

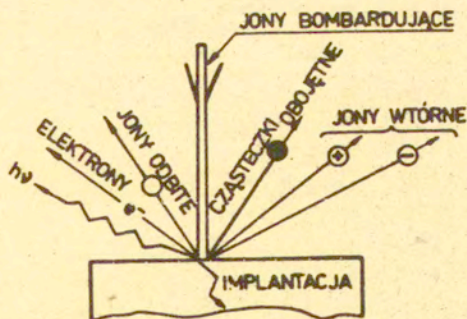
M.Sowa, W.Szyszko,
J.M.Zinkiewicz,
J.Sielanko, L.Gładyszewski
L.Głusiec
Instytut Fizyki U.M.C.S.
Lublin

SPEKTROMETRIA MAS JONÓW WTÓRNYCH

Omówiono oddziaływanie wiązki jonów pierwotnych z powierzchnią ciała stałego, prowadzące do powstawania jonów wtórnych. Przedstawiono współczynniki wtórnej emisji jonowej dla niektórych pierwiastków. Podano zasady spektrometrii mas jonów wtórnych oraz różne typy stosowanych obecnie spektrometrów SIMS. Omówiono zbudowany w Instytucie Fizyki UMCS spektrometr mas jonów wtórnych, którego konstrukcja oparta jest na spektrometrze mas typu MI-1201 z sektorowym polem magnetycznym. Podano przykładowo niektóre rezultaty badań prowadzonych na tej aparaturze. Na zakończenie omówiono zastosowania wtórnej emisji jonowej.

1. Wtórna emisja jonowa

Podczas bombardowania jonami powierzchni ciała stałego część rozpylanego materiału emitowana jest w postaci jonów dodatnich lub ujemnych, które nazywamy jonami wtórnymi. /Rys.1/.



Rys.1. Schemat oddziaływania wiązki jonów pierwotnych z powierzchnią ciała stałego

Najprostsze widmo jonów wtórnych można otrzymać wówczas, gdy pierwotną wiązkę jonową pada na atomowo-czystą powierzchnię ciała stałego, które nie zawiera żadnych objętościowych zanieczyszczeń. W tym przypadku wtórnymi jonami są jony stanowiące sieć ciała stałego. Przy obecności objętościowych zanieczyszczeń w ciele stałym, w skład wiązki jonów wtórnych wchodzi jony tych zanieczyszczeń. Obecność zaś na powierzchni ciała stałego warstwy zaadsorbowanych gazów prowadzi do pojawienia się jonów związanych z cząsteczkami tych gazów. W przypadku reakcji chemicznych zachodzących pomiędzy molekułami zaadsorbowanych gazów i atomami ciała stałego, lub tylko pomiędzy molekułami zaadsorbowanych gazów, w wiązce jonów wtórnych pojawiają się jony związane z produktami tych reakcji.

Jedną z wielkości charakteryzujących zjawisko wtórnej emisji jonowej jest współczynnik W_i , który może być zdefiniowany jako stosunek liczby jonów wtórnych N_i /dodatnich lub ujemnych/ do liczby jonów pierwotnych N_0 padających na powierzchnię próbki:

$$W_i = \frac{N_i}{N_0}$$

Współczynnik wtórnej emisji jonowej należy wyznaczać w warunkach, w których liczba emitowanych jonów N_i nie wychodzi poza zakres liniowej zależności od liczby jonów pierwotnych padających na próbkę /1/. Wtedy nie zależy on od liczby jonów pierwotnych. Badania wtórnej emisji jonowej wykazały, że współczynnik W_i zależy od rodzaju materiału tarczy /2, 3/, stanu jej powierzchni /tlenki, temperatura/ /4, 5, 6/, rodzaju jonów pierwotnych, ich energii oraz od gęstości prądu pierwotnej wiązki jonowej /7, 8/.

Próby wyjaśnienia mechanizmu wtórnej emisji jonowej podjęli J.M.Schroerer i współpracownicy /9/. Podali kwantowo-mechaniczny model mechanizmu wtórnej emisji jonowej i otrzymali wzór na współczynnik wtórnej emisji jonowej w postaci:

$$W_i = 0,231 \cdot \frac{H^{5/2} \cdot S/\theta}{a \cdot \mu^{1/2} \cdot V_i - \varphi^3}$$

gdzie: μ - masa atomowa tarczy, V_i - potencjał jonizacji swobodnego atomu, φ - funkcja odpowiadająca pracy wyjścia atomu

z tarczy, a - maksymalna głębokość, z której zachodzi emisja jonów, S/θ - współczynnik rozpylania, H - energia wiązania atomu na powierzchni.

W tabeli I przedstawiono wartości współczynników wtórnej emisji jonowej dla niektórych pierwiastków, emitowanych z różnych tarcz pod działaniem wiązki jonów Ar^+ o energii 40 keV/10/

Tabela I

Współczynniki wtórnej emisji jonowej dla różnych jonów /10/

Tarcza	Jon	Z	W_1 /jonów na jon/
C	C^+	6	$1,3 \cdot 10^{-3}$
Mg-Al-Si	Mg^+	12	$3,3 \cdot 10^{-2}$
	Al^+	13	$1,0 \cdot 10^{-1}$
	Si^+	14	$6,6 \cdot 10^{-3}$
Mn-Co-Ni-Cu	Mn^+	25	$2,5 \cdot 10^{-2}$
	Co^+	27	$8,8 \cdot 10^{-3}$
	Ni^+	28	$1,7 \cdot 10^{-2}$
	Cu^+	29	$8,6 \cdot 10^{-4}$
Ge	Ge^+	32	$5,7 \cdot 10^{-3}$
Mo-Ag	Mo^+	42	$1,1 \cdot 10^{-1}$
	Ag^+	47	$7,0 \cdot 10^{-4}$
Ta-W-Pt-Au	Ta^+	73	$2,0 \cdot 10^{-2}$
	W^+	74	$2,0 \cdot 10^{-2}$
	Pt^+	78	$1,5 \cdot 10^{-3}$
	Au^+	79	$2,2 \cdot 10^{-5}$

Liczne badania rozkładu energetycznego jonów wtórnych wykazały, że widmo tych jonów jest widmem ciągłym z maksimum położonym w przedziale 10 - 100 eV, w zależności od energii jonów pierwotnych i rodzaju tarczy /11 - 15/.

2. Różne typy stosowanych obecnie spektrometrów SIMS

Podczas bombardowania próbki ciała stałego wiązką jonów pierwotnych większość materiału wybijana jest z jej powierzchni w postaci neutralnych atomów bądź cząsteczek. Niewielki

zaś procent materiału opuszcza powierzchnię próbki w postaci jonów dodatnich, lub ujemnych. Mogą być wówczas zjonizowane zarówno pojedyncze atomy, jak i całe kompleksy atomów. Te wtórne jony są następnie kierowane do spektrometru mas w celu przeprowadzenia analizy izotopowej.

Często zdarza się jednak, że jony o określonej masie M mogą być wytworzone przez reakcję materiału próbki z wiązką pierwotną /reaktywne rozpylanie/, lub przez reakcję z atmosferą gazów reszkowych. W związku z tym występują niejednokrotnie trudności w rozszyfrowaniu widma mas. Np. jony $^{31}\text{P}^+$ oraz $^{30}\text{Si}^1\text{H}^+$ są izobarami i w widmie mas wierzchołki odpowiadające tym jonom nakładają się. Zatem obecność wodoru w gazach reszkowych może uniemożliwić oddzielenie np. ^{31}P od ^{30}Si .

W idealnym przypadku natężenie prądu jonowego J_M mierzone w określonym czasie jest proporcjonalne do koncentracji C_x domieszki X występującej w warstwie powierzchniowej próbki trawionej w tym czasie.

$$J_M = \frac{S \cdot j_P \cdot A}{q \cdot n} \cdot f / X, M / \cdot \eta \cdot C_x ,$$

gdzie: A jest powierzchnią próbki trawioną przez wiązkę jonów pierwotnych, Sj_P/qn oznacza prędkość rozpylania /prędkość przesuwania się powierzchni trawienia w głąb próbki/, $Sj_P A/qn$ jest więc objętością próbki rozpylaną w jednostce czasu, $f / X, M /$ jest prawdopodobieństwem utworzenia jonu o masie M z domieszki X , η zaś jest transmisją użytego do badań analizatora mas /16/.

Zatem najmniejsza koncentracja domieszki, jaką można określić, jest ograniczona minimalnym natężeniem prądu jonowego, który zależy od wielkości transmisji spektrometru mas oraz od szybkości trawienia materiału próbki. Ten ostatni czynnik jest mniej istotny przy analizie masowej, odgrywa jednak dużą rolę w dynamicznych pomiarach głębokościowych rozkładów koncentracji.

Do rozpylania używa się najczęściej gazów szlachetnych /np. jonów Ar^+ lub Kr^+ /, ponieważ pozwalają one uzyskiwać stosunkowo duże wydajności i nie reagują chemicznie z materiałem próbki. Niekiedy stosuje się zównież jony O^+ oraz Cs^+ , gdyż obecność tych jonów na powierzchni próbki wpływa na wzrost wydajności jonów wtórnych wielu pierwiastków /1, 16/.

Przy rozpylaniu próbek wieloskładnikowych należy brać pod uwagę różne wydajności emisji jonów wtórnych dla poszczegól-

nych składników. W związku z tym stosunki ilościowe składników w wiązce jonów wtórnych nie odzwierciedlają składu badanego materiału. Ponadto warstwa powierzchniowa zostaje wzbogacona w składnik o mniejszej wydajności rozpylania. /1, 10, 16/.

Przy badaniach powierzchni ciał stałych metodą wtórnej emisji jonowej stosowane są - w zależności od natężenia pierwotnej wiązki jonowej - dwie metody:

a/. rozpylanie badanej próbki prądem jonów pierwotnych o małej gęstości. Wówczas do analizy są zużywane bardzo małe części warstwy powierzchniowej badanego materiału. Metoda ta jest ogólnie znana jako statyczna spektrometria mas jonów wtórnych /SSIMS/

b/. rozpylanie prądem o dużej gęstości. Metoda ta jest znana jako dynamiczna spektrometria mas jonów wtórnych /DSIMS/. Jest ona powszechnie stosowana do badań głębokościowych rozkładów koncentracji domieszek.

Zasady nowoczesnej spektrometrii mas jonów wtórnych można ująć w następujących punktach:

1/. Źródła jonów pierwotnych produkują dodatnie lub ujemne jony gazów szlachetnych, lub tlenu, czy cezu o energiach od 0,5 do 20 keV i o gęstości prądu jonowego do kilku mA/cm². Wiązka jonowa jest ogniskowana na tarczy /próbce/ i ma średnicę od kilku μm do kilku mm. Do uzyskiwania wiązki jonów pierwotnych najczęściej używane są źródła plazmowe oraz źródła z jonizacją polową. Zwykle w celu zapewnienia odpowiedniej czystości i monoenergetyczności wiązki jonów pierwotnych stosuje się filtry mas i energii.

2/. Zogniskowana na tarczy wiązka jonów pierwotnych często jest przemiatana po powierzchni próbki na obszarze kilku mm². Technika rastrowania używana w celu uzyskania krateru o ostrych brzegach i płaskim dnie prowadzi do zmniejszenia udziału wtórnych jonów pochodzących od ścian rozpylanego krateru. Przy zastosowaniu tej techniki rejestracja odbywa się tylko wtedy, gdy wiązka jonów pierwotnych przechodzi przez środkową część krateru. Osiąga się to metodą elektronicznego bramkowania /1, 16, 21, 22/. Inna metoda, pozwalająca na uzyskanie płaskiego dna i ostrych brzegów krateru, polega na zastosowaniu szerokiej wiązki jonów pierwotnych i wycinaniu jej środkowej części przez odpowiedni układ przesłon, lub masek umieszczonych na powierz-

chni próbki.

3/. Ze względu na małą wydajność emisji, duży rozkład kątowy i duże rozmycie energetyczne, wiązka jonów wtórnych przed wejściem do analizatora mas musi być odpowiednio formowana. Jony te są wyciągane z obszaru powstawania oraz przyspieszane różnicą potencjałów od 100 do 5000 V i kierowane do elektrostatycznego analizatora energii. Następnie poddawane są analizie izotopowej, przy czym analizatorem mas może być zarówno kwadrupolowy filtr mas, jak też spektrometr mas z sektorowym polem magnetycznym. Po przejściu przez filtr mas jony, o określonym stosunku m/q , są rejestrowane przy zastosowaniu powielacza jonowo-elektronowego, lub rzadziej przy użyciu elektrometru.

4/. Przy badaniu warstw powierzchniowych izolatorów stosuje się neutralizację powierzchni analizowanej próbki. Działo elektronowe bombarduje próbkę elektronami w celu uniknięcia tworzenia się ładunku powierzchniowego, zmieniającego rozkład pól w obszarze próbka - analizator energii.

5/. W komorze próbek oraz w komorze analizatora mas powinny panować warunki bardzo wysokiej próżni. Próbki zaś są wprowadzane przez odpowiedni układ śluz próżniowych.

Używane obecnie spektrometry mas jonów wtórnych można zakwalifikować go dwóch grup: A/. Spektrometry laboratoryjne służące do badań rutynowych, B/. Spektrometry służące do badań specjalistycznych.

A/. Do badań rutynowych używane początkowo spektrometrów o prostej konstrukcji, umożliwiających przeprowadzenie podstawowych badań warstw powierzchniowych kryształów /17/, lub badań oddziaływania jonów z powierzchnią ciała stałego /18/. W miarę rozwoju techniki pomiarowej przy zastosowaniu metody wtórnej emisji jonowej budowane coraz bardziej skomplikowaną aparaturę. Przykładem może być produkowany na skalę przemysłową przez firmę CAMECA Co. mikroanalizator jonowy /19, 20/. W spektrometrze tym wiązka jonów pierwotnych wytworzona w duoplamatronowym źródle bombarduje powierzchnię badanej próbki. Rozpylane jony wtórne są przyspieszane różnicą potencjałów 5kV i ogniskowane w soczewkach elektrostatycznych na szczelinie wejściowej magnetycznego analizatora mas. Następnie dokonuje się filtracji energii i kompensuje odchylenie magnetyczne, po

czym następuje ogniskowanie wiązki na katodzie konwertera obrazu. Elektronowy obraz rozpylanej powierzchni powstaje na ekranie fluorescencyjnym, na którym można kolejno oglądać mapy rozkładu rozpylanych jonów. Granica rozdzielczości przestrzennej jest rzędu $1\ \mu\text{m}$, zaś rozdzielczość głębokościowa jest rzędu $0,01\ \mu\text{m}$ /20/. Innym przykładem rozwiązania spektrometru mas jonów wtórnych jest produkowany seryjnie przez ARC /Applied Research Laboratories/ przyrząd, w którym wiązka jonów pierwotnych została zogniskowana do bardzo małej średnicy i przemieszczana po powierzchni próbki /21, 22/. Średnica wiązki może być regulowana w granicach od 350 do $2\ \mu\text{m}$. Emitowane jony wtórne są przyspieszane i kierowane do podwójnie ogniskującego spektrometru mas, a następnie rejestrowane przy użyciu powielacza jonowo-elektronowego. Wzmocniony sygnał wyjściowy może być wyświetlany na ekranie oscylografu, przy czym można otrzymać widmo mas dla dowolnie wybranego punktu powierzchni próbki /22/. Używano również podobnej aparatury, stosując jednak do analizy jonów wtórnych kwadrupolowy filtr mas /23/.

B/. Do badań specjalistycznych stosowane są zazwyczaj specjalnie zaprojektowane spektrometry. Aparatura taka, służąca do badań widma energetycznego jonów odbitych i wtórnych emitowanych z czystej powierzchni kryształu w ściśle kontrolowanych warunkach, została opisana w pracy /24/. Użyto monoenergetycznej wiązki jonów Ne^+ o małej gęstości prądu. Jony wtórne oraz odbite jony pierwotne analizowano w 85° cylindrycznym analizatorze. Wierzchołki w widmie energetycznym odpowiadają odbiciom padających jonów pierwotnych od poszczególnych składników powierzchni próbki. Pozwala to na analizę składu powierzchniowego badanych próbek /24/.

Użycie skolimowanego strumienia jonów D^+ oraz H^+ o energiach do $60\ \text{keV}$ z separatora izotopów jako pierwotnej wiązki jonowej opisano w pracy /25/. Jony wtórne oraz odbite jony pierwotne były kierowane do spektrometru mas z sektorowym polem magnetycznym o kącie rozwarcia 90° . Do zliczania pojedynczych jonów użyto detektora scyntylacyjnego /25/.

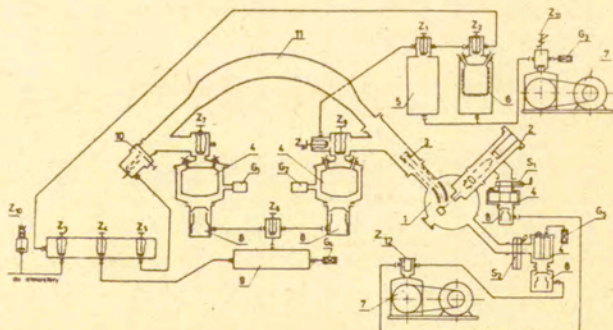
Do badania zjawisk kanałowania oraz do wykrywania zanieczyszczeń międzywęzłowych w strukturze kryształów użyto pro-

mieniowania X emitowanego przez bombardowaną jonami pierwotnymi powierzchnię badanej próbki krystalicznej /26/. Tarczę bombardowano wiązką jonów Ar^+ lub Ne^+ o energiach rzędu 100 keV z separatora izotopów. Promieniowanie X rejestrowano przy pomocy licznika proporcjonalnego /26/.

W ostatnich latach pojawiły się mikroskopy jonów wtórnych, wytwarzające powiększony obraz powierzchni trawionego krateru dla wybranej masy w wiązce jonów wtórnych. W przyrządach tych wykorzystano podwójnie ogniskujące spektrometry mas /16, 27/.

3. Spektrometr mas z wtórną emisją jonową zbudowany w Instytucie Fizyki UMCS w Lublinie

W Instytucie Fizyki UMCS zbudowano spektrometr mas jonów wtórnych, którego konstrukcję oparto na spektrometrze mas typu MI-1201 /produkcji radzieckiej/ z sektorowym polem magnetycznym. Schemat aparatury tego spektrometru przedstawiono na rys. 2 /28 - 30/.



Rys. 2. Schemat zmodernizowanego spektrometru mas MI-1201 przystosowanego do analizy jonów wtórnych.

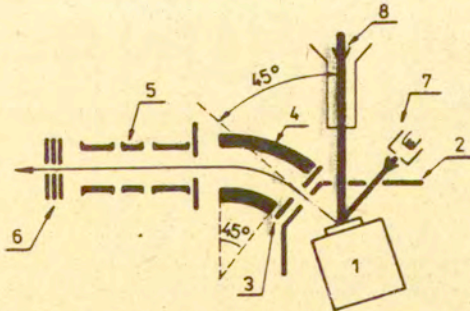
1 - komora próbek i elektrostatycznego analizatora energii jonów wtórnych, 2 - źródło jonów pierwotnych, 3 - układ szczeliny wejściowych i ogniskowania jonów wtórnych, 4 - wymrażarki z ciekłym azotem, 5 - pułapka zeolitowa, 6 - pompa sorpcyjna, 7 - pompy rotacyjne, 8 - pompy dyfuzyjne, 9 - zbiornik próżni wstępnej, 10 - kolektor - powielacz jonowo-elektronowy, 11 - komora odchylenia jonów w polu magnetycznym, $G_1 - G_5$ - głowice próżniomierzy, $Z_1 - Z_{12}$ - zawory próżniowe.

Spektrometr mas MI-1201 z polem magnetycznym o kącie rozwarcia 90° jest przyrządem o średniej zdolności rozdzielczej - $M/\Delta M$ od 600 do 1200 - w zależności od energii analizowanych jonów oraz od szerokości szczeliny wejściowej /w obszarze źródła jonów/ i szczeliny przy kolektorze /28/.

Układ pompowania, wyposażony dodatkowo w dwie pompy dyfuzyjne /jedna przy źródle jonów pierwotnych, druga przy komorze próbek/, zapewnia możliwość uzyskania ciśnienia $2 - 4 \cdot 10^{-7}$ Torr również podczas dozowania gazu do źródła.

Pomiar wielkości prądu jonowego, po analizie w polu magnetycznym, możliwy jest bądź przy użyciu elektrometru o czułości 10^{-14} A, bądź drogą zliczania impulsów przy użyciu powielacza jonowo - elektronowego, który umożliwia detekcję pojedynczych jonów /29/.

Jony pierwotne wytwarzane są w łukowym kapilarnym źródle jonów. Wiązka jonów pierwotnych, których energię można zmieniać w zakresie 200 - 3000 eV bombarduje powierzchnię analizowanej próbki pod kątem padania 20° /29/. Powstałe podczas rozpylenia jony wtórne wchodzi do układu elektrostatycznego analizatora energii, ustawionego pod kątem 45° w stosunku do kierunku wiązki pierwotnej. Schemat elektrostatycznego analizatora energii i układu ogniskowania jonów wtórnych przedstawiono na rys. 3.



Rys.3. Schemat elektrostatycznego analizatora energii i układu ogniskowania jonów wtórnych.

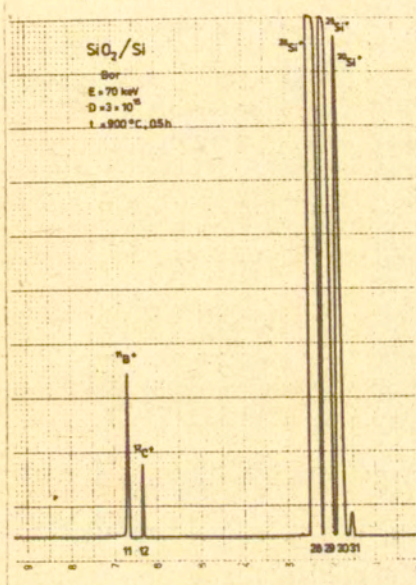
1 - uchwyty próbek, 2 - osłona, 3 - szczelina wejściowa analizatora energii jonów, 4 - elektrostatyczny analizator energii jonów wtórnych, 5 - układ ogniskujący jony wtórne, 6 - szczeliny wejściowe spektrometru mas MI-1201, 7 - źródło elektronów do neutralizacji powierzchni próbki, 8 - wiązka jonów pierwotnych.

W celu zwiększenia intensywności analizowanej wiązki jonów wtórnych, między osłonę i szczelinę wejściową elektrostatycznego analizatora energii przyłożono różnicę potencjałów rzędu 300 - 500 V /p. rys.3/. Umożliwia to lepsze wyciąganie jonów wtórnych emitowanych z obszaru trawionego wiązka pierwotną i ich przyspieszanie przed wejściem do elektrostatycznego analizatora energii. Po przejściu przez analizator energii wiązka jonów o rozmyciu energetycznym określonym przez zdolność rozdzielczą analizatora $E/\Delta E \approx 20$ jest ogniskowana przez układ soczewek elektrostatycznych na szczelinie wejściowej spektrometru mas MI-1201. Ze względu na to, że energia, z jaką jony powinny wchodzić w obszar pola magnetycznego tego spektrometru nie może być mniejsza niż 2000 eV, uchwyt próbek i analizator energii znajdują się na wysokim potencjale względem masy urządzenia /zwykle około 3000 V/.

W przypadku analizy próbek z materiałów o bardzo wysokim oporze /izolatory/, ładunek powierzchniowy tworzony przez wiązkę jonów pierwotnych może znacznie zakłócić, lub wręcz uniemożliwić pomiar. Celem uniknięcia tworzenia się takiego ładunku, który zmienia rozkład pola elektrycznego w obszarze próbki - analizator energii, spektrometr wyposażono dodatkowo w proste źródło elektronów. Strumień elektronów o energii 200 - 300 eV i natężeniu do kilkudziesięciu μA , emitowany przez to źródło, pada dokładnie na obszar próbki trawiony przez pierwotną wiązkę jonów:

Celem zilustrowania pracy zbudowanego spektrometru na rysunkach 4 i 5 przedstawiono przykłady widm mas otrzymanych dla dodatnich jonów wtórnych emitowanych z próbek: krzemowej o strukturdzie SiO_2/Si , miedzianej oraz stalowej /stal odporna na korozję typu 1H18N9T/. We wszystkich przypadkach próbki bombardowano jonami Ar^+ o energii 2000 eV. W widmie mas otrzymanym z próbki krzemowej /rys.4/ występuje wierzchołek o liczbie masowej 11, pochodzący od jonów $^{11}B^+$, implantowanych uprzednio do badanej próbki Si. W widmie mas jonów wtórnych emitowanych z próbki stalowej względna zawartość jonów chromu jest większa niż zawartość żelaza /wyższy wierzchołek chromu niż żelaza/. W badanej próbce stali chrom stanowi zaledwie kilkuprocentową domieszkę. Duża zawartość chromu w widmie mas jonów wtórnych

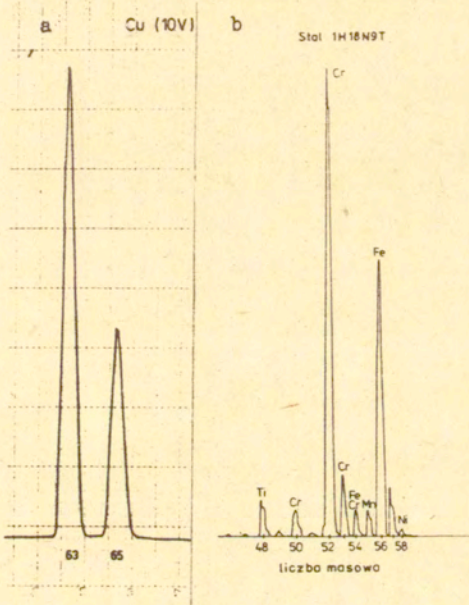
jest spowodowana znacznie większym współczynnikiem emisji jonów wtórnych chromu niż żelaza /10/.



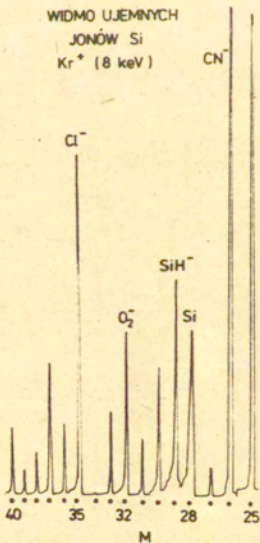
Rys. 4. Widmo mas dodatnich jonów wtórnych emitowanych z próbki SiO_2/Si . Wierzchołek o liczbie masowej 11 odpowiada jonom ^{11}B wprowadzonym do analizowanej próbki drogą implantacji.

Zbudowany spektrometr przystosowany jest również do badania ujemnych jonów wtórnych. Przykład widma mas ujemnych jonów wtórnych emitowanych z tarczy /próbki/ krzemowej przedstawiono na rys. 6. Widmo takie uzyskuje się przez zmianę kierunku pola magnetycznego w spektrometrze mas, zmianę polaryzacji i rozkładu napięć analizatora energii i układu przyspieszającego jony wtórne.

W przypadku wykorzystania spektrometru mas z wtórną emisją jonową do badań poimplantacyjnych, jednym z najważniejszych zagadnień jest uzyskanie równomiernego trawienia materiału badanej próbki i odpowiedniego profilu krateru drążonego przez pierwotną wiązkę jonów.

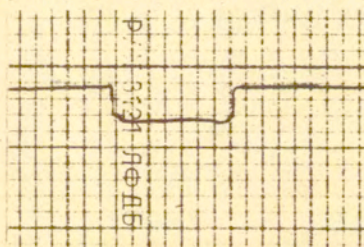


Rys. 5. Widmo mas dodatnich jonów wtórnych
a/ próbka miedziana,
b/ próbka stali odpornej na korozję /typu 1H18N9T/.



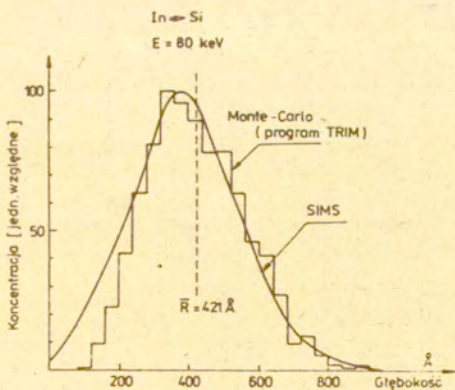
Rys. 6. Widmo mas ujemnych jonów wtórnych emitowanych z próbki krzemu.

W opisywanym spektrometrze zastosowano wycinanie środkowej części szerokiej wiązki jonów pierwotnych przez układ masek umieszczonych na powierzchni próbki. Na rys. 7 przedstawiono typowy profil krateru wytrawionego na powierzchni krzemu wiązka jonów Ar^+ o energii 2500 eV.



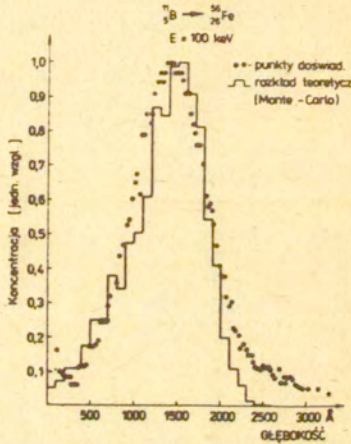
Rys. 7. Profil krateru wytrawionego w próbce Si przez wiązkę jonów Ar^+ o energii 2500 eV. Głębokość krateru wynosi 1000 Å /100 nm/, średnica zaś 2,5 mm.

W badaniach poimplantacyjnych, mierząc wysokość wierzchołka odpowiadającego badanej implantowanej domieszce podczas trawienia materiału próbki wiązką jonów pierwotnych, uzyskuje się głębokościowy rozkład koncentracji tej domieszki.



Rys. 8. Rozkład koncentracji indu implantowanego do krzemu zmierzony metodą wtórnej emisji jonowej. Energia implantowanych jonów In^+ wynosiła 80 keV, dawka zaś wynosiła 10^{15} jonów/cm². Histogram został obliczony metodą Monte - Carlo.

Na rys. 8 przedstawiono, dla przykładu, głębokościowy rozkład koncentracji jonów In^+ implantowanych do krzemu, zaś na rys. 9 głębokościowy rozkład koncentracji jonów boru implantowanego do stali typu 1H18N9T. Oba rozkłady otrzymano przy pomocy opisywanego spektrometru mas jonów wtórnych. Uzyskane wyniki porównano z rozkładem teoretycznym obliczonym metodą Monte-Carlo.



Rys. 9. Głębokościowy rozkład koncentracji boru implantowanego do stali typu 1H18N9T, zmierzony metodą wtórnej emisji jonowej. Energia implantowanych jonów boru wynosiła 100 keV, dawka zaś 10^{17} jonów/cm². Rozkład teoretyczny przedstawiono przy pomocy histogramu obliczonego metodą Monte - Carlo.

4. Zastosowania wtórnej emisji jonowej

Zjawisko wtórnej emisji jonowej w połączeniu ze spektrometryczną analizą masową /spektrometria mas jonów wtórnych/ znalazło ostatnio szerokie zastosowanie w wielu dziedzinach związanych z badaniami własności fizyko - chemicznych warstw powierzchniowych ciał stałych /8, 31/.

Podczas bombardowania powierzchni ciał stałych jonami o energii od 500 do 5000 eV, emisja jonów wtórnych zachodzi z warstwy przypowierzchniowej o grubości od 1 do 5 nm. Na podstawie analizy widma mas jonów wtórnych można z jednej strony

określić skład chemiczny rozpylanych materiałów, z drugiej zaś - na podstawie zmian składu i natężenia wiązek jonowych - można badać wiele procesów fizycznych takich jak: adsorpcja i desorpcja gazów resztkowych, zjawisko dyfuzji, czy wreszcie efekt rozpylania jonowego. Dzięki dużej czułości metoda spektrometrii mas jonów wtórnych jest w ostatnim dziesięcioleciu coraz częściej stosowana w badaniach poimplantacyjnych, w metalurgii oraz przy produkcji elementów półprzewodnikowych /32, 33/.

Technika SIMS jest często wykorzystywana w badaniach utleniania i korozji metali. Analiza wybijanych tlenków metali pozwala między innymi na określenie szybkości i głębokości utleniania oraz dyfuzji tlenu w warstwach przypowierzchniowych podczas różnych procesów technologicznych.

Spektrometry mas jonów wtórnych są doskonałym narzędziem do badania czystości materiałów. Jednakże badania tego typu powinny być prowadzone w bardzo wysokiej próżni / 10^{-10} Tr/.

O własnościach fizycznych wielu materiałów często decyduje rodzaj domieszek oraz głębokościowy rozkład ich koncentracji. Metodą spektrometrii mas jonów wtórnych można określić sposób rozmieszczenia domieszek w głębszych warstwach, wykorzystując zjawisko rozpylania powierzchni badanej próbki wiązką jonów pierwotnych o odpowiednio dobranych parametrach /rodzaj jonów, energia oraz gęstość prądu wiązki jonów pierwotnych/. Badania tego typu pozwalają przewidzieć niektóre własności fizyczne warstw domieszkowanych. Przykładem mogą tu być badania głębokościowych rozkładów domieszek implantowanych do półprzewodników /bor, arsen, tlen/ zmieniających własności elektryczne, lub domieszek implantowanych do metali /bor, węgiel, azot, tytan/ zmieniających własności mechaniczne.

Metoda spektrometrii mas jonów wtórnych pozwala nie tylko określić skład chemiczny badanych materiałów, lecz także, na podstawie charakterystycznego widma mas, możliwe jest określenie struktury chemicznej związków występujących na powierzchni ciał stałych.

5. Piśmiennictwo

1. NIEFIEDOW W.I., Czerepin W.T., Fizyčeskije metody issledowanija powierchnosti twiordych tieł. Izd. "Nauka" Moskwa 1983.
2. JURELA Z., Rad. Eff., 15, 2, /1973/.
3. WITTMACK K., Surf. Sci., 53, 626, /1975/.
4. FOGEL J.M., Słabospickij R.P., Karnachow J.M., Żurnał Techn. Fiz., 30, 824, /1960/.
5. HAI-LI WANG, Kaiser U., Ganschow O., Widmann L., Benninghoven A., Surf. Sci., 51, 124, /1983/.
6. KLÖPPEL K.D., Jegers E., von Bünau G., Int. J. Mass Spectrom. Ion Phys. 49, 11, /1983/.
7. REUTER W., Yu M.L., Frisch M.A., Small M.B., J. Appl. Phys. 5, 12, /1980/.
8. BENNINGHOVEN A., Plog C., Treitz N., Int. J. Mass Spectrom. Ion Phys. 13, 415, /1974/.
9. SCHROEBER J.M., Rhodin T.N., Bradley R.C., Surf. Sci., 34, 571, /1973/.
10. JURELA Z., Int. J. Mass Spectrom. Ion. Phys. 18, 701, /1975/.
11. ROUBEROL J.M., J. Rad. Chem. 12, 1, /1972/.
12. SCHUBERT R., Rev. Sci. Instr., 44, 4, /1973/.
13. WASILEW M.A., Prib. Tiechn. Eksp., 3, 173, /1977/.
14. DÜSTERHÖFT H., Ihlenfeld A., Phas. Stat. Sol. A, 39, 2, /1977/.
15. RUDAT M.A., Morrison G.H., Surf. Sci. 82, 549, /1979/.
16. EICHINGEN P., Ryssel H., SIMS w: Ion implantation techniques /H. Ryssel, H. Glawisching - red./. Springer-Verlag Berlin, Heidelberg, New York 1982, str. 275 - 285.
17. HURLEY R.E., J. Phys. E: Sci. Instr. 5, 1025-1036, /1972/.
18. BEGEMANN S.H.A., Eilander J.J., J. Phys. E: Sci. Instr. 4, 660 - 670, /1971/.
19. CASTAING R., Slodzian G., Proc. I-st Int. Conf. Electron and ion beam science and technology /New York, Wiley/. 780-798, /1965/.
20. ROUBERAL J.M., Guerne J., Deschamps P., Dagnot J.P., Guyon J.M., Proc. 5-th Conf. X - ray optics microanalysis /Tubin-

- gen; Springer/, 311 - 318, /1969/.
21. LEIBL H., J. Appl. Phys. 38, 5277-5283, /1967/.
 22. BENTZ B.L., Liebl H., w: Secondary mass spectroscopy SIMS III. /red.- A.Benninghoven i inni/, Springer-Verlag Berlin 1982, str. 30.
 23. WITTMACK K., Proc. 7-th Int. Vac. Congr. and 3-rd Conf. Solid Surf. /red.- R. Dobrozemsky i inni/, Vienna 1977, str. 2573.
 24. SUURMEIJER E.P.Th.M., Boers A.L., J. Phys. E: Sci. Instr. 4, 663 - 670, /1971/.
 25. MC CRACKEN G.M., Freeman N.J., J. Phys. B: Atomic Molec. Phys. 2, 661, /1969/.
 26. CARINS J.A., Desborough C.L., Hollowag D.F., Nucl. Instr. Meth. 88, 239, /1979/.
 27. CAMECA Co. Ion Microanalyser IMS 3f., Technical brochure, Courbevoie 1980.
 28. GŁUSIEC L., Sielanko J., Sowa M., Zinkiewicz J.M., Gładyszewski L., "Analiza domieszek w ciałach stałych metodą wtórnej emisji jonowej przy użyciu spektrometru MI-1201", w: Materiałach 120 Konwers. Spektrom. Atomowej Emisyjnej, Absorpcyjnej i Spektrometrii Mas, Lublin 1983, str.30 - 33.
 29. SIELANKO J., Sowa M., Szyszko W., Zinkiewicz J., Gładyszewski L., Głusiec L., "The SIMS arrangement based on MI-1201 mass spectrometer", Annales UMCS Lublin, S.AAA, 38, 105 - 114, /1983/.
 30. GŁADYSZEWSKI L., Głusiec L., Sielanko J., Sowa M., Szyszko W., Zinkiewicz J.M., "Spektrometr mas jonów wtórnych", Mat. XXVIII Zjazdu Fizyków Polskich, Gdańsk 1984, str.67.
 31. MING L.Ju., Appl. Phys. Lett. 30, 654, /1977/.
 32. HURRLE A., Sixt G., Appl. Phys. 8, 293, /1975/.
 33. WILLIAMS P., Evans C.A., Appl. Phys. Lett. 30, 559, /1977/.