

ISTITUTO NAZIONALE DI FISICA NUCLEARE

Sezione di Catania

INFN/TC-85/13  
19 Agosto 1985

L. Torrisi: MISURA DI FATTORI DI SPUTTERING DI FILM SOTTILI  
UTILIZZANDO UN FASCIO DI PROTONI DI 100 KeV

Servizio Documentazione  
dei Laboratori Nazionali di Frascati

Sezione di Catania

MISURA DI FATTORI DI SPUTTERING DI FILM SOTTILI UTILIZZANDO UN FASCIO DI PROTONI DI 100 KeV

Lorenzo Torrisi

Dipartimento di Fisica, Università di Catania

### 1. - INTRODUZIONE

Questo lavoro vuole mostrare una metodica di analisi che, facendo uso di un fascio di protoni di 100 KeV di energia, permette l'analisi di film sottili fornendone dettagliate informazioni sullo spessore nonché sugli effetti di sputtering cui il film è andato incontro in precedenti irraggiamenti.

La tecnica si basa sulla fluorescenza X indotta negli atomi del campione dal fascio di protoni incidente (P.I.X.E.) e sulla rivelazione dei fotoni X-caratteristici emessi. L'uso della metodica permette di poter eseguire "in situ" misure di spessori e, quasi in tempo reale, di avere delle stime dei tassi di sputtering senza necessariamente dover ricorrere ad altre tecniche di indagine, come ad esempio il tradizionale Rutherford Backscattering di ioni ad alta energia (MeV).

Ad energie dell'ordine di 100 KeV lo stopping power totale (elettronico e nucleare) di un fascio di protoni presenta il suo valore massimo e ciò conferisce al metodo una notevole sensibilità nel valutare piccole variazioni di spessore del film bombardato. Inoltre, a queste energie, la sezione d'urto di produzione delle righe X-caratteristiche degli elementi dipende fortemente dal tipo di ione incidente e dalle variazioni della sua energia. Questi fattori rendono possibile l'utilizzo del metodo per eseguire accurate misure di spessore nel range  $100 \div 1000 \text{ \AA}$ . Per estendere le misure a spessori maggiori sarà necessario aumentare l'energia del fascio di protoni analizzante.

## 2. - MATERIALI E METODI

La metodica si basa sulla eccitazione degli atomi della targhetta con fasci di ioni leggeri, così come  $H^+$  o  $He^+$ , di energia compresa nel range  $50 \div 150$  KeV e sulla rivelazione dello spettro X emesso. La rivelazione dei raggi X avviene con un Si(Li) ad alta risoluzione (FWHM = 180 eV a 6 KeV) posto al di fuori della camera di scattering e separato da questa attraverso una sottile finestra di mylar spessa  $6 \mu m$ . Gli impulsi rivelati vengono acquisiti da un adatto multi-canale.

La Fig. 1 mostra uno schema dell'apparato sperimentale assemblato per l'esecuzione delle misure. Il rivelatore è posto a  $90^\circ$  rispetto alla direzione del fascio incidente; il campione è solidale con un sistema goniometrico che ne permette la rotazione attorno all'asse verticale della camera. Generalmente la superficie del campione è rivolta a  $45^\circ$  rispetto alla direzione di incidenza del fascio. Un sistema a "doppia coppa" permette di realizzare la soppressione degli elettroni secondari emessi dal campione e di creare una camicia fredda attorno al campione nel caso si vogliano eseguire misure a bassa temperatura. Il discendente portacampione, costituito da un tubo in rame, consente di accogliere una sufficiente quantità di azoto liquido e di portarsi a  $77^\circ K$  dopo un tempo dell'ordine di 30 minuti. Il vuoto raggiunto in camera è dell'ordine di  $10^{-5}$  torr.

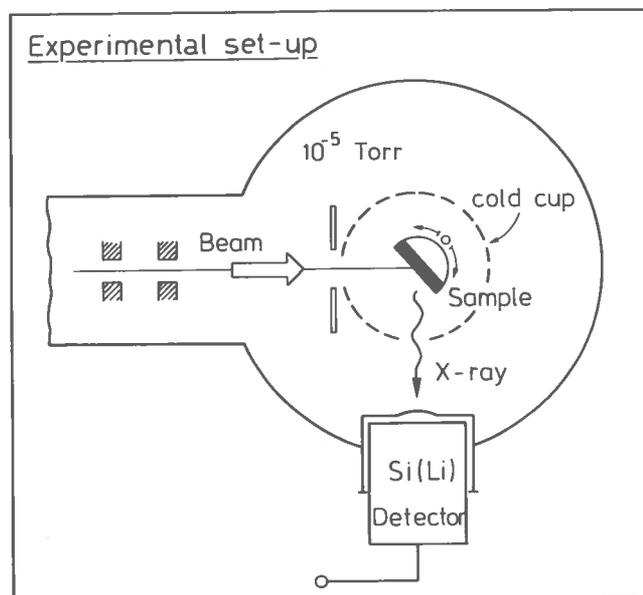
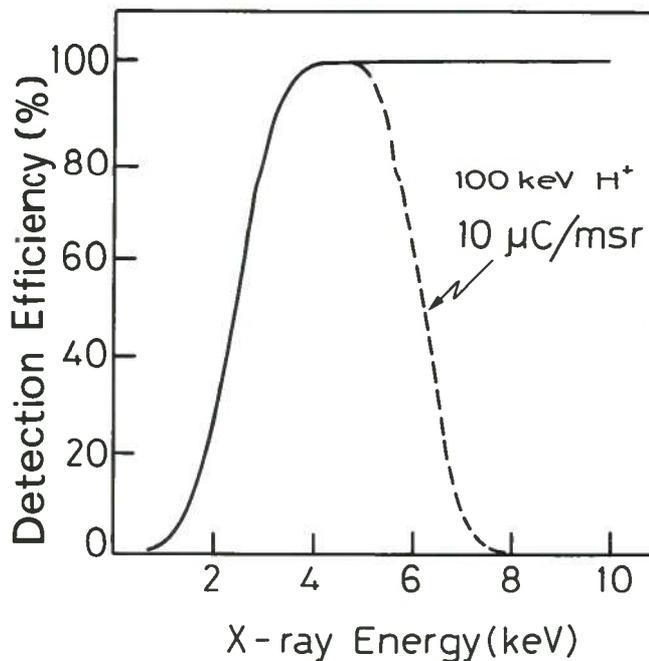


Fig. 1: Vista schematica dell'apparato sperimentale adoperato.

La corrente, raccolta sul campione e su una concentrica coppa metallica che funge da gabbia di Faraday, generalmente è dello ordine di un centinaio di nA. La distanza campione-rivelatore è pari a 8 cm e l'angolo solido sotteso dal rivelatore è pari a 15 msr. Entrambi i fasci, di erosione e di analisi, sono stati sweeppati su un'area di  $7 \text{ mm}^2$ .

La Fig. 2 mostra l'efficienza di rivelazione dei raggi X in funzione della loro energia. La limitazione alle basse energie è dovuta all'assorbimento da parte delle finestre di mylar e di berillio dell'apparato di rivelazione mentre quella ad alta energia è dovuta all'insufficiente produzione di raggi X per 100 KeV di energia del fascio di protoni incidente.

Fig. 2 : Efficienza di rivelazione della metodica, in funzione della energia dei raggi X, per un fascio di protoni da 100 KeV.

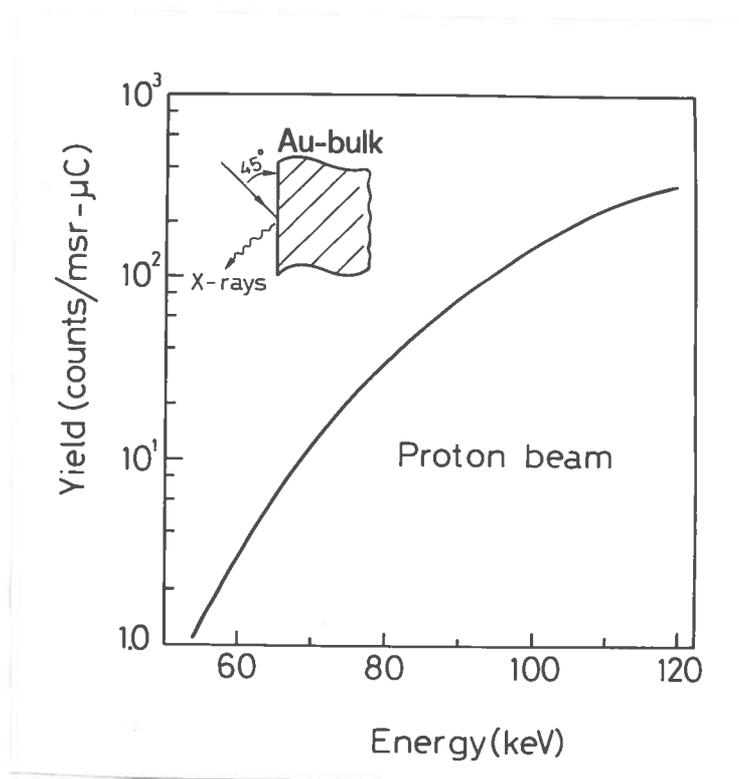


Non si ha quindi la possibilità di rivelare tutti gli elementi della tavola periodica ma solo di quelli le cui righe caratteristiche rientrano nell'intervallo di energia  $1,4 \div 7,5 \text{ KeV}$ , come da figura.

La Fig. 3 mostra l'andamento della resa X rivelata, in funzione dell'energia del fascio di protoni incidente, per le righe M dell'Au. Questa curva mette in evidenza la forte dipendenza della

produzione di raggi X dall'energia del fascio di protoni incidente ed è su questa dipendenza che si fonda il metodo di analisi in oggetto.

Fig. 3 : Resa di produzione delle righe M dell' Au in funzione dell'energia del fascio di protoni ionizzanti.



### 3. - RISULTATI SPERIMENTALI

Proponendomi con questo lavoro di mostrare la potenzialità del metodo, presenterò dei risultati relativi a due differenti tipi di misure.

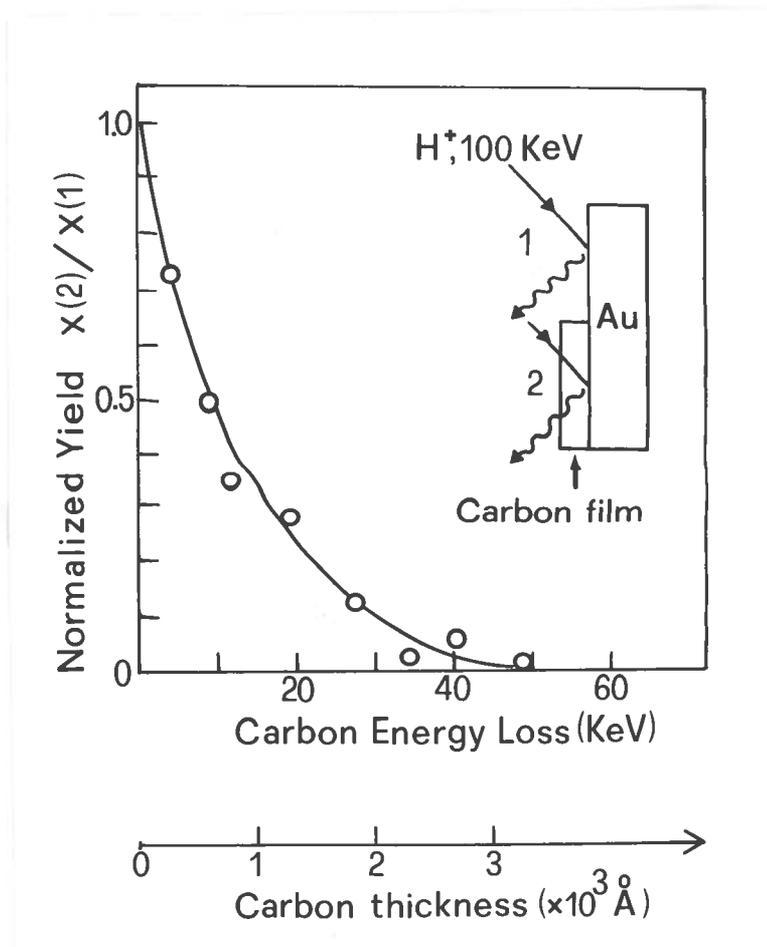
#### 3.1. - Misure di spessori di film sottili

Fintantochè lo spessore del film è di molto inferiore al range della particella incidente (film sottili) esiste una relazione quasi-lineare tra la resa dei raggi X da esso emessa e lo spessore del film. Per film il cui spessore è confrontabile con il range della particella la relazione resa-spessore non è più lineare a causa della riduzione della sezione d'urto di produzione all'interno del campione. In quest'ultimo caso la misura dello spessore del film si può ottenere utilizzando l'emissione di un elemento che funge da marker posto immediatamente dietro al film da misurare e rapportando la resa X del marker scoperto a quella emessa dal marker coperto dal film. In queste condizioni l'unico

parametro che interviene nella misura dello spessore è rappresentato dalla perdita specifica di energia del fascio incidente nel film considerato<sup>(1,2,3)</sup>.

La Fig. 4 mostra una serie di misure sperimentali di spessori di film di C eseguite rivelando e rapportando le rese dell'Au marker posto immediatamente dietro al film. Utilizzando un fascio di protoni da 100 KeV, si evidenzia una riduzione del 50% nella resa dell'Au marker per un film di C spesso circa 800 Å.

Fig. 4 : Misure di spessori di film di Carbonio utilizzando l'emissione X delle righe M dell'Oro indotta da un fascio di protoni da 100 KeV.



Allo scopo di calibrare il metodo, le misure di spessore di riferimento sono state eseguite con la tradizionale tecnica del Rutherford Backscattering (RBS) adoperando un fascio di ioni Elio da 2.0 MeV di energia.

Per film spessi i conteggi relativi alla resa del retrostante marker sono pochi e ciò può procurare una notevole indeterminazione a causa delle fluttuazioni statistiche

del conteggio. Volendo misurare film più spessi sarà necessario aumentare l'energia del fascio di protoni e considerare i fenomeni di assorbimento delle righe X caratteristiche del marker nel sovrastante film.

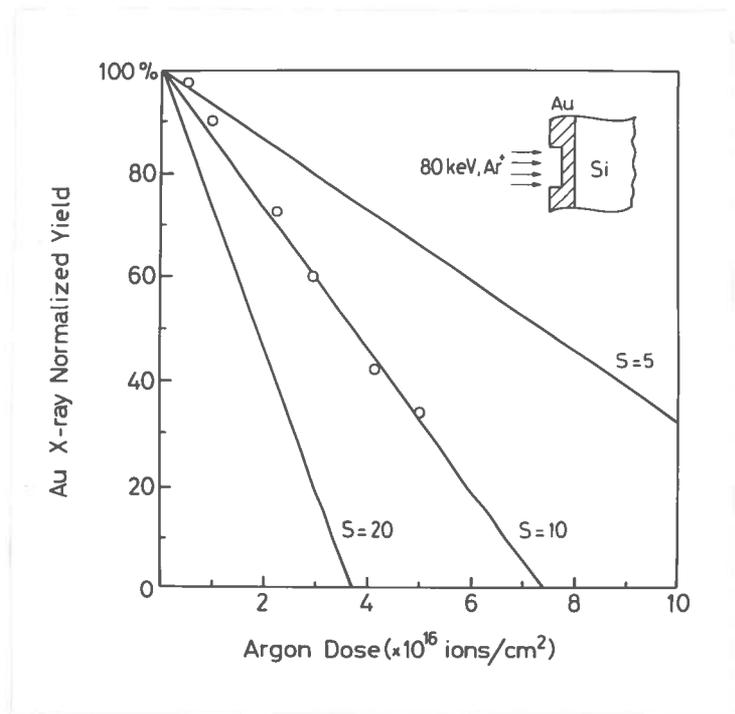
### 3.2. - Misure dei fattori di sputtering

E' noto che l'impiantazione ionica produce effetti di sputtering sulla targhetta bombardata; il fattore di sputtering  $S$  può essere misurato stimando il numero di atomi emessi dal campione per ogni ione del fascio incidente. Se il range della particella del fascio di analisi è maggiore dello spessore del film sputterato, un semplice metodo per evidenziare "in situ" il fenomeno di sputtering consiste nel rivelare le variazioni integrate di resa delle righe X indotte su di un retrostante marker di riferimento. Difatti, in seguito ad una dose di impianto di ioni pesanti che induce uno sputtering consistente, viene a ridursi il numero di atomi per  $\text{cm}^2$  della targhetta e quindi un fascio di analisi ( $\text{H}^+$  o  $\text{He}^+$ ) perderà meno energia nell'attraversarla producendo un aumento nella resa di emissione X del retrostante marker. Parallelamente, analoghe informazioni si possono avere rivelando la riduzione della resa di emissione X dagli atomi dello stesso film sputterato. In ogni caso, i fenomeni di sputtering possono evidenziarsi soltanto se il fascio di analisi attraversa completamente il film e le misure si basano ancora sulle variazioni di energia del fascio incidente all'interno della targhetta. Come esempio citerò lo studio dello sputtering di film di Au e di Ge eseguito con fasci di ioni  $\text{Ar}^+$  da 80 KeV i cui fattori di sputtering sono stati calcolati utilizzando un fascio di protoni da 100 KeV.

La Fig. 5 mostra la resa delle righe M dell'Au, normalizzata a quella del campione di partenza, in funzione della dose di ioni  $\text{Ar}^+$  di impianto. Il film di Au, inizialmente spesso 1250 Å, è stato preparato per evaporazione su di un substrato di Si monocristallino. Tenuto conto della perdita specifica di energia del fascio analizzante in Au ( $3.8 \text{ KeV}/10^{17} \text{ at/cm}^2$ ), in figura 5 sono state rappresentate diverse curve teoriche per

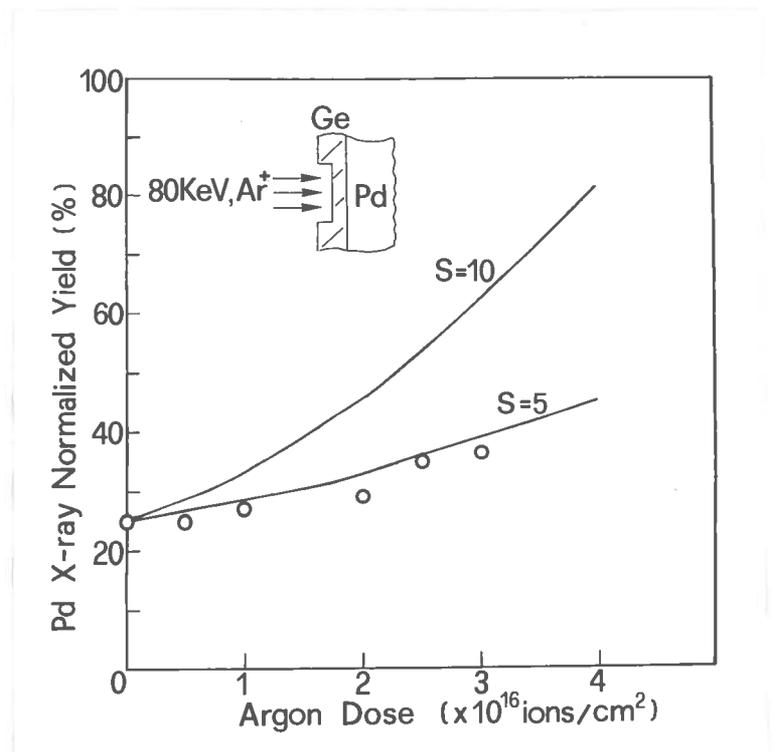
differenti valori del fattore di sputtering dell'Au. I risultati sperimentali si accordano bene con il valore  $S \cong 10$ , confermando alcuni dati di letteratura<sup>(4)</sup>.

Fig. 5 : Resa di emissione X delle righe M dell'Au, normalizzata a quella del campione di partenza, in funzione della dose di ioni  $Ar^+$  (80 KeV) di impianto. Le misure sperimentali (cerchi), ottenute con un fascio di analisi di 100 KeV di  $H^+$ , sono fittate da un fattore  $S = 10$ .



Analogamente, tenuto conto della perdita specifica di energia di 100 KeV di protoni in un film di Ge ( $3 \text{ KeV}/10^{17} \text{ at/cm}^2$ ), in Fig. 6 sono mostrati i risultati sperimentali ottenuti analizzando un film di Ge, inizialmente spesso 1130 Å, evaporato su un substrato di Pd, preirraggiato a differenti dosi di ioni  $Ar^+$  da 80 KeV.

Fig. 6 : Resa di emissione X delle righe L del Pd, normalizzata a quella del campione di partenza, in funzione della dose di ioni  $Ar^+$  (80 KeV) di impianto. Le misure sperimentali (cerchi) ottenute con un fascio di analisi di 100 KeV di  $H^+$ , sono fittate da un fattore di sputtering  $S = 5$ .



In questo caso i risultati sperimentali si accordano bene con un fattore di sputtering  $S \cong 5$  e trovano riscontro con altri dati di letteratura<sup>(4)</sup>.

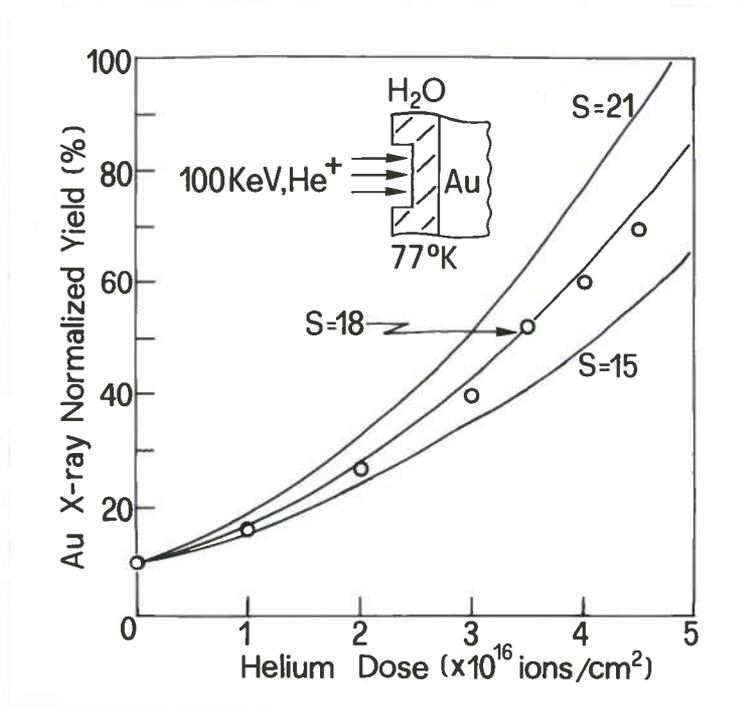
La metodica è stata adoperata pure per stimare i tassi di sputtering di solidi molecolari, così come  $H_2O$  e  $D_2O$ , i cui risultati hanno avuto un notevole interesse in campo astrofisico<sup>(5)</sup>. Per queste misure il discendente portacampione è stato mantenuto a  $77^\circ K$ . Una leak controllata di vapor d'acqua ha permesso la condensazione del vapore su di una targhetta di Au che funge da marker. Adoperando 100 KeV di protoni di analisi è possibile stimare lo spessore della targhetta così preparata e, successivamente ad un irraggiamento a dose controllata, quello residuo.

In questi casi gli esperimenti sono stati assistiti dallo spettrometro di massa allo scopo di individuare le varie masse sputterate dalla targhetta<sup>(6)</sup>.

Tenendo conto della perdita specifica di energia del fascio di analisi in  $H_2O$  ( $2,86 \text{ KeV}/10^{17} \text{ mol/cm}^2$ ) e dell'andamento della resa delle righe M del marker al variare dell'energia dei protoni incidenti è stato possibile prevedere teoricamente le variazioni di resa X in funzione dello spessore di ghiaccio eroso. I calcoli mostrano, per esempio, che la resa di Au, normalizzata al marker scoperto, subisce un dimezzamento per spessori di  $H_2O$  pari a  $3,8 \times 10^{17} \text{ mol/cm}^2$ .

La Fig.7 mostra i risultati sperimentali relativi alla misura del fattore di sputtering di  $H_2O$  da parte di un fascio di ioni Elio di 100 KeV. Lo spessore iniziale di ghiaccio è stato pari a  $10 \times 10^{17} \text{ mol/cm}^2$ . I punti sperimentali sono fittati dalla curva teorica di erosione che prevede uno sputtering  $S = 18$ . Anche in questo caso le misure eseguite hanno trovato riscontro con alcuni dati di letteratura<sup>(7)</sup>. In queste misure è stato tenuto conto pure della dose di irraggiamento dovuta allo stesso fascio di analisi che, tuttavia, è risultata trascurabile poichè per l'erosione di 100 KeV di protoni in  $H_2O$  è stato stimato un fattore  $S \cong 2$ .

Fig. 7 : Resa di emissione X delle righe M dell' Au, normalizzata al marker scoperto, in funzione della dose di ioni  $\text{He}^+$  (100 KeV). Le misure sperimentali (cerchi) sono fittate da un fattore  $S = 18$ .



#### 4. - CONCLUSIONI

Abbiamo visto come lo studio di film sottili possa essere affrontato adoperando la fluorescenza X indotta da fasci di protoni a bassa energia (100 KeV). La metodica si basa sulla variazione di resa X emessa al variare dell'energia del fascio incidente e quindi è strettamente correlata alla perdita specifica di energia nella targhetta bombardata.

Misure di spessori di film sottili e di fattori di sputtering sono possibili utilizzando questa metodica previa taratura con analisi parallele eseguite con tecniche convenzionali come la RBS.

Uno dei vantaggi del metodo consiste nel poter eseguire "in situ" le misure e nel poterne acquisire i risultati quasi in tempo reale. Il metodo, integrato da rivelazioni allo spettrometro di massa, si presta assai bene per lo studio della erosione di solidi molecolari.

Potendo disporre di fasci di ioni leggeri ad energie più elevate (200 ÷ 400 KeV) sarà possibile estendere l'analisi dei film sottili da spessori attorno a 500 Å a spessori dell'ordine di 5000 Å.

## 5. - BIBLIOGRAFIA

- (1) L.Torrise,L.Calcagno,A.Trovato e G.Foti,Report INFN/FM 82/1.
- (2) L.Torrise,L.Calcagno,D.Z.Zhu,K.L.Sheng and G.Foti,  
Nucl. Instr. and Meth.,B4,p.408,(1984).
- (3) H.H.Andersen and J.F.Ziegler,Hydrogen stopping powers in  
all elements,Perg. press,V.3,(1977).
- (4) H.H.Andersen and H.L.Bay,Sputtering by ion bombardment,  
Ed.R.Behrisch,C.4,Spinger verlag,(1982).
- (5) L.J.Lanzerotti,W.L.Brown and R.E.Johnson,NATO Adv.Res.  
Worksh. Ice in the solar sistem,(1984).
- (6) G.Ciavola,G.Foti,L.Torrise,V.Pirronello and G.Strazzulla,  
Rad.Eff.,V.65,p.407,(1982).
- (7) W.L.Brown,W.M.Augustyniak,E.Simmons,K.L.Marcantonio,L.J.  
Lanzerotti,R.E.Johnson,J.W.Boring,C.T.Reimann,G.Foti and  
V.Pirronello,Nucl.Instr.and Meth.,198,V.45,n.20,(1980).