

IT 84 00516

ISTITUTO NAZIONALE DI FISICA NUCLEARE

Sezione di Catania

INFN/FM-82/1
15 Luglio 1982

L. Torrisi, L. Calcagno, A. Trovato e G. Foti:

MISURE "IN SITU" DI FILM SOTTILI UTILIZZANDO RAGGI-X
INDOTTI DA FASCI IONICI DI ENERGIA COMPRESA TRA
10 keV E 100 keV.

Istituto Nazionale di Fisica Nucleare
Sezione di Catania

INFN/FM-82/1
15 Luglio 1982

L. Torrisi, L. Calcagno, A. Trovato e G. Foti:
MISURE "IN SITU" DI FILM SOTTILI UTILIZZANDO RAGGI-X INDOTTI DA
FASCI IONICI DI ENERGIA COMPRESA TRA 10 keV E 100 keV

I. - INTRODUZIONE.

In questo lavoro verrà descritto un metodo sperimentale per misure di spessori in film sottili (100-1000 Å) utilizzando l'emissione di radiazione X indotta da fasci ionici di energia dell'ordine del keV.

Questa possibilità apre interessanti prospettive nel campo degli acceleratori di ioni a bassa energia in quanto consente misure "in situ" di sputtering, interdiffusione di film sottili e di ion mixing.

In genere, in lavori di questo tipo, la preparazione dei campioni e le analisi avvengono in tempi successivi ed in apparati sperimentali separati, il che comporta notevoli problemi di trasferimento di campione quando si vogliono seguire fenomeni fisici a bassa temperatura.

Per sensibilità e percezione in profondità tale metodo risulta essere confrontabile con il backscattering di ioni He^+ ad alta energia (RBS).

Lavoro supportato in parte dal Gruppo V INFN.

2. - METODO.

La variazione della sezione d'urto di produzione di raggi X caratteristici indotta da fasci ionici presenta una dipendenza di tipo esponenziale, riducendosi di circa uno o due ordini di grandezza quando l'energia del fascio primario si riduce di circa un fattore due⁽¹⁻³⁾. Ad esempio, in Fig. 1 è riportata la sezione d'urto di produzione delle righe M_α dell'Au (2 keV) in funzione dell'energia di un fascio di protoni.

I valori assoluti della sezione d'urto sono stati calcolati col metodo BEA (Binary Encounter Approximation)⁽¹⁻⁴⁾.

Per illustrare il metodo proposto è bene riferirsi allo schema riportato in Fig. 2. I raggi X caratteristici prodotti da uno strato di Au, che funge da marker, sono rivelati da un rivelatore ad alto potere risolutivo i cui dettagli verranno dati nella sezione sperimentale. Tale strato funge da riferimento nel metodo proposto perchè la radiazione rivelata sarà quella caratteristica di questo marker. La variabile, invece, che è connessa allo spessore del film interposto tra fascio e riferimento sarà l'intensità della radiazione. Lo ione

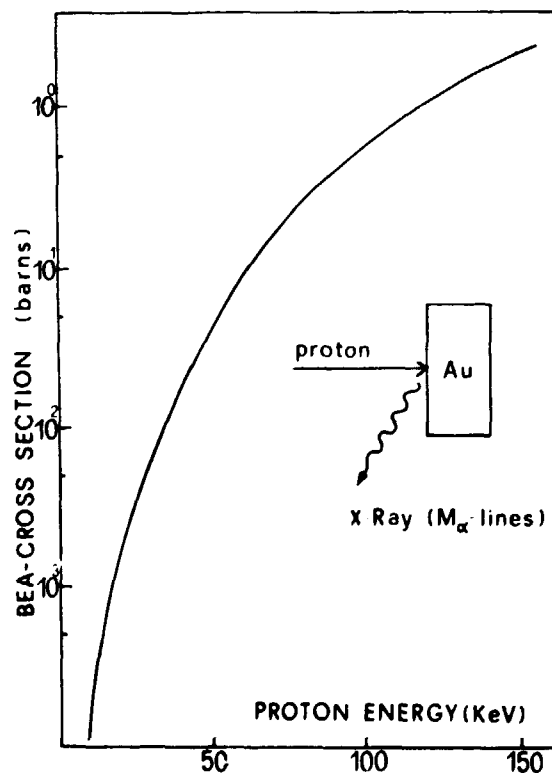


FIG. 1 - Sezione d'urto di produzione di raggi X per le righe M_α dell'Au, in funzione dell'energia del fascio di protoni incidenti, calcolate secondo la BEA.

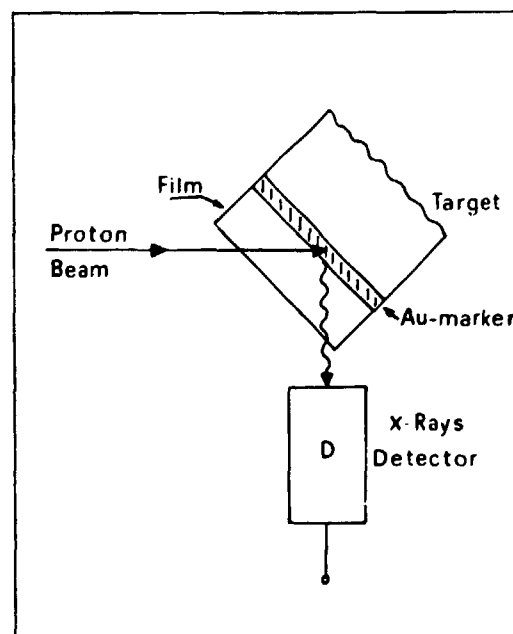


FIG. 2 - Rappresentazione schematica dell'apparato sperimentale.

incidente, infatti, prima di eccitare l'Au subisce una perdita di energia nel film da analizzare, in tali condizioni prima di attraversare il marker di Au, l'energia del fascio incidente risulterà diversa dal valore iniziale. La variazione di energia del fascio di ioni produce una notevole variazione nell'intensità della radiazione X come previsto dalla dipendenza della sezione d'urto di produzione dall'energia riportata in Fig. 1.

La perdita specifica di energia di fasci di protoni con energia dell'ordine di 100 keV è riportata in Fig. 3; tale valore non è costante, ma è funzione dell'energia dello ione incidente e del materiale attraversato⁽⁵⁾. Se ad esempio, scegliamo 100 keV come energia del fascio di protoni analizzante, la relazione tra perdita di energia del fascio e spessore attraversato sarà quella riportata in Fig. 4 nel caso di film di Al. Da questa figura si può constatare che l'energia dello ione rimane pressochè invariata nell'attraversare i primi 500 Å di spessore e subisce una rapida variazione per spessori dell'ordine di 2000-4000 Å. Questo dato può essere combinato con la variazione dell'intensità della radiazione emessa utilizzando la sezione d'urto di produzione. Schematicamente in Fig. 5 è mostrato come può essere generata la relazione intensità di radiazione X-spessore del film sovrapposto al marker.

L'energia iniziale (100 keV) individua la sezione d'urto sperimentale e quindi la resa di riferimento, tale resa è associata ad uno spessore nullo del film sovrapposto al marker e funge da normalizzazione della resa che si vuole misurare. Aumentando lo spessore del film interposto, l'energia del fascio, quando attraversa il marker, risulta variata e a tale variazione corrisponderà un diverso valore di sezione d'urto, ovvero di resa.

Combinando i valori di spessore con quelli di sezione d'urto, a parità di energia, si può determinare l'attenuazione della intensità della radiazione X emessa dall'Au riferita allo spessore del film sovrastante.

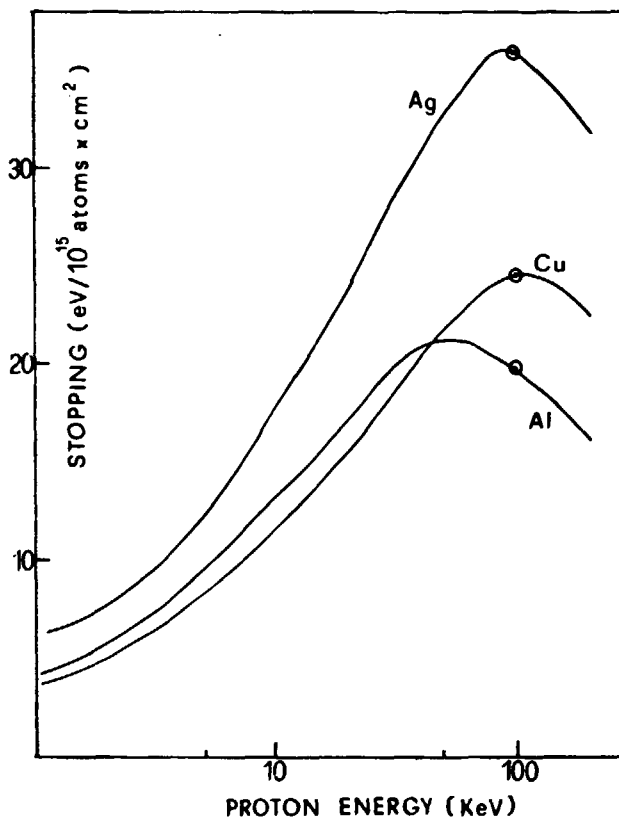


FIG. 3 - Perdita specifica di energia di fasci di protoni in targhette di Al, Cu, Ag, in funzione della energia del fascio incidente.

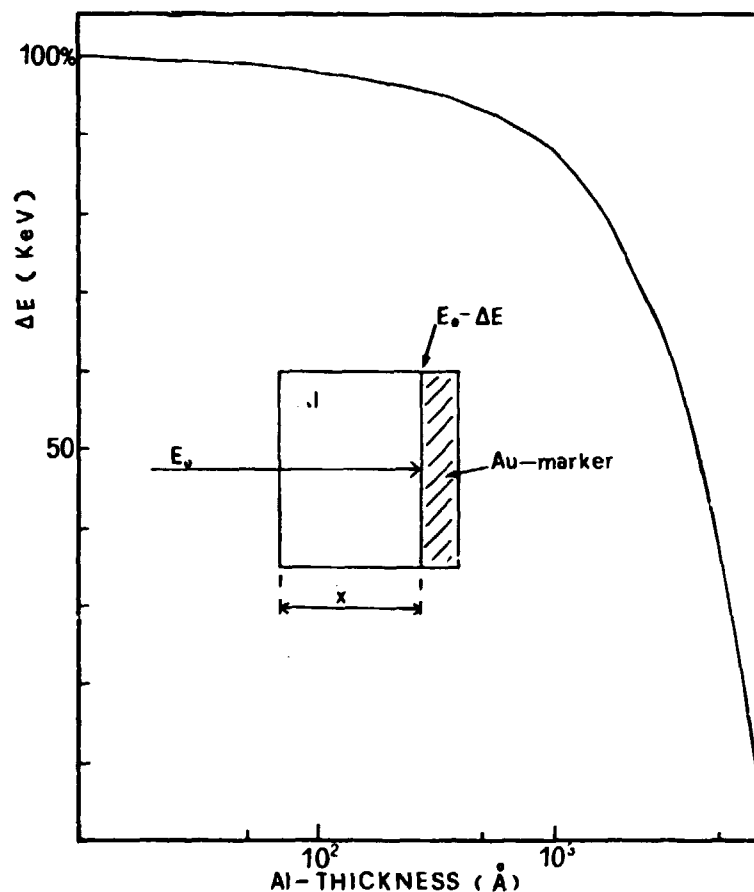


FIG. 4 - Perdita di energia del fascio di protoni in funzione dello spessore del film di Al.

Nel grafico di Fig. 5 il film utilizzato è costituito da Al. Adoperando i valori dei grafici di Fig. 3 e di Fig. 4 risulta che l'intensità della radiazione emessa a 100 keV è attenuata del 50% quando i protoni attraversano un film di Al di 1000 Å di spessore come si vede da Fig. 6. Questo dato individua il campo di applicazione di tale metodica.

Variando l'energia del fascio incidente, la metodica proposta può essere ancora adoperata, ma la sensibilità risulta variata⁽⁹⁾. In Fig. 6 sono riportate alcune relazioni spessore-intensità per protoni da 100, 200 e 500 keV; come si può constatare aumentando l'energia, aumenta lo spessore da attraversare per avere variazioni significative di resa. In altri termini per misurare spessori più elevati bisogna avere energie più elevate.

Questa condizione presenta comunque dei limiti, aumentando lo spessore bisogna tener conto dei fenomeni di assorbimento del film dei raggi X emessi dal marker. Per righe di 2 keV (M_{α} -Au), spessori di circa 4 μm di Al attenuano la radiazione per più del 90%, rendendo impraticabile la misura.

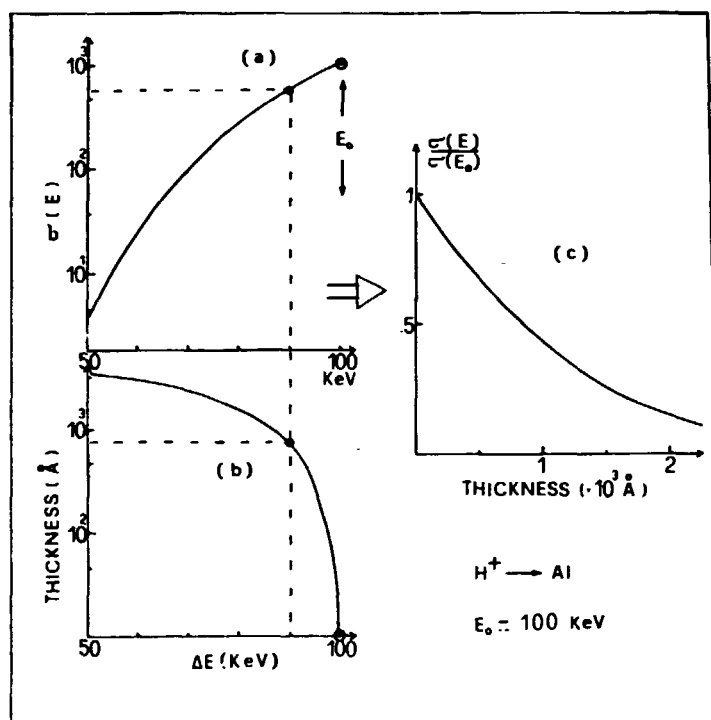


FIG. 5 - (a) Sezione d'urto di produzione sperimentale delle righe M_α dell'Au in funzione dell'energia: l'energia iniziale è 100 keV; (b) Perdita di energia per un fascio di protoni da 100 keV in funzione dello spessore di Al attraversato; (c) Variazione della sezione d'urto di produzione, normalizzata al valore corrispondente a 100 keV, in funzione dello spessore del film di Al.

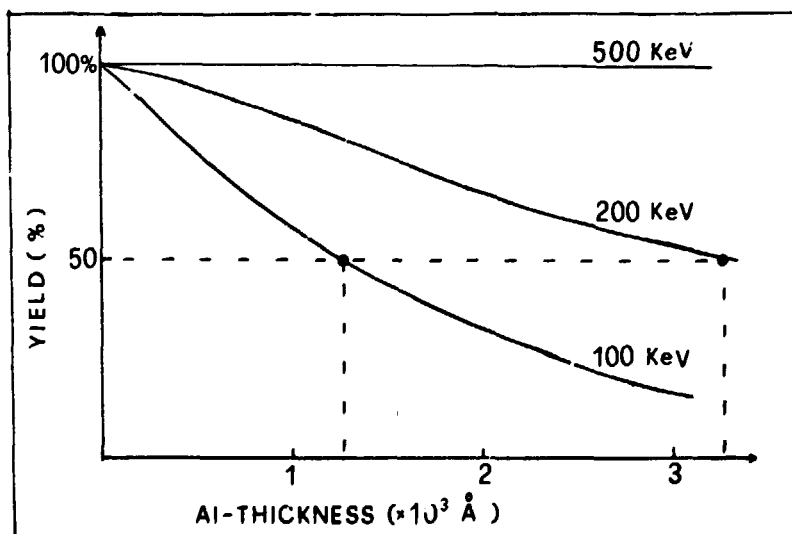


FIG. 6 - Resa normalizzata di produzione di raggi X delle righe M_α del marker di Au, calcolate secondo la BEA in funzione dello spessore del film sovrastante di Al, per varie energie del fascio di protoni incidente.

Oltre ad un limite superiore nella misura dello spessore, esiste un limite inferiore: tenendo conto dei valori della sezione d'urto di produzione (10^{-25} cm²), per ottenere valori significativi di conteggi ($\sim 10^4$), 100 keV di protoni risultano una scelta ottimale per spessori dell'ordine di 1000 Å.

3. - APPARATO SPERIMENTALE.

In Fig. 2 è rappresentato lo schema dell'apparato sperimentale utilizzato. Un acceleratore di ioni di energia dell'ordine di 100 keV (impiantatore ionico) è stato usato per bombardare il campione da analizzare. La superficie del campione è posta a 45° rispetto alla direzione del fascio primario.

I raggi X emessi dal campione vengono rivelati in una direzione che forma 90° col fascio primario e 45° con la superficie del campione.

Il rivelatore utilizzato è un Si(Li) caratterizzato da una finestra di ingresso di Be, di area 30 mm² e spessore di 25 µm. L'impulso di tensione rivelato è amplificato, convertito in forma digitale e memorizzato in un analizzatore multicanale. Durante le misure il vuoto nella camera è di circa 10⁻⁶ Torr. Il fascio di protoni utilizzato ha una energia di 100 keV e una corrente di 150 nA; la dimensione trasversale del fascio è di 25 mm².

I campioni analizzati sono stati preparati evaporando vari materiali su metà superficie di Au. Tale sistema ci ha permesso di misurare la resa X proveniente dall'Au scoperto e quella proveniente dall'Au coperto dal film. Le misure sono state confrontate a parità di carica accumulata sul campione. I film utilizzati sono stati calibrati con l'analisi di back scattering di ioni He⁺(8).

4. - RISULTATI SPERIMENTALI.

Film di Al di spessore noto (500 Å - 4000 Å) sono stati utilizzati per verificare il metodo proposto, utilizzando fasci di protoni da 100 keV. I risultati sperimentali dell'attenuazione della resa delle righe M emesse dall'Au quando il fascio di protoni attraversa il film di Al da misurare e lo spessore del film stesso di Al, sono riportate in Fig. 7.

I dati sperimentali mostrano un buon accordo come andamento funzionale con quanto previsto dai calcoli utilizzando la BEA. Un confronto più stringente mostra una discrepanza del valore assoluto di circa un fattore due. Per interpretare tale deviazione bisogna ricordare che i parametri introdotti nello schema di calcolo proposto sono due: perdita specifica dei protoni nel film da analizzare e sezione d'urto di produzione delle righe M dell'Au.

Sul primo dato vi è un'ampia letteratura sperimentale e teorica e deviazioni dell'ordine del 5% non possono spiegare le discrepanze osservate nel nostro metodo⁽⁵⁾. Tale situazione non si verifica per la sezione di produzione dei raggi X dove la letteratura risulta più povera e deviazioni tra i vari modelli proposti sono ancora in discussione, soprattutto nell'in

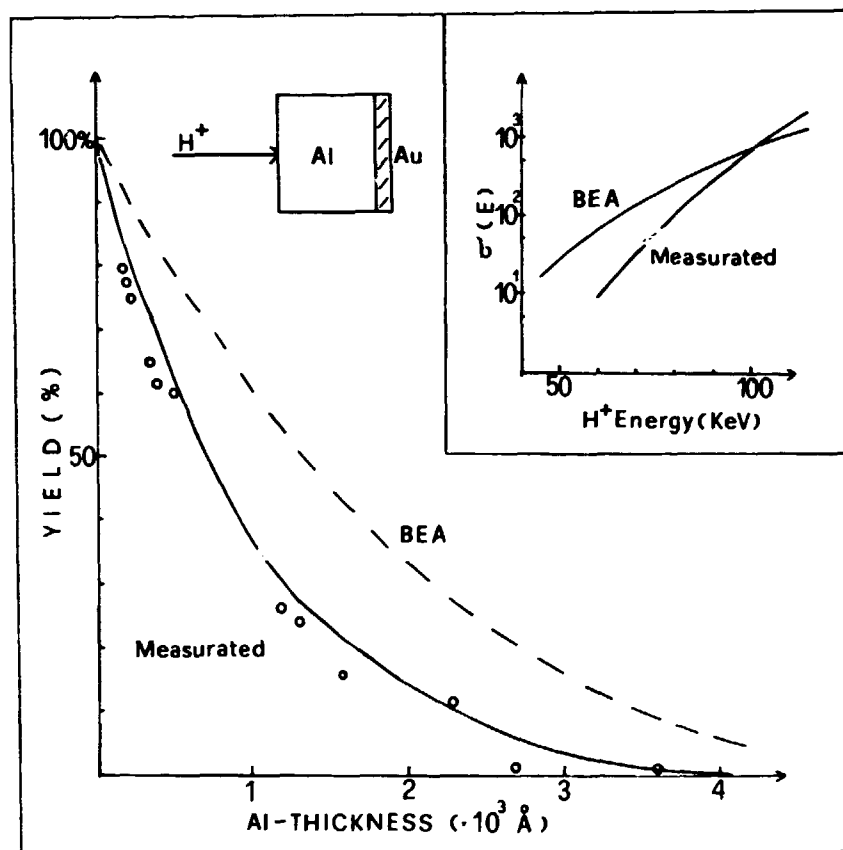


FIG. 7 - Relazione tra l'attenuazione della resa e lo spessore di Al usando l'approssimazione BEA e la dipendenza di energia sperimentale della sezione d'urto di produzione di raggi X.

vallo di energia di nostro interesse⁽⁵⁻⁷⁾,

Per ovviare a questa carenza abbiamo determinato con il nostro apparato sperimentale l'andamento della resa di produzione della riga M_{α} in funzione dell'energia dei fasci di protoni. Nell'inserito di Fig. 7 sono riportati tali valori, che per comodità di rappresentazione sono stati normalizzati alla BEA, al valore di 100 keV. Come si può constatare la dipendenza dall'energia misurata risulta diversa da quella prevista dalla BEA. I calcoli sono stati ripetuti includendo questo nuovo dato sperimentale e i risultati sono riportati sempre in Fig. 7 con linea continua; in questo caso l'accordo con i dati sperimentali risulta notevolmente migliorato. Il confronto tra i dati sperimentali e schema di calcolo coinvolto nel metodo proposto consente di chiarire che l'unico dato adoperato al fine della valutazione dello spessore risulta essere la perdita specifica di energia nel film stesso; questo dato è ben noto con buona precisione. La sezione d'urto di produzione di raggi X non è essenziale conoscerla a priori, ma adoperando lo stesso apparato sperimentale può essere determinata ed introdotta nello schema di calcolo come parametro noto.

In questo modo la metodica proposta risulta essere autoconsistente ed alquanto precisa.

L'errore statistico nella misura dello yield di produzione delle righe M_a dell'Au implica una indeterminazione nello spessore del film misurato. Se adoperiamo un conteggio di circa 10^4 per resa non attenuata, tale indeterminazione risulta dell'ordine dell'1.7% su 1000 \AA e del 3.8% su 3000 \AA di Al. Tale metodo è stato applicato a film di Al, Cu, Ag di diverso spessore (200 \AA - 3500 \AA). I risultati sono mostrati in Fig. 8: i punti sperimentali sono in buon accordo con le previsioni (curva continua) ottenute utilizzando i valori della sezione d'urto sperimentale.

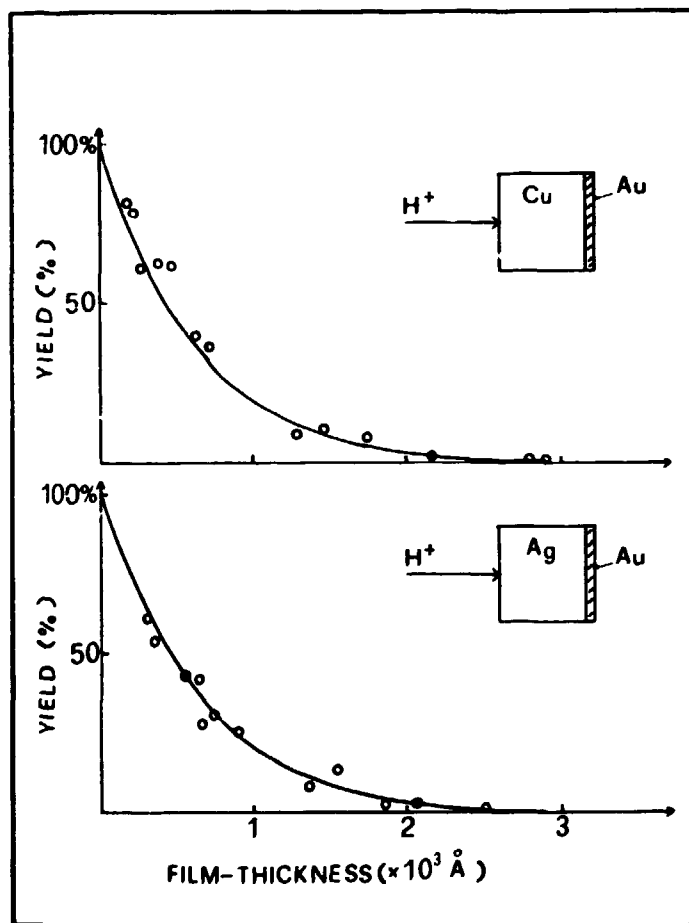


FIG. 8 - Risultati sperimentali della resa normalizzata delle righe M_a dell'Au per vari spessori di Al, Cu, Ag.

5. - CONCLUSIONI.

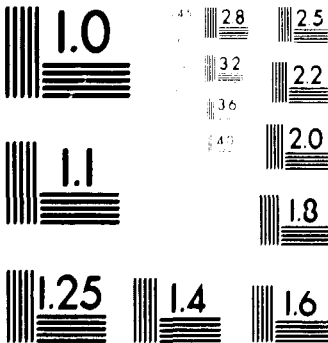
La misura "in situ" di spessori di film sottili utilizzando fasci ionici di energia compresa tra 50 e 100 keV risulta essere un metodo alquanto flessibile che può essere applicato a qualunque tipo di materiale.

L'unico parametro che interviene nella determinazione dello spessore è la perdita specifica di energia del fascio di protoni nel film considerato. Nel nostro caso sono stati adoperati film di Al, Cu, Ag.

Aumentando l'energia del fascio primario la percezione in profondità del metodo aumenta e può raggiungere 10 μm con fasci da 1 MeV⁽⁵⁾. In questo caso interviene un altro fenomeno che è quello dell'autoassorbimento che verrà discusso in un lavoro successivo.

BIBLIOGRAFIA.

- (1) - J. D. Garcia, R. J. Fortner and T. M. Kavanagh, Inner-Shell vacancy production in ion-atom, *Rev. Mod. Phys.* 45, n. 2, part 1 (1973).
- (2) - A. Lurio and J. F. Ziegler, X-rays produced during ion-implantation, IBM Research, New York, 105598.
- (3) - P. B. Needhonn, Jr. and B. D. Sartwell, X-ray production efficiencies for K, L, M, and N-shell, *Excitation by Ion Impact*, 1971".
- (4) - J. S. Hansen, Formulation of the Binary-Encounter Approximation in Configuration Space and its Application to Ionization by Light Ions, *Phys. Rev. A*, Vol. 8 (1973).
- (5) - H. H. Andersen and J. F. Ziegler, *Hydrogen-Stopping Powers and Ranges in all Elements* (Pergamon, 1977), Vol. 3.
- (6) - L. H. Taburen, K-Shell Ionization of Carbon by Fast Proton, *Phys. Rev. A*, Vol. 5 (1972).
- (7) - J. D. Garcia, Inner Shell Ionization by Proton Impact, *Phys. Rev. A*, Vol. 1 (1970).
- (8) - Catania Working Data: Ion Beam Analysis, Ed. by J. W. Mayer, E. Rimini Catania (1974).
- (9) - F. Folkmann, Progress in the Description of Ion Induced X-ray Production: Theory and Implication for Analysis, *Ion Beam Surface Layer Analysis*, Ed. Mayer (1975), Vol. 2.
- (10) - Studies in Penetration of Charged Particles in Matter, Nuclear-Science Series Report number 39, Publ. 1133 (Washington, 1964).



MICROCOPY RESOLUTION TEST CHART
NATIONAL BUREAU OF STANDARDS
STANDARD REFERENCE MATERIAL 1010a
(ANSI and ISO TEST CHART No. 2)