotz der 580 Å dicken Si-Schicht, die mit einer Rate von 4,7 Å/s deponiert wurde, ist keine aufgelöste Si-Schicht in dem Tiefenprofil zu beobachten. Es ist vielmehr ein durch die Schichtstrukturen durchgehendes Si-Konzentrationsprofil zu beobachten. Ab ~800 Å

* Einige wenige Teile werden bis ca. 2000 K hoch belastet.

fängt das Si-Substrat für die sputterdeponierte C-Schicht an. Es ist deutlich zu erkennen, daß sich ein erheblicher Anteil an Graphit und an Karbid in diesem Substrat befinden.

Der zu beobachtende SiC-Konzentrationsverlauf im oberflächennahen Bereich deutet auf einen hohen SiC-Anteil hin, der bei der Beschichtung entstanden sein muß. Die Bildung von SiC wird im Vergleich zu kleineren Temperaturen, durch die thermischen Voraussetzungen begünstigt. Dadurch wird ein Versuch der Trennung von unter Ionenbeschuß erzeugtem SiC und jenem durch den Analysestrahl erzeugtem SiC nicht erfolgreich sein. Die letzten beiden Produktionskanäle für SiC waren durch den Ionenstrahlinduzierten Transport (Ionenstrahlmischen) und die Temperatur bestimmt. Für die bei 1070 K beschichteten Proben wird aber ein Teil des Transportes von Kohlenstoff in Silizium durch Diffusion (siehe Abb. 5.13) übernommen.

Die Konzentrationsverhältnisse im Fall des Aufdampfens von Si auf das a-C:D-Substrat sind noch interessanter als jene in Abb. 5.13. Der Grund hierfür ist die dickere a-C:D-Schicht im Vergleich zu der C-Schicht. So liegen die beiden Grenzschichten (Si - a-C:D und a-C:D - Si) weiter auseinander. Daher sind die Prozesse, die die erste Grenzschicht beeinflussen, von jenen, die die zweite (tiefere) beeinflussen, getrennt. In Abb. 5.13 gibt es nur fließende Grenzen. Dagegen gibt es in Abb. 5.14 die angesprochene Trennung.

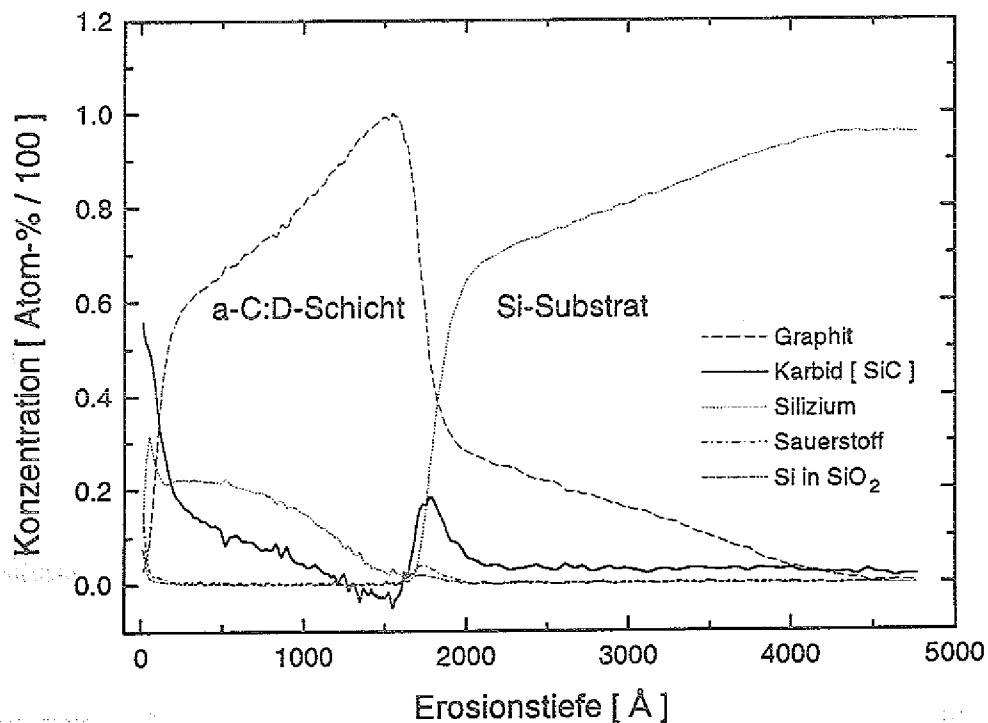


Abb. 5.14

Tiefenprofil einer Si-Schicht, die bei 1070 K auf ein a-C:D-Substrat aufgebracht wurde.

Der Anteil an SiC im oberflächennahen Bereich ist erneut hoch (knapp 60 Atom-%). Das aufgedampfte Silizium liegt bis auf einen Oberflächenpeak gänzlich in der a-C:D-Schicht. Der Kohlenstoff aus der a-C:D-Schicht ist offensichtlich in das Si-Substrat diffundiert nicht aber das Si in die a-C:D-Schicht. Das in dieser Grenzschrift durch den Beschichtungsprozeß erzeugte SiC reicht offensichtlich aus, um als Diffusionssperre für Si zu fungieren. Bei der Analyse der Menge von gebildetem SiC im Bereich des Si-Substrates der a-C:D-Schicht fällt auf, daß die Menge in Abb. 5.13 größer ist als diejenige in Abb. 5.14. Diese Feststellung kann mit der Chemie, d.h. dem vorhandenen Deuterium in der a-C:D-Schicht, zusammenhängen. Eine mögliche Erklärung kann die Absättigung der C-Bindungen durch das mobile Deuterium sein, so daß keine Verbindung von Kohlenstoff mit Silizium zustandekommen kann.

Ionenstrahlgestützt aufgedampfte Si-Schichten

In Abb. 5.15 ist das Tiefenprofil einer unter Ionenbeschuß deponierten Si-Schicht dargestellt.

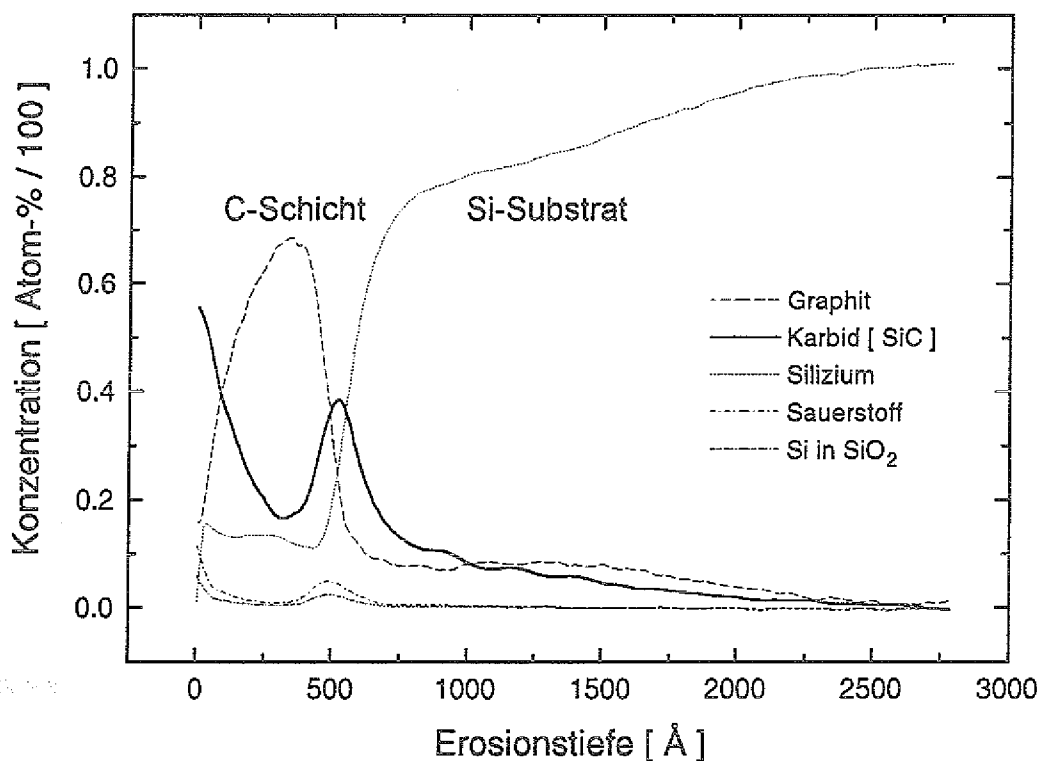


Abb. 5.15

Tiefenprofil einer Si-Schicht, die bei 1070 K unter Ionenbeschuß (500 eV Ar⁺) auf eine C-Schicht aufgebracht wurde.

Die wesentlichen Merkmale im Vergleich zu dem Fall ohne Ionenbeschuß (Abb. 5.13) sind zum einen der erwartete reduzierte (zerstäubte) Si-Anteil im oberflächennahen

Bereich und zum anderen die Tatsache, daß in der Oberfläche eine vergleichbar hohe SiC-Konzentration zu beobachten ist. Der Anteil an "freiem" Silizium (Silizium-Kurve in Abb. 5.15) in der Oberfläche ist auf Null gesunken. Demzufolge sieht es so aus, als würde der SiC-Konzentrationsanteil in der Oberfläche auf den maximal erreichbaren Wert gestiegen sein. Letzteres gilt aber nur dann, wenn kein C-Transport zur Oberfläche stattgefunden hat.

Für die Deposition von Silizium unter Ionenbeschuß auf ein a-C:D-Substrat sind im Tiefenprofil (Abb. 5.16) die gleichen Veränderungen zu beobachten, wie diejenigen im Fall der sputterdeponierten Kohlenstoffschicht als Substratmaterial. In der Oberfläche ist erneut der "maximal erzeugbare" SiC-Anteil zu beobachten. Desgleichen ist der Anteil an Silizium in dem oberflächennahen Bereich durch Zerstäubung während der Deposition wesentlich reduziert worden.

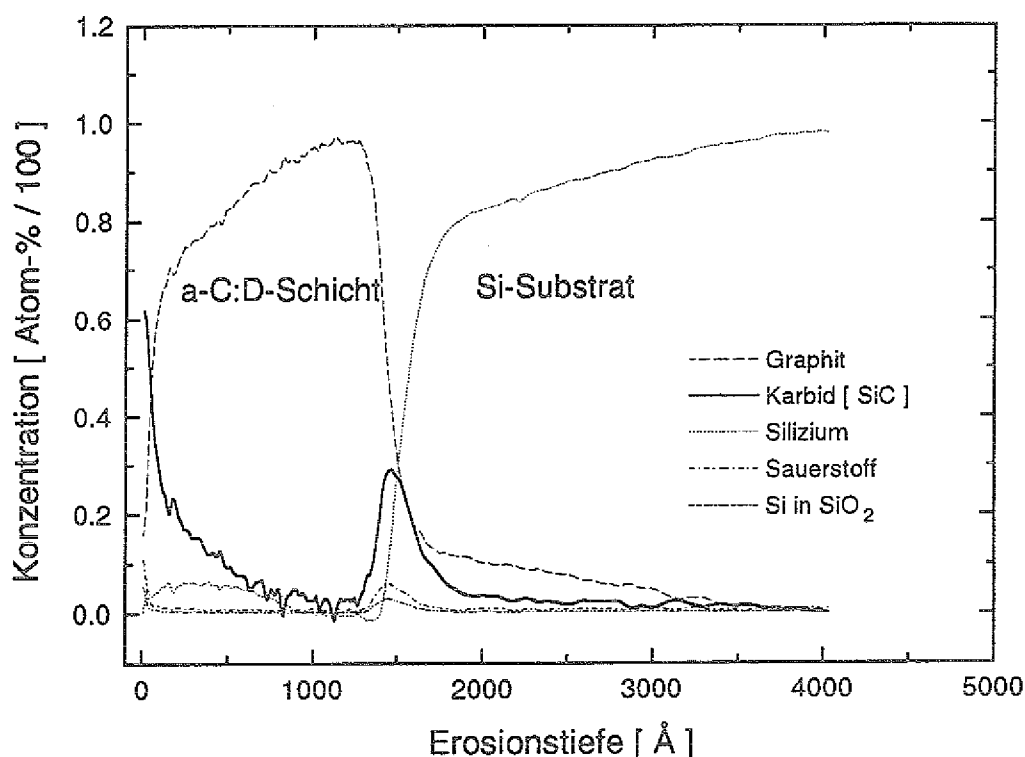


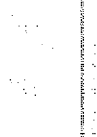
Abb. 5.16

Tiefenprofil einer Si-Schicht, die bei 1070 K unter Ionenbeschuß (500 eV Ar⁺) auf ein a-C:D-Substrat aufgebracht wurde.

Dieses Temperaturregime ist durch die Diffusion der Schichtkomponenten für die Beschichtungen der ersten Wand offensichtlich ungünstig, weil dadurch ein unkontrollierbarer Verlustkanal der in das Volumen leichter diffundierenden Schichtkomponenten existiert. Es wurde allerdings nicht nachgewiesen, daß bereits existierendes SiC durch Diffusion zerstört wird. Dadurch besteht die Möglichkeit, eine

Diffusion ins Volumen mit Hilfe einer solchen SiC-Schicht zu unterbinden. Allerdings kann die Tatsache, daß in der zweiten Grenzschrift von Abb. 5.16 nur der Kohlenstoff ins Si-Substrat diffundiert, dahingehend ausgelegt werden, daß eine dünne SiC-Schicht nur für das Silizium eine Diffusionssperre darstellt. Es wird nochmals daran erinnert, daß sich durch den Ionenbeschuß während der Deposition der a-C:D-Schicht eine dünne SiC-Schicht in der Grenzschrift ausbildet. Zum Unterschied zu den a-C:D-Schichten gilt das für die C-Schicht nicht. Es kann in Abb. 5.13 und Abb. 5.15 beobachtet werden, daß sich der Si-Gehalt in der C-Schicht im Bereich der zweiten Grenzschrift auf gleichem Niveau befindet wie der, der in der gesamten C-Schicht feststellbar ist. Daher kann angenommen werden, daß die Quellen für das dort befindliche Silizium der Si-Dampfstrahl und das Si-Substrat der C-Schicht sind. Bei den a-C:D-Schichten hingegen ist die Quelle des in der Kohlenstoffschrift befindlichen Siliziums lediglich der Si-Depositionsstrahl.

Die in der Abbildung 5.10 dargestellten Tiefenprofile der Siliziumkonzentration in den ionengestützt deponierten Schichten auf Kohlenstoff zeigen, dass die Konzentration in der Schichtoberfläche sehr hoch ist und mit zunehmender Tiefe abnimmt. Die Konzentration in der Schichtmitte ist sehr niedrig und entspricht der Konzentration im Substrat. Die Schichtdicke ist durch die Tiefe, in der die Konzentration auf den Substratswert abgeklungen ist, bestimmt. Die Schichtdicke beträgt in der Abbildung 5.10 ca. 100 nm. Die Konzentration in der Schichtoberfläche ist in der Abbildung 5.10 ca. 10^{20} cm^{-3} angegeben. Die Konzentration in der Schichtmitte ist in der Abbildung 5.10 ca. 10^{18} cm^{-3} angegeben. Die Konzentration im Substrat ist in der Abbildung 5.10 ca. 10^{17} cm^{-3} angegeben.



5.3 Modell zur Auger-Tiefenprofil-Analyse

Es wurde der Versuch unternommen, ein einfaches Modell zu konstruieren, das die Beschreibung der Prozesse erlaubt, die bei der Tiefenprofilierung eine wichtige Rolle spielen. Das hier vorgestellte Modell beinhaltet eine vereinfachte Beschreibung der bei der Tiefenprofilierung eines aus Silizium, Kohlenstoff und Siliziumkarbid (SiC) bestehenden Probenmaterials ablaufenden Prozesse. Es beruht im wesentlichen auf drei Effekten: Ionenstrahlmischen, Zerstäubung und Bildung von Verbindungen (SiC-Bildung). Während des Beschusses der Proben mit dem Ziel, eine sukzessive Abtragung der Oberfläche zu erreichen, wird das ursprüngliche Konzentrationsprofil in dem oberflächennahen Bereich durch das gleichzeitige Zusammenwirken der genannten Effekte einer dynamischen Modifikation unterworfen. Als "Antwort" der Probenoberfläche werden die Auger-Intensitäten als Funktion der erodierten Tiefe (oder Erosionszeit) betrachtet.

5.3.1 Effektivität und Energieabhängigkeit der Teilprozesse während der Tiefenprofilierung

Es wird angenommen, daß die Ionenstrahldichte ($2 \cdot 10^{13}$ Ionen/cm²·s) klein genug ist, um eine lineare Behandlung der Kollisionskaskaden zu erlauben (siehe hierzu auch Kapitel 2.1.2). Die Antwortfunktionen (Auger-Intensitäten) der einzelnen in der Probe befindlichen Elemente sind aber wegen der durch den Ionenbeschuß ständig induzierten Veränderungen nicht linear.

Es wird davon ausgegangen, daß die genannten Effekte, außer der thermisch aktivierten chemischen Verbindung von Si und C, strahlungsinduziert sind und von der Energie-deposition durch den zur Probenerosion eingesetzten Ionenstrahl getrieben werden. Daher ist es wichtig, die Energieabhängigkeit dieser Effekte zu kennen. Der Ionenbeschuß ist durch die Ionenenergie E [eV] und die Ionenstrahldichte $\dot{\phi}$ [Ionen/Å²·s] charakterisiert. Die Probenfläche A [Å²] eines Substrates mit der Dichte N [Atome/Å³] wird während des Ionenbeschusses in einem Zeitintervall Δt [s] von $\dot{\phi} \cdot A \cdot \Delta t$ Ionen getroffen. Innerhalb der Reichweite R [Å] der Ionen werden $N_d = 0,42 \cdot E \cdot \dot{\phi} \cdot A \cdot \Delta t / E_d$ Versetzungen erzeugt (siehe hierzu Kapitel 2.3.1). Die Anzahl-dichte der Versetzungen [Anzahl der Versetzungen/Volumen] ist dann durch $\Delta C_d = N_d / A \cdot R = 0,42 \cdot E \cdot \dot{\phi} \cdot \Delta t / R \cdot E_d$ gegeben und die Erzeugungsrate der Versetzungen [Versetzungen/Volumen·s] durch:

$$dC_d / dt = 0,42 \cdot E \cdot \dot{\phi} / R \cdot E_d \quad (5.2)$$

Die Erzeugungsrate dc_d/dt [Versetzungen/Atom·s] ist durch $(dC_d/dt)/N$ gegeben.

Typische Werte für die innerhalb dieser Arbeit verwendeten Tiefenprofilanalysen sind $E = 5000 \text{ eV}$, $\dot{\phi} = 2 \cdot 10^{13} \text{ Ionen/cm}^2\text{s}$ und $R = 100 \text{ Å}$. Mit diesen Werten erhält man für $n_d = 105 \text{ Versetzungen/Ion}$ (siehe Gl. (2.12) Kapitel 2.3.1) und $dc_d/dt = 0,04 \text{ Versetzungen/Atom}\cdot\text{s}$. Mit einer für die verwendete Energie typischen Zerstäubungsausbeute Y (5 keV ; $\theta = 53^\circ$; $\text{Xe}^+ \rightarrow \text{Si}$) von ca. 2 Atomen/Ion und der sich daraus ergebenden Erosionsrate $dz/dt = \dot{\phi} \cdot Y/N$ (siehe Gl. (4.3) Kapitel 4.3) von $0,08 \text{ [Å/s]}$ wird offensichtlich, daß eine hohe Flußdichte notwendig ist, um eine Schicht von hunderten von Å zu untersuchen. Es wird auch klar, daß tiefergelegene Bereiche der Konzentrationsprofile durch den Ionenstrahl ca. 1000 s, bevor ein Signal (Emission von Augerelektronen) erhältlich ist, beeinflusst werden. Während dieser Zeit wird jedes ursprünglich in einem Tiefenbereich von ca. 100 Å befindliche Atom im Mittel knapp 40 mal versetzt. Wegen der isotropen Verlagerungen dieser Atome (je über mehrere Gitterabstände) sind die Konzentrationsgradienten stark verschmiert.

Die genannten Zahlenwerte sind Mittelwerte für einen homogenen Ionenbeschuß. Die Erzeugung von Frenkel-Paaren wird auf die Versetzungsstöße in der Kollisionskaskade zurückgeführt. Zur Beschreibung ihrer Anzahl muß also die mittlere deponierte Energie in einem oberflächennahen Bereich der Tiefe R herangezogen werden, wobei die lokale Energiedichte eine untergeordnete Rolle spielt. Sie ist aber für die mögliche, thermisch aktivierte chemische Reaktion zwischen Si und C wichtig. Für diese ist die lokale Temperatur entscheidend, die wiederum von der lokal deponierten Energie abhängig sein kann.

Die lokale Temperatur wird durch die lokal deponierte Energie und die Wärmeleitfähigkeit bestimmt. Wie schon in Kapitel 2.2.1 erwähnt wurde, ist das Volumen, das eine einzige Kaskade einnimmt, näherungsweise durch R^3 gegeben. Die lokale Energiedichte kann daher mit E/R^3 angegeben werden. Die Überlebensdauer der Kaskade und die anschließenden Energieverteilung (thermischer Spike) beträgt ungefähr $\delta t = 10^{-10} \text{ s}$. Mit einer typischen Ionenflußdichte von "einer Monolage Ionen pro Sekunde", d.h. $\dot{\phi} = 10^{15} \text{ Ionen/cm}^2\text{s}$, einer Überlebensdauer des Spikes von $\delta t = 10^{-10} \text{ s}$ und $R = 100 \text{ Å}$ erhält man für das Volumen das die Spikes einnehmen die auf eine Fläche A der Probe einfallen $\dot{\phi} \cdot \delta t \cdot A \cdot R^3$. Für das relative Spikevolumen gilt dann $\dot{\phi} \cdot \delta t \cdot A \cdot R^3 / A \cdot R$ und ergibt mit den angegebenen Zahlenwerten den Wert 10^{-7} . Anders ausgedrückt: Dieses ist die mittlere Wahrscheinlichkeit, daß ein gegebenes Atom im Volumen $A \cdot R$ also auch im oberflächennahen Bereich an einem Spike beteiligt ist. Die Energiedichte innerhalb eines Spikes ist hoch. Die Primärenergie von 5000 eV wird über ein Volumen von 10^6 Å^3 oder $5 \cdot 10^4 \text{ Atomen}$ verteilt. Das heißt, die Energiedichte innerhalb des Spikes beträgt im Mittel $0,1 \text{ eV/Atom}$, ein Wert, der einer Temperatur von über 1000 K entspricht. Die Probenoberfläche erhält aber nur 10^{-7} dieses Wertes (10^{-4} K). In Wirklichkeit sind die

5000 eV nicht gleichmäßig verteilt, sondern in der Mitte des Spikes können Temperaturen von $10^4 - 10^5$ K erreicht werden. Obwohl die erreichbaren Temperaturen hoch sind, kann in erster Näherung wegen der sehr kurzen Überlebensdauer eines Spikes auf eine Berücksichtigung der durch diese Temperaturen getriebenen Diffusion verzichtet werden.

Die Energieabhängigkeit der angesprochenen Größen ist wichtig und kann bei Verwendung der von *Sigmund* [38] erhaltenen Ergebnisse der Transporttheorie, die auf Potenzwirkungsquerschnitten basieren, abgeschätzt werden. Es gelten folgende Energieabhängigkeiten: $R \propto E^{2m}$ (siehe Kapitel 2.1.2) und $Y \propto E^{1-2m}$ (siehe Kapitel 2.1.2) mit $m = 1/4 - 1/3$ im Energiebereich von 500 eV bis 5000 eV. Mit letzteren können folgende Energieabhängigkeiten ermittelt werden: für die Versetzungsgenerationsrate $dc_d/dt \propto E^{1-2m}$, für die Erosionsrate $dz/dt \propto E^{1-2m}$ und für die Oberflächentemperatur $T_s \propto E^{1-6m}$. Bemerkenswert an diesen Größen ist, daß die Versetzungsgenerationsrate und die Erosionsrate steigen, während die Oberflächentemperatur bei Erhöhung der Ionenenergie fällt (für $m > 1/6$).

Der atomare Mischungsprozeß in einem unter Ionenbeschuß befindlichen Substrat kann thermisch und/oder Ionenstrahlinduziert sein. Die Beschreibung eines thermischen Mischungsprozesses würde als Diffusionsprozeß erfolgen. Da die Tiefenprofilierung bei Zimmertemperatur stattfand, kann diese thermische Diffusion ausgeschlossen werden. Dieses wird durch die gezeigten Tiefenprofile in Kapitel 5.2.1 und 5.2.2 bestätigt. Das Mischen sei, wie schon erwähnt, Ionenstrahlinduziert. Es wird durch das Vorhandensein von Leerstellen und Zwischengitteratomen, die aufgrund des Ionenbeschusses entstehen, induziert. Man spricht daher auch von strahlungsinduzierter Diffusion.

Das Ionenstrahlinduzierte Mischen beschreibt die Umverteilung der Substratome aufgrund dieser Ioneninduzierten Versetzungen. Dabei werden die Versetzungen, die eine Ejektion der Atome aus der Oberfläche zur Folge haben, Zerstäubung genannt. Jedes ursprünglich in einer bestimmten Tiefe liegende Atom, das nachgewiesen wird (durch Augerelektronenemission), durchwandert einen der Ionenstrahlmischung ausgesetzten Bereich der Ausdehnung R . Die Geschwindigkeit, mit der dieser Bereich durchwandert wird, ist durch die Erosionsrate dz/dt gegeben. Es kann daher eine Gesamteffektivität des Mischens abgeschätzt werden:

$$\Delta_{\text{mix}} = (dc_d/dt / dz/dt) \cdot R \propto E^{2m} \quad (5.3)$$

Die Energieabhängigkeit von Δ_{mix} für Ionenenergien zwischen 500 eV und 5000 eV liegt zwischen $E^{1/2}$ bis $E^{2/3}$. Die Gesamtzahl der Versetzungen ist hoch, so daß der Mischungsprozeß Sättigung erreichen kann, d.h. die versetzten Atome sind fast über den gesamten Bereich von R verteilt, unabhängig davon, wie weit ein Rückstoßatom im Substrat versetzt wird (im Mittel einige 10 Å).

Der Einfluß des Mischungseffektes auf die lokale Konzentration Δc_{mix} hat unter diesen Umständen eine geringe Abhängigkeit von der Ionenenergie und ist über einen Bereich von $R \propto E^{2m}$ aktiv; es gilt:

$$\Delta c_{\text{mix}} = \Delta_{\text{mix}} / R \propto E^0 \quad . \quad (5.4)$$

Mit steigender Ionenenergie erhält man ein annähernd konstantes Ionenstrahlmischen über einen wachsenden Bereich, d.h. die beobachtete Verbreiterung der Konzentrationsgradienten steigt (wie die Ionenreichweite).

Für die chemische Reaktion von Si und C, die durch die thermische Aktivierung zustandekommt, kann folgender Ansatz gemacht werden: die lokale atomare Konzentration der Reaktanden beschreibt die Wahrscheinlichkeit, den entsprechenden Reaktionspartner vorzufinden. Daher wird für die Bildungsrate dc_{SiC}/dt aus den beiden Reaktanden (Si und C) eine Reaktion 2-ter Ordnung vorausgesetzt gemäß:

$$dc_{\text{SiC}}/dt = k(T_{\text{Umgeb}}) \cdot C_{\text{Si}} \cdot C_{\text{C}} \quad , \quad (5.5)$$

wobei $k(T_{\text{Umgeb}})$ die temperaturabhängige Reaktionskonstante ist und C_{Si} und C_{C} die Konzentrationen von Silizium bzw. Kohlenstoff sind. Die Reaktionskonstante ist für Festkörperreaktionen von Kohlenstoff weitgehend unbekannt. Wichtig ist, daß durch die Energiedeposition des Ionenstrahls die Temperatur am Ort der Reaktion wesentlich höher sein kann als die Umgebungstemperatur (für die Tiefenprofilierung ist das in den meisten Fällen Zimmertemperatur).

Die Ioneninduzierte Bildung von chemischen Bindungen ist ein komplizierter Prozeß. Daher können nur grobe Ansätze für dessen Beschreibung gemacht werden. Dabei ist wichtig, daß der Prozeß zumindest zwei Stufen besitzen muß. Die beiden zu verbindenden Atomarten (Reaktanden) müssen zusammengebracht werden (Transport), und sie müssen reagieren. Für die Transportstufe gibt es eine Reihe möglicher Transportkanäle, der Transport kann z.B. über die strahlungsinduzierte Diffusion oder über direktes Kollisionsmischen erfolgen. Analog zu Gl. (5.5) kann für die Ioneninduzierte chemische Bildungsrate folgender Ansatz gemacht werden:

$$dc_{SiC}/dt = k(T_{ion}) \cdot C_{Si} \cdot C_C \quad (5.6)$$

mit einer Reaktionskonstanten $k(T_{ion})$, wobei T_{ion} eine Temperatur darstellt, die mit jener im thermischen Spike vergleichbar ist, d.h. eine Temperatur, die eine Funktion der Beschußenergie ist.

Die gemachten Abschätzungen sind nur für ursprünglich tiefliegende Konzentrationsanteile gültig. Die Konzentrationen in der Oberfläche werden nicht oder nur geringfügig modifiziert, bevor sie nachgewiesen werden (Augeremission). Der Modifizierungsprozeß nimmt seinen Sättigungswert in der Zeit an, in der eine Tiefe der Größenordnung von $\sim R$ abgetragen wird. Wichtig ist es auch, daran zu erinnern, daß die gemachten Abschätzungen für einen Tiefenprofilierungsvorgang gelten, in dem die Effekte immer wieder wiederholt werden in einem Zeitintervall $R / dz/dt = E^{4m-1}$. Sie gelten keineswegs für Mischungsexperimente bei sehr hohen Ionenenergien mit kleinen Stromdichten, in denen die Vielfachmodifikationen unterbunden sind und die daher auch eine andere Energieabhängigkeit besitzen.

5.3.2 Das Modell

Das hier vorgestellte Modell wurde von *Littmark* /140/ entwickelt und beinhaltet die im folgenden beschriebenen Teileffekte. Ein Target, das aus Kohlenstoff, Silizium und Siliziumkarbid besteht, wird von einem Ionenstrahl (Xe^+) beschossen. Die Oberfläche des Targets wird durch Zerstäubung abgetragen, und zu den ursprünglich in der Tiefe befindlichen Atomlagen gebracht. Simultaner Elektronenbeschuß sorgt für die Emission von Augerelektronen aus einem oberflächennahen Bereich ($\approx 10 \text{ \AA}$). Die Auger-Emission als Funktion der abgetragenen Tiefe stellt die Antwortfunktion der durch den Ionenbeschuß modifizierten oberflächennahen Elementkonzentrationen dar. Für die Auger-Emission wird eine normierte Emissionswahrscheinlichkeit verwendet, die exponentiell mit der Tiefe abfällt. Daher entfällt zunächst die Unsicherheit der Empfindlichkeitsfaktoren. Die mittlere freie Weglänge der Augerelektronen wurde aus experimentell bestimmten Werten abgeleitet ($5,4 \text{ \AA}$ für Si und $7,4 \text{ \AA}$ für C) /116/.

Die Zerstäubung wird so behandelt, daß die Erosionsrate dz/dt durch die Raten der jeweiligen Elemente bestimmt wird, die mit der Oberflächenkonzentration gewichtet werden. Dieser Ansatz wurde auch für die "experimentelle" Bestimmung der Erosionstiefe gemacht (siehe Kapitel 5.1).

Die Beschreibung der atomaren Umverteilung innerhalb der Kollisionskaskade ist die Basis des hier vorgestellten Modells. Es wird davon ausgegangen, daß die zu untersuchenden Proben nur Bindungen zwischen Kohlenstoff (C-C), Silizium (Si-Si) und Silizium und Kohlenstoff (Si-C) enthalten. Dieses stellt natürlich eine Vereinfachung dar, da allgemein wegen der Amorphisierung Koordinationszahlen von 0 bis 4 angenommen werden müssen. Die durch den Ionenbeschuß erzeugten lokalen Versetzungen führen im Fall von binären Verbindungen zu Konzentrationsveränderungen. Betrachten wir z.B. die Konzentration von Siliziumkarbid, so gibt es lokale Kollisionsereignisse, die zur Abnahme (ioneninduzierte Dissoziation) der SiC-Konzentration beitragen und solche, die zur Bildung (ioneninduzierte Produktion) von SiC-Molekülen führen können (siehe hierzu Tabelle 5.1). Trifft ein C-Projektilatom auf ein SiC-Molekül, so kann durch einen Stoß mit dem C-Atom oder einen Stoß mit dem Si-Atom des SiC-Moleküls ein solches Molekül "vernichtet" werden, wenn der Stoß ein echter Versetzungstoß ist (siehe hierzu auch Kapitel 2.2.1). Nach dem Stoß ist ein C-Rückstoßatom und entweder ein C- oder ein Si-Rückstoßatom (aus dem Molekül) vorhanden. Der Bindungspartner, der nicht angestoßen wurde, ist dann mit einer Leerstelle (in Tabelle 5.1 durch # gekennzeichnet) "verbunden". Gleiches gilt für den Fall, daß ein Si-Projektilatom auf das SiC-Molekül einfällt, wenn es zu einem echten Versetzungstoß kommt. Andererseits, wenn es nur zu einem Ersetzungsstoß kommt, so ist mit einer Konzentrationsveränderung nur dann zu

rechnen, wenn beispielsweise ein Si-Projektilatom das C-Atom aus dem SiC-Molekül "rausschlägt", um dessen Platz einzunehmen. Stößt ein C-Projektilatom das C-Atom aus dem SiC-Molekül raus, so ist keine Konzentrationsveränderung zu verzeichnen.

Tabelle 5.1

SiC-Konzentrations- änderung	Stoßereignis	Stoßergebnis	Ausdehnung
-	C→Si-C Versetzungsstoß	Si-# + 2 C-Rückstoßatome	lokal
-	C→Si-C Versetzungsstoß	C-# + Si-Rückstoßatom + C-Rückstoßatom	lokal
0	C→Si-C Ersetzungsstoß	Si-C + C-Rückstoßatom	lokal
-	C→Si-C Ersetzungsstoß	C-C + Si-Rückstoßatom	lokal
-	Si→Si-C Versetzungsstoß	Si-Si + C-Rückstoßatom	lokal
-	Si→Si-C Versetzungsstoß	Si-# + Si-Rückstoßatom + C-Rückstoßatom	lokal
0	Si→Si-C Ersetzungsstoß	Si-C + Si-Rückstoßatom	lokal
-	Si→Si-C Ersetzungsstoß	Si-Si + C-Rückstoßatom	lokal
+	C→Si-Si Ersetzungsstoß	Si-C + Si Rückstoßatom	lokal
+	Si→C-C Ersetzungsstoß	Si-C + C Rückstoßatom	lokal
+	C→Si-# Zwischengitter und Leerstellen-Annihilation	Si-C	Kaskade
+	Si→C-# Zwischengitter und Leerstellen-Annihilation	Si-C	Kaskade

Zur ioneninduzierten Produktion von SiC kommt es dann, wenn ein C-Projektilatom auf einen Si-Si-Verbund einfällt und dabei durch einen Ersetzungsstoß ein Si-Atom aus diesem Verbund entfernt. Dieses gilt auch dann, wenn ein Si-Projektilatom aus einem C-C-Verbund durch einen Ersetzungsstoß ein C-Atom entfernt.

Außer diesen lokalen Stößen kommt es durch die Wechselwirkung von Zwischengitteratomen (zur Ruhe gekommene Rückstoßatome) mit Leerstellen auch zur Bildung von SiC-Molekülen (letzte beiden Zeilen in Tabelle 5.1). Letzteres ist dann der Fall, wenn ein zur Ruhe kommendes C-Projektilatom auf einen Si-Leerstelle-Verbund trifft oder wenn ein zur Ruhe kommendes Si-Projektilatom einen C-Leerstelle-Verbund antrifft. Dieser Prozeß ist von seiner Ausdehnung her durch die Reichweite der jeweiligen Rückstoßatome und der Leerstellendichte am Ort seiner Einbindung charakterisiert.

Der hier vorgestellte Mechanismus zur Veränderung der SiC-Konzentration läßt sich entsprechend auch auf die Konzentration von C-C-Bindungen und Si-Si-Bindungen anwenden.

Die Wahrscheinlichkeiten für die einzelnen Prozesse, d.h. die Anzahl der erzeugten Versetzungsstöße und Ersetzungsstöße, werden nach den von Sigmund /38/ bekannten Formeln berechnet (siehe hierzu auch Kapitel 2.3.1). Die Energiedeposition erfolgt innerhalb des Modells mit Hilfe einer *zylindrischen Kaskade*. Die Umverteilung der Atome erfolgt daher innerhalb eines "Kastens" mit konstanter Energiedepositionsfunktion (Energiedichte) und mit Gleichverteilung der Zwischengitteratome. Die Beschreibung der Leerstellen-Zwischengitter-Wechselwirkung beruht weiterhin auf der zufallsverteilten Besetzung der Leerstellen mit Zwischengitteratomen. Übriggebliebene Leerstellen reagieren weiter willkürlich mit den sie umgebenden Atomen der Probe. Die Relaxation der Probe nach dem Mischen erfolgt nach dem Konzept der konstanten Anzahlichte der Atome in der Probe /47/. Die chemische Reaktion aufgrund der ioneninduziert-thermischen SiC-Bildung entspricht einer 2-te-Ordnungs-Reaktion (siehe vorangegangenes Kapitel; die Reaktionsgeschwindigkeit ist unbekannt).

Das Simulationsprogramm läuft folgendermaßen ab: Ausgegangen wird von einem vorhandenen Konzentrationsprofil, das als ein Gitter aufgespannt wird, wobei die einzelnen Gitterpunkte durch Konzentrationen von C, Si und SiC charakterisiert werden. Innerhalb eines "Kastens" der Länge R erfolgt dann die besprochene Rückstoßatom- und Leerstellen-Erzeugung sowie die Zwischengitter-Leerstellen-Reaktion. Die Ausdehnung R des "Kastens" entspricht nicht R_p (Projizierte Reichweite), sondern ist zunächst ein Anpassungsparameter (hierauf wird später noch eingegangen). Nachdem die Umverteilung berechnet und ein Teil des "Kastens", bedingt durch die Zerstäubung,

abgeschnitten ist, erfolgt die Relaxation zur konstanten Anzahldicke der Atome im "Kasten". Danach wird ein, mit den veränderten Konzentrationen im oberflächennahen Bereich (R) versehener, neuer "Kasten" der gleichen Prozedur unterworfen.

Als Eingabedaten für dieses Modell wurden die Atommassen von Si (28), C (12) und SiC (40), die Dichten $2,3 \text{ g/cm}^3$ für Si, $1,8 \text{ g/cm}^3$ für C und $3,1 \text{ g/cm}^3$ für SiC und die Versetzungsenergien 23 eV für Si, 42 eV für C und 24 eV für SiC verwendet. Experimentelle Daten sind durch die Ionenflußdicke $2 \cdot 10^{13} \text{ Ionen/cm} \cdot \text{s}$ und die Erosionsrate $0,338 \text{ Å/s}$ für Si und $0,15 \text{ Å/s}$ für C in das Modell eingeflossen.

Das Modell wurde an den Tiefenprofilen der Proben mit dem sputterdeponierten Kohlenstoff auf Silizium "geeicht". Das heißt, der Anpassungsparameter R wurde mit experimentell erhaltenen Tiefenprofilen abgestimmt. In Abb. 5.17 ist das simulierte Konzentrationsprofil einer 100 Å dicken C-Schicht auf einem Si-Substrat dargestellt. Der Anpassungsparameter wurde so gewählt, daß das simulierte Tiefenprofil jenem Tiefenprofil aus Abb. 5.2 in Kapitel 5.1 entspricht.

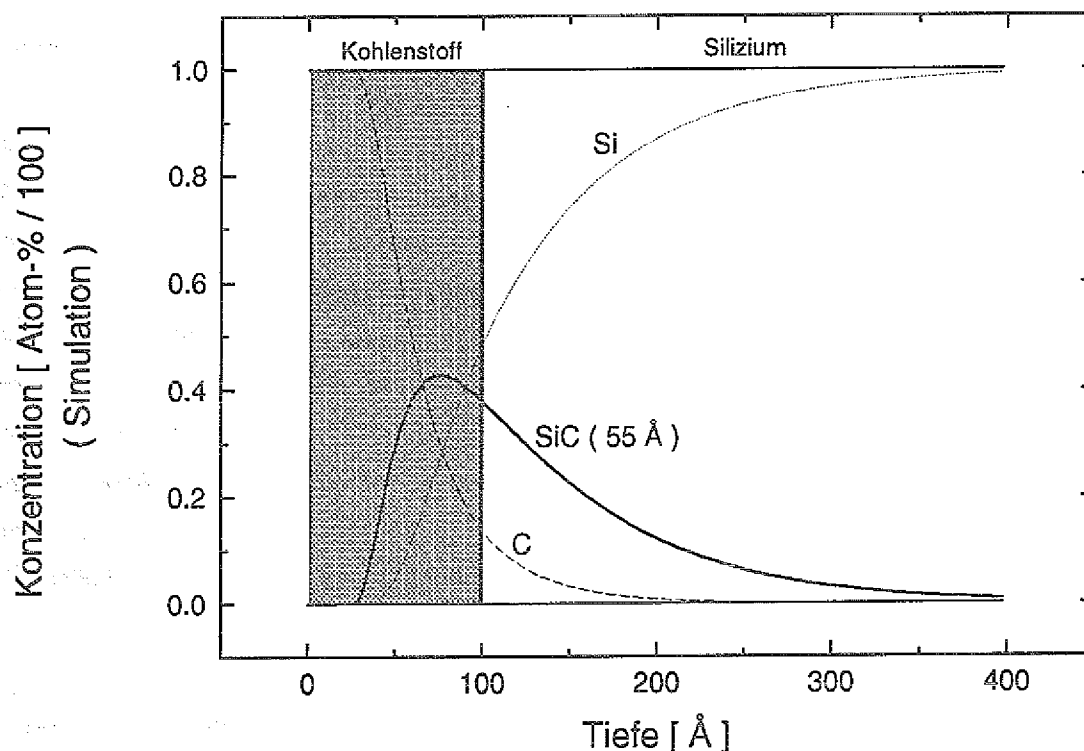


Abb. 5.17

Simulation eines Tiefenprofils einer 100 Å dicken C-Schicht (grauer Bereich) auf Silizium.

Die integrale Menge an SiC ist 55 Å (53 Å in Abb. 5.2), der Konzentrationsverlauf hat ein Maximum von 0,42 (0,42 in Abb. 5.2) und die Halbwertsbreite ist 112 Å groß (111 Å in Abb. 5.2). Es stellte sich heraus, daß R nicht vergleichbar mit R_p , sondern ca. $3R_p$

groß ist. Der erhaltene Wert von 75 Å stimmt sehr gut mit der aus TRIM-Rechnungen erhaltenen Kaskadenausdehnung überein (ca. 75 Å für den Xe⁺-Beschuß unter 53°). Diese erfreuliche Tatsache begründet die Aussage, daß die verwendeten Näherungen sowie die begrenzte Anzahl der gewählten Parameter offensichtlich ausreichen, um die erhaltenen Tiefenprofile grob zu beschreiben.

Die Güte des beschriebenen Modells (Simulationsrechnung) erlaubt es, Konzentrationsprofile zu konstruieren, die anschließend der Simulationsrechnung unterworfen werden, um das errechnete Tiefenprofil mit den aus der AES-Tiefenprofilanalyse erhaltenen Tiefenprofilen zu vergleichen. Bei Übereinstimmung dieser Konzentrationsprofile kann davon ausgegangen werden, daß die ursprünglich angesetzten Konzentrationsprofile mit jenen in der gemessenen Probe vor der Tiefenprofilierung übereinstimmen. Damit ist ein Werkzeug geschaffen worden für das Verständnis der gemessenen Tiefenprofile. Es gibt keine andere Möglichkeit, das "wahre" Konzentrationsprofil zu erkennen, weil die gemessenen Tiefenprofile immer verschmiert sind.

Im folgenden sind zwei Beispiele gezeigt, die mit den gemessenen Tiefenprofilen in den vorangegangenen Kapiteln Gemeinsamkeiten aufweisen. Es ist zunächst folgender Frage nachgegangen worden: Wie sieht das Tiefenprofil einer Probe aus, die mit einer dünnen SiC-Schicht bedeckt ist? In Abb. 5.18 ist im oberen Teil die ursprüngliche Konstruktion der Konzentrationsverläufe und im unteren das Tiefenprofil des auf diese Konzentrationsverläufe angewandten Simulationsprogrammes dargestellt. Eine 50 Å dicke SiC-Schicht liegt auf einer 300 Å dicken C-Schicht. Letztere wurde auf einem Si-Substrat "deponiert". Wie aus Abb. 5.18 zu entnehmen ist, wird die SiC-Schicht nicht aufgelöst bei einem Beschuß mit einem Xe⁺-Ionenstrahl der Energie 5 keV. Diese dünne Schicht ist vielmehr über einen Bereich, der größer ist als 200 Å, ausgeschmiert. In der tiefen Grenzschicht ist der gleiche Sachverhalt wie in Abb. 5.17 zu beobachten.

Abb. 5.18: Konzentrationenverläufe

Abb. 5.18: Konzentrationenverläufe

Abb. 5.18: Konzentrationenverläufe

Abb. 5.18: Konzentrationenverläufe

Abb. 5.18: Konzentrationenverläufe

Abb. 5.18: Konzentrationenverläufe

Abb. 5.18: Konzentrationenverläufe

Abb. 5.18: Konzentrationenverläufe

Abb. 5.18: Konzentrationenverläufe

Abb. 5.18: Konzentrationenverläufe

Abb. 5.18: Konzentrationenverläufe

Abb. 5.18: Konzentrationenverläufe

Abb. 5.18: Konzentrationenverläufe

Abb. 5.18: Konzentrationenverläufe

Abb. 5.18: Konzentrationenverläufe

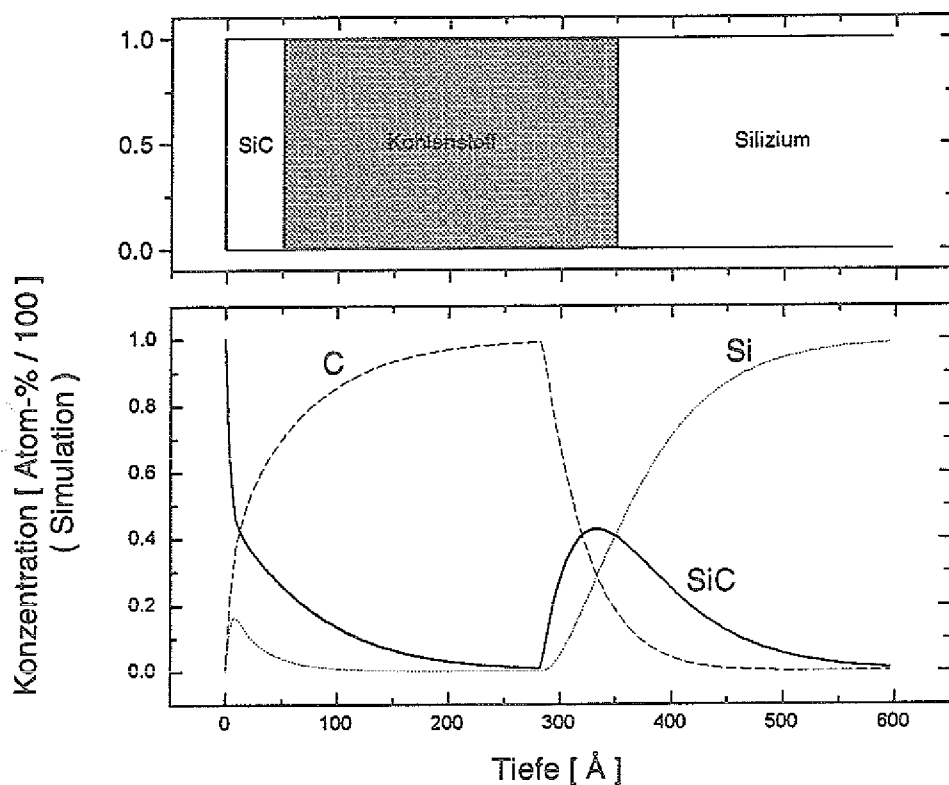


Abb. 5.18

Simulation eines Tiefenprofils einer 50 Å dicken SiC-Schicht auf einer 300 Å dicken C-Schicht. Das Substrat für die C-Schicht ist Silizium.

In Abb. 5.19 ist die Situation dargestellt, daß eine dünne SiC-Schicht (50 Å) auf einer noch dünneren C-Schicht (30 Å) liegt. Die C-Schicht ist auf einem Si-Substrat "aufgebracht" worden. Die Dicken der beiden an der Oberfläche befindlichen Schichten sind kleiner als R (75 Å). Daher ist zu erwarten, daß diese Schichten nicht durch die Tiefenprofilanalyse aufgelöst werden. Das wird durch Abb. 5.19 bestätigt.

Die Konzentrationsverläufe in Abb. 5.19 weisen Gemeinsamkeiten mit jenen aus Abb. 5.10 in Kapitel 5.2.2 auf. Auch wenn die beobachteten Schichtdicken nicht die gleichen sind, muß davon ausgegangen werden, daß das gemessene Tiefenprofil in Abb. 5.10 vor dem Einsatz der Analytik einen qualitativ ähnlichen Verlauf hatte wie der aus Abb. 5.19 (oben).

Eine quantitative Abschätzung mit Hilfe des vorgestellten Modells erscheint zu diesem Zeitpunkt noch verfrüht. Das Modell zeigt die beobachteten Trends in den gemessenen Tiefenprofilen und ist daher ein wertvolles "Werkzeug" für ihr Verständnis. Wenn sich durch weitere Messungen das Bild von den beobachteten Konzentrationsverläufen weiter verfestigt, kann dieses Modell auch zur quantitativen Beschreibung herangezogen werden. Es darf dabei aber nicht vergessen werden, daß die wahre Atomistik der

beschriebenen Prozesse im Festkörper (SiC-Bildung) unbekannt und daher die verwendete Beschreibung nur Modellartig ist. Weitere Untersuchungen auf diesem Gebiet lassen aber die Erwartung zu, daß durch einfache Simulationsprogramme die komplexen und gleichzeitig ablaufenden Prozesse während der Tiefenprofilierung in einzelne und aufgeschlüsselte Teilprozesse zerlegt werden können.

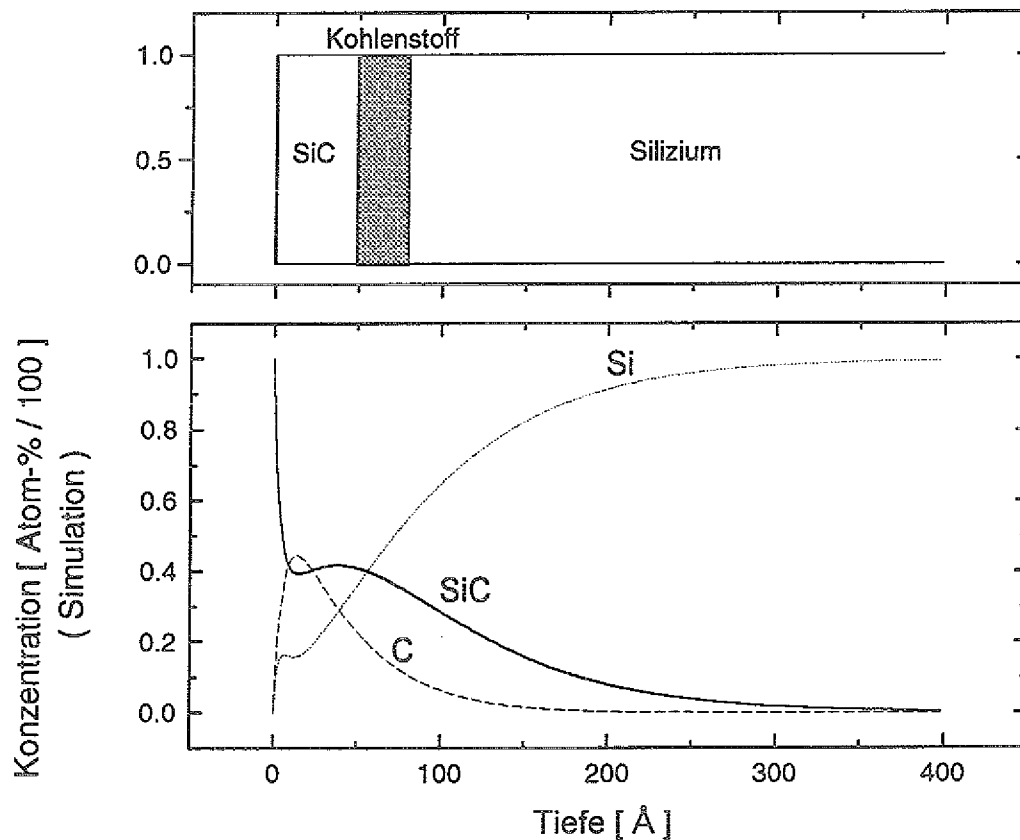


Abb. 5.19

Simulation eines Tiefenprofils einer 50 Å dicken SiC-Schicht auf einer 30 Å dicken C-Schicht. Das Substrat der C-Schicht ist Silizium.

100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0

6. Zusammenfassung und Ausblick

In der vorliegenden Arbeit wurde eine Apparatur zur Ionenstrahlgestützten Deposition von Schichten konzipiert und aufgebaut. Diese IBAD-Apparatur erlaubt die Durchführung eines Vierstrahl-Depositionsexperimentes sowie die Kontrolle aller für die Ionenstrahlgestützte Beschichtung wichtigen Parameter: Ionenstrahldichte, Energieverteilung der Ionen im Strahl, Auftreffrate der Dampfteilchen und Temperatur des Substrates. Die Charakterisierung des zur Schichtmodifikation eingesetzten Ionenstrahls kann mit einem einfachen und kompakten Faradayauffänger mit Retardationslinse durchgeführt werden, der eigens für diesen Zweck entwickelt wurde. Durch eine sorgfältige Konzeption der Beschichtungskammer und des Pumpsystems können die Beschichtungen im Hochvakuum trotz hohen Gasballastes beim Betrieb einer Hochstromquelle vom Kaufman-Typ stattfinden. Das ist im wesentlichen der doppelt-differentiellen-Pumpstufe zu verdanken. Mit Hilfe eines Elektronenstrahlverdampfers ist es möglich, einen Teilchenstrahl zur Schichtdeposition zu erzeugen, der über einen weiten Bereich steuerbar ist.

Die IBAD-Apparatur ist zur Ionenstrahlgestützten Deposition von Silizium auf Kohlenstoffsubstrate eingesetzt worden. Solche IBAD-Experimente sind Simulationsexperimente mit Bezug auf ein spezielles Plasma-Wand-Wechselwirkungsproblem in der Fusionsforschung, nämlich der Randschichtkühlung. Bei TEXTOR in Jülich haben die ersten Versuche mit dem Einsatz von Silizium als Verunreinigungsatomart zur Randschichtkühlung bereits im Oktober 1992 stattgefunden. Daher sind Simulationsexperimente zum Verständnis des Verhaltens von unter Ionenbeschuss auf Kohlenstoff deponiertem Silizium von erhöhter Dringlichkeit.

Die in der IBAD-Apparatur beschichteten Proben sind mit Hilfe der Auger-Tiefenprofil-Analyse untersucht worden. Für die Auswertung der gemessenen Auger-Spektren wurde eine neue Auswertemethode für die bindungsspezifische Elementkonzentration von Kohlenstoff entwickelt. Es zeigt sich, daß die hierfür verwendete lineare Zerlegung von Auger-Spektren eine sehr empfindliche Methode ist, um aus gemessenen Auger-Spektren bindungsspezifische Informationen zu erhalten.

Bei den genannten Untersuchungen ging es im wesentlichen darum, ob und unter welchen Bedingungen Siliziumkarbid durch die Ionenstrahlgestützte Deposition von Silizium auf Kohlenstoff gebildet wird. Auch wenn keine quantitative Analyse des bei der Deposition gebildeten SiC erfolgen konnte, sind wesentliche Parameter für die Erzeugung von SiC erarbeitet worden. Diese Ergebnisse, zusammen mit Vorschlägen für weiterführende Arbeiten, lassen sich wie folgt zusammenfassen:

• Bei Zimmertemperatur und bei einer Beschußenergie von 500 eV Ar^+ kann durch den gleichzeitigen Ionenbeschuß während der Deposition von Silizium auf Kohlenstoff kein SiC gebildet werden. Dagegen kann, durch den Beschuß einer Grenzschicht zwischen Kohlenstoff und Silizium mit einem Xe^+ -Ionenstrahl der Energie 1 keV (und 5 keV) ein erheblicher Anteil an SiC entstehen. Diese Tatsache nährt die Hoffnung auf eine mögliche SiC-Abscheidung bei Zimmertemperatur. Vom Standpunkt der Analytiken, die einen ähnlichen Ionenstrahl zur Abtragung des Probenmaterials einsetzen, ist sie aber unerwünscht. Der Anteil an dem durch die Beschichtung gebildeten SiC ist durch diese Art der Analytik nicht oder nur schwer zu quantifizieren, weil er von dem Beitrag, der während der Analyse gebildet wird, nicht zu unterscheiden ist. In Zukunft muß daher von einer Tiefenprofilierung auf der Basis einer Ionenstrahlinduzierten Erosion der Proben abgesehen werden. Eine in situ Analyse der Proben, d.h. eine sukzessive Beschichtung und Oberflächenanalyse in der IBAD-Apparatur wäre das geeignete Mittel, diesem Problem zu begegnen. Als Oberflächenanalytik wird dabei an statische AES- und XPS-Messungen gedacht.

Es wurde beobachtet, daß sich bei Vorhandensein einer Quelle für Kohlenstoff ("Verunreinigung" durch CO-Verbindungen) eine geringe Menge von SiC auch während der Beschichtung bei Zimmertemperatur bildet. Diese Möglichkeit der Abscheidung von SiC bei niedrigen Temperaturen unter C-Zufuhr aus der Gasphase sollte weiterverfolgt werden. Nach Einbau einer Düse in die IBAD-Apparatur können Experimente unter Zufuhr von Kohlenstoffhaltigem gasförmigen Verbindungen (z.B. Ethan) bei gleichzeitigem Aufdampfen von Silizium und Ionenbeschuß durchgeführt werden.

• Im Temperaturbereich um 770 K kann durch den gleichzeitigen Ionenbeschuß (500 eV, Ar^+) während der Deposition von Silizium - bei geeigneter Wahl der Beschußparameter - der gesamte Anteil an nicht durch Zerstäubung abgetragenen Silizium zu Kohlenstoff gebunden werden. Da keine Kohlenstoff-Quelle zur Verfügung stand, konnte dieses aber nur in einer dünnen Grenzschicht zwischen Silizium und Kohlenstoff beobachtet werden. Dieser Temperaturbereich ist für die erste Wand von TEXTOR relevant. Es kann davon ausgegangen werden, daß in diesem Temperaturbereich die Oberfläche der ersten Wand mit einer SiC-Schicht überzogen wird. Diese Aussage gilt unter der Annahme, daß das Verhalten von C und Si in TEXTOR nicht durch chemische Effekte des reichlich vorhandenen Wasserstoffs drastisch beeinflußt wird.

Um eine relevantere Simulation der Verhältnisse an der ersten Wand zu erreichen, benötigt man zusätzlich eine Kohlenstoffquelle für die gleichzeitige Deposition von Silizium und Kohlenstoff. Dieses ist in dreifacher Hinsicht wichtig: Erstens kommt es der

tatsächlichen Situation in TEXTOR sehr nahe, speziell dann, wenn Wasserstoffionen statt Argonionen zur Schichtmodifikation eingesetzt würden. Zweitens kann erst dann die Palette der Beschußparameter ausgeschöpft werden. Bidslang waren nur solche Parameter zulässig, die das "Übrigbleiben" einer C-Schicht garantierten. Drittens wäre es möglich, einen SiC-Standard zu erzeugen, um geeignete Referenzspektren für die Auger-Analyse zu erhalten. Es ist deshalb empfehlenswert, eine zweite Ionenquelle zum Zerstäuben eines Kohlenstoff-Targets in die IBAD-Apparatur zu integrieren. Dieses ist dank des vorhandenen Targethalters und der bewährten Konzeption einer doppelt-differentiellen Pumpstufe leicht zu realisieren.

- Im Temperaturbereich um 1070 K kann davon ausgegangen werden, daß durch den gleichzeitigen Ionenbeschuß (500 eV, Ar^+) jedes in die Schicht eingebaute Siliziumatom sich zu SiC bindet. Zusätzlich kommt es in diesem Temperaturbereich zur Diffusion von Kohlenstoff in Silizium und umgekehrt. Die Temperatur allein reicht aber nicht aus, um SiC zu bilden. Da es in der Fusionsforschungsanlage Teile gibt, deren Temperaturen während des Betriebes sogar höher als 1200 K sind, ist es wichtig, die Diffusionsprozesse zu untersuchen.

Idealerweise wird im stationären Zustand eine Schicht benötigt, die stabil ist: Sie darf nicht abblättern oder sie soll sich während des Betriebes der Anlage neu generieren. Ein solcher Regenerationsprozeß der Oberfläche wird gestört, wenn es wesentliche Verluste durch Diffusion einer der Schichtkomponenten ins Volumen gibt. Dieses ist im Temperaturbereich um 1070 K und höher wahrscheinlich, aber nicht bei 770 K, ein Temperaturbereich, in dem solche Diffusionskanäle nicht vorhanden sind. Insofern lassen die Ergebnisse dieser Arbeit die Möglichkeit einer sich selbst regenerierenden SiC-Schicht auf der ersten Wand einer Fusionsforschungsanlage zu.

Die Ergebnisse der Analyse zeigen, dass die meisten Unternehmen in der Stichprobe die Möglichkeit der Nutzung von Cloud-Diensten kennen und auch bereits genutzt haben. Die Nutzung von Cloud-Diensten ist in den letzten Jahren deutlich gestiegen. Die Gründe für die Nutzung von Cloud-Diensten sind vielfältig. Die wichtigsten Gründe sind die Flexibilität, die Skalierbarkeit und die Kostenersparnis. Die Cloud-Dienste ermöglichen es Unternehmen, ihre IT-Infrastruktur zu verkleinern und die Kosten zu senken. Zudem können sie die Flexibilität erhöhen, indem sie es ermöglichen, die IT-Ressourcen je nach Bedarf zu skalieren. Die Cloud-Dienste sind auch sehr einfach zu bedienen und können von überall aus genutzt werden.

Die Ergebnisse der Analyse zeigen, dass die meisten Unternehmen in der Stichprobe die Möglichkeit der Nutzung von Cloud-Diensten kennen und auch bereits genutzt haben. Die Nutzung von Cloud-Diensten ist in den letzten Jahren deutlich gestiegen. Die Gründe für die Nutzung von Cloud-Diensten sind vielfältig. Die wichtigsten Gründe sind die Flexibilität, die Skalierbarkeit und die Kostenersparnis.

Die Ergebnisse der Analyse zeigen, dass die meisten Unternehmen in der Stichprobe die Möglichkeit der Nutzung von Cloud-Diensten kennen und auch bereits genutzt haben. Die Nutzung von Cloud-Diensten ist in den letzten Jahren deutlich gestiegen. Die Gründe für die Nutzung von Cloud-Diensten sind vielfältig. Die wichtigsten Gründe sind die Flexibilität, die Skalierbarkeit und die Kostenersparnis. Die Cloud-Dienste ermöglichen es Unternehmen, ihre IT-Infrastruktur zu verkleinern und die Kosten zu senken. Zudem können sie die Flexibilität erhöhen, indem sie es ermöglichen, die IT-Ressourcen je nach Bedarf zu skalieren. Die Cloud-Dienste sind auch sehr einfach zu bedienen und können von überall aus genutzt werden.

Die Ergebnisse der Analyse zeigen, dass die meisten Unternehmen in der Stichprobe die Möglichkeit der Nutzung von Cloud-Diensten kennen und auch bereits genutzt haben. Die Nutzung von Cloud-Diensten ist in den letzten Jahren deutlich gestiegen. Die Gründe für die Nutzung von Cloud-Diensten sind vielfältig. Die wichtigsten Gründe sind die Flexibilität, die Skalierbarkeit und die Kostenersparnis. Die Cloud-Dienste ermöglichen es Unternehmen, ihre IT-Infrastruktur zu verkleinern und die Kosten zu senken. Zudem können sie die Flexibilität erhöhen, indem sie es ermöglichen, die IT-Ressourcen je nach Bedarf zu skalieren. Die Cloud-Dienste sind auch sehr einfach zu bedienen und können von überall aus genutzt werden.

A.O Literaturverzeichnis

- /1/ S.M. Rossnagel und J.J. Cuomo, Vacuum 38 (1988) 73.
- /2/ J.E.E. Baglin A.G. Schrott, R.D. Thomson K.N. Tu und A. Segmüller, Nucl. Instr. Meth. in Phys. Res B19/20 (1987) 782.
- /3/ J.A. Thornton, J. Vac. Sci Technol. 11 (1974) 666.
- /4/ P.J. Martin, H.A. Macleod, R.P. Netterfield und C.G. Sainty, Applied Optics 22 (1983) 178.
- /5/ J.M.E. Harper G.R. Proto und P.D. Hoh, J. Vac. Sci. Technol. 18 (1981) 156.
- /6/ F. Parmigiani E. Kay T.C. Huang und J.D. Swalen, Applied Optics 24 (1985) 3335.
- /7/ J.-E. Sundgren und H.T.G. Henzell, J. Vac. Sci. Technol. A4(5) (1986) 2259.
- /8/ E.H. Hirsch und I.K. Varga, Thin Solid Films 69 (1980) 99.
- /9/ D.R. Brighton und G.K. Hubler, Nucl. Instr. Meth. in Phys. Res. B28 (1987) 527.
- /10/ F.A. Smidt, International Materials Reviews Vol. 35 Nr. 2 (1990) 61.
- /11/ K-T. Rie in "Plasma- und Ionenstrahlgestützte Verfahren für die Oberflächen- und Dünnschichttechnologie" VDI-Report (1987).
- /12/ B. Lewis und J.C. Anderson in "Nucleation and growth of thin films" New York Academic Press (1978).
- /13/ D. Van Vechten, G.K. Hubler, E.P. Donovan and F.D. Correll, J. Vac. Sci. Technol A8, (1990), 821.
- /14/ P.A. Thomas, M.H. Brodsky, D.Kaplan, and D. Lepine, Phys. Rev. B 18 (1978), 3059.
- /15/ J.E. Yehoda, B. Yang, K. Vedam, and R. Messier, J. Vac. Sci. Technol. A 6 (1988), 1631.
- /16/ B.A. Movchan und A.V. Demichishin, Phys. Met. Metallogr. 28 (1969) 83.
- /17/ D.M. Mattox in "Film Deposition Using Accelerated Ions" Report SC-DR-281-63 Sandia Corp. Albuquerque NM (1963).

- /18/ R.D. Bland, G.J. Kominiak und D.M. Mattox, J. Vac. Sci. Technol. 11 (1974) 671.
- /19/ C. Weissmantel, Thin Solid Films 32 (1976) 11.
- /20/ V.O. Babaev, J.V. Bykov, und M.B. Useva, Thin Solid Films 38 (1976) 1.
- /21/ M. Marinov, Thin Solid Films 46 (1977) 267.
- /22/ J.M. Harper und R.J. Gambino, J. Vac. Sci. & Technol. 16 (1979) 1901.
- /23/ E. Kay, Nucl. Instr. Meth. 182/183 (1981) 259.
- /24/ P.J. Martin, H.A. Macleod, R.P. Netterfield, C.G. Pacey und W.G. Sainty, Appl. Opt. 22 (1983) 178.
- /25/ M. Satou und F. Fujimoto, Jpn. J. Appl. Phys. 22 (1983) 171.
- /26/ J. Winter, "Wandkonditionierung von Fusionsanlagen durch reaktive Plasmen" KFA Jülich Jül-2207 (1988).
- /27/ J. Winter, "A Comparison of Tokamak Operation with Metallic Getters (Ti, Cr, Be) and Boronization" KFA Jülich Jül-2371 (1990).
- /28/ U. Samm, "Radiation Control in a Limiter Tokamak", Jül-2378, (1990).
- /29/ U. Samm u.a., Proceedings of the 18th Europ. Conf. on Plasma and Controlled Fusion Berlin (1991) Vol. 3 157.
- /30/ U. Samm u.a., Proceedings of the 10th International Conference on Plasma Surface Interaction in Controlled Fusion Devices, Monterey (1992), wird veröffentlicht.
- /31/ L.H. Rovner und G.R. Hopkins, Nuclear Technology Vol. 29 (1976) 274.
- /32/ J. Lindhard und M.Scharff, Mat. Fys. Medd. Danske Videnskab. Selskab. 27 Nr. 15 (1953) und Phys. Rev. 124 (1961) 128.
- /33/ Y.-T. Cheng, Materials Science Reports vol. 5 Nr. 2 (1990).
- /34/ P. Sigmund in "Sputtering by Particle Bombardment" ed R. Behrisch Topics in Applied Physics 47 Springer (1981).
- /35/ A. Oliva in "Materials Modification by high Fluence Ion Beams" ed. R. Kelly und M. Fernanda da Silva Nato ASI Series Series E: Applied Sciences vol. 155 Kluwer Academic Publishers Dordrecht (1989).

- /36/ N. Bohr Mat. Fys. Medd. Dan. Vid. Selsk. 18 (1948)
- /37/ J. Lindhard, M. Sharff und H.E. Schiøtt, Mat. Fys. Medd. Dan. Vid. Selsk. 33 Nr.14 (1963).
J. Lindhard, V. Nielsen und M. Sharff, Mat. Fys. Medd. Dan. Vid. Selk. 36 Nr. 10 (1968).
- /38/ P. Sigmund, Rev. Roum. Phys. 17 (1972) 823.
- /39/ K.B. Winterbon, P. Sigmund, J.B. Sanders, Mat. Fys. Medd. Dan. Vid. Selsk. 377 Nr. 14 (1970).
- /40/ J.F. Ziegler, J.P. Biersack und U. Littmark in "The Stopping and Range of Ions in Solids" Pergamon Press (1985).
- /41/ J. Lindhard und M. Scharff in "Energy Dissipation by Ions in the keV Region" Phys. Rev. 124 (1961) 128.
- /42/ G.H. Kinchin und R.S. Pease, Reports. Prog. Phys. 18 (1955).
- /43/ M.T. Robinson, Phil. Mag. 12 (1965) 741.
- /44/ P. Sigmund, Radiation Effects 1 (1969) 15.
- /45/ P. Sigmund, App. Phys. Lett. 14 Nr. 3 (1969) 114.
- /46/ P. Sigmund in "Interaction of Charged Particles with Solids and Surfaces", eds. A. Gras-Marti, H.M. Urbassek, N.R. Arista und F. Flores NATO ASI Series Series B Vol. 271 Plenum Press N.Y. (1991).
- /47/ U. Littmark und W.O. Hofer, Nucl. Instr. and Meth. 168 (1980) 329.
- /48/ P. Sigmund und A. Gras-Marti, Nucl. Instr. and Meth. 168 (1980) 389 und 182/183 (1981) 25.
- /49/ T. Ishitani und R. Shimizu, Appl. Phys. 6 (1975) 241.
- /50/ M.L. Roush, T.D. Adreadis und F. Devarya, Appl. Surface Sci. 11/12 (1982) 235.
- /51/ W. Möller und W. Eckstein, Nucl. Instr. and Meth. 230 (1984) 814.
- /52/ J.P. Biersack, L.G. Hagmark, Nucl. Instr. and Meth. 174 (1980) 257.
- /53/ R. Behrisch in "Sputtering by Particle Bombardment" ed. R. Behrisch Topics in Applied Physics 47 Springer Verlag Berlin (1981) 1.

- /54/ J.J. Thompson in "Rays of Positiv Electricity and their Application to Chemical Analysis" Logmans Green and Co. London (1921).
- /55/ P.C. Zalm, in "Handbook of Ion Beam Processing Technology" eds. J.J. Cuomo, S.M. Rossnagel und H.R. Kaufman Noyes Publications (1989) 78.
- /56/ P.Sigmund, Phys. Rev. 184 Nr.2 (1969) 383.
- /57/ P. Blank und K. Wittmaack, J. Appl. Phys 50 (1979) 1519.
- /58/ P.C. Zalm, J. Appl. Phys. 54 (1983) 2660.
- /59/ P.D. Townsend, J.C. Kelly und N.E.W. Hartley in "Ion Implantation, Sputtering, and their Applications" Academic Press N.Y. (1976).
- /60/ H.H. Anderson und H.L. Bay, in "Sputtering by Ion Bombardment" ed. R. Behrisch Springer Verlag (1980) 145.
- /61/ H.-W. Etzkorn, Forschungszentrum Jülich Jül-1698 (1980) 45.
- /62/ S. Fedder und U. Littmark, J. Appl. Phys. 52 (1981) 4259.
- /63/ G. Sidenius und T. Lenskjaer Nucl. Instr. Meth. 132 (1976) 673.
- /64/ G.K. Hubler, D. Van Vechten, E.P. Donovan und C.A. Carosella, J. Vac. Sci. Technol. A8(2) (1990) 831.
- /65/ H.R. Kaufman in "Advances In Electronics And Electron Physics", Ed. L. Marton Academic Press New York (1974) 265.
- /66/ H.R. Kaufman und R.S. Robinson in "Handbook of Ion Beam Processing Technology", ed. J.J. Cuomo, S.M. Rossnagel and H.R. Kaufman Noyes Publications Park Ridge New Jersey (1989).
- /67/ R.G. Wilson und G.R. Brewer in "Ion Beams" John Wiley New York (1973).
- /68/ T.S. Green , Rep. Prog. Phys. 37 (1974) 1257.
- /69/ H.R. Kaufman in "Fundamentals of Ion Source Operation" Commonwealth Scientific Corporation (1884).
- /70/ C.D. Child, Phys. Rev. 32 (1911) 492.
- /71/ I. Langmuir, Phys. Rev. 2 (1913) 450.
- /72/ W. Schottky, Phys. Z. 15 (1914) 526.
- /73/ C. Lejeune, J.P. Grandchamp und O. Kessi, Vacuum 36 Nr. 12/13, (1986) 857.

- /74/ H.R. Kaufman R.S Robinson in "Handbook of Ion Beam Processing Technology", eds. J.J. Cuomo, S.M. Rossnagel and H.R. Kaufman, Noyes Public. (1989), Park Ridge, New Jersey, U.S.A..
- /75/ H.Ch. Paulini, Diplomarbeit, Uni. Bonn (1989).
- /76/ H. Ch. Paulini und U. Littmark, Nucl. Instr. and Methods B58 (1991) 260.
- /77/ C.E. Kyatt, Meth. Exp. Phys. 7A, ed. L. Marton, Academic Press, New York, (1968), 1.
- /78/ G.D. Ingram and M.P. Seah, "Model Calculations of the Electron-Optical Properties of Compact Faraday Cups", NPL Report, Teddington, Middlesex, TW11 OLW. UK.
- /79/ A. Benninghoven, F.G. Rüdenauer and H.W. Werner, SIMS, Wiley, New York (1987).
- /80/ J.A. Simpson, Rev. Sci. Instr. 32 (1961) 1283.
- /81/ G. Forst, Zeitschrift für angewandte Physik 10 (1958) 546.
- /82/ A. Septier, Focussing of Charged Particles, ed. A. Septier, Academic Press, New York (1967).
- /83/ S. Humphries Jr., Appl. Phys. Lett. 32 (1978) 792.
- /84/ G. Aston, H.R. Kaufman and P.J. Wilbur, Am. Inst. Aeronautics and Astronautics J. 16 (1978) 516.
- /85/ C. Lu, A.W. Czanderna, "Applications of Piezoelectric Quartz Crystall Microbalances", Elsevier (1984).
- /86/ U. Linke, Forschungszentrum Jülich, IGV, persönliche Mitteilungen.
- /87/ R.A. Haefer, Oberflächen- und Dünnschicht-Technologie, Springer Verlag (1987) 165.
- /88/ A. Bubenzer, B. Dischler, G. Brandt and P. Koidl, J. Appl. Phys. 54 (1983) 4590.
- /89/ B. Dischler, R.E. Sah, P. Koidl, W. Fluhr und A. Wokaun, 7th Intern. Symposium on Plasma Chemistry, Conference Proceedings, ed. C.J. Timmermans Eindhoven, vol. 1 (1985) 45.

- /90/ H. Kakai, Y. Sakamoto, K. Kashiwagi, T. Morikawa und Y. Murayama,
Proceedings of the European Materials Research Society, vol XVII, ed. P.Koidl
und P. Oelhafen (1987) 179.
- /91/ A.W. Czanderna, ed., "Methods of Surface Analysis", Elsevier, New York
(1975).
- /92/ H.W. Werner und R.P.H. Garten, Rep. Progr. Phys. 47 (1984) 221.
- /93/ S. Hofmann, Prog. Surface Sci. 36 (1991) 35.
- /94/ S. Hofmann, in "Practical Surface Analysis", ed. D. Briggs und M.P. Seah,
John Wiley & Sons, Chichester (1983) 141.
- /95/ S. Duncan, R. Smith, D.E. Sykes und J.M. Walls, Surf. Interf. Anal. Vol. 5 Nr. 2
1983) 71.
- /96/ G. Ertl und J. Küppers in "Low Energy Electrons and Surface Chemistry",
VCH Verlagsgesellschaft Weinheim (1985) 34.
- /97/ T.W. Haas J.T. Grant und G.J. Dooley III, J. Appl. Phys. Vol. 43 Nr. 4 (1972)
1853.
- /98/ M.P. Seah und C.P. Hurt, Surf. Interface. Anal. 5 (1983) 33.
- /99/ M.P. Seah und C. Lea, Thin. Solid. Films 81 (1981) 275.
- /100/ H.Oechsner, Appl. Phys. 8 (1975) 185.
- /101/ L.D. Chadderton, Rad. Eff. 33 (1977) 129.
- /102/ A. Zalar, Thin Solid Films 124 (1985) 223;
- /103/ A. Zalar, Surf. Interface Anal., 9 (1986) 41;
- /104/ S. Sobue und F. Okuyama, J. Vac. Sci. Technol. A8 (1990) 785;
- /105/ E.-H. Cirlin, Y.-T. Cheng, P. Ireland und B. Clemens, Surf. Interface Anal. 15
(1990) 337.
- /106/ S.E. Sykes, D.D. Hall. R.E. Thurstans und J.M. Walls, Appl. Surf. Sci. 5 (1980)
103.
- /107/ C.G. Pantov, T.E. Madey, Appl. Surf. Sci. 7 (1981) 115.
- /108/ H.H. Anderson, Appl. Phys., 18 (1979) 131.
- /109/ U. Littmark und W.O. Hofer, Nucl. Instrum. Methods 168 (1980) 329.

- /110/ B.V. King und I.S. Tsong, J. Vac. Sci. Technol. A2 (1984) 1443.
- /111/ Z.L. Liao, B.Y. Tsaur und J.W. Mayer, J. Vac. Sci. Technol. 16 (1979) 121.
- /112/ S. Hofmann, Surf. Interface. Anal. 2 (1980) 148.
- /113/ A. Benninghoven, F.G. Rüdenauer und H.W. Werner, in "Secondary Ion Mass Spectrometry", Wiley New York (1987).
- /114/ S. Hofmann und A. Zalar, Thin Solid. Film 60 (1979) 201.
- /115/ N. Andersen und P. Sigmund, Mat.-Fys. Medd. Dan. Viden. Selskab 39 Nr. 3 (1974).
- /116/ M.P. Seah, Kap. 5 in "Practical Surface Analysis", ed. D. Briggs und M.P. Seah John Wiley & Sons Ltd. (1985).
- /117/ M.P. Seah und W.A. Dench, Surf. Intref. Anal. 1 (1979) 2.
- /118/ M.P. Seah, Vacuum 34 (1984) 453.
- /119/ P.M. Hall und J.M. Morabito, Surf. Sci. 83 (1979),391.
- /120/ S. Ichimura und R. Shimizu, Surf. Sci. 112 (1981) 386.
- /121/ L.E. Davis, N.C. MacDonald, P.W. Palmberg, G.E. Riach und R.E.Weber, in "Handbook of Auger Electron Spectroscopy", 2nd. ed., Physical Electronics Industries, Inc. Eden Prairie (1976).
- /122/ Y. Goldstein, A. Many, O. Millo, S.Z. Weisz und O. Resto, J. Vac. Sci. Technol. A6 (1988) 3130.
- /123/ K. Siegbahn, C. Nordling, A. Fahlmann, R. Nordberg, K. Hamrin, J. Hedeman, G. Johansson, T. Bergmark, S. Karlson, I. Lindgren und B. Lindberg, ESCA-Atomic Molecular and Solid State Structure Studied by Means of Electron Spectroscopy North-Holland Amsterdam (1967).
- /124/ P.G. Lurie und J.M. Wilson, Surface Science 65 (1977) 476.
- /125/ S.W. Gaarenstroom, J. Vac. Sci. Technol. 16(2) (1979) 600.
- /126/ E.R. Malinowski und D.G. Howery, Factor Analysis in Chemistry, John Whiley & Sons (1980).
- /127/ S.W. Gaarenstroom, Appl. Surf. Sci. 7 (1981), 7-18.
- /128/ E.R. Malinowski, Analytical Chemistry, Vol. 49 No. 4 (1977), 606-617.

- /129/ M.A. Smith, S. Sinharoy und L.L. Levenson, J. Vac. Sci. Technol. 16(2) (1979) 462.
- /130/ S. Craig, G.L. Harding und R. Payling, Surface Science 124 (1983) 591.
- /131/ T. Pütz, A. Fuchs und H. Ehrhardt, Surface Science 265 (1992) 219.
- /132/ S. Hofmann und J. Steffen, Surf. Interf. Anal. 14 (1989) 59.
- /133/ J.A. Roth und C.R. Crowell, J. Vac. Sci. Technol. 15(4) (1978) 1317.
- /134/ P. Sander, M. Altebockwinkel, W. Storm, L. Wiedmann und A. Bennighoven, J. Vac. Sci. Technol. B7(3) (1989) 517.
- /135/ P. Streubel, R. Fellenberg und A. Reif, J. Electron Spectroscopy and Related Phenomena 34 (1984) 261.
- /136/ R. Zehring und R. Hauert, Surface Science 262 (1992), 24.
- /137/ D. Ugolini, J. Eitle, P. Oelhafen und M. Wittmer, Appl. Phys. A 48 (1989) 549.
M. Wittmer, D. Ugolini, J. Eitle und P. Oelhafen, Appl. Phys. A 48 (1989) 559.
- /138/ P. Sander, U. Kaiser, O. Ganschaw und A. Benninghoven, Springer Series in Chemical Physics Springer Berlin (1986) 295.
- /139/ M. Kawasaki, G.J. Vandesep und G.A. Somorjai, Surface Science 260 (1992) 85.
- /140/ U. Littmark, Forschungszentrum Jülich, IGV, wird veröffentlicht (1992).

A.1 Danksagungen

Mein besonderer Dank gilt Herrn Professor Dr. George Comsa für die Ermöglichung dieser Promotionsarbeit.

Herrn Dr. Uffe Littmark danke ich für die vielen konstruktiven Diskussionen im Zusammenhang mit der Auswertung von Messungen. Desgleichen danke ich ihm für die vielen lehrreichen Gespräche über den Ionenbeschuß von Festkörpern und die PC-Programmierung sowie für die gute Zusammenarbeit im Laufe der vergangenen drei Jahre.

Frau Gertraut Flentje danke ich für die gute Betreuung der AES-Apparatur während zahlreicher und langandauernder Messungen sowie für Anregungen und das Korrekturlesen dieser Arbeit.

Herrn H.P. Fleischhauer danke ich für die substantielle Unterstützung bei der Konzeption der IBAD-Apparatur und während ihrer Fertigung durch die mechanische Werkstatt.

Das konstruktive Mitwirken der Mitarbeiter aus der mechanischen Werkstatt hat wesentlich zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen. Dieses gilt gleichermaßen auch für die Mitarbeiter der elektronischen Werkstatt, in welcher ein Teil der eingesetzten Geräte entwickelt und gebaut wurden. Ihnen allen möchte ich an dieser Stelle danken.

Herrn Victor von Bonin und Herrn Dr. K.G. Tschersich danke ich für viele lehrreiche Diskussionen, die ich im Laufe von über drei Jahren mit ihnen geführt habe sowie für die Hinweise, die direkt zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Ich danke Ihnen für die Teilnahme an der Veranstaltung und für die vielen wertvollen Beiträge.

Ich danke Ihnen für die vielen wertvollen Beiträge und für die vielen wertvollen Beiträge.

Ich danke Ihnen für die vielen wertvollen Beiträge und für die vielen wertvollen Beiträge.

Ich danke Ihnen für die vielen wertvollen Beiträge und für die vielen wertvollen Beiträge.

Ich danke Ihnen für die vielen wertvollen Beiträge und für die vielen wertvollen Beiträge.

Ich danke Ihnen für die vielen wertvollen Beiträge und für die vielen wertvollen Beiträge.

Ich danke Ihnen für die vielen wertvollen Beiträge und für die vielen wertvollen Beiträge.

Jüli-2709

Januar 1993

ISSN 0366-0885