

Thermische Desorptie Spectroscopie,

metingen aan TiC en de
opbouw van een nieuw
apparaat

Léon Seijbel
juni 1990

Hoogleraar: Prof. Dr. Ir. A. van den Beukel
Begeleider: Dr. Barend J. Thijsse

Technische Universiteit Delft
Faculteit der Scheikundige Technologie en der
Materiaalkunde
Vakgroep Fysische en Chemische Materiaalkunde
Sectie Metaalfysica

Voorwoord

Toen ik ruim anderhalf jaar geleden begon met afstuderen was de verwachting dat ik in dit verslag de eerste combinatie van IBAD en TDS metingen zou beschrijven. Dat het anders kan lopen bewijst dit verslag. In dit verslag staat een beschrijving van dit apparaat, maar metingen kunnen voorlopig nog niet gedaan worden. In plaats daarvan heb ik TDS-metingen gedaan aan TiC zowel op een opstelling binnen de groep FCM1 als op het IRI. De mensen die dit voor mij allemaal mogelijk maakten zijn prof. van den Beukel, Barend Thijsse, Wilbert Hoondert, Tom Huijgen, dr van Veen en Kees Westerduin. Hen ben ik dan ook dank verschuldigd. Verder dank ik de overige leden en oud-leden van de sectie FCM-1 voor de hulp en de gezelligheid gedurende mijn afstudeerperiode.

- ① { * algemeen: hoe bruikbaar is TDS in minder mooie systemen met distrocties (niet TiC?), korrelgrenzen, verschillende vakatures, enz., als je al zo moeilijk specifiek kunt zijn over een systeem met een hoge concentratie van één soort vakatures? Bv. p.32: altijd slechts één grote piek.
- ② { * p.33 : hoe weet je dat de pieken in He- en Ne-spektra van dezelfde roosterfonten komen? Kun je bedenken waarom de "energie-verschuiving" gevonden wordt? Is het mogelijk dat de schade-piek zodanig verschuift, dat je 'm bij He niet ziet?
- ③ { * p.33 : "getrapd" i.p.v. "vrijgekomen"
- ③ { p.37 : totale fractie vrijgekomen $\approx 35\%$. Is het mogelijk dat traps bestaan, die zo diep zijn, dat de ionen bij $T=1700$ K nog niet ontsnappen (E uit (7.5) ≈ 3.2 eV)
- ④ { * p.38/fig.9.12 : je zegt: $\dot{V}_0 = 3 \cdot 10^{14} \text{ s}^{-1}$; hoe nauwkeurig is dat, niet zijn dubieuze richte? factor 25 fout ken?
* p.19 : wat bedoel je precies met in situ (1e regel)?
* p.26 : "Geslacht van" Is dat zonder die botsingen niet zo?
wat is "oppervlak"? Hetzelfde als bij latere verklaring 0 en V piek?
oktaeder en tetraeder vollen?
- ⑤ -> * p.34 : C-vakatures zijn toch zo stabiel?
* p.35 : hoe is te zien dat dit mogelijk is?
* p.36 : was het niet mogelijk de pieken te filteren?
* p.37 : is een spectrum van E_{kin} voor schade mogelijk?
* p.45 : "Aangebond"?

Inhoud

Voorwoord.....	2
Inhoud.....	3
1 Inleiding.....	5
<u>Deel 1 De IBAD-opstelling</u>	
2 De combinatie IBAD en TDS.....	7
3 UHV-Ketel en apparatuur.....	9
3.1 Inleiding.....	9
3.2 Pompen.....	10
3.3 Sorptie-effecten.....	12
3.4 Loadlock.....	13
3.5 Gastoevoersysteem.....	14
3.6 Beveiligingen.....	15
4 IBAD-opstelling.....	16
4.1 Inleiding.....	16
4.2 Opdampbron en laagdiktemeter.....	16
4.3 Ionenbron.....	18
5 TDS-gedeelte voor de IBAD-opstelling.....	19
5.1 Inleiding.....	19
5.2 Preparaathouder.....	19
5.3 Warmtebron.....	21
5.4 Quadrapool massa spectrometer.....	22
6 Huidige stand van zaken.....	24

Deel 2 TDS-metingen

7	Theorie.....	25
7.1	Structuur van TiC.....	25
7.2	Schade in het preparaat.....	26
7.3	Desorptie.....	27
8	TDS-opstelling.....	30
9	Metingen aan TiC.....	32
9.1	Inleiding.....	32
9.2	Kenmerken van lage energie He- en Ne-spectra.....	33
9.3	Energieafhankelijkheid van de Ne-spectra.....	35
9.4	Opwarmingsnelheidsvariatie.....	38
9.5	Invloed van schade op het spectrum.....	39
9.6	Bepaling desorptieprocessen.....	41
10	Conclusies.....	43
	Literatuur.....	44
	Samenvatting.....	45
	Summary.....	46
	Appendix.....	47

1 Inleiding

In het recente verleden had de sectie FCM1 een opstelling voor Thermische (Helium) Desorptie Spectroscopie-metingen aan kristallen. Aan onder andere Mo^1 , TiN^2 en TiC^3 zijn THDS-metingen gedaan. TDS-metingen geven inzicht in de imperfecties aanwezig in kristallen, zoals vacatures en dislocaties. Verdere uitleg over TDS is te vinden in deel 2 van deze scriptie en in Buters¹.

In 1987 is besloten om met een nieuwe opstelling te gaan werken waarin niet alleen TDS-metingen gedaan kunnen worden, maar waarin ook dunne lagen gemaakt kunnen worden. In deel 1 van dit verslag zal een beschrijving gegeven worden van (de werking van) het nieuwe apparaat en zal de keuze voor verschillende onderdelen verklaard worden. Als eerste zal de ketel met het vacuum beschreven worden. Daarna zullen de verschillende onderdelen voor het opdampen van lagen behandeld worden, waarna tot slot van het eerste deel een beschrijving van het TDS-gedeelte in de nieuwe ketel gegeven wordt. Omdat enkele onderdelen van de ketel nog niet gereed zijn, kan de definitieve versie van de opstelling in geringe mate afwijken van de hier beschreven opstelling.

In de oude opstelling werden kant en klare preparaten bevestigd. In de nieuwe opstelling blijft dit mogelijk, maar kunnen ook lagen worden opgedampt. Het aantal mogelijkheden met de nieuwe opstelling is derhalve groot. Lagen kunnen worden opgedampt waarna ionen ingeschoten worden. Lagen kunnen worden opgedampt met gelijktijdig inschieten van ionen, deze methode wordt in de literatuur ion beam assisted deposition (IBAD) genoemd. Deze techniek is de belangrijkste techniek die in de ketel gebruikt gaat worden. Tot slot is er natuurlijk ook de combinatie van de vorige twee opties. Allereerst wordt er een laag gemaakt onder gelijktijdig ionenbombardement (meestal Ar-ionen), die daarna met een tweede ion (vaak He-ionen) wordt beschoten. Hierna volgt TDS.

Vele van de factoren die uiteindelijk van belang zijn voor de vorm van de spectra kunnen gevarieerd worden. Van belang zijnde factoren zijn onder andere de opdampsnelheid, de ionenstroom en de ion-energie (variërend van 0.1 - 3 keV). Deze laatste twee factoren zijn belangrijk voor de mate waarin sputtereffecten in de laag belangrijk zijn.

In deel 2 van dit verslag worden TDS-metingen aan TiC beschreven. Deze metingen zijn zowel op de oude opstelling bij FCM1 gedaan als op één van de opstellingen in de groep reactorfysica van het Interfacultair Reactor Instituut (IRI).

Het TiC waaraan gemeten is, is een door Otani e.a.⁴ gemaakt eenkristal. De samenstelling van het kristal is TiC_x met $x=0.924\pm0.005$. TiC heeft een NaCl-structuur, dit houdt in dat bij gelijke hoeveelheden Ti en C in het kristal de atomen om en om zitten in een simpel kubisch rooster. Omdat er te weinig C in het kristal aanwezig is, zullen veel C-plaatsen onbezet zijn. De invloed hiervan op het spectrum zal in de rest van dit verslag behandeld worden.

Achtereenvolgens worden de volgende aspecten van het TiC behandeld: schade in het TiC gemaakt door het inschieten van hoge energie ionen, de vorm van de desorptiepiek, de variatie van de opwarmingsnelheid en de invloed van een ander soort ion op het spectrum.

2 De combinatie van IBAD en TDS

In het eerste deel van de scriptie (hoofdstuk 2-6) zal de nieuwe opstelling binnen de sectie FCM1 behandeld worden. Het doel van deze opstelling is het doen van thermische desorptie experimenten aan lagen, opgedampt in dezelfde ketel.

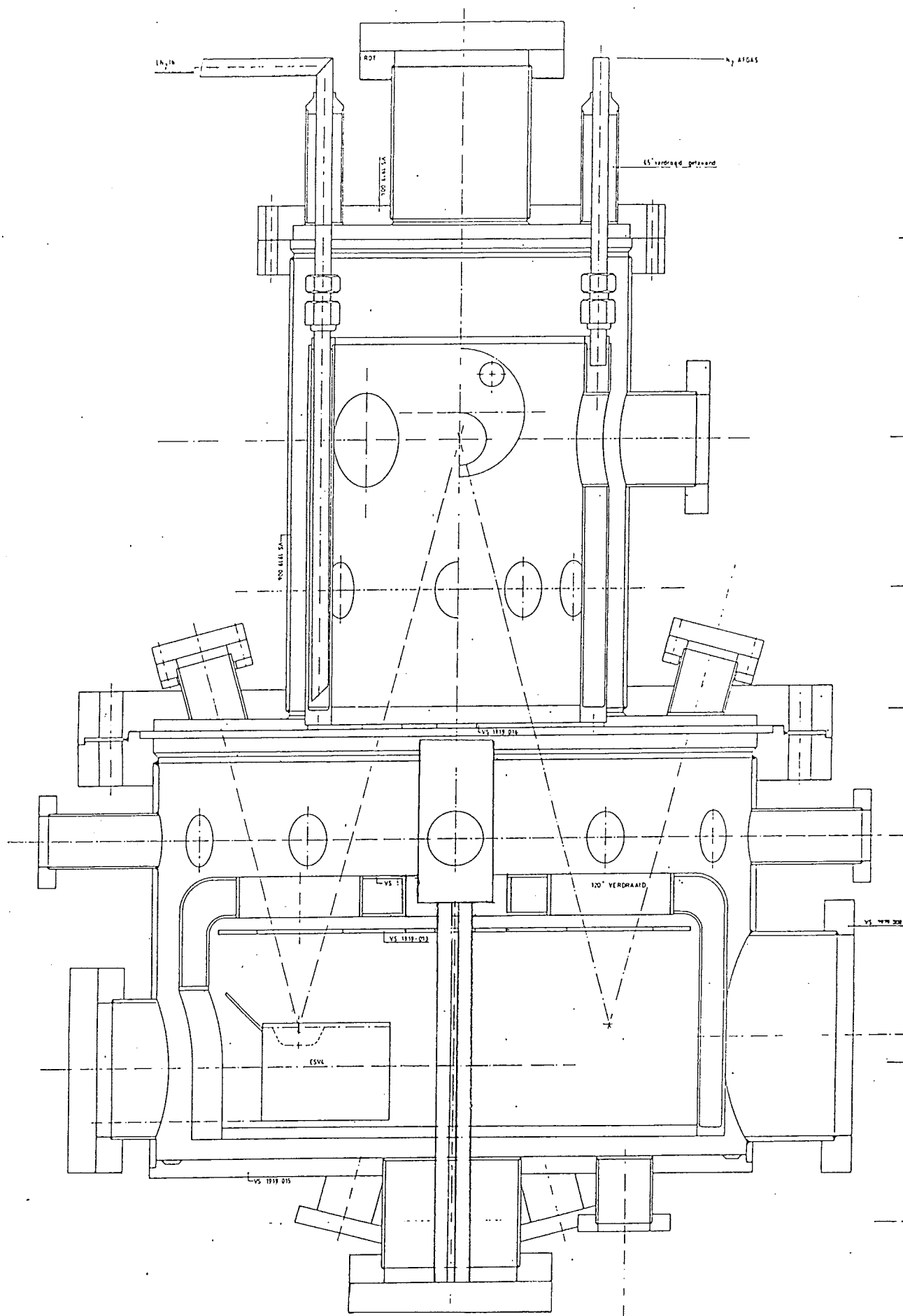
Om een TDS-experiment te kunnen doen aan lagen waarbij ionen diep in de laag zitten moet de energie van de ionen relatief hoog zijn. Gevolg hiervan is dat er gelijktijdig meer schade aan het preparaat wordt toegebracht. Een andere methode om ionen dieper in een laag te krijgen is het inschieten van ionen tijdens het maken van de lagen. Door afwisselend ionen in te schieten en een laagje op te dampen zitten de ionen over de gehele diepte verspreid. Bij het ontwerp van de ketel is gekozen voor ion beam assisted deposition (IBAD) in de combinatie met thermische desorptie spectroscopie (TDS). In dit deel van deze scriptie zullen de onderdelen van deze opstelling behandeld worden. Gekozen is er voor het IBAD-systeem vanwege de grote voordelen die deze techniek * Alternatieven? met zich meebrengt, zeker in combinatie met de TDS-experimenten. Zo worden er tijdens het IBAD-proces continu over de gehele diepte edelgasionen in de laag gedeponeerd. Een tweede gevolg van het IBAD-proces is dat door middel van het goed kiezen van de parameters de eigenschappen van de lagen kunnen verbeteren.

Als een laag wordt opgedampt op een substraat met een te lage temperatuur, ontstaat er in het algemeen een laag van slechte kwaliteit. De laag zal veel holtes bevatten en een kolomachtige structuur hebben. Als daarentegen een laag wordt opgedampt op een te warm substraat, zal er in het algemeen te veel menging tussen de opgedampte atomen en de substraatatomen optreden. Een methode om deze menging tegen te gaan is aan de opgedampte atomen plaatselijk energie toe te voeren. Dit kan door tijdens het opdampen laagenergetische ionen (100-1000 eV) in te schieten. Doordat de verhouding ionen/atomen tussen de 0.01 en de 1 ligt zal de energie per opgedampt atoom theoretisch gezien tussen de 1 en 1000 eV liggen.

Gevolg van het meegeven van energie aan de atomen is dat deze atomen kunnen bewegen over het oppervlak en daardoor in gunstigere posities komen. Hierdoor is het mogelijk de structuur, de dichtheid en de adhesie van de laag aan het substraat van de laag te beïnvloeden. Hiermee

verband houdende eigenschappen als de soortelijke weerstand, hardheid en optische eigenschappen zullen ook veranderen⁵. In de praktijk blijkt dat de energie per opgedampt atoom in een smaller gebied ligt, namelijk in het gebied tussen 20 en 100 eV. *het komt dat?*

De bij het IBAD-proces gebruikte onderdelen zijn een zogeheten broad beam ion source ofwel Kaufman ionenbron en een electronenstraal verdamper. Het grote voordeel dat de Kaufmanbron biedt is het over een groot oppervlak constant zijn van de ionenstroom. Deze ionenstroom is groter dan die geleverd in de oude opstelling. Daarnaast zijn met deze bron de ionenstroom en ion-energie vrijwel onafhankelijk te regelen. Ook de opdampsnelheid is met de electronenstraalverdamer goed te regelen. Bovengenoemde apparaten hebben het voordeel dat ze werken onder lage druk. Deze lage druk is nodig om de TDS-experimenten uit te kunnen voeren. In de volgende hoofdstukken zullen al deze onderdelen behandeld worden.



figuur 3.1: Bouwtekening van de IBAD-ketel

3 UHV-Ketel en apparatuur

3.1 Inleiding

In dit hoofdstuk zal besproken worden hoe de ketel, waarin de experimenten plaatsvinden, eruit ziet en hoe de druk in de ketel verlaagd kan worden en ook laag kan blijven na verschillende experimenten. In figuur 3.1 staat een bouwtekening van de ketel. Omdat deze tekening moeilijk te lezen is staat in figuur 3.2 schematisch de lege ketel weergegeven met daar omheen vrijwel alle zaken die te maken hebben met de druk in de ketel. Alleen de later in dit hoofdstuk te bespreken koelschermen staan in deze figuur niet weergegeven.

Het basisidee voor deze opstelling is een ketel die bestaat uit twee secties, een "schone" sectie bovenin en een "vieze" sectie onderin. In het bovenste gedeelte zit het substraat waarop de laagjes worden opgedampt. Onderin de ketel zit de opdampunit. De gehele ondersectie wordt derhalve door de dampstroom bevuild.

Om het onderste gedeelte te scheiden van het bovendeel zit er tussen deze twee delen een koperen plaat met gaten waar alleen op het preparaat gerichte dampstromen doorheen kunnen gaan, maar die voor verdere deeltjes enigszins een obstakel vormt. Het bovenste gedeelte is derhalve goed voor de desorptiemetingen, die in een zo schoon mogelijke omgeving (lage druk) dienen plaats te vinden. De druk die op zijn hoogst toelaatbaar is voor goede TDS-experimenten ligt tussen 10^{-9} en 10^{-10} mbar.

Aan de ketel zijn flenzen gelast waaraan randapparatuur bevestigd wordt. Zo worden aan de bovenkant en aan de zijkant van het onderste gedeelte turbopompen geplaatst, is onderaan de aansluiting van de ionenbron en staat ook onderin de opdampunit.

In dit hoofdstuk zal besproken worden hoe het vacuum in de ketel bereikt en behouden kan worden. Zo zullen ondermeer de verschillende typen pomp besproken worden.

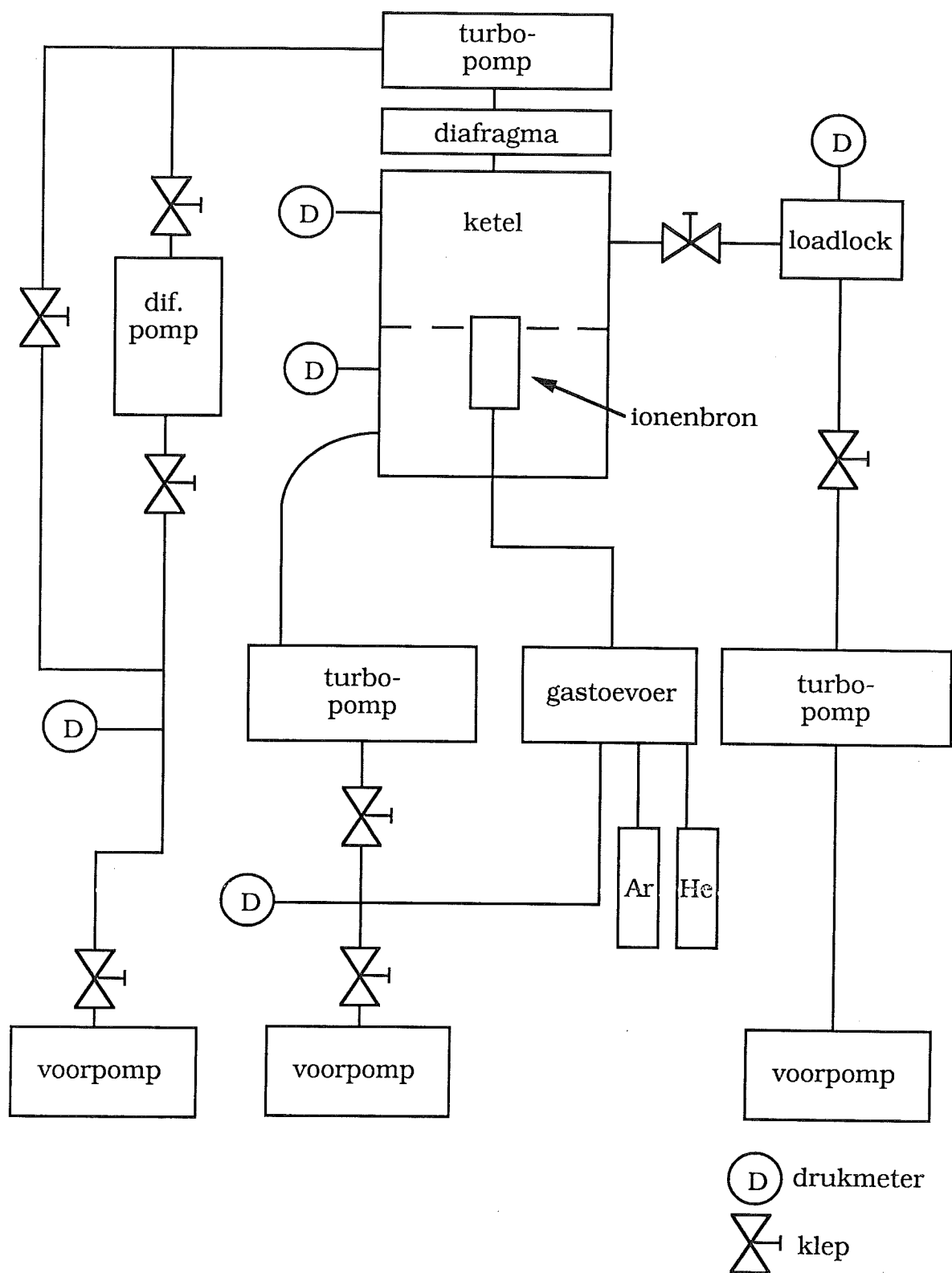


fig. 3.2 schematische opstelling van de ketel met pompaansluitingen

3.2 Pompen

3.2.1 Inleiding

Het onderscheiden van twee gedeeltes in de ketel heeft alleen zin als er ook van twee kanten af aan de ketel gepompt wordt. Om deze reden staat zowel aan de boven als aan de onderkant van de ketel een turbopomp met daarvoor een voerpomp te pompen. Tussen de ketel en de bovenste turbopomp is een diafragma geplaatst. Dit diafragma zorgt er voor dat tijdens het desorptie-experiment de pompsnelheid te regelen is.

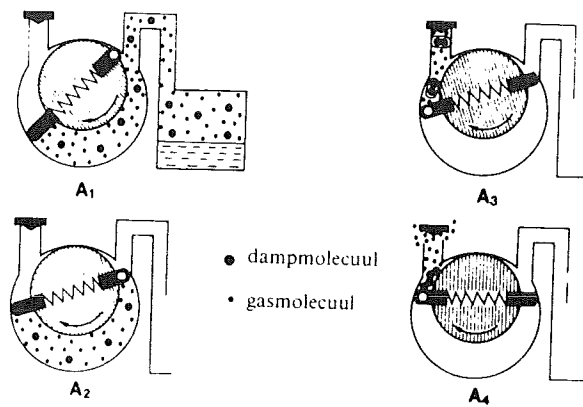
Omdat er bij het desorptie-experiment ook lichte atomen zoals helium gebruikt worden en een turbopomp een beperkte pompcapaciteit voor lichte elementen heeft, is er aan de bovenkant van de ketel een ander soort pomp tussen de turbo- en de voerpomp geplaatst. Deze pomp is van het type diffusiepomp.

3.2.2 Voerpomp

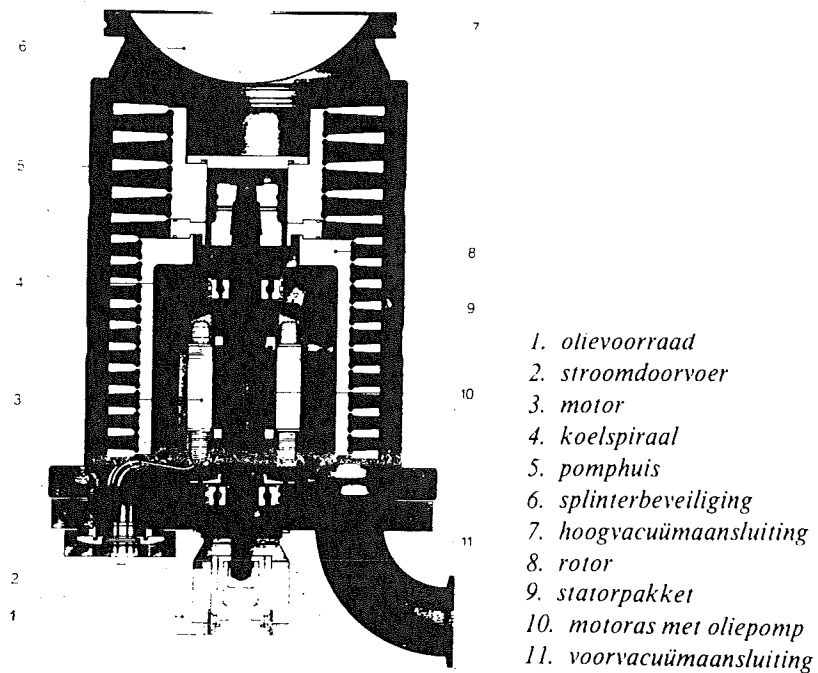
In figuur 3.3 is een afbeelding gemaakt van de werking van een voerpomp. Deze pomp is van het type draaischijfpomp. In de figuur wordt de werking van deze pomp in 4 stappen uitgelegd. In de eerste stap wordt het gas uit de leiding, die naar de vervolgpomp loopt, aangezogen. In de tweede stap is te zien hoe dit volume afgesloten wordt van de leiding, waarna het vervolgens in de derde stap gecomprimeerd wordt. Na deze compressiestap is de druk in het volume zo groot dat een klep opengaat en het gas uit de pomp stroomt.

Van dit type pomp zijn verschillende uitvoeringen. Bij sommige uitvoeringen is er een speciale ballastklep waardoor extra lucht wordt ingelaten. Deze extra lucht wordt ingelaten om er voor te zorgen dat bijvoorbeeld waterdamp niet condenseert, doordat de partiële druk van het water omlaag gaat. Deze waterdamp kan dan in de olie komen waardoor de olie niet meer optimaal zijn werk kan doen. Het grote nadeel van deze ballastlucht is dat de pompcapaciteit achteruitgaat.

olie?



figuur 3.3: Pompcyclus van een draaischuifpomp
 A₁ aanzuigen gas, A₂ afsluiten pompruimte
 A₃ compressie, A₄ opening uitlaatklep



figuur 3.4: Doorsnede turbopomp

3.2.3 Turbopomp

In figuur 3.4 staat een afbeelding van één type turbopomp. De deeltjes in het vacuüm worden door verschillende ronddraaiende bladen (rotorschijven) tegen onder een hoek stilstaande bladen (statorschijven) aangeslagen. Op dat moment zijn er voor de deeltjes twee mogelijkheden. De eerste is dat de rotor na een min of meer elastische botsing impuls overdraagt aan de deeltjes. De tweede meer waarschijnlijke mogelijkheid is dat de deeltjes aan de schijf blijven plakken en na verloop van tijd weer loskomen van deze schijf. In beide gevallen hebben de deeltjes van de rotor een snelheidscomponent meegekregen in de richting naar het voorvacuüm.

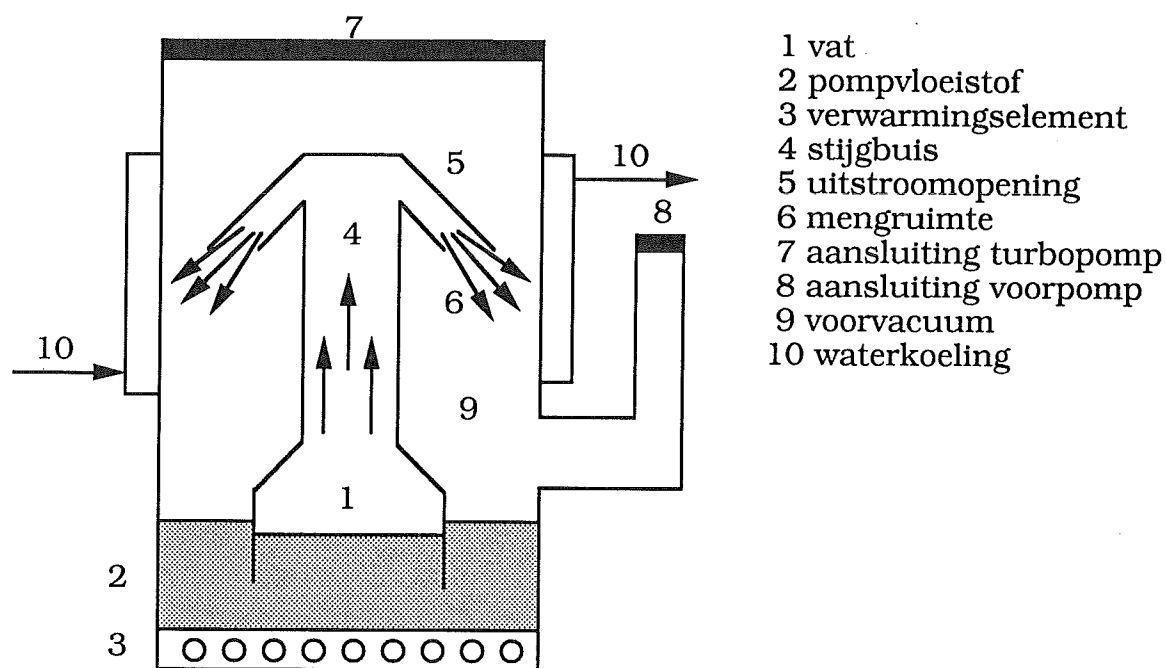
Doordat diffusie van de deeltjes de uiteindelijke einddruk bepaalt en lichte deeltjes gemakkelijker terugdiffunderen naar het vacuüm, zal het restgas in het vacuüm vooral bestaan uit H_2 en He. Dit komt doordat in de turbopomp de olie min of meer gekraakt wordt waarbij H_2 gevormd wordt en bij het TDS-experiment He gebruikt wordt.

Van de drie gebruikte turbopompen heeft de pomp bovenop de ketel de grootste pompsnelheid namelijk 300 l/s. De turbopomp onderaan de ketel kan een pompsnelheid van 220 l/s bereiken, terwijl de turbopomp aan de loadlock de laagste pompsnelheid heeft, namelijk 50 l/s. Deze wordt alleen gebruikt om het vrij kleine volume van de loadlock af te pompen. De loadlock wordt in paragraaf 3.4 beschreven.

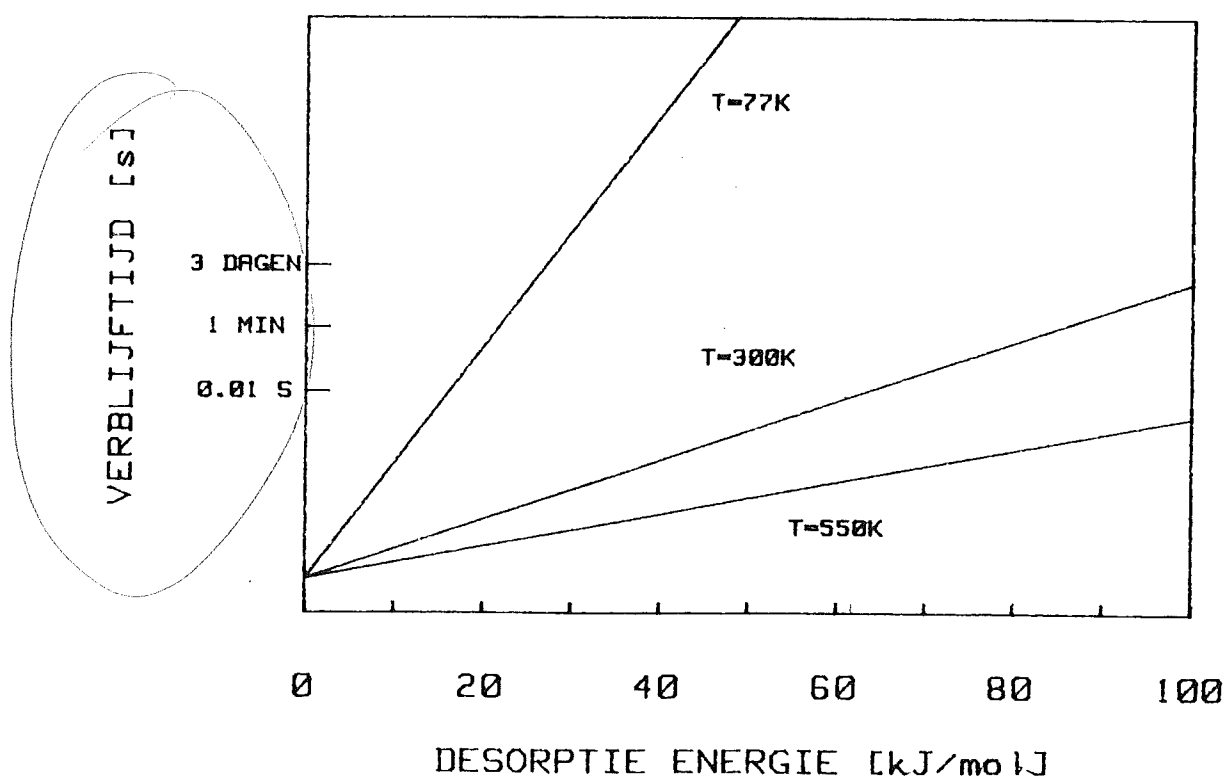
3.2.4 Diffusiepomp

Omdat door de turbopomp lichte deeltjes weer terug kunnen diffunderen naar het vacuüm, is tussen de turbo- en de voorpomp een ander type pomp geplaatst die juist lichte deeltjes goed verpompt.

Zo'n pomp is de diffusiepomp. In figuur 3.5 staat schematisch de werking van dit type pomp weergegeven. De werking berust op het principe dat lichte deeltjes gemakkelijk worden meegevoerd door een stroom zware deeltjes. Een hoeveelheid zware materie, olie of kwik, wordt in een vat door een verwarmingselement verhit. In de hier beschreven pomp is dit olie. De oliedamp die ontstaat zal door een stijgbuis omhoog gaan, waarna het door een nauwe opening expandeert.



figuur 3.5 diffusiepompe



figuur 3.6: Verblijftijd aan een oppervlak als functie van de bindingsenergie van de deeltjes aan het oppervlak voor drie temperaturen: uitstoottemperatuur (550 K), kamertemperatuur (300 K) en vloeibare stikstof temperatuur (77 K)

De damp heeft op dat moment een hoge snelheid en zal mengen met de deeltjes uit het vacuum. Door koeling zal de damp condenseren en zal terugstromen naar het onderste gedeelte van het vat, de deeltjes uit het vacuum meenemend. Hierbij komt nog dat de deeltjes moeilijk door het dichte oliescherm terug kunnen diffunderen.

De diffusiepomp kan bestaan uit meerdere trappen zoals hierboven beschreven. Er zijn dan meerdere concentrische stijgbuizen die ieder op een bepaalde hoogte een uitstroomopening hebben. De maximale pompsnelheid van één trap wordt volgens Suurmeijer e.a.⁶ gegeven door

$$S_{\max} = \frac{F \langle c \rangle}{4}, \quad (3.1)$$

waarin F het oppervlak is tussen de uitstroomopening en de koelwand en $\langle c \rangle$ de gemiddelde snelheid van de deeltjes is. Omdat lichte deeltjes een grotere gemiddelde snelheid hebben, volgt hieruit dat de pompsnelheid van de diffusiepomp voor lichte deeltjes groter is.

Omdat de diffusiepomp in tegenstelling tot de andere pompen alleen tijdens het experimenteren aanstaat, is er om deze pomp een bypass aangelegd.

e.a. 

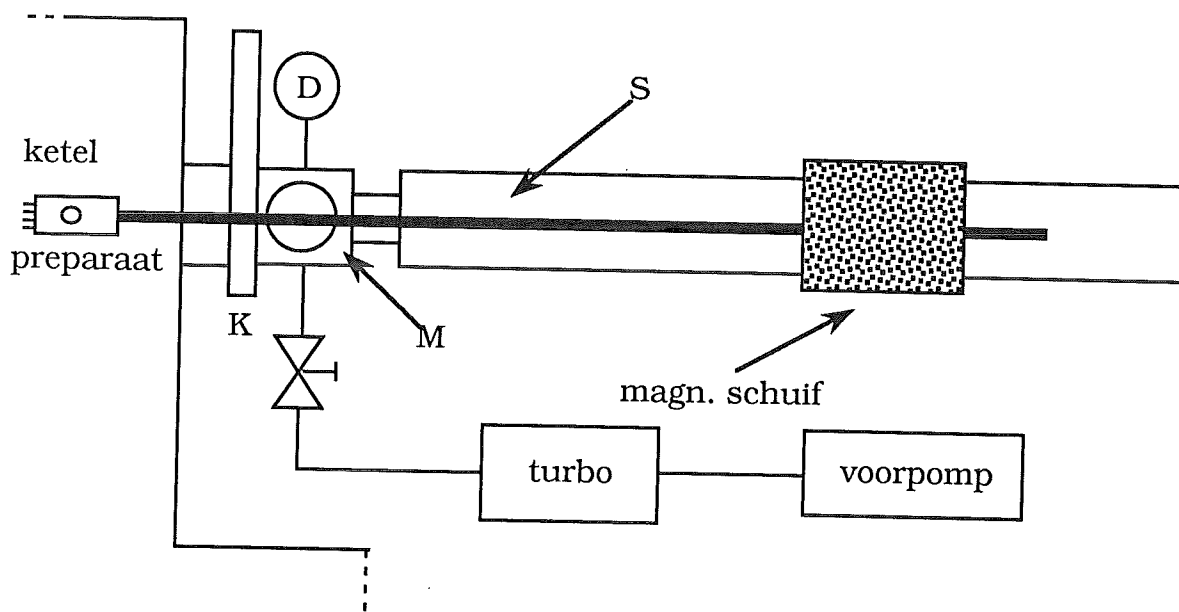
3.3 Sorptie-effecten

Om de druk in de ketel tijdens de experimenten te verbeteren zijn er in de ketel twee door vloeibare stikstof gekoelde schermen en één watergekoeld scherm geplaatst. Deze schermen zijn niet in figuur 3.2 getekend.

In het vacuum zullen deeltjes liever adsorberen op een relatief kouder oppervlak dan op een warm oppervlak. Voor de gemiddelde tijd τ voordat een geadsorbeerd deeltje van het oppervlak desorbeert, geldt de relatie

$$\tau = \tau_0 \exp\left(\frac{E}{RT}\right), \quad (3.2)$$

met R de gasconstante, T de temperatuur van het oppervlak en E de desorptie-energie. Deze desorptie-energie is afhankelijk van zowel adsorbaat als adsorbens en kan variëren van een paar honderdste tot enkele eV's. De constante τ_0 kan geassocieerd worden met de trillingsfrequentie van het geadsorbeerde deeltje loodrecht op het oppervlak en varieert van 10^{-12} - 10^{-14} s. In figuur 3.6 is voor verschillende



figuur 3.7 Loadlockmechanisme

temperaturen de gemiddelde verblijftijd uitgezet tegen de desorptie-energie. Voor τ_0 is 10^{-13} seconden gekozen, overeenkomend met de Debye-frequentie.

Bij lage energie is er sprake van fysisorptie. De deeltjes zijn niet sterk aan het oppervlak gebonden. De kracht die het deeltje aan het oppervlak houdt is de Vanderwaalskracht. De andere manier van adsorptie aan een oppervlak heet chemisorptie. Tussen de deeltjes en het oppervlak is een chemische binding. Van dit laatste geval is sprake bij veel koolstof- en waterstofverbindingen. De verblijftijden van deze verbindingen op metaal ten gevolge van chemisorptie zijn derhalve enkele factoren 10 hoger. De werking van de gekoelde schermen in het geval van chemisorptie is dan ook van meer belang.

Om echter deze lage drukken te bereiken moet de ketel eerst zo'n drie dagen worden uitgestookt op zo'n 550 K. De verblijftijd van de geadsorbeerde deeltjes aan de wanden is dan kort en de deeltjes kunnen derhalve gemakkelijk kunnen worden afgepompt. Op deze manier kunnen de extreem lage drukken van 10^{-9} - 10^{-10} mbar behaald worden.

Voor het uitstoken moet een speciale aanpassing komen. In de oude opstelling was dit een box gemaakt van asbesthoudend isolatiemateriaal, die rond de ketel werd geplaatst. De nieuwe opstelling heeft een isolerende bodem, gemaakt van een asbestvrij materiaal, waarop meest waarschijnlijk een warmte-isolerende tent komt te staan. Op dit moment is hierover nog geen beslissing genomen.

3.4 Loadlock

Bij het doen van experimenten moet af en toe het preparaat uit de ketel gehaald worden. Om steeds hernieuwde beluchting van de ketel te vermijden is aan de ketel een zogenaamde loadlock bevestigd. In figuur 3.7 is deze schematisch weergegeven. In plaats van de gehele ketel hoeft door deze voorziening slechts een klein gedeelte van de ketel belucht te worden. Beluchten van de hele opstelling betekent dat de ketel daarna ook weer drie dagen moet worden uitgestookt.

Aan de ketel is een manipuleerkamer (M) bevestigd die van de ketel gescheiden is door een hoogvacuumklep (K). In deze ruimte bevindt zich een staaf (S), die met behulp van een magneet bij openstaande klep door

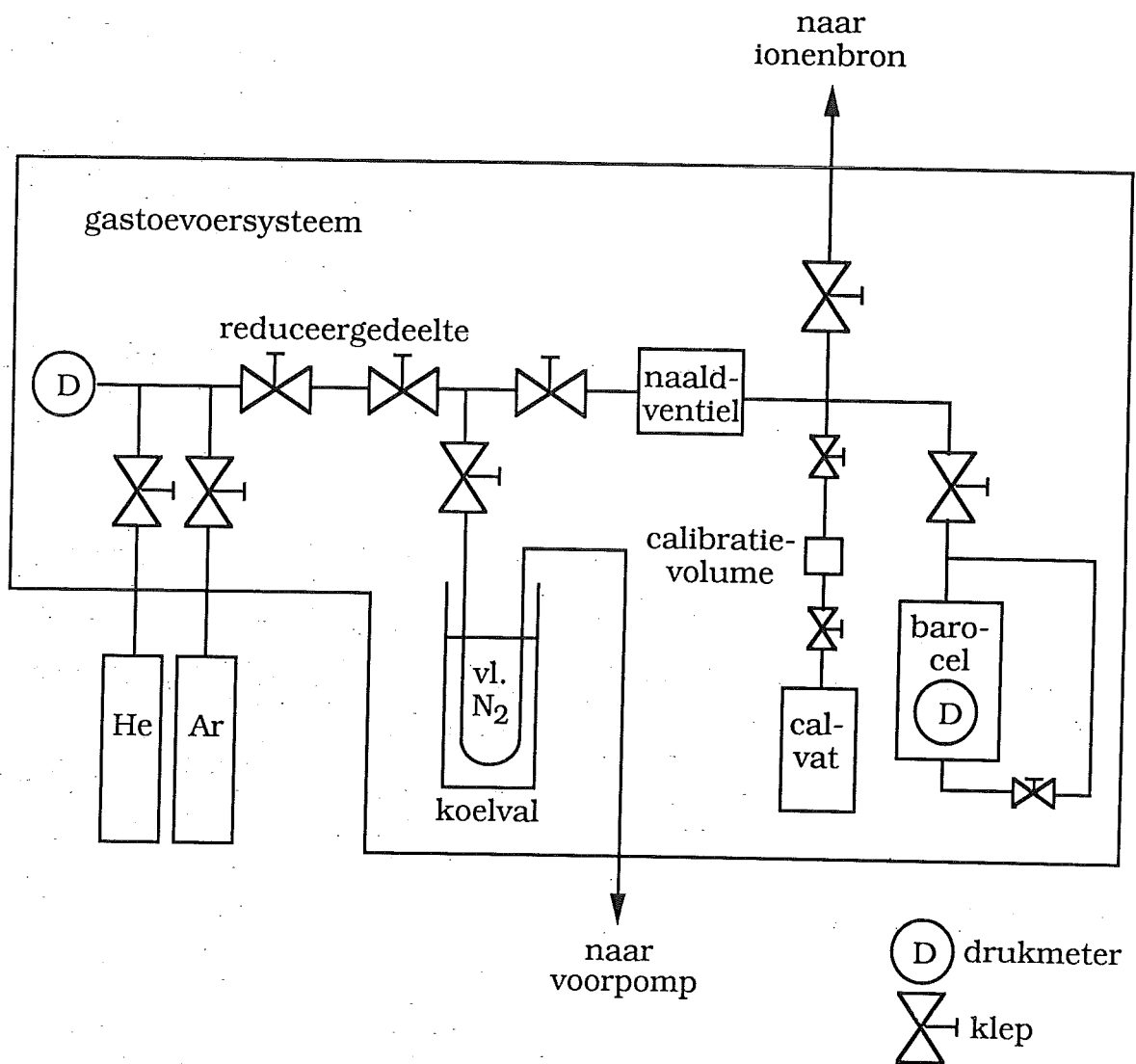


fig. 3.8 gastoevoersysteem

de klepopening in het vacuum gestoken kan worden. Door aan deze staaf een geschikte preparaathouder met ontkoppelmecanisme te maken, is het mogelijk een preparaat aan een ontvanger in de ketel te steken.

Het manipuleren met het preparaat gaat als volgt, uitgaande van een ketel waarin nog geen preparaat zit. Als de staaf in zijn geheel is teruggetrokken uit de ketel gaat de klep dicht. Na beluchten van ruimte M kan deze geopend worden. Het preparaat aan de staaf wordt vervangen, waarna M weer gesloten wordt. Hierna wordt ruimte M afgepompt tot een lage druk af te lezen op drukmeter D. Als de druk laag genoeg is, wordt de klep geopend en het preparaat door middel van het magnetisch schuifmecanisme de ketel ingebracht, waarna het door een ontvangende constructie in de ketel wordt overgenomen. Het preparaat wordt aan de ontvanger bevestigd met stekkers die ook voor de benodigde elektrische contacten zorgen. Aan de staaf zit het preparaat vast op een manier die toelaat dat het door draaien los komt. Na bevestiging aan de ontvanger wordt de staaf weer teruggetrokken en de klep weer dicht gedaan. Belangrijk is dat de klep niet te lang open blijft daar de ruimte M niet uitgestookt wordt en de druk in de ketel als gevolg van desorberende deeltjes te veel zal gaan oplopen.

3.5 Gastoevoersysteem

In figuur 3.8 is het gastoevoersysteem, dat in figuur 3.2 te zien is als een blokje, in detail getekend. Dit systeem heeft twee functies. De eerste is de druk in de gasflessen (enkele bars) in verschillende stappen te verlagen tot de voor de ionenbron gewenste druk, waarna met het naaldventiel de druk in de ionenbron wordt geregeld. Het gedeelte dat hiervoor zorgt staat links in de figuur. Hoeveel gas er voor de ionenbron nodig is wordt in paragraaf 4.3 betreffende de ionenbron behandeld. Overigens bleek na het eerste gebruik van de ionenbron dat een reduceergedeelte voor gasflessen met deze drukken niet nodig is. In de toekomst zal echter een ander type gasfles gebruikt worden. In dit type gasfles is de druk vele malen hoger zodat een reduceergedeelte dan wel noodzakelijk is.

De tweede functie van het gastoevoersysteem is het bepalen van de hoeveelheid gas die tijdens het TDS-experiment in de massaspectrometer

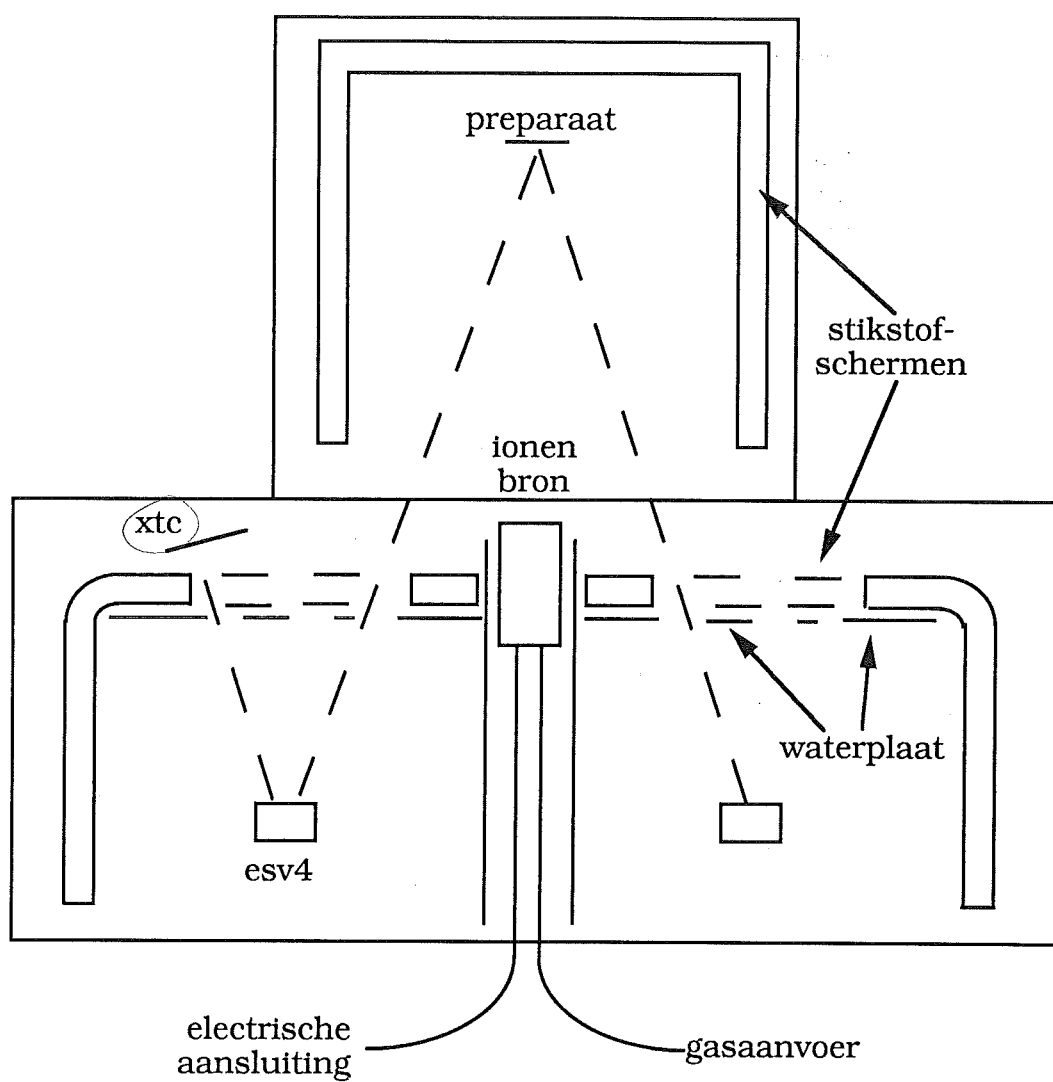
komt. Rechts in de figuur staan de delen die voor de tweede functie nodig zijn. Tijdens het TDS-experiment komt er gas uit het preparaat. Omdat de massaspectrometer niet de absolute hoeveelheid gedesorbeerd gas geeft, moet de massaspectrometer geijkt worden. De preciese werking van de massaspectrometer zal behandeld worden in hoofdstuk 5 over het TDS-experiment.

In de figuur is verder nog te zien dat de leidingen via een koelval door één van de voerpompen kunnen worden afgepompt. Deze koelval is tijdens het afpompen gevuld met vloeibare stikstof. Water blijft in dat gedeelte van de leidingen achter, waarna het na het sluiten van de klep boven de koelval niet in de gasleiding terug kan komen.

3.6 Beveiligingen

Belangrijk zijn ook de verschillende beveiligingen die aangebracht zijn op de ketel. Zo wordt de ketel op twee verschillende manieren beveiligd. Allereerst is er het feit dat verschillende apparaten waterkoeling hebben. Als de waterstroom uitvalt moeten deze apparaten op een gecontroleerde manier uitgaan. Zo zijn de diffusiepomp en één van de turbopompen watergekoeld. Als deze uitvallen moet de ketel op een gecontroleerde manier belucht worden. De luchtgekoelde turbopomp moet ook automatisch uitgaan en via het beluchtingsventiel van deze pomp stroomt er stikstof de ketel in. Tijdens het wegvallen van het water kan een schakelaar ervoor zorgen dat de spanning van een stekkerblok afgaat. Alle elektrische apparaten, die uit moeten gaan als gevolg van het uitvallen van de watertoevoer, worden op dit stekkerblok aangesloten.

Veel drukmeters kunnen niet functioneren bij te hoge druk. In de ketel kan de druk toenemen door een plotseling ontstaan lek in de ketel. Ook neemt na het uitvallen van het water de druk als gevolg van het beluchten toe. Op de ketel dienen derhalve beveiligingen te komen die de spanning over verschillende apparaten wegnemen bij te hoge druk. Verschillende drukmeters en kleppen zijn op deze manier beveiligd.



figuur 4.1 binnenkant ketel

4 IBAD-opstelling

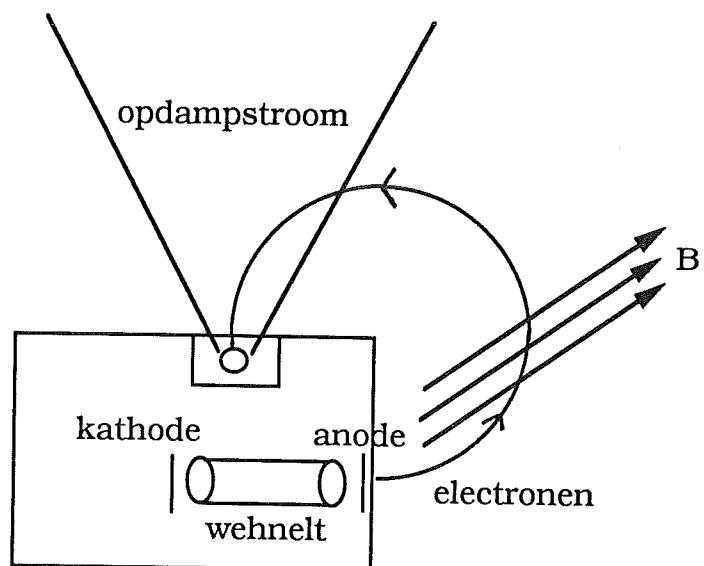
4.1 Inleiding

In dit hoofdstuk zal de apparatuur besproken worden die tijdens het opdampen gebruikt wordt. Zo zullen achtereenvolgens de opdamppbron, de laagdiktemeter en de ionenbron besproken worden. In figuur 4.1 staan al deze onderdelen schematisch weergegeven. Ook staan hierin afgebeeld de gekoelde schermen die in hoofdstuk 3 al zijn behandeld. Verder is ook de preparaathouder te zien. De kenmerken van deze houder worden besproken in het volgende hoofdstuk, waarin de TDS-experimenten behandeld worden.

4.2 Opdamppbron en laagdiktemeter

De opdamppbron is van het type electronenstraalverdamer. In figuur 4.2 staat de schematisch zo'n opdamppbron weergegeven. De werking van deze bron is als volgt. Tussen een hete katode en een anode worden electronen door een spanning van ongeveer 10 kV versneld. Tussen deze twee electroden is een zogenaamde Wehneltcilinder geplaatst. Deze cilinder heeft een naar binnen gericht electrisc h veld waardoor de electronen min of meer gefocusseerd worden. De gefocusseerde electronen gaan door een gat in de anode naar buiten waar ze komen in een magnetisch veld dat de electronen afbuigt. Na een bocht van 270° komen de electronen in de kroes waar het op te dampen materiaal in ligt. De electronen dragen hun energie over aan het materiaal waardoor het materiaal smelt.

De opdampsnelheid die met dit apparaat gehaald kan worden is afhankelijk van de afstand tussen het substraat en de opdamppbron. Deze *opdampsnelheid* wordt gemeten met een kwartskristal. Het principe van zo'n meter is eenvoudig. Het kristal in de meter trilt met een bepaalde eigenfrequentie. Als er op dit kristal een laag opgedampt materiaal aanwezig is zal deze eigenfrequentie veranderen. De verandering van deze frequentie in de tijd is een maat voor de massa die op het kristal is opgedampt. Omdat de dichtheid van het opgedampte materiaal en het oppervlak van het kristal bekend zijn kan hieruit de verandering van de dikte en dus de



figuur 4.2: Opdampbron

opdampsnelheid van de laag berekend worden. Overigens is de nauwkeurigheid in de dichtheid niet groot. Uit de verandering van de frequentie volgt nog niet direct de opdampsnelheid op het substraat maar die op het kwartskristal. De opdampsnelheid is een functie van de afstand tot de bron. Omdat het substraat op een andere hoogte hangt dan de laagdiktemeter, moet er voor de afstand gecorrigeerd worden. Als de opdampsnelheid v_1 op de laagdiktemeter bekend is, wordt de opdampsnelheid op het substraat gegeven door

$$v_s = \frac{R_1^2}{R_s^2} v_1. \quad (4.1)$$

In deze formule is v_s de werkelijke opdampsnelheid op het substraat en zijn R_1 en R_s respectievelijk de afstand van de bron tot de laagdiktemeter en tot het substraat. Deze formule geldt overigens ook voor de laagdikte, daar deze het produkt is van v met de tijd.

De laagdiktemeter wordt met behulp van een computerprogramma aangestuurd. Dit geeft de mogelijkheid dat het opdamproces vrij ver geautomatiseerd kan worden. Op het moment dat een bepaalde laagdikte bereikt wordt kan er een shutter afgesloten worden waardoor het opdammen op het substraat gestopt wordt. Ook kan de laagdiktemeter teruggekoppeld worden naar de opdampbron. Bij het bereiken van een bepaalde dikte wordt de opdampbron uitgezet.

Omdat vanwege de onzekerheid in de op te geven dichtheid de laagdiktemeter niet nauwkeurig genoeg kan worden ingesteld, moet zeker van de eerste lagen die opgedampt worden de dikte via een andere methode worden bepaald. Na afloop is dan voor dat materiaal een goede ijking aanwezig.

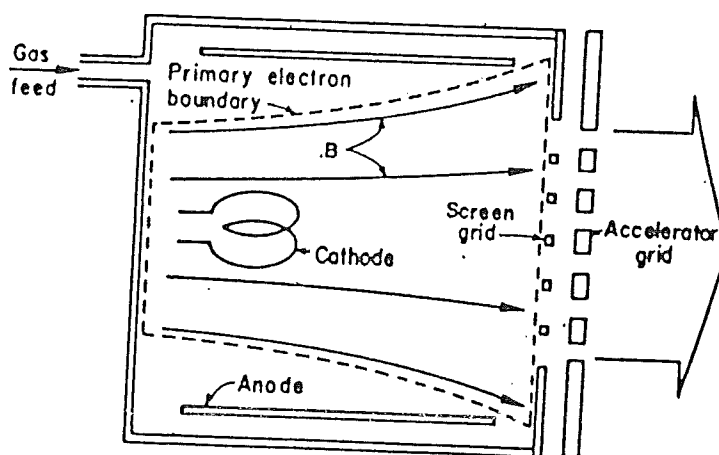
Nadeel van deze diktemeter is dat na het kwartskristal volgedampt kan worden. Het kwartskristal moet vervangen worden als er op het kristal een laag is opgedampt van 100 μm . Wel moet opgemerkt worden dat volgens formule 4.1 er nog geen 100 μm op het substraat is opgedampt. De opgedampte lagen zijn echter niet dikker dan enkele nm's. De laagdiktemeter geeft aan wanneer het kristal is volgedampt. De gehele ketel moet dan belucht worden.

en dan?

*

waar zit de laagdiktemeter? etc. in fig. 4.1

?



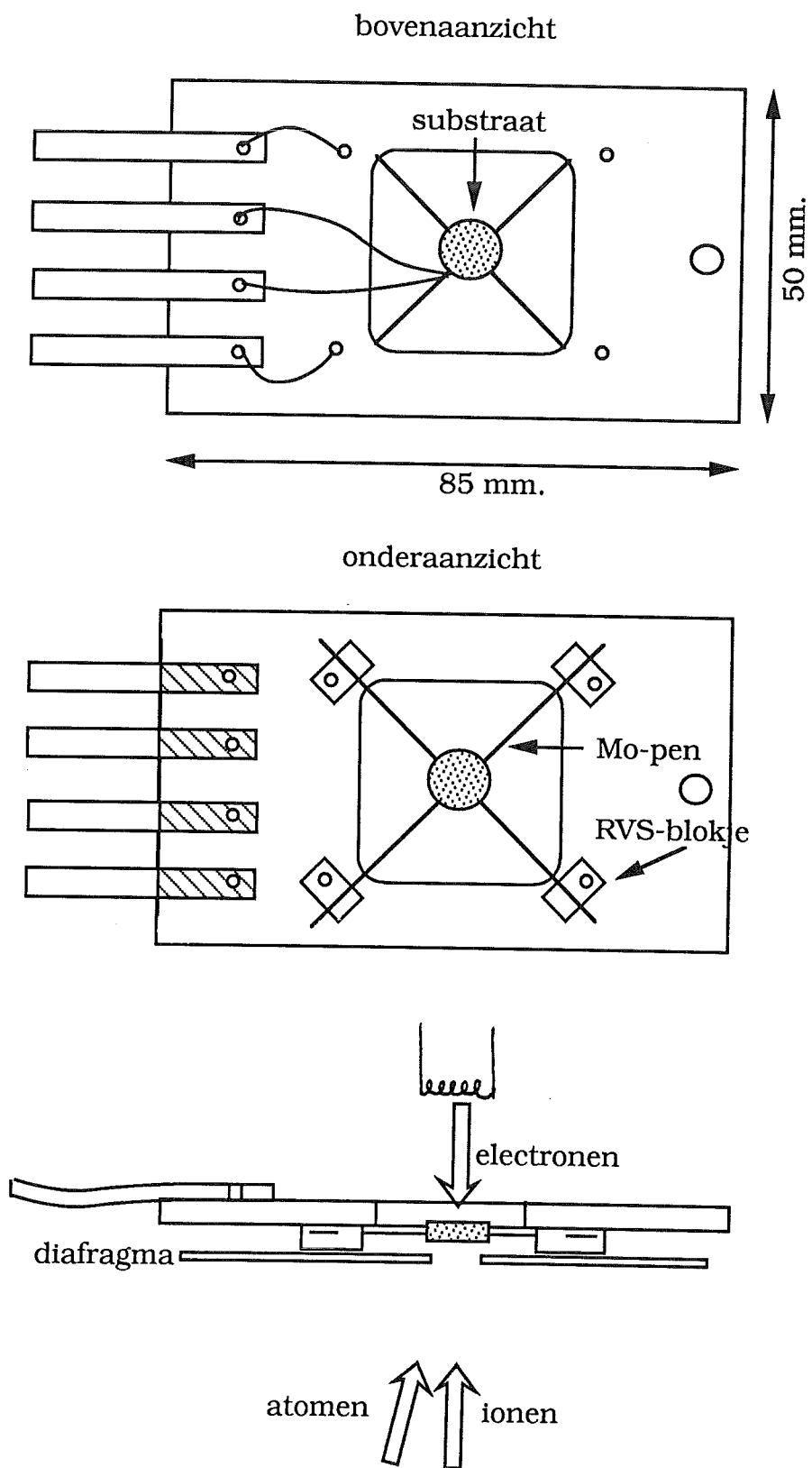
figuur 4.3: Ionisatiekamer in een Kaufman ionenbron

4.3 Ionenbron

De ionenbron in de nieuwe opstelling is een 3 cm Kaufmanbron van Commonwealth. Een voordeel van deze bron is dat de ionstroom over een groot deel van het substraat constant is. Een ander voordeel is dat onafhankelijk van de ingestelde energie de stroomsterkte geregeld kan worden.

In figuur 4.3 staat de ionisatiekamer van de ionenbron weergegeven. Voor een goed experiment moet de druk in de ionisatiekamer lager zijn dan 10^{-6} mbar. Als deze druk aanwezig is wordt via een inlaatpoort gas tot een druk van 10^{-4} mbar ingelaten. In de meeste gevallen zullen de gebruikte gassen He en Ar zijn. In de kamer is een hete kathode aanwezig waaruit electronen geëmitteerd worden. De electronen worden in een elektrisch veld tussen de kathode en de anode versneld. Als de electronen dan botsen met de edelgasatomen aanwezig in de ionisatiekamer bestaat de kans dat de atomen geïoniseerd worden. Om de kans op een treffen tussen een electron en een atoom te vergroten is er in de kamer een magnetisch veld aanwezig. Door dit veld zullen de electronen gekromde banen beschrijven.

In het plasma in de ionisatiekamer heerst een bepaalde potentiaal. Door een spanningsverschil tussen het plasma en het acceleratorrooster in te stellen worden de ionen gecontroleerd versneld. De ionen verlaten in kleine bundels door het rooster de kamer. In de ionenbron bestaat de optie om met de ionenstroom een even grote electronenstroom op het preparaat te richten. Het voordeel hiervan is dat ook niet geleidende substraten gebruikt kunnen worden. Een ander voordeel is dat er als gevolg van de neutrale stroom er geen magnetisch veld is. Het nadeel van een geneutraliseerde stroom is dat de ionstroom op het substraat niet meer te meten is. Voor dosismeting moet of deze optie niet gebruikt worden of moet de ionenstroom op het preparaat bij een bepaalde instelling van de bron bekend zijn.



figuur 5.1: preparaathouder

5 TDS-gedeelte voor de IBAD-opstelling

5.1 Inleiding

Het onderzoek, dat in de ketel aan de opgedampte lagen in situ gedaan kan worden, is thermische desorptie spectroscopie (TDS). In een opgedampte laag kunnen ~~er~~ grote imperfecties in het rooster zitten. TDS is een geschikt instrument om roosterfouten te detecteren. In dit hoofdstuk zal het TDS-gedeelte van de ketel besproken worden. Het verloop van een TDS-experiment is als volgt. Een preparaat waarin gas-ionen zijn geschoten wordt (meestal lineair) in de tijd opgewarmd tot een bepaalde temperatuur. Tijdens dit opwarmen wordt de partiaaldruk van het betreffende gas bepaald. De gemeten grootheden tijdens dit experiment zijn de ingeschoten hoeveelheid gasionen, de temperatuur en het aantal desorberende ionen.

Van groot belang is derhalve het ontwerp van de preparaaathouder. Om de ingeschoten dosis te kunnen meten dient er een goed elektrisch contact tussen het preparaat en de dosismeter te zijn. Ook moet er aan het preparaat een thermokoppel bevestigd kunnen worden. Het aantal desorberende atomen per tijdseenheid zal gemeten worden met behulp van een quadrupool massa spectrometer (QMS). Deze onderdelen van de ketel zullen achtereenvolgend in dit hoofdstuk behandeld worden.

5.2 Preparaaathouder

Omdat de preparaaathouder op dit moment nog niet gereed is, kunnen hier afwijkingen met de definitieve versie optreden. In deze paragraaf wordt derhalve het ontwerp gepresenteerd.

Voor een goed TDS-experiment is het belangrijk te weten hoeveel ionen er in het preparaat zitten en wat de temperatuur van het preparaat is. Derhalve moeten er aan de preparaaathouder verschillende eisen gesteld worden. Deze eisen zijn dat het preparaat goed thermisch en elektrisch van de omgeving geïsoleerd kan worden.

In figuur 5.1 is de ontworpen preparaaathouder getekend. In de figuur is een basisplaat te zien die gemaakt is van aluminiumoxide. Aluminiumoxide is ook bij hoge temperatuur een redelijk goede isolator,

alhoewel het ontwerp zo is uitgevoerd dat de houder nooit op al te hoge temperatuur komt. De preparaathouder wordt met behulp van de loadlock in de ketel gebracht. Door middel van een draaiende beweging van de staaf wordt de houder aan de staaf in de loadlock bevestigd. Door nu de loadlock af te sluiten en af te pompen kan er een klep tussen loadlock en ketel open gemaakt worden. De houder wordt naar binnen geschoven en via een in de ketel bevestigde rail op zijn plaats geklemd. De vier contactstekkers op de houder worden op contrastekkers opgevangen. Deze contrastekkers zijn op de rail bevestigd. Door wederom een draaiende beweging wordt de houder van de staaf gescheiden. De houder kan door het ingeklemd zitten in de rail niet meedraaien. Voor de draaibevestiging aan de loadlockkant van de preparaathouder is nog geen definitief ontwerp.

In de basisplaat van de preparaathouder is een gat gemaakt waarover vier molybdeen pennen uitsteken. Deze pennen hebben een diameter van 1 mm. Tussen deze pennen kan een substraat met een diameter van maximaal 1 cm geklemd worden. Hiervoor dienen er in het substraat vier gaten geboord te worden. De pennen zijn aan de houder bevestigd door middel van RVS-blokjes en schroefjes. De pen wordt door een gat in het blokje geschoven waarna het met een schroefje wordt vastgezet. De reden dat voor deze constructie is gekozen is om het aantal contactplaatsen tussen houder en substraat minimaal te houden.

Tussen één van de pennen en de gaten in het substraat worden de draden van het thermokoppel geklemd. Voor de meting van de temperatuur zal het thermokoppel $W_{97}Re_3/W_{75}Re_{25}$ gebruikt worden. Deze draden, vanaf het substraat van elkaar geïsoleerd, worden bevestigd aan twee van de stekkers aan de linkerkant van de basisplaat. Als op deze plaats in de ketel er geen kamertemperatuur is, is de minimale voorwaarde voor een goede meting dat er over het geheel van stekkers en contrastekkers geen temperatuurgradiënt is. Na deze stekkers dient er dan weer hetzelfde thermokoppel gebruikt te worden.

Een derde stekker dient ervoor om tijdens het ionenbombardement de stroom door te voeren. Hiervoor zal deze stekker verbonden worden met één van de molybdeen staafjes. De stroom zal in de tijd geïntegreerd worden om de ingeschoten dosis te bepalen. Tijdens het inschieten van de ionen dient het thermokoppel geïsoleerd te worden om te voorkomen dat de stroom dan niet via een andere verbinding weg kan lopen. Tijdens

het opwarmen zal dit derde contact geaard worden om de electronen, die voor de verhitting van het substraat zorgen, af te voeren. De vierde stekker heeft in het huidige ontwerp nog geen functie.

Om tijdens het opdampen te voorkomen dat ook de preparaathouder volgedampt wordt, wordt er een diafragma voor het substraat gemonteerd. Dit diafragma voorkomt dat er tijdens het opdampen van geleidende materialen ongewenste elektrische contacten gemaakt worden. De elektrische contacten op de houder zijn uit voorzorg aan de bovenkant uitgevoerd. Een tweede reden voor het gebruik van een diafragma is dat door middel van een diafragma er aan een goed gedefiniëerd oppervlak opgedampt wordt. Het diafragma wordt bevestigd aan een draaidoorvoer op de ketel. Bij het opwarmen van het preparaat kan dit diafragma weggedraaid worden. De temperatuur van het diafragma zal dan als gevolg van straling tijdens het uitstoken van het preparaat niet kunnen stijgen. Als de temperatuur van het diafragma wel zou stijgen desorberen er ook ionen uit het diafragma. Dit geeft een storend effect op het signaal. Op dit moment is er nog geen definitief ontwerp voor het diafragma.

5.3 Warmtebron

Voor het TDS-experiment dient het substraat lineair in de tijd opgewarmd te worden. De verwarming gaat als volgt. Door een gloeidraad die een spanningsverschil heeft van ongeveer 2500 V met het geaarde substraat wordt een kleine stroom gestuurd. Hierbij kunnen er electronen vrij komen uit de draad. Deze vrije electronen worden door de spanning tussen gloeidraad en substraat versneld en botsen met het substraat. De electronen dragen aan het substraat hun energie over. Door de stroom door de gloeidraad te regelen wordt het aantal electronen, dat met het substraat botst, en dus de temperatuur geregeld. De gloeidraad zal op de rail waarin de preparaathouder geschoven wordt bevestigd worden.

Het opwarmen van het substraat wordt geheel automatisch geregeld door middel van een computer (HP-vectra) en twee versterkers. De computer stuurt elke 100 milliseconde twee signalen naar de versterker, ten eerste het thermokoppelsignaal behorende bij de in te stellen temperatuur op dat moment en ten tweede een benaderende stookstroom voor de gloeidraad. Van het thermokoppel krijgt de versterker het signaal

dat vergeleken wordt met het signaal van de computer. Al naar gelang de grootte van het verschil tussen deze twee waarden wordt de benaderde stroom aangepast. De gemeten temperatuur wordt in de computer gelijktijdig met het thermokoppelsignaal geregistreerd.

5.4 Quadrupool massa spectrometer

Tijdens verhitting van het preparaat komen er verschillende atomen, waaronder de desorberende edelgasatomen in de ketel. Om de partiële druk van de desorberende atomen te meten wordt er gebruik gemaakt van een massa spectrometer. In deze opstelling wordt een quadrupool massa spectrometer (QMS) gebruikt. Deze massaspectrometer bestaat globaal gesproken uit drie onderdelen: een ionisatiekamer, een quadrupoolfilter en een elektronenmultiplier.

In de ionisatiekamer worden alle daarin aanwezige atomen beschoten met elektronen. Deze elektronen worden gecreëerd in een gloeidraad die een potentiaalverschil heeft met de omgeving. Gevolg van het beschieten is dat de atomen in de ionisatiekamer geïoniseerd worden. Deze ionen worden met behulp van lenzen gefocusseerd en richting quadrupoolfilter geleid. In het filter aangekomen hebben alle ionen dezelfde energie.

Het quadrupoolfilter bestaat uit vier cilindrische staven die twee aan twee met elkaar verbonden zijn. Tussen deze staven wordt een elektrisch veld gegenereerd door tussen de staven een gelijkspanning V_{dc} aan te leggen, waarop een wisselspanning $V_{ac} \cos(\omega t)$ gesuperponeerd wordt. Alleen ionen met een massa tussen m en $m + \Delta m$ kunnen dan de staven passeren. Ionen die niet in het massagebied zitten komen buiten of op de staven terecht. Door verandering van de gelijkspanning onder constant houden van V_{ac}/V_{dc} kan het gehele massagebied doorlopen worden. Verandering van V_{ac}/V_{dc} geeft een verandering in de nauwkeurigheid van het systeem. Na het doorlopen van het filter komen de ionen bij de elektronenmultiplier.

De elektronenmultiplier bestaat uit een serie van 16 dynodes. Een dynode is een elektronenbuis die als gevolg van een beschieting met fotonen, elektronen of ionen meerdere secundaire elektronen per ingeschoten deeltje levert. Op de eerste dynode maken de ionen één of meerdere elektronen los. Deze elektronen maken op de volgende dynode

weer een aantal secundaire electronen los. Op deze manier kan één ion 10^5 tot 10^6 electronen vrij maken. De electronenstroom is derhalve een maat voor het aantal atomen in het gebied tussen m en $m+\Delta m$.

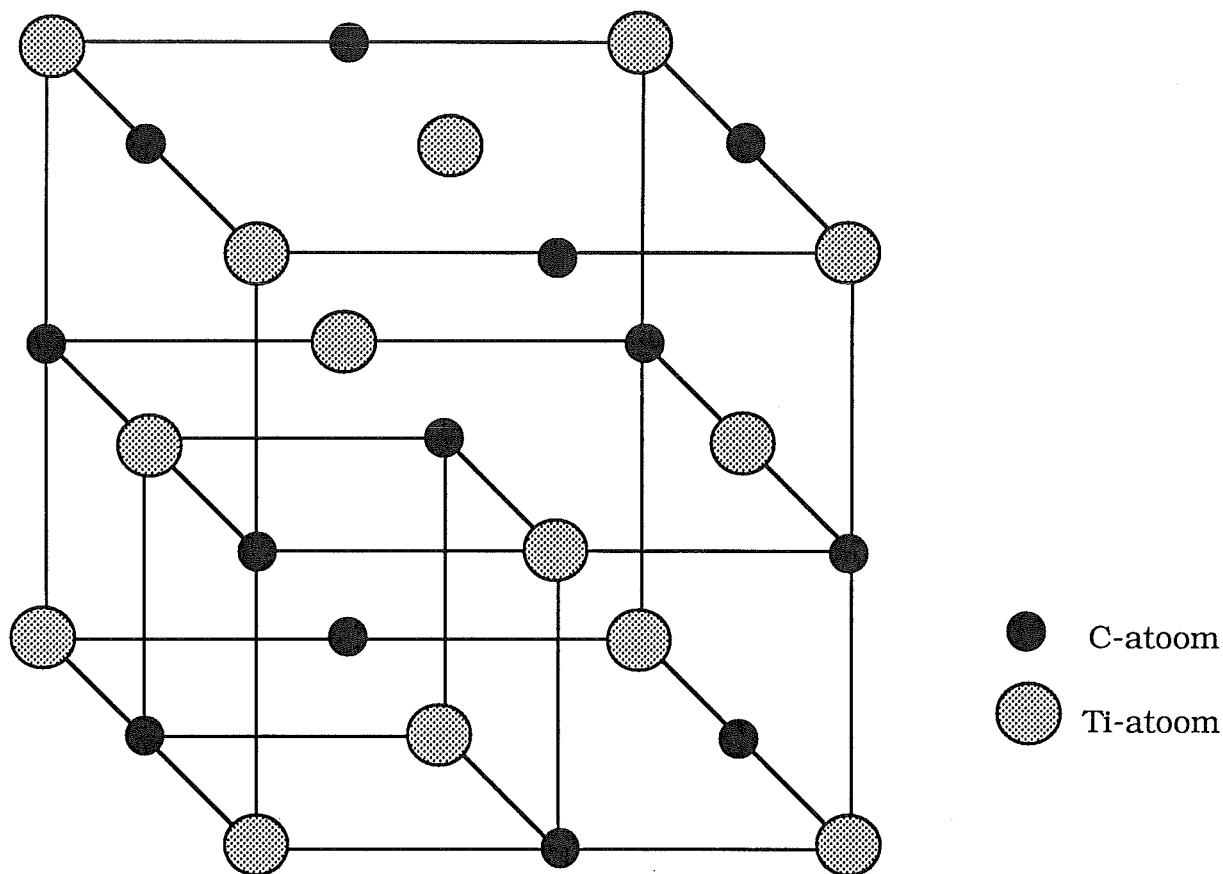
Omdat met behulp van de QMS niet de absolute hoeveelheid deeltjes te bepalen is, wordt er na ieder TDS-experiment een vooraf bekende hoeveelheid gas in de desorptiekamer gelaten. Door deze hoeveelheid gas te meten kan de gevoeligheid van de QMS bepaald worden. Gesteld wordt dat de gevoeligheid van de QMS niet veranderd is tussen het experiment en de calibratie. Deze calibratie gaat als volgt. Uit het calibratievat (zie figuur 3.8) worden edelgasatomen toegelaten in het afgesloten lege calibratievolume. Bij bekende druk in het calibratievat en bij bekende verhouding tussen het calibratievolume en het volume van het calibratievat kan het aantal edelgasatomen in het calibratievolume berekend worden. Na calibratie kan dan de nieuwe druk in het calibratievat berekend worden, zodat een volgende calibratie gedaan kan worden. Met een barocel drukmeter wordt bij het vullen van het calibratievat de druk in dit vat bepaald. Deze drukmeter kan de absolute druk in het vat meten.

6 Huidige stand van zaken

Op het moment van afronding van dit verslag kan er nog niets gezegd worden over de kwaliteiten van het apparaat. Op dit moment is alleen nog maar de ionenbron getest. Hoe het regelen van de opdampsnelheid in zijn werk gaat is nog af te wachten. Ook is er nog geen duidelijkheid over het desorptie-experiment. Zoals ook te verwachten valt verandert er tijdens de opbouw van het apparaat zoveel dat op het moment dat dit verslag geschreven is er al weer verschillen zijn tussen het hier beschrevene en de werkelijkheid.

Enkele aspecten van de ketel zijn al duidelijk. De ketel kan zonder uitstoken op een druk van 10^{-8} mbar gebracht. Met uitstoken moet derhalve een zeer hoog vacuum bereikt kunnen worden.

Ook de ionenbron kon zonder moeilijkheden opgestart worden. Laagjes opdampen is op dit moment nog steeds niet mogelijk daar de bevestigingen voor de preparaathouder nog niet gereed zijn. Gevolg daarvan is dat het nog minimaal een maand zal duren voor de eerste laag opgedampt zal zijn. Het moment dat het eerste TDS-experiment aan een opgedampte laag gedaan zal worden is waarschijnlijk nog vele maanden later.



figuur 7.1: Eenheidscel TiC

(100) oriëntatie $a = 4.3 \text{ \AA}$

tabel 7.1 Fractie overgedragen energie voor verschillende typen ionen

ion	overgedragen energie [%]	
	Ti	C
He	28	75
Ne	83	94
Ar	99	71

7 Theorie

7.1 Structuur van TiC

In figuur 7.1 is een eenheidscel van het TiC-eenkristal getekend. Zoals te zien is in de figuur heeft TiC de NaCl-structuur. Dit zijn twee in elkaar geschoven fcc-structuren. Een manier om deze structuur voor te stellen is een fcc Ti-rooster waarbij C-atomen in de oktaederholtes zitten. In een fcc-rooster zitten evenveel oktaederholtes als roosterplaatsen, deze holtes kunnen ook met behulp van een fcc-rooster beschreven worden.

De gebruikte preparaten zijn 2 stukken TiC-eenkristal van dezelfde samenstelling. Aan het eerste preparaat zijn door Hoondert He-desorptie metingen gedaan. Aan het tweede preparaat waren nog geen metingen gedaan. De later te bespreken metingen waarin de opwarmingsnelheid wordt gevarieerd zijn aan dit eerste kristal gedaan, de andere metingen zijn aan het tweede kristal gedaan. Het met edelgasionen beschoten oppervlak van kristal 1 is 0.2 cm^2 groot en van kristal 2 0.0286 cm^2 .

Omdat de verhouding tussen Ti en C in de door ons gebruikte TiC-preparaten niet 1 op 1 is, maar 1000 op 924 blijft er een groot aantal plaatsen in het kristalrooster onbezet. Omdat er in de preparaten minder koolstof zit, zullen de zogenaamde structurele vacatures vooral op de C-plaatsen zitten.

Uit berekeningen volgens Schiøtt⁷ volgt uitgaande van een gaussisch implantatieprofiel dat de penetratiediepte (R_p) van 100 eV He-ionen in TiC 8.98 Å is en dat die van 100 eV Ne-ionen 4.26 Å is. Voor de standaard deviatie van de penetratiediepte (ΔR_p) kan berekend worden dat deze voor He-ionen gelijk is aan 9.95 Å en voor Ne-ionen gelijk is aan 2.56 Å . Dit betekent dat een groot deel van de ionen slechts 1 tot 2 atoomlagen diep in het kristal komen. Verzadiging van de vacatures kan derhalve voorkomen bij doses hoger dan ca. 10^{14} ionen per cm^2 , indien wordt verondersteld dat de vacatures slechts één edelgasion kunnen trappen. Bij verhoging van de energie zal de penetratiediepte van de ionen groter worden. Het gevolg hiervan is dat verzadiging van de traps pas bij hogere doses optreedt.

In dit deel van dit verslag zal overigens om verwarring met atomen in het kristal te voorkomen gesproken worden over desorberende ionen, hoewel deze ionen al bij het binnen gaan van het kristal geneutraliseerd

$$\frac{76}{1924} \approx 3.9\%$$

?

d?

?

worden.

7.2 Schade in het preparaat

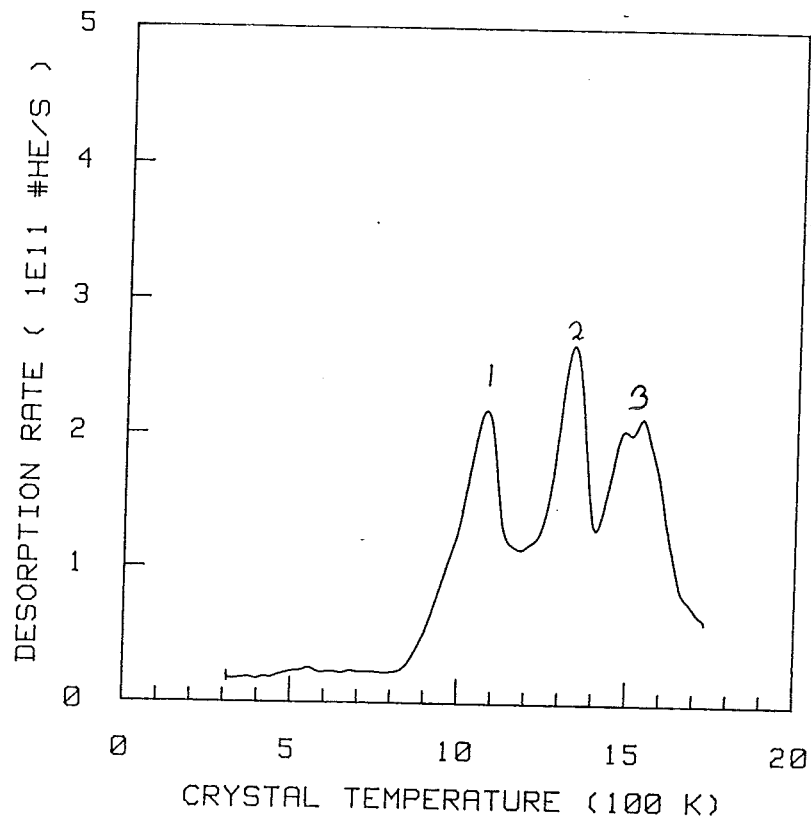
Als een deeltje botst met een ander deeltje zal het bewegende deeltje een deel van zijn energie overdragen aan dat andere, stilstaande deeltje. Dit heeft als gevolg dat wanneer het TiC-preparaat beschoten wordt met edelgas-ionen de atomen Ti en C in het rooster kunnen gaan bewegen. Voor een volledig elastische botsing volgt uit de behoudswetten van energie en impuls de door een deeltje met energie E_0 overgedragen energie E_1 aan het doelwit-atoom.

$$\frac{E_1}{E_0} = \frac{4 \frac{M_2}{M_1}}{\left(1 + \frac{M_2}{M_1}\right)^2} \cos^2 \theta. \quad (7.1)$$

hierin is M_1 de massa van het ion en M_2 de massa van het doelwit-atoom. θ is de hoek tussen bewegingsrichtingen van M_1 voor en M_2 na de botsing. Met deze formule kan de maximaal overdraagbare energie berekend worden. Deze energie is maximaal voor een frontale botsing ofwel $\theta=0$. In tabel 7.1 staan de waarden voor enkele edelgassen aangegeven. $\theta = 180^\circ$?

Gevolg van deze botsingen is dat het kristal er aan het oppervlak anders uitziet dan in de bulk. De atomen uit het kristal kunnen de energie verkregen uit de botsing op verschillende manieren verwerken. Zij kunnen naar verschillende plaatsen toe bewegen. Eén mogelijkheid is dat de atomen op interstitiële plaatsen in het rooster terecht komen. Dit zijn de octaeder- en de tetraederholtes. Achter blijft een vacature waarin de edelgasatomen getrapt kunnen worden. Na uitstoken van het preparaat zal het interstitiële atoom weer een roosterplaats kunnen bezetten. ? $\frac{fcc}{?}$

Een andere mogelijkheid is dat er atomen van het oppervlak afgesputterd worden. Dit betekent dat het oppervlak armer zou kunnen worden aan één van de twee componenten. Om te weten welke van de twee componenten het sterkst weggesputterd wordt is het nodig te weten hoe sterk Ti en C aan het kristal gebonden zitten. Daarbij moet rekening gehouden worden dat de overgedragen energie aan titaan verschilt van die aan het koolstof. Ook kunnen de ingeschoten gasionen



figuur 7.2 Voorbeeld van een desorptiespectrum, op de verticale as staat de desorption rate uit tegen de temperatuur, de desorption rate is het aantal desorberende ionen (wel of niet per cm^2) per seconde tijdens verhitting van het preparaat met een constante opwarmingssnelheid.

botsen met ionen die al in het kristal zitten. Voor deze botsingen is de maximaal overdraagbare energie 100%.

Het edelgas dat in het kristal geschoten wordt kan in principe op verschillende plaatsen getrap worden. Hoeveel van het edelgas getrap wordt is een functie van de ion-energie en van het aantal traps in het kristal. Ook het type gas is van belang voor de hoeveelheid getrapte deeltjes. Als ionen van voornamelijk lage energie in de eerste paar lagen van het kristal botsen met de atomen in die lagen kunnen deze het kristal nog verlaten. De minder diep ingeschoten ionen kunnen het kristal nog verlaten als ze tijdens de random walk niet getrap worden. Door botsingen tussen edelgas-atomen onderling kunnen er edelgas-atomen uit het kristal gesputterd worden. Dit effect is vooral van belang bij grotere doses en hogere energien. Ook dit is van invloed op de totale hoeveelheid getrapte ionen.

Een geheel ander effect is het feit dat als een ion botst met het kristal er electronen vrijkomen, zogenaamde secundaire electronen. Deze electronen zullen onder invloed van het elektrisch veld het kristal verlaten. Deze electronen worden meegeteld met de ingeschoten dosis. ?

7.3 Desorptie

Een voorbeeld van een TDS-spectrum ziet er uit zoals in figuur 7.2. In de figuur staat het aantal vrijkomende gasatomen per seconde uit tegen de temperatuur. Bij verschillende temperaturen zijn er pieken te zien. In het kristal kunnen verschillende plaatsen aanwezig zijn waarop de ionen getrap kunnen worden. De verandering van het aantal deeltjes in de traps kan bepaald worden met de volgende formule aangenomen dat desorptie een eerste orde proces is.

$$\frac{dn}{dt} = -n v_0 e^{\frac{-E}{RT}} \quad (7.2)$$

Voor de desorptiesnelheid - dn/dt wordt in het verloop van dit verslag ook $L(t)$ gebruikt. In bovenstaande formule is n het aantal ionen dat vast zit in een trap, v_0 de Debijefrequentie, T de temperatuur van het substraat, R de gasconstante en E de activeringsenergie behorende bij het proces van vrijkomen van de ionen uit de traps (hoe sterker het ion aan

de trap gebonden is des te hoger is deze activeringsenergie). Deze energie is voor iedere combinatie ion-trap verschillend.

Tijdens het opwarmen van het preparaat heeft de desorptiesnelheid een maximum bij een bepaalde temperatuur. Gevolg hiervan is dat er in het desorptiespectrum pieken ontstaan. Omdat bij elke type trap een andere E hoort, heeft de desorptiesnelheid hoogstens evenveel maxima als het aantal type traps in het rooster. Er kunnen minder maxima in het spectrum zijn doordat alle atomen uit één bepaald type trap die vrij komen allemaal geretrapt worden in een diepere trap. *en overlappingen*

In het spectrum kan het zo zijn dat piek 1 hoort bij de traps die structureel in het rooster vast liggen en de andere pieken horen bij schade die gemaakt wordt als gevolg van het inschieten van ionen. Van de schade wordt aangenomen dat deze weer verdwijnt na opwarming van het kristal tot hoge temperatuur. Dit kan aangetoond worden door na een hoge energiemeting een desorptiemeting te doen met lage energie ionen. *?* Ook is het mogelijk dat er pieken in het spectrum te zien zijn van ionen die aan het oppervlak van het kristal geadsorbeerd zijn. Deze pieken liggen door de zwakke binding van de ionen aan het kristal bij lage temperatuur.

Een methode om de activeringsenergie voor een bepaald combinatie ion-trap te bepalen is het meten van een desorptiepiek bij verschillende opwarmsnelheden. De naar de tijd gedifferentieerde formule 7.2 geeft gelijkgesteld aan 0 het volgende resultaat:

$$\ln \frac{T_m^2}{\beta} = \frac{E}{RT_m} - \ln \frac{v_0 R}{E}, \quad (7.3)$$

In deze formule is T_m de temperatuur waarbij het piekmaximum ligt (± 1400 K) en β de opwarmsnelheid (dT/dt). Als het spectrum bij verschillende opwarmsnelheden bepaald wordt, kan uit de verschuiving van T_m de activeringsenergie bepaald worden. Door de $\ln(T_m^2/\beta)$ uit te zetten tegen $1/T_m$ kan uit de helling de activeringsenergie en uit de afsnijding met de as de frequentiefactor bepaald worden.

Voor processen waarbij de diffusietijd van de ionen na de desorptie door het kristal naar het oppervlak een niet meer te verwaarlozen rol speelt moet bovenstaande theorie aangepast worden. Dit belang van de diffusietijd treedt bijvoorbeeld op wanneer de trapconcentratie zo hoog is dat een reeds vrijgekomen ion een aanzienlijke kans heeft om in een

gelijksoortige trap opnieuw getrapt te worden. Ook is als gevolg van een grotere ingeschoten diepte de weglengte naar het oppervlak groter, de kans op retrappen neemt dan toe.

Een benaderende methode om deze vertraging te bepalen leidt tot een extra factor in bovenstaande formule. Om deze factor te bepalen moet nagegaan worden in gemiddeld hoeveel roostersprongen een atoom het vacuum bereikt. Uit random walk simulaties van Thijsse⁸ volgt dat het gemiddeld aantal roostersprongen n dat een deeltje vanaf diepte d moet maken om het vacuum te bereiken gegeven wordt door

$$n = \gamma \left(\frac{d}{\lambda}\right)^2, \quad (7.4)$$

waarin λ de sprongafstand is. De constante γ in deze formule is van de orde 100.

Het gemiddeld aantal keren dat een deeltje opnieuw getrapt wordt is derhalve gelijk aan nc_t , omdat c_t de kans is dat een roosterplaats een trap is van het bewuste type. Het aantal keren dat een deeltje uit een trap vrij komt is derhalve gelijk aan $1+nc_t$. Omdat nc_t vaak veel groter is dan 1, $n \approx 10^5$ en $c_t \approx 10^{-2}$, kan voor het aantal keren vrijkomen uit een trap nc_t genomen worden. Formule 7.3 gecorrigeerd wordt dan:

$$\ln \frac{T_m^2}{\beta} = \frac{E}{RT_m} - \ln \frac{\lambda^2 v_0 R}{d^2 \gamma c_t E}. \quad T_m = 1700 \text{ K} \Rightarrow E \approx 3.2 \text{ eV?} \quad (7.5)$$

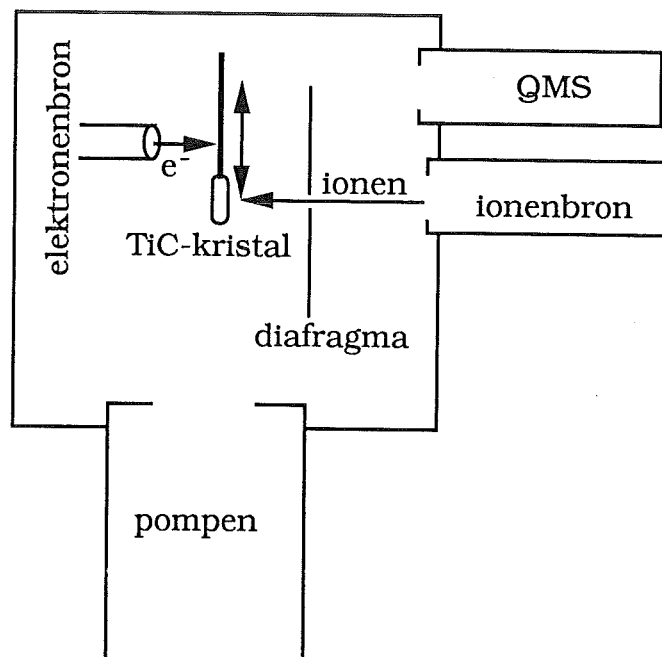
Als dit proces optreedt zal ook de piekvorm veranderen. De piek zal door de nu een rol spelende diepteverdeling van de trapplaatsen en de verdeling van de random walk lengtes in het kristal en de verdeling van de desorptietijden van de ionen breder worden dan een eerste orde piek. Processen waarbij retrappen een rol speelt kunnen derhalve op piekvorm worden onderscheiden van processen waarbij retrappen geen rol speelt.

naauwkeurig genoeg?

$$\ln \frac{T_m}{\beta} = \frac{E}{RT_m} - \ln \frac{\lambda^2 v_0 R}{d^2 \gamma c_t} + \ln E$$

$$\bar{Z} = \frac{E}{RT_m} + \ln E - \ln \frac{T_m}{\beta} \approx 2.4$$

$$\ln \frac{1700}{40} = \frac{E}{R \cdot 1700} - 2.4 + \ln E$$



figuur 8.1: Schematische weergave van de TDS-opstelling

8 TDS-opstelling

In figuur 8.1 is schematisch de opstelling weergegeven waarmee de TDS-metingen gedaan zijn. De (niet meer bestaande) opstelling bij de sectie FCM-1 was een kopie van de opstelling op het IRI. De belangrijkste onderdelen van zo'n TDS-opstelling zijn de ionenbron, de quadrupool massaspectrometer en een verhittingselement. In hoofdstuk 5 is het TDS-gedeelte van de in opbouw zijnde ketel al besproken. Grote verschillen tussen de oude en de nieuwe opstelling zijn er niet, de oude opstelling stond model voor de nieuwe. Een uitvoerige bespreking van de opstelling blijft derhalve achterwege. Voor een uitvoeriger beschrijving van de opstelling wordt verwezen naar Buters¹.

De ionenbronnen van beide de opstellingen zijn in de instrument-makerij van de faculteit Technische Natuurkunde gemaakt, dit in tegenstelling tot de ionenbron in de nieuwe opstelling die commercieel is verkregen. De bronnen kunnen ionen met energiën van ca. 50 eV tot 3 keV leveren. Een lagere energie dan ca. 50 eV is niet goed mogelijk door de zeer kleine stroom die de bron dan nog kan geven. De stroom op het preparaat die de bronnen leveren varieert derhalve van 1 nA bij lage energie tot enkele tientallen nA's bij hogere energie. Hoge doses (10^{14} atomen/cm²) vergen derhalve bij de lagere energiën enkele kwartieren inschiettijd. Het beschoten oppervlak van het preparaat wordt door een diafragma bepaald. In de IRI-opstelling is dit oppervlak 0.0286 cm² groot, in de opstelling bij FCM-1 is dit 0.200 cm². was?

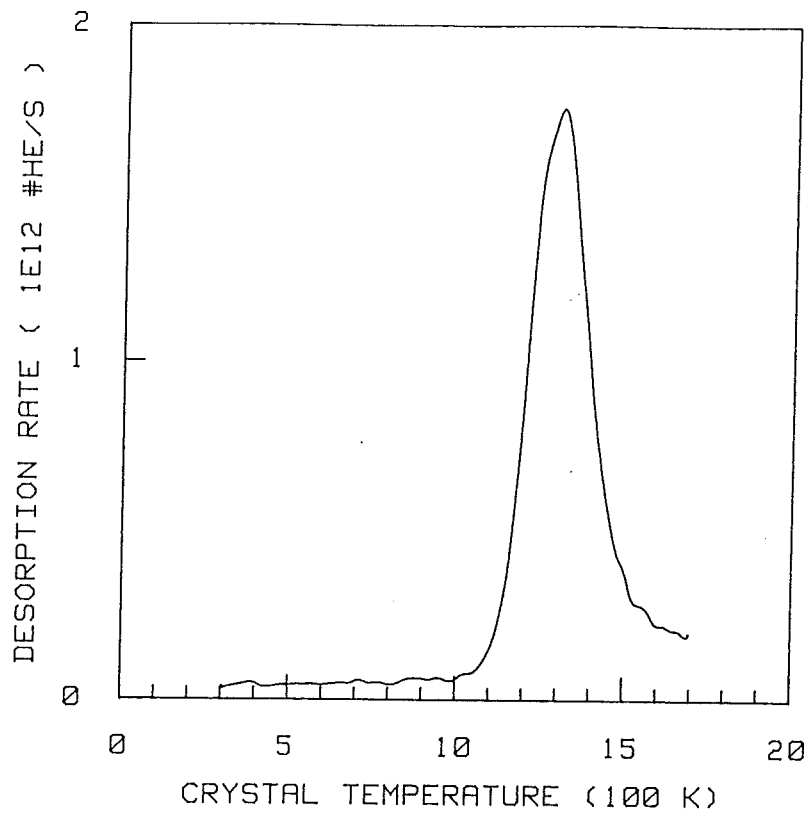
Het desorptie gedeelte van het experiment vindt in de twee opstellingen op dezelfde manier plaats. Het preparaat wordt lineair in de tijd opgewarmd met behulp van een gloeidraad. Door tussen de gloeidraad en het preparaat een spanningsverschil aan te leggen worden electronen uit de draad naar het preparaat versneld. De gebruikte versnelspanning is in de orde van enkele kilovolts. De stroom door de gloeidraad en dus het aantal geëmitteerde electronen worden uitwendig geregeld waardoor de temperatuur met een vooraf ingestelde snelheid toeneemt, voor TiC tot meestal 1700 K. De opwarmsnelheid is, behoudens de metingen waarin juist de opwarmsnelheid gevarieerd wordt, altijd 40 K/s. De temperatuur wordt tijdens het experiment geregistreerd met behulp van een W₉₇Re₃/W₇₅Re₂₅ thermokoppel, waarna terugkoppeling plaatsvindt en de stroom door de gloeidraad aangepast wordt.

Met behulp van een quadrupool massa spectrometer (QMS) wordt de partiaaldruk P van He bepaald. Gelijktijdig met de temperatuur wordt het meetsignaal van de QMS geregistreerd. Dit signaal is evenredig met de hoeveelheid He atomen in de ketel. Door nu een bekende hoeveelheid edelgas in de ketel te laten, kan deze evenredigheidsconstante (de gevoeligheid van de QMS) bepaald worden. Na elke desorptiemeting wordt zo'n calibratie gedaan. Verder dient de partiaaldruk gecorrigeerd te worden voor de gemiddelde eindige verblijftijd τ van de edelgasatomen in de ketel. De relatie tussen de gemeten partiaaldruk en desorptiesnelheid luidt als volgt,

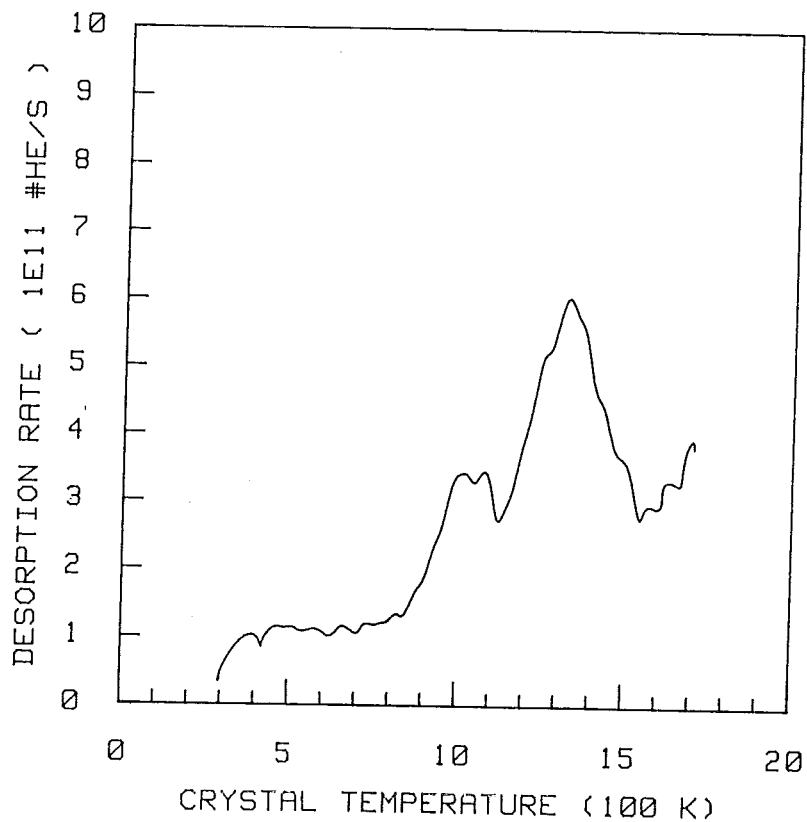
$$L(t) = \frac{V}{kT_{\text{ketel}}} \left(\frac{dP(t)}{dt} + \frac{P(t)}{\tau} \right). \quad (8.1)$$

In deze formule is het goed te bedenken dat het hier om de in de ketel heersende temperatuur gaat. Om uiteindelijk de desorptiesnelheid te bepalen kan uit het verloop van druk in de tijd de gemiddelde verblijftijd τ van het gas in de ketel berekend worden.

Door nu op elk moment het gecorrigeerde QMS-signaal $L(t)$ tegen de temperatuur $T(t)$ van het preparaat uit te zetten wordt het karakteristieke desorptiespectrum verkregen. Zoals eerder vermeld zijn de temperaturen waarbij de pieken liggen karakteristiek voor de activeringsenergiën die bij de processen horen. De oppervlakte onder elke piek is evenredig met het aantal vrijgekomen deeltjes.



figuur 9.1: Spectrum van een He-desorptiemeting gedaan door Hoondert, de energie van de ionen is 1000 eV, de dosis is 5.0×10^{13} He-ionen/cm²



figuur 9.2: Spectrum van een He-desorptiemeting gedaan door Hoondert, de energie van de ionen is 100 eV, de dosis is 5.0×10^{13} He-ionen/cm²

9 Metingen aan TiC

9.1 Inleiding

In het verleden zijn door Hoondert³ He⁺-TDS-metingen aan het eerste TiC eenkristal gedaan (zie hoofdstuk 7 voor de verschillen en overeenkomsten tussen het eerste en tweede kristal). In de figuren 9.1 en 9.2 staan twee van deze metingen weergegeven. In figuur 9.1 staan de spectra behorende bij een energie van 1000 eV. Nadat de hoge energie metingen aan het TiC-kristal gedaan waren, zijn de metingen met lage energie (100 eV) He⁺-ionen gedaan. In figuur 9.2 staan de resultaten van deze metingen. De pieken in deze figuur tonen een grote afwijking met de pieken behorende bij de spectra van de andere energieën. Het opvallende aan de 100 eV-spectra is dat er twee pieken in het spectrum aanwezig zijn. Onbekend is waar de piek bij lage temperatuur vandaan komt. Gedacht werd dat deze piek het gevolg is van schade in het materiaal ten gevolge van ionenbombardement tijdens eerdere metingen met hoge energie-ionen.

∇

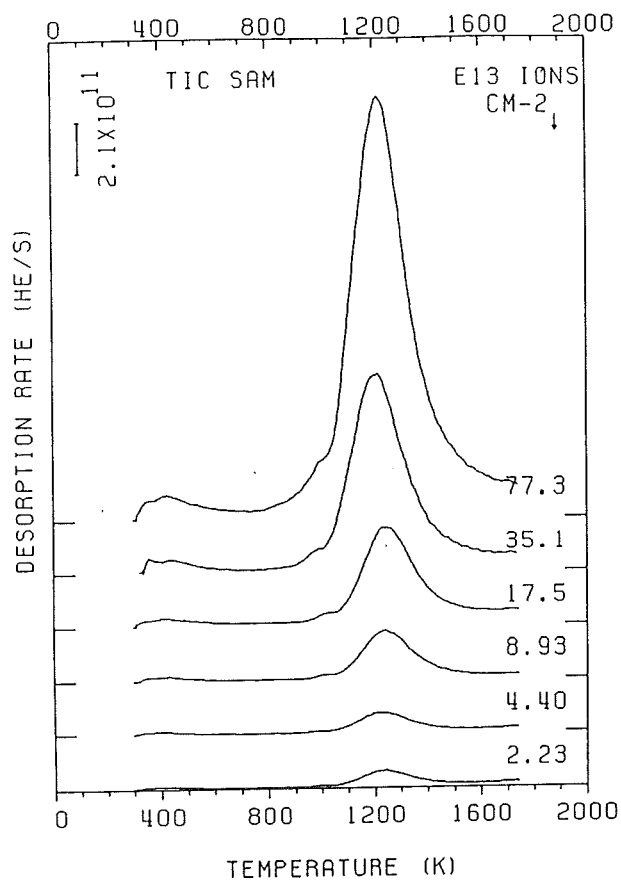
4 oplopend
voor T > 1500 K

vgl. eerdere be-
merking over lage T
in schiet-ge

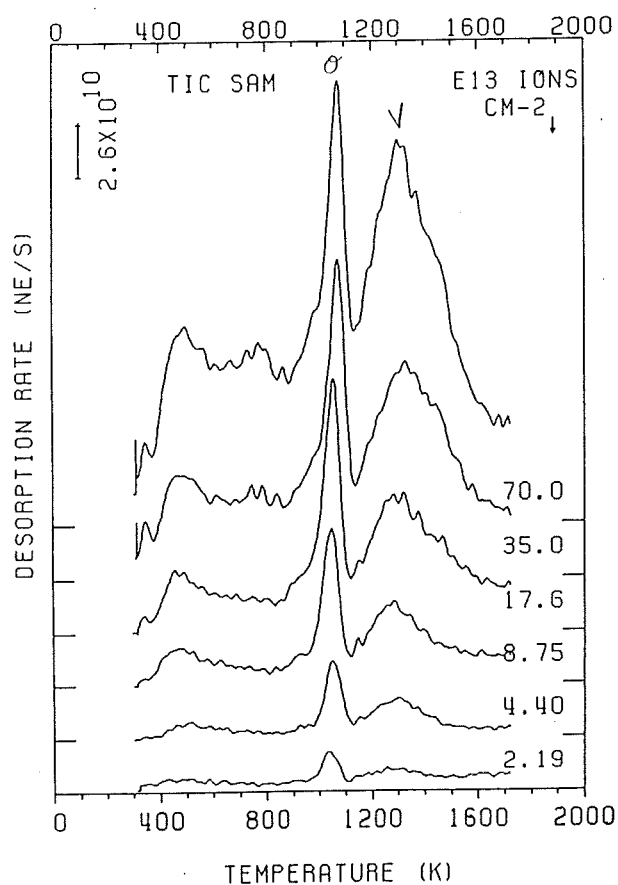
Argumenten die daar tegen wijzen zijn het feit dat er een grote hoeveelheid structurele fouten al in het rooster zitten en dat de tweede piek bij lagere energie ligt. Uit dat feit mag geconcludeerd worden, dat de kans dat atomen, die uit de schade komen, door de structurele vacatures ingevangen worden erg groot is. De eerste piek lijkt derhalve te groot te zijn. In dit verslag zullen de resultaten van een herhaling van de 100 eV He-metingen gegeven worden.

afleren:
1 piek 500000

Metingen gedaan aan zowel het eerste als het tweede TiC-eenkristal zullen in dit hoofdstuk behandeld worden. Allereerst zullen de metingen met lage energie He-ionen (100 eV) behandeld worden. In deze metingen is de dosisafhankelijkheid bepaald. Ook van 100 eV Ne-ionen is de dosisafhankelijkheid bepaald. Daarna zal voor Ne-ionen de afhankelijkheid van de spectra van de energie behandeld worden. Bovenstaande metingen zijn allemaal gedaan aan kristal 2. Verdere metingen die in dit verslag aan bod komen zijn de bepaling van de invloed van de opwarmingsnelheid op de piektemperatuur (deze metingen zijn aan kristal 1 gedaan), de bepaling van de invloed van gemaakte schade en het in twee fasen opwarmen van het preparaat ten einde te bepalen wat voor soort processen er zich afspelen in het kristal. Deze laatste metingen zijn aan kristal 2 met



figuur 9.3: Spectra van He-desorptiemetingen, de energie van de ionen is constant 100 eV, de dosis is gevarieerd van 2.2 tot 70×10^{13} He-ionen/cm²



figuur 9.4: Spectra van Ne-desorptiemetingen, de energie van de ionen is constant 100 eV, de dosis is gevarieerd van 2.2 tot 70×10^{13} Ne-ionen/cm²

He-ionen uitgevoerd. Resultaten van de opwarmsnelheidsvariatie en het in twee fasen opwarmen van het preparaat zullen vergeleken worden met berekeningen met behulp van een computerprogramma.

9.2 Kenmerken van lage energie He- en Ne-spectra

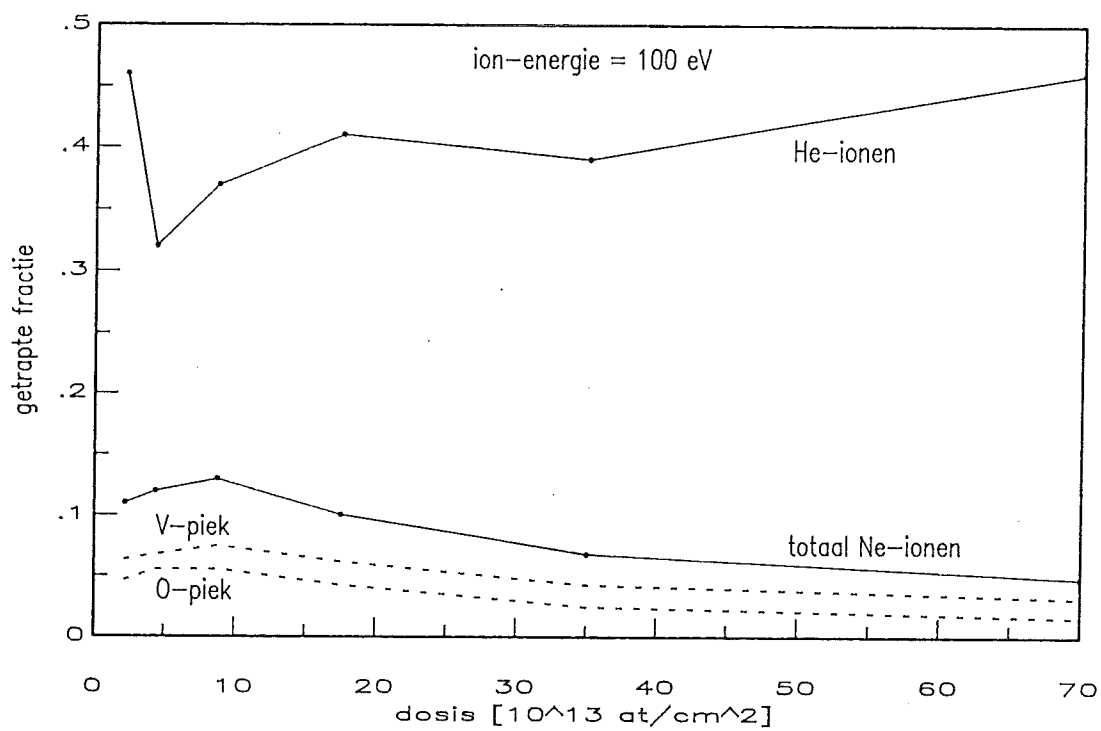
In figuur 9.3 staan de desorptiespectra van He met een implantatie energie van 100 eV voor doses variërend van $2.23-77.3 \times 10^{13}$ ionen/cm². Belangrijkste kenmerk te zien in deze spectra is een grote piek bij 1200-1250 K. Deze metingen zijn in redelijke overeenstemming met de metingen met hoge energie ionen die Hoondert heeft gedaan. Deze grote piek wordt dan ook overeenkomstig met Hoondert toegeschreven aan de overvloed aan C-vacatures in het rooster.

De brede piek bij 1000 K gevonden door Hoondert bij zijn 100 eV metingen wordt in dit spectrum niet teruggevonden. Wel is er bij een temperatuur van 1000 K naast de grote piek een kleinere piek te zien. Bij de vergelijking van de Ne- en He-spectra verderop in deze paragraaf zal op deze piek verder worden ingegaan. De grote piek bij 1000 K van Hoondert kan het gevolg zijn van een oppervlakte-effect dat bij kristal 2 niet aanwezig is.

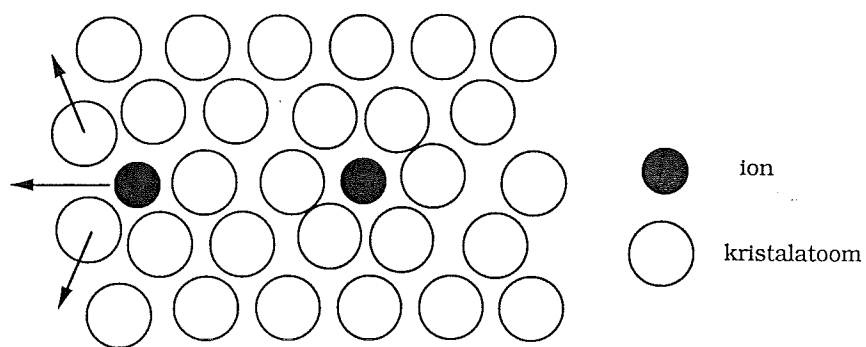
Als we deze He-spectra vergelijken met de Ne-spectra in figuur 9.4 dan zijn er duidelijke verschillen te zien. Het belangrijkste verschil met de He-metingen is dat de piek bij 1350 K veel kleiner dan de He-piek bij 1250 K. Als ook deze piek wordt toegeschreven aan de C-vacatures in het rooster moet geconcludeerd worden dat het aantal Ne-ionen dat deze posities bereikt kleiner is. Gevolg hiervan is dat een tweede piek bij 1050 K goed zichtbaar wordt. Deze twee pieken zullen in de rest van dit betoog de O- en de V-piek genoemd worden. De reden hiervoor zal in het verloop van deze paragraaf duidelijk worden. Als we de schaal in de figuren 9.3 en 9.4 met elkaar vergelijken is te zien dat het aantal desorberende Ne-atomen beduidend lager is dan het aantal desorberende He-atomen. In figuur 9.5 is dit duidelijk te zien als de fractie ^{ionen} getrapte atomen uitgezet wordt tegen de ingeschoten dosis. Deze fractie He-atomen is een factor drie à vier hoger dan de fractie Ne-atomen. Tijdens de metingen is er geen rekening gehouden met het feit dat er door het inschieten met ionen er in het algemeen een secundaire elektronenstroom ontstaat die er

*weel je zeker,
dat het om dezelfde
kaps gaat?*

vrijkomend = afgepl.



figuur 9.5: Fractie getrapte He- en Ne-ionen als functie van de dosis

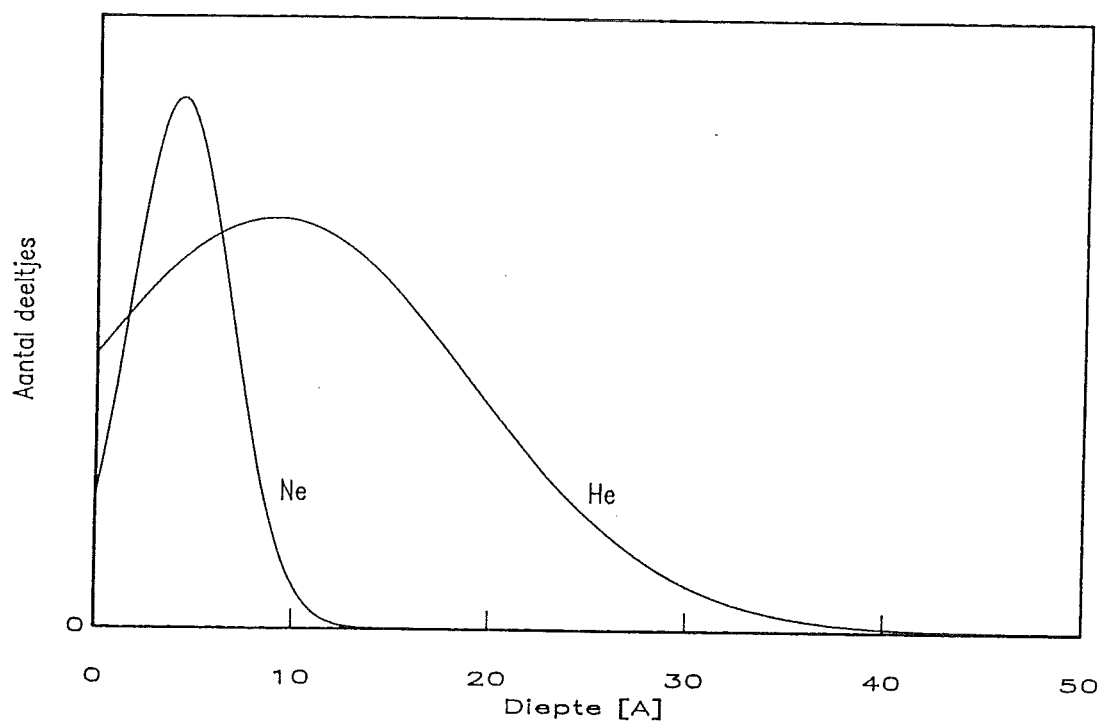


figuur 9.6: Schematische weergave van ionen getrap in het kristal

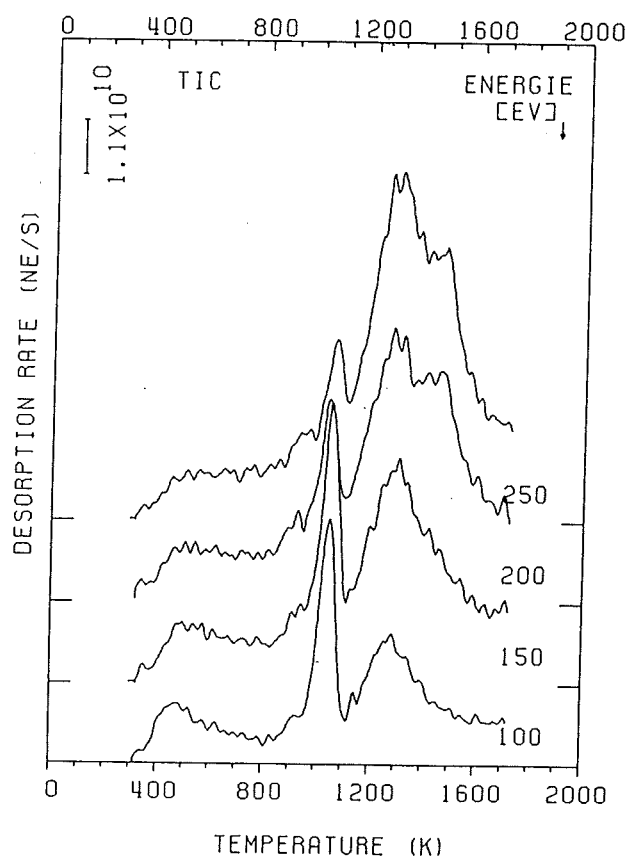
voor zorgt dat de dosis ingeschoten ionen niet goed bepaald kan worden. Per ingeschoten ion kunnen er verschillende van deze elektronen vrijkomen. De fout die gemaakt wordt is dus vrij groot. In paragraaf 9.3 zal er verder op het verschijnsel van de secundaire elektronen worden ingegaan. In de figuur is er voor de fractie getrapte Ne-ionen in het begin een duidelijke stijging van de getrapte fractie te zien waarna er een lichte daling optreedt. Ook de fractie getrapte He-ionen varieert met de dosis. Of deze variaties significant zijn en hoe de oorzaak van deze variaties verklaard moet worden is niet duidelijk. hoe!

De maxima van de O- en V-piek liggen bij hogere temperaturen dan de overeenkomende He-pieken. Uit het feit dat de temperatuur van deze Ne-piek hoger is dan de temperatuur van de He-piek volgt dat Ne-atomen sterker aan de traps in het TiC-kristal gebonden worden dan He-atomen.

Ook is in het Ne-spectrum duidelijk te zien dat de vorm van de twee pieken onderling nogal verschillend is. Een verklaring voor het verschil in de vormen is de volgende. In hoofdstuk 7 is al vermeld dat de vorm van de piek aangeeft of diffusie door het kristal een rol speelt. Aan de vorm van de O-piek is te zien dat het desorptieproces verantwoordelijk voor de O-piek een 1e orde proces is waarbij diffusie kennelijk geen rol speelt. Een verklaring voor deze piek is de volgende. Het oppervlak van vaste stoffen heeft in het algemeen een andere structuur dan de bulk. De atomen in de eerste laag zitten minder geordend. Van de traps, die net onder het oppervlak zitten, kan derhalve niet gezegd worden dat het vacatures op het koolstof subrooster zijn. Ook de roosterafstand is aan het oppervlak anders dan in de bulk. De atomen voelen slechts van één kant een aantrekkende kracht, hierdoor zal het rooster in elkaar worden gedrukt. In het algemeen zijn de traps die zorgen voor het verschijnen van de O-piek onvolkomenheden van het oppervlak. In figuur 9.6 is een voorbeeld van een oppervlak met daarin getrapte ionen getekend. In het oppervlak hebben de ingeschoten edelgasatomen een andere omringing dan in de bulk. Gevolg hiervan is dat de bindingsenergie van de edelgasatomen aan traps net onder het oppervlak lager is dan die van ionen aan traps dieper in de bulk. In de figuur is aangegeven dat slechts enkele atomen een klein beetje moeten worden weggeduwd voordat het edelgasatoom vrij komt. Ionen die net onder het oppervlak zitten komen derhalve bij lagere temperaturen uit hun traps los. Deze ionen hoeven niet door het kristal heen te diffunderen om het vacuum te bereiken. Gevolg hiervan is hoeval
lager?



figuur 9.7: Implantatieprofielen van 100 eV He en Ne



figuur 9.8a: Spectra van Ne-desorptiemetingen, de energie van de ionen is gevarieerd 100-250 eV, de dosis is constant 8.75×10^{13} Ne-ionen/cm²

dat de piek niet door diffusie-effecten wordt verbreed. Uit bovenstaande kan geconcludeerd worden dat de O-piek derhalve een oppervlaktepiek is. Ionen die aan het oppervlak getrappt zijn kunnen tijdens desorptie ook de "verkeerde" kant uit springen. Als dit gebeurt worden ze dieper in het kristal door de C-vacatures getrappt en zullen ze bij hogere temperatuur desorberen.

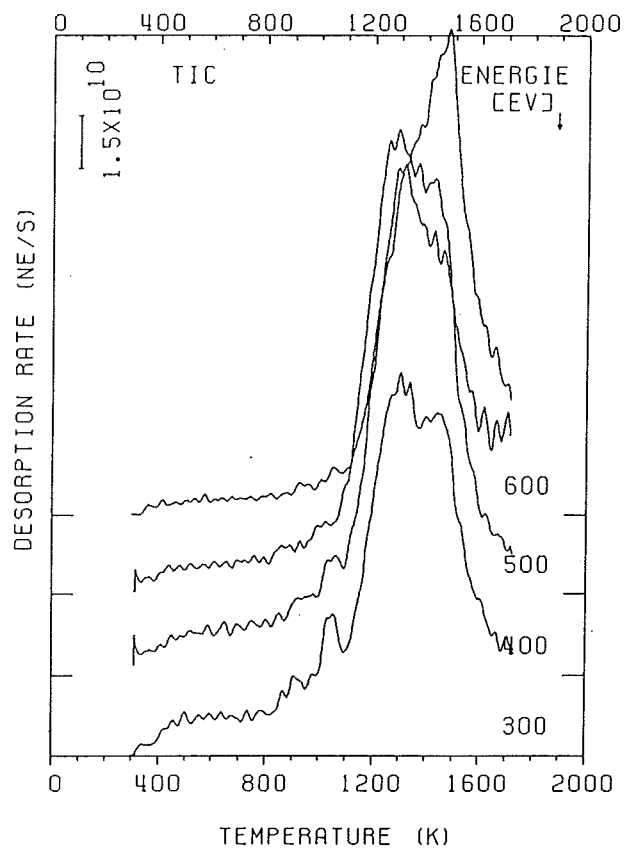
Zoals in paragraaf 7.1 al is aangetoond kunnen Ne-ionen, ingeschoten met een even hoge energie als de He-ionen, gemiddeld minder diep het kristal binnen dringen, het maximum van het implantatieprofiel ligt dichterbij het oppervlak. Omdat het aantal getrapte Ne-atomen in het kristal kleiner is dan bij een vergelijkbare ingeschoten dosis He-ionen en de ingeschoten ionen minder diep komen, komt de hoogte van de O-piek overeen met het piekje bij 1000 K in de He-spectra behorende bij gelijke doses. In figuur 9.7 staan schematisch de implantatieprofielen getekend. Hierin is te zien dat het mogelijk is dat de pieken in de He- en Ne-spectra van dezelfde orde grootte zijn. *hoe?*

De edelgasatomen die dieper het kristal in zijn geschoten hebben een perfecte omringing van kristalatomen en zullen door het kristal moeten diffunderen om het vacuum te kunnen bereiken. Deze atomen maken derhalve kans om wederom te worden getrappt in soortgelijke traps. Deze traps zijn vacatures op het koolstof subrooster. Gevolg van dit retrappen is dat de V(acature)-piek die dit proces aangeeft breder is en bij hogere temperatuur ligt dan dat een piek waarbij retrappen niet optreedt.

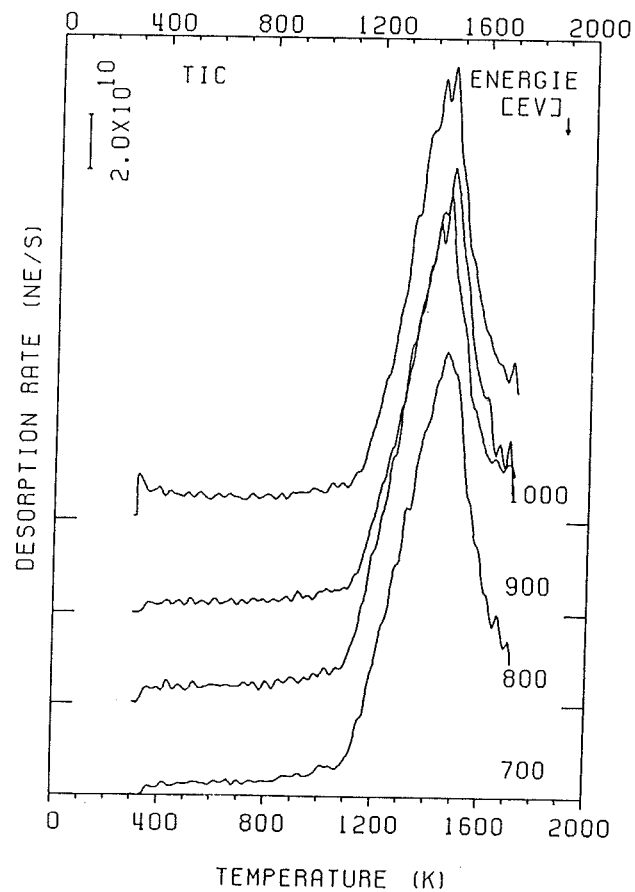
9.3 Energieafhankelijkheid van de Ne-spectra

afnemen Als, zoals in de vorige paragraaf verondersteld is, de O-piek een oppervlakte piek is, moet deze bij verhoging van de implantatie-energie verdwijnen. In figuur 9.1 is een spectrum te zien van een He-desorptie meting met 5×10^{13} He-ionen per cm^2 met een energie van 1000 eV. In deze figuur is er op de flank van de V-piek geen O-piek te zien. Om nu te zien wat de invloed is van de energie van de Ne-ionen is er bij verschillende energieën een constante dosis van 400 nAs ($= 8.75 \cdot 10^{13}$ ion/ cm^2) Ne-ionen ingeschoten.

In de figuren 9.8a-d staan de spectra opgenomen behorende bij energieën variërend van 100 eV tot 3000 eV. De grote verschillen met de



figuur 9.8b: Spectra van Ne-desorptiemetingen, de energie van de ionen is gevarieerd 300-600 eV, de dosis is constant 8.75×10^{13} Ne-ionen/cm²



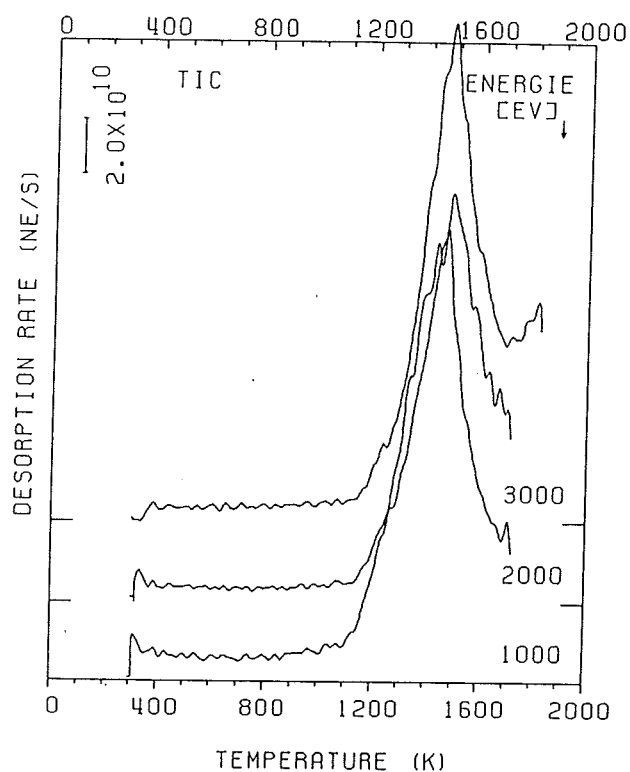
figuur 9.8c: Spectra van Ne-desorptiemetingen, de energie van de ionen is gevarieerd 700-1000 eV, de dosis is constant 8.75×10^{13} Ne-ionen/cm²

hoge energie He-spectra van Hoondert zijn opmerkelijk. Verandert er in het He spectrum nauwelijks iets, de hoge energie Ne-spectra lijken in de verste verte niet meer op de lage energie spectra. In de Ne-spectra is duidelijk te zien dat de O-piek afneemt bij toenemende energie, terwijl de V-piek toeneemt. Bij een energie van 600 eV is de O-piek niet meer te zien. Wel is er vanaf 200 eV een derde piek te zien, de verder te noemen S-piek. Deze S-piek ligt bij een temperatuur van 1500 K. In figuur 9.9 staan de hoogten van de drie pieken uit tegen de ion-energie. Gekozen is er voor de hoogte van de drie pieken omdat de V- en S-pieken niet goed van elkaar te scheiden zijn waardoor het oppervlak onder de V- en S-pieken niet goed te bepalen is. In principe is de oppervlakte een betere maat om de grootte van pieken aan te geven, echter de scheiding tussen de V- en S-piek is niet nauwkeurig te maken. Ook de hoogte van de pieken is niet goed te bepalen door het over elkaar heen vallen van de pieken. Deze hoogten moeten derhalve niet absoluut gezien worden maar meer als illustratie voor het verdwijnen en het opkomen van pieken. In de figuur is duidelijk te zien dat de hoogte van de O-piek direct afneemt terwijl de hoogte van de V-piek eerst toeneemt om bij 400 eV weer af te nemen. Na 800 eV is het niet meer mogelijk de V-piek te onderscheiden van de S-piek.

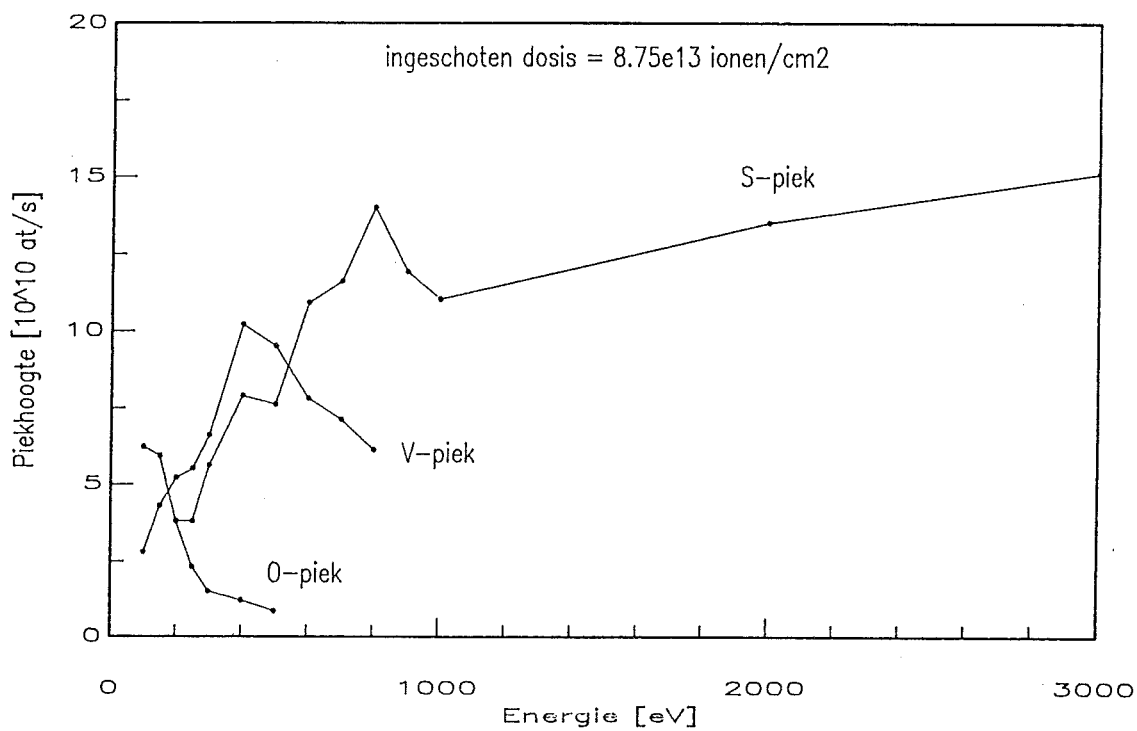
fig. 9.9?

Als de energie verhoogd wordt, heeft dit twee gevolgen voor de ionen. Ten eerste wordt het bereik van de ionen groter en ten tweede zorgen de ionen voor grotere schade in het kristal. Door het grotere bereik van de ionen zal het gebied waarin de schade gemaakt wordt groter worden. De bij hoge energie gevonden S-piek wordt derhalve toegeschreven aan de grotere schade in het oppervlak. Deze schade zal na opwarmen van het kristal weer verdwijnen, daar de atomen op hoge temperatuur weer hun energetisch gunstige posities opzoeken. In paragraaf 9.5 zal daar verder op worden ingegaan. Uit deze metingen en de metingen van Hoondert kan derhalve geconcludeerd worden dat Ne-ionen schade maakt die diepere traps oplevert dan de structurele vacatures. Uit metingen van Hoondert blijkt dat hoge energie He-ionen deze schade niet maken.

Vanaf 200 eV neemt de hoogte van de S-piek toe om vanaf 600 eV ongeveer constant te blijven. Hieruit wordt geconcludeerd dat de de ionen vanaf 200 eV schade gaan maken in het preparaat. Omdat de S-piek bij hogere temperatuur ligt wordt hieruit geconcludeerd dat de schade die gemaakt wordt diepere traps opleveren dan de al aanwezige traps. Schade



figuur 9.8d: Spectra van Ne-desorptiemetingen, de energie van de ionen is gevarieerd 1000-3000 eV, de dosis is constant 8.75×10^{13} Ne-ionen/cm²



figuur 9.9: Piekhoogte als functie van de ion-energie

die een lagere bindingsenergie heeft kan niet gezien worden daar de atomen dan in de structurele vacatures getrappt worden.

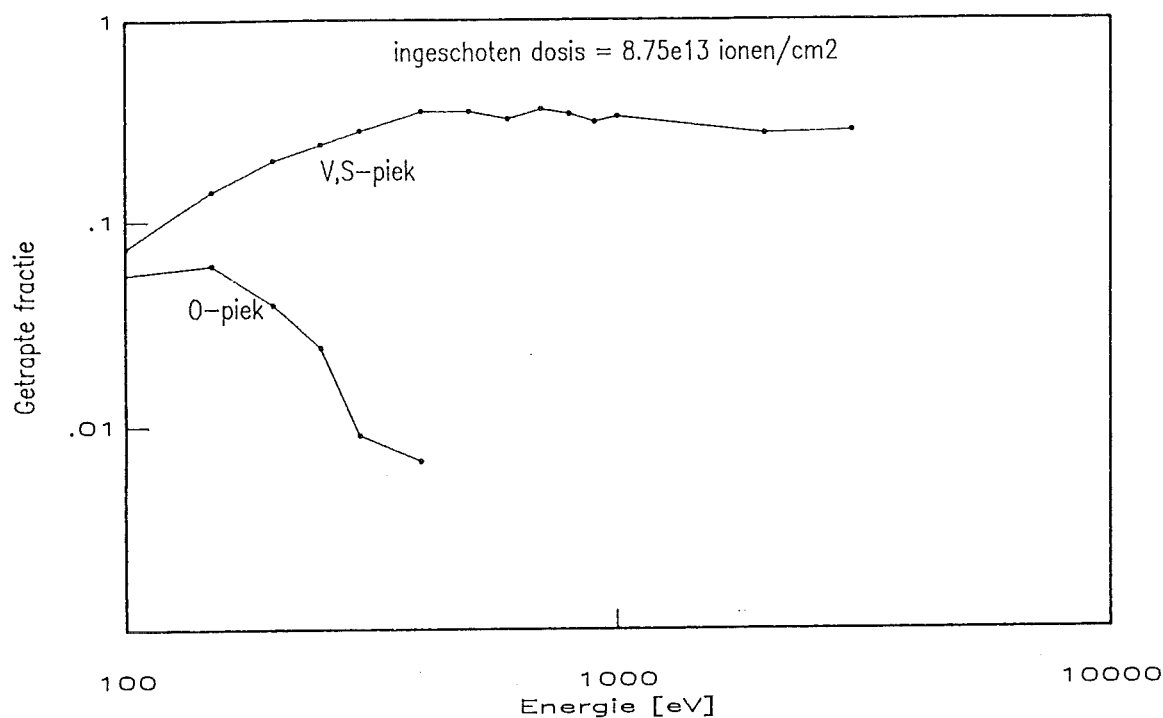
De pieken zijn om dezelfde reden weer breder dan eerste orde pieken. Ook hier treedt de vertragende werking van het retrappen op. De atomen die bij hoge energie diep in de laag gedeponneerd worden komen tijdens hun tocht naar buiten meer door de ionen zelf gemaakte schade tegen. De kans dat de atomen hierdoor getrappt worden is derhalve groot. Gevolg hiervan is dat bij hogere ^{ingeschiet} energie de S-piek breder is en bij hogere temperatuur ligt. Ionen die vrijkomen uit de structurele vacatures kunnen op deze manier ook in de schade getrappt worden, *maar dat is niet te zien.*

In figuur 9.10 staat de fractie getrapte ionen uit als functie van de ion-energie. De fractie getrapte ionen wordt bij hoge energie niet gelijk aan de verwachte waarde 1. Deze waarde wordt verwacht daar het aantal traps structureel aanwezig in het kristal groot is. Dat de totale getrapte fractie niet gelijk is aan 1 kan gedeeltelijk verklaard worden uit het feit dat secundaire electronen het kristal onder Ne-bombardement verlaten. Kornelsen⁹ geeft 0.25 als waarde voor het aantal secundaire electronen per Ne-ion η op W. Deze waarde is volgens deze auteur bijna onafhankelijk van de gebruikte energie en goed tot 1 keV. Voor de werkelijke ingeschoten dosis ionen n_i geldt dan de volgende formule

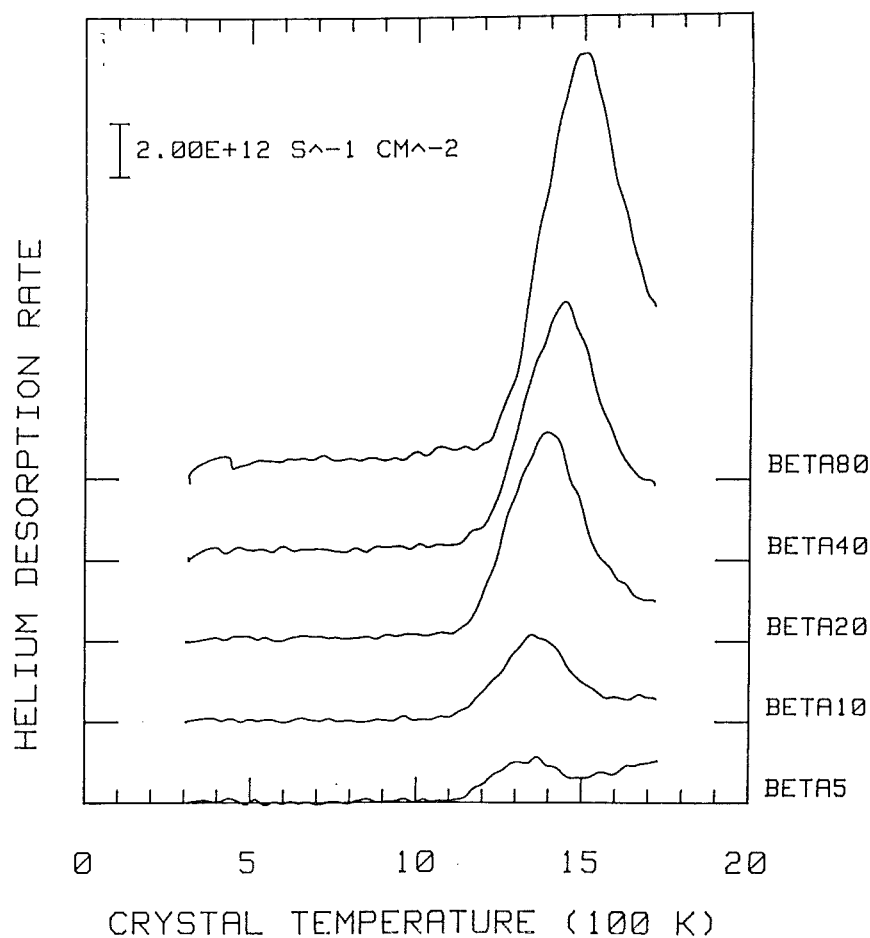
$$n_i = \frac{1}{1+\eta} n_g. \quad (9.1)$$

In deze formule is n_g de gemeten dosis. Voor TiC is η niet bekend. Echter uit het feit dat bij hoge energie de fractie getrapte ionen niet gelijk is aan 1, kan de waarde van η bepaald worden. In figuur 9.11 is te zien dat de fractie getrapte deeltjes maximaal 0.35 is. Voor een getrapte fractie van 100% moet dan de dosis ingeschoten Ne-ionen een factor 3 lager zijn. Dit houdt in dat η voor TiC gelijk moet zijn aan 2 electronen per ion. In vergelijking met de waarde voor W lijkt dit nogal hoog. Als deze waarde goed is houdt dit in dat de fractie getrapte Ne-ionen gelijk is aan de fractie getrapte He-ionen, als η daar gelijk is aan 0. Door een kleine positieve spanning op het kristal aan te leggen heeft Hoondert voorkomen dat electronen het kristal konden verlaten. Bij de opstelling op het IRI was dit niet mogelijk. *met een zandoor hoge spanning $\Rightarrow \eta$*

Zoals in de vorige paragraaf al gezegd is worden de atomen die zorgen voor de O-piek verondersteld afkomstig te zijn uit de eerste atoomlagen onder het oppervlak. De V-piek is het gevolg van het getrappt worden op de C-vacatures, die dieper in het kristal liggen, waardoor retrapping tot



figuur 9.10: Fractie getrapte Ne-ionen als functie van de ion-energie



figuur 9.11: Spectra van He-desorptiemetingen, de energie van de ionen is constant 3000 eV, de dosis is constant 1.25×10^{13} He-ionen/cm², de opwarmingssnelheid is gevarieerd van 5 tot 80 K/s

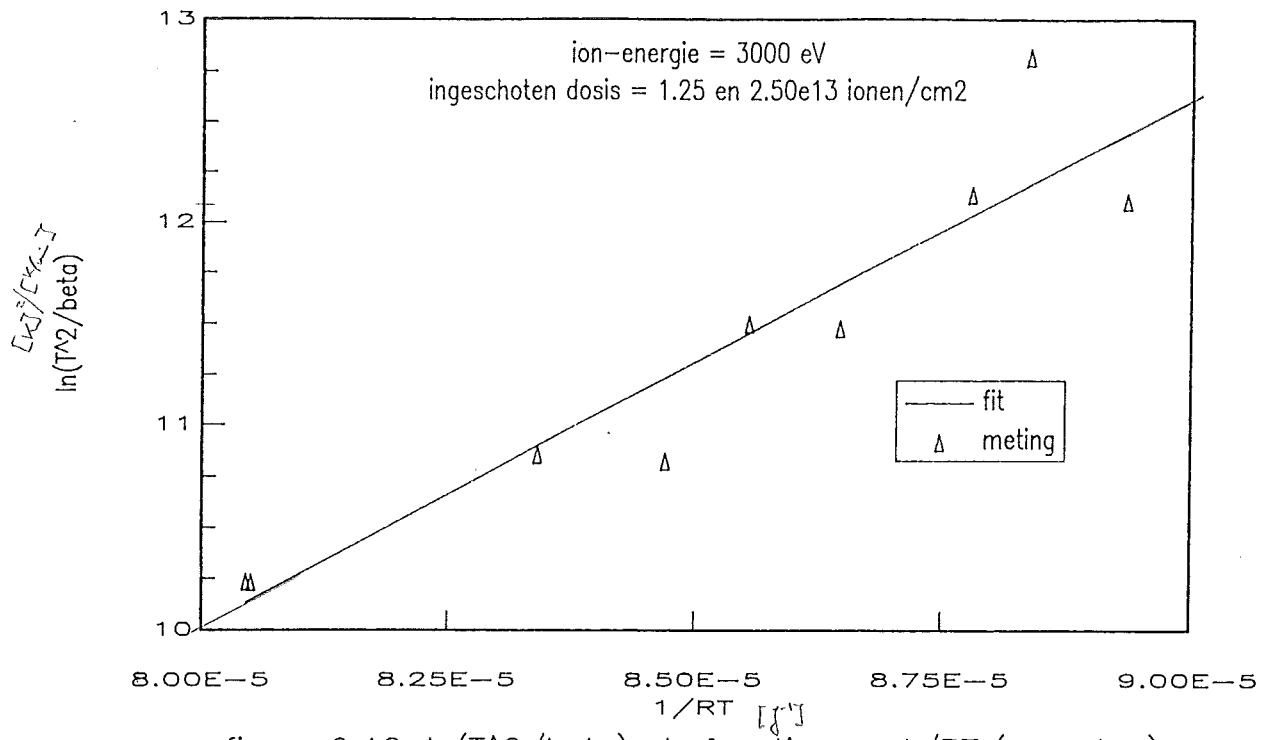
de mogelijkheden hoort.

9.4 Opwarmsnelheidvariatie

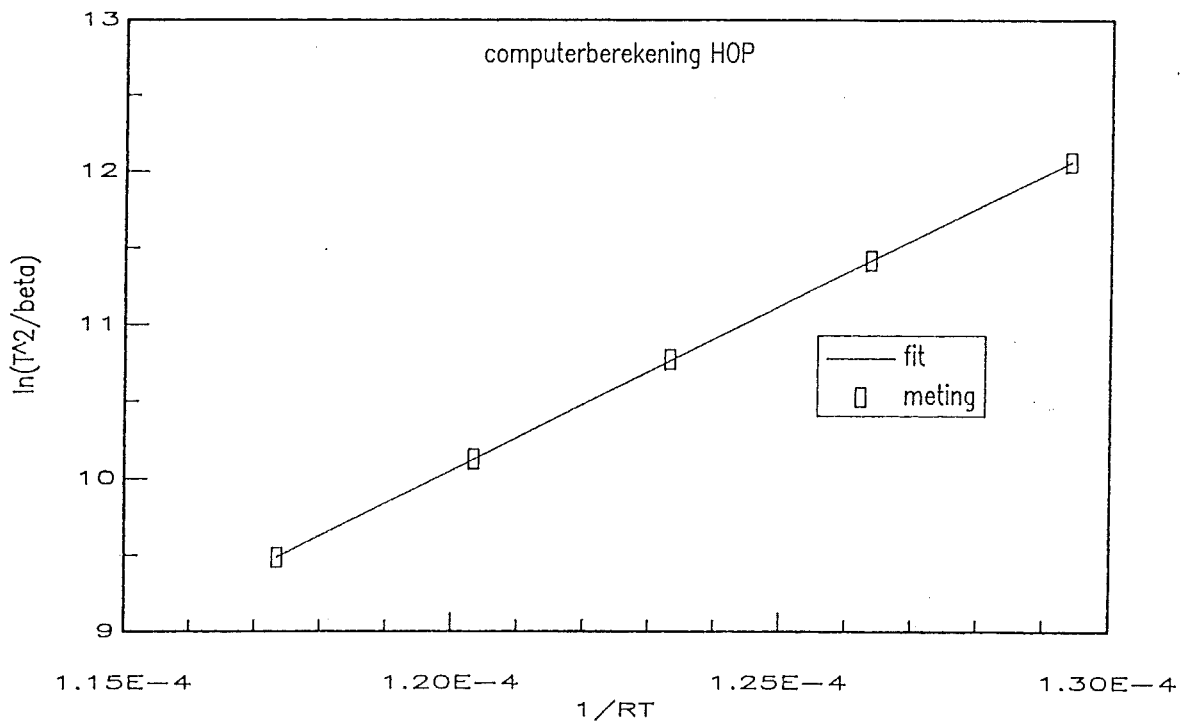
Om de activeringsenergie E_a behorende bij de combinatie He/TiC te bepalen zijn aan kristal 1 desorptiemetingen gedaan waarbij de snelheid van opwarmen (β) werd gevarieerd van 5 - 80 K/s. Het TiC-preparaat is gebombardeerd met 1.25×10^{13} en 2.5×10^{13} He-atomen per cm^2 met een energie van 3000 eV. De spectra, behorend bij een ingeschoten dosis van 1.25×10^{13} , staan in figuur 9.11. Duidelijk is te zien dat bij verhoging van β de pieken naar hogere temperaturen verschuiven. Omdat bij hogere β de desorptietijd korter is, zijn de desorptiepieken hoger (in de figuur staat het aantal desorberende atomen per seconde uit tegen de temperatuur).

In figuur 9.12 is $\ln(T_m^2/\beta)$ uitgezet tegen $1/T_m$ (T_m , de temperatuur behorend bij het piekmaximum) om van dit proces de activeringsenergie en de frequentiefactor met behulp van formule 7.5 te bepalen. Met behulp van lineaire regressie is er door de punten een rechte lijn getrokken. Hiermee zijn E en de frequentiefactor ν_0 bepaald. Om deze berekeningen te kunnen doen moeten d , λ , γ en c_t bekend zijn. Uit berekeningen volgens Schiøtt⁷ kan de penetratiediepte van de ionen bepaald worden. Hieruit kan de gemiddelde diepte d waarop de ionen in het kristal zitten berekend worden. De uitkomst voor 3000 eV He-ionen op TiC is $d=240 \text{ \AA}$. Uit de kristalstructuur kan de sprongafstand van de ionen bepaald worden deze is ongeveer $1 \text{ \AA}$. De trapconcentratie c_t is 3.8 %. Voor E is gevonden 2.7 eV/at en voor ν_0 is gevonden $3 \times 10^{14} \text{ Hz}$. Opgemerkt kan worden dat de waarde voor ν_0 vrij hoog ligt, $1 \times 10^{13} \text{ Hz}$, de Debijefrequentie was verwacht.

Naast de metingen aan het TiC-kristal zijn de spectra behorende bij de opwarmsnelheidvariatie berekend met het computerkristal HOP. Een beschrijving van dit programma staat in de appendix achter in dit verslag. Dit programma berekent wat er tijdens een experiment gebeurt. In het programma moet van te voren E en ν_0 gekozen worden. Voor E is 2.2 eV/at genomen, voor de frequentiefactor is 10^{13} Hz genomen. De van te voren gekozen energie komt dus niet overeen met de gemeten energie. Bij een ander computerexperiment later te bespreken is de grootte van de energie wel aangepast. In figuur 9.13 is de rechte getekend waaruit de



figuur 9.12: $\ln(T^2/\beta)$ als functie van $1/RT$ (gemeten)



figuur 9.13: $\ln(T^2/\beta)$ als functie van $1/RT$ (berekend)

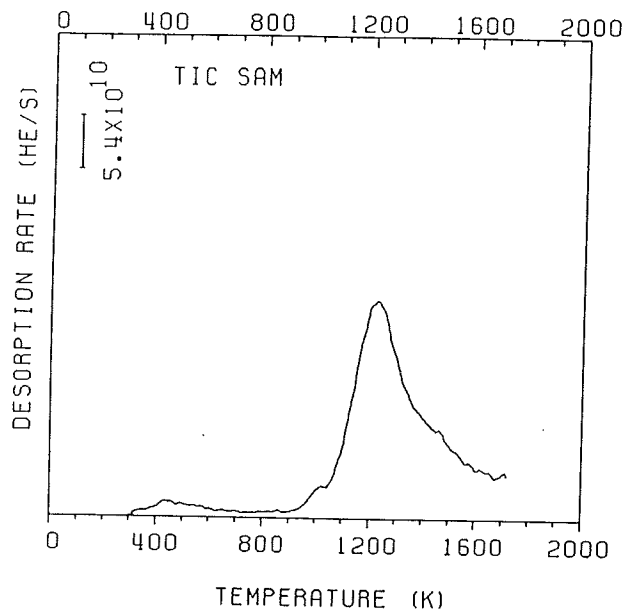
E en v_0 uit de berekeningen met de computer bepaald kunnen worden. De constanten in HOP zijn: $d=40 \text{ \AA}$, $\lambda=1 \text{ \AA}$ en $c_t=1 \%$. Deze waarden hoeven niet met de realiteit overeen te komen daar met deze berekening alleen maar formule 7.5 gecontroleerd wordt. Met behulp van formule 7.5 kunnen E_a en v_0 weer bepaald worden. Uit deze berekeningen komt dat $E = 2.2 \text{ eV}$ en $v_0 = 2.5 \times 10^{14} \text{ Hz}$. Uit deze resultaten kan nu geconcludeerd worden dat de aangepaste theorie goed werkt als het gaat om de bepaling van de activeringsenergie. De theorie maakt bij het bepalen van de frequentiefactor een fout van ongeveer een factor 25. Voor een goede waarde van v_0 moet derhalve voor γ de waarde 4 gekozen worden. Dit is echter niet in overeenstemming met de simulaties van Thijsse, waaruit voor γ een waarde van ongeveer 100 komt.

9.5 Invloed van schade op het spectrum

9.5.1 Schade door eerdere beschietingen

In figuur 9.2 is het 100 eV He-spectrum te zien dat gemeten is door Hoondert. Eerder in dit hoofdstuk is verondersteld dat de extra piek bij 1000 K een gevolg is van structurele schade in het oppervlak, daar die tijdens het uitstoken niet verdwijnt. Deze schade zou veroorzaakt zijn door de eerdere metingen met hoge energie ionen. De geldigheid van deze veronderstelling kan eenvoudig nagegaan worden door metingen te doen aan het nog ongebruikte kristal 2. De 100 eV He-metingen eerder beschreven in paragraaf 9.2 zijn de eerste metingen gedaan aan dit kristal, dat overigens afkomstig is uit dezelfde batch als het kristal 1. Na deze 100 eV He-metingen is het kristal gebombardeerd met 7×10^{14} He-ionen per cm^2 met een energie van 3000 eV. Deze energie en dosis moeten voldoende zijn om in het oppervlak van het kristal schade te maken. Na het inschieten is het kristal uitgestookt op 1700 K. Hierna zijn 1.75×10^{14} He-ionen per cm^2 met een energie van 100 eV in het kristal geschoten, waarna het spectrum is opgenomen. Dit spectrum is te zien in figuur 9.14. Duidelijk is dat er in dit spectrum geen pieken bij zijn gekomen.

Uit de metingen moet geconcludeerd worden dat de piek gevonden door Hoondert veroorzaakt moet zijn door een ander blijvend effect in het kristal dan het inschieten met hoge energie He-ionen. De door Hoondert



figuur 9.14: Spectrum van een 100 eV He-desorptiemeting, na beschieting van het kristal met ionen met een energie van 3000 eV en één keer uitstoken, de dosis is 8.75×10^{13} He-ionen/cm².

tabel 9.1: Aantal getrapte atomen als functie van de energie van de ingeschoten ionen, het aantal ingeschoten ionen is gelijk aan 1 of 2 keer 2.5×10^{12}

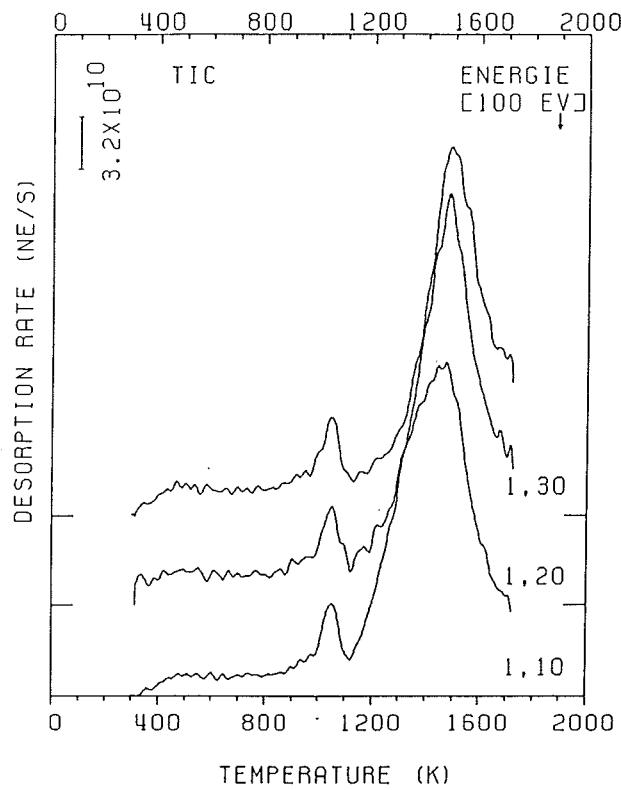
1 keer implantatie	100 eV	1000 eV	2000 eV	3000 eV
atomen in O-piek	$1.4 \cdot 10^{11}$			
atomen in V,S-piek	$1.9 \cdot 10^{11}$	$8.3 \cdot 10^{11}$	$6.8 \cdot 10^{11}$	$6.7 \cdot 10^{11}$
totaal atomen	$3.3 \cdot 10^{11}$			
som atomen 2 energiën		$1.2 \cdot 10^{12}$	$1.0 \cdot 10^{12}$	$1.0 \cdot 10^{12}$
2 keer implantatie	eerst lage dan hoge energie			
atomen in O-piek		$4.9 \cdot 10^{10}$	$8.4 \cdot 10^{10}$	$7.6 \cdot 10^{10}$
atomen in S-piek		$1.6 \cdot 10^{12}$	$1.8 \cdot 10^{12}$	$1.5 \cdot 10^{12}$
totaal atomen		$1.7 \cdot 10^{12}$	$1.9 \cdot 10^{12}$	$1.6 \cdot 10^{12}$
	eerst hoge dan lage energie			
atomen in O-piek		$7.2 \cdot 10^{10}$	$7.2 \cdot 10^{10}$	$8.6 \cdot 10^{10}$
atomen in S-piek		$1.1 \cdot 10^{12}$	$1.6 \cdot 10^{12}$	$1.6 \cdot 10^{12}$
totaal atomen		$1.2 \cdot 10^{12}$	$1.7 \cdot 10^{12}$	$1.7 \cdot 10^{12}$

gemeten pieken zijn wellicht het gevolg van altijd aanwezige imperfecties aan het oppervlak, hoewel de piek voor een echt oppervlakte effect te breed lijkt.

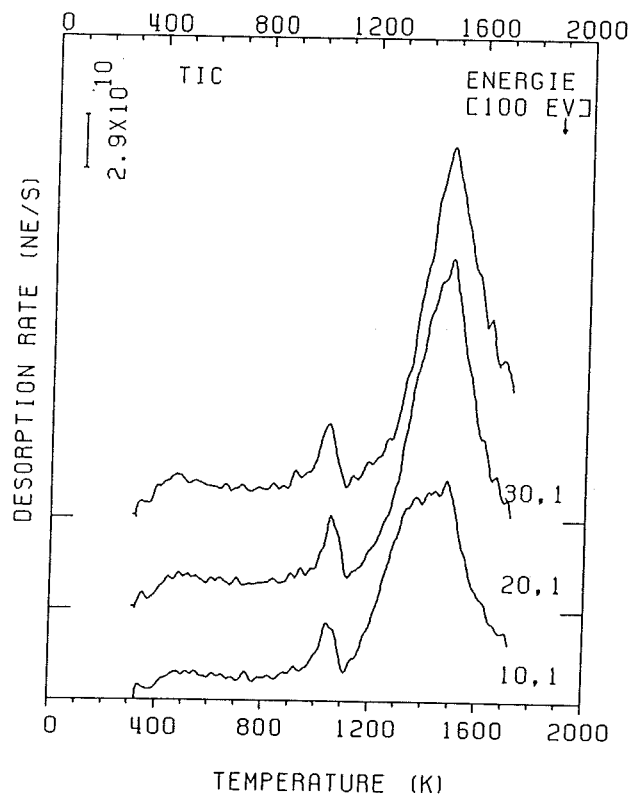
9.5.2 Sputtereffecten

Energetische deeltjes die botsen met een oppervlak kunnen in het algemeen deeltjes uit het oppervlak wegsputteren. Van Ne op TiC is het sputteren onderzocht. Eerder is aangetoond dat de O-piek in het lage energie spectrum van Ne een oppervlakte piek is. Deze O-piek is in het hoge energie spectrum niet aanwezig. Door eerst met lage energie en daarna met hoge energie Ne in te schieten kan bekeken worden of hoog energetisch Ne een deel van het oppervlak afsputtert. Als de Ne-ionen een oppervlaktelaag wegsputteren, sputteren ze vooral de Ne atomen verantwoordelijk voor de O-piek weg. Dit is eenvoudig in te zien, daar de energieoverdracht aan atomen van dezelfde soort bij gelijke hoek θ altijd gunstiger is (zie formule 7.1). Verder kan eenvoudig gezien worden dat de bindingsenergie van de Ne-ionen aan het kristal kleiner is dan die van de kristalatomen (vergelijk de piektemperatuur van de Ne-ionen in het spectrum met de smelttemperatuur van het TiC). Dit duidt er op dat de Ne-ionen preferent gesputterd worden.

Achtereenvolgend zijn de volgende combinaties van energieën genomen: 100\1000, 100\2000, 100\3000 eV. De gebruikte dosis is voor elk van beide inschietenergieën 8.75×10^{13} Ne/cm². In figuur 9.15 staan de hieruit verkregen spectra. In deze spectra is naast de S- en de V-piek ook de O-piek behorende bij de lage energie ionen te zien. Hieruit kan geconcludeerd worden dat de atomen niet uit de laag weggesputterd worden. In tabel 9.1 staat het aantal getrapte ionen in de twee pieken. Deze aantallen zijn vergeleken met de metingen waarin met één energie ionen zijn ingeschoten. Het aantal ionen van twee metingen is opgeteld en kan vergeleken worden met het totale aantal ionen in het experiment met twee implantaties. Opvallend is dat het totale aantal getrapte ionen in het kristal bij dit experiment groter is. Verder is opvallend dat het aantal ionen in de O-piek afgenomen is. Als er geen rekening gehouden wordt met het totale resultaat zou hieruit geconcludeerd worden dat de hoge energie ionen de ionen uit het oppervlak wegsputteren. Omdat er echter



figuur 9.15: Spectra van Ne-desorptiemetingen, na het beschieten van het kristal met ionen met een energie van 100 eV is het kristal nog een keer beschoten met een energie variërend van 1000 - 3000 eV, de dosis is 2 maal 8.75×10^{13} Ne-ionen/cm²



figuur 9.16: Spectra van Ne-desorptiemetingen, na het beschieten van het kristal met ionen met een energie variërend van 1000 - 3000 eV is het kristal nog een keer beschoten met een energie van 100 eV, de dosis is 2 maal 8.75×10^{13} Ne-ionen/cm²

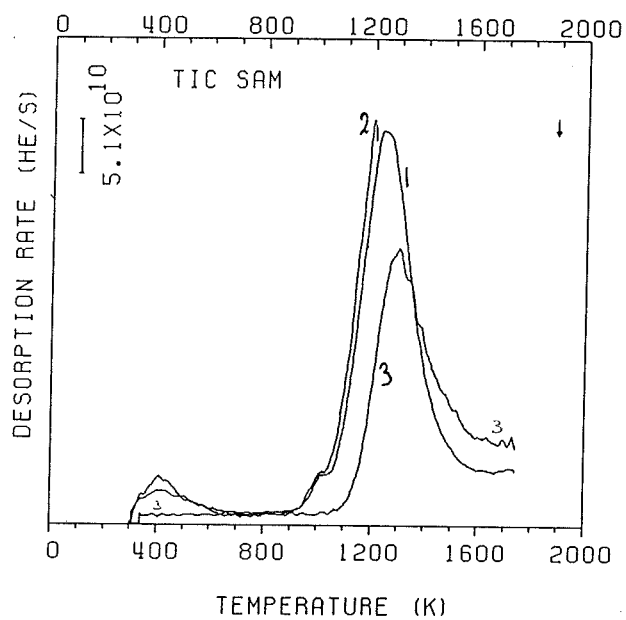
meer ionen in totaal in het kristal getrappt zitten, moet hier uit worden geconcludeerd dat de ionen niet uit het kristal gestoten zijn maar juist gemiddeld dieper in het kristal zitten.

Bohdansky en Roth¹⁰ hebben aangetoond dat He-ionen het aantal gesputterde TiC-atomen per He-ion maximaal gelijk is aan 0.1. Dit betekent dat er bij een dosis van 10^{13} ionen ongeveer 1% van de atomen uit een volledige monolaag wordt weggesputterd. Voor Ne-ionen zal de waarde als gevolg van de hogere massa groter zijn. Echter meer dan een factor 10 zal dit niet zijn. Hieruit moet geconcludeerd worden dat grote sputtereffecten tijdens de metingen, beschreven in dit verslag, niet optreden.

Ook is bekeken of ionen met hoge energie schade maken in het oppervlak. Daartoe is er een zelfde soort proef gedaan als hierboven beschreven. Ionen met hoge energie werden in het kristal geschoten. Als deze ionen op hun weg door het kristal schade maken doen ze dit ook net onder het oppervlak. Door nu met lage energie ionen in te schieten kan deze schade zichtbaar gemaakt worden. Dezelfde combinaties van energieën als in het bovenstaande beschreven zijn in het kristal ingeschoten, echter de volgorde lage-hoge energie is nu omgekeerd. De spectra behorende bij deze metingen staan in figuur 9.16. Geen grote verschillen met de spectra in figuur 9.15 zijn er te zien. Aangenomen mag dus worden dat bij de dosis hier gebruikt er aan het oppervlak geen extra schade gemaakt wordt. In tabel 9.1 staan ook de aantallen getrapte ionen uit dit experiment. Ook hier is het totaal aantal getrapte ionen groter en het aantal getrapte ionen in de O-piek kleiner dan in de twee losse metingen.

9.6 Bepaling desorptieprocessen

Om te bepalen of het He-desorptie proces is waarbij diffusie voor de verbreding zorgt van de piek of dat de brede piek de som is van twee naast elkaar gelegen eerste orde pieken, is het volgende experiment bedacht. Een al gedaan experiment wordt herhaald. Het verschil met het al gedane experiment is dat nu niet het totale spectrum wordt opgemeten maar bijvoorbeeld tot slechts de temperatuur waar het maximum van de piek ligt. Direct na het afkoelen wordt een tweede spectrum opgenomen.



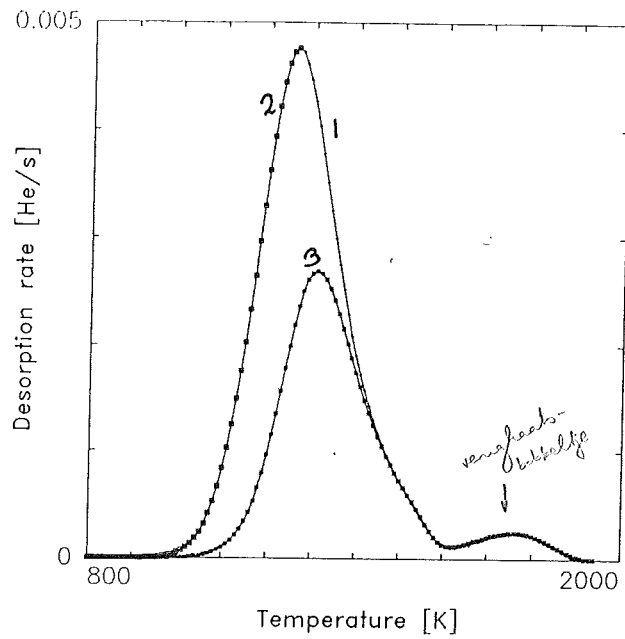
figuur 9.17: Spectra van het in twee stappen opgewarmde kristal en het totale spectrum, gemeten aan TIC. 1 is het gehele spectrum 2 is het spectrum behorende bij het half opwarmen en 3 is het spectrum behorende bij de tweede helft van het experiment

Als het spectrum is opgebouwd uit pieken afkomstig uit meerdere processen moet het tweede spectrum uit de som van twee pieken bestaan, een kleine piek afkomstig van het eerste proces dat reeds vrijwel helemaal klaar is en een tweede grotere piek afkomstig van het tweede proces dat net begonnen is. De som van deze twee pieken moet dan een piek leveren met een schouder aan de kant van de lage temperatuur.

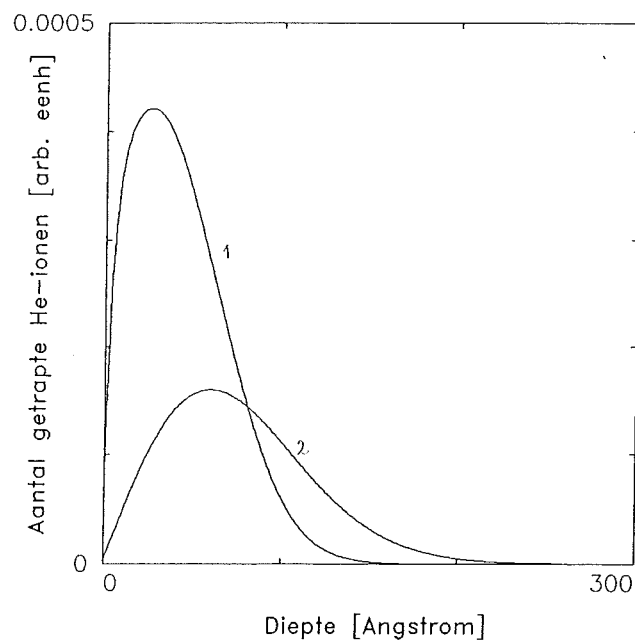
Als de verbreding van de piek het gevolg was van diffusie, zal het enige resultaat van de eerste verhitting zijn dat de ionen gemiddeld dieper in het kristal zitten. Het effect is dan dat de piek bij hogere temperatuur ligt en kleiner is. Een schouder op de piek zal niet worden aangetroffen.

In figuur 9.17 staan de spectra behorende bij het experiment zoals hierboven beschreven, ook is in deze figuur het gewone spectrum weergegeven. De gebruikte energie van de ionen is 100 eV, de dosis is 8.75×10^{13} ionen/cm². In de kleine piek is er niks te zien van een mogelijk eerder effect. Hieruit moet geconcludeerd worden dat verbreding van de gemeten piek in het He-spectrum het gevolg is van diffusie.

In figuur 9.18 staan met HOP berekende spectra. Omdat HOP uitgaat van diffusiegestuurde desorptie moeten deze spectra te vergelijken zijn met de spectra in figuur 9.17. De overeenkomst tussen de twee figuren is inderdaad groot. In figuur 9.19 staan de profielen van de getrapte deeltjes berekend met HOP. Duidelijk is de uitsmering van het profiel na 1 keer opwarmen te zien.



figuur 9.18: He-desorptie spectra van het in twee stappen opgewarmde kristal en het totale spectrum, berekend volgens HOP, 1 is het gehele spectrum 2 is het spectrum behorende bij het half opwarmen en 3 is het spectrum behorende bij de tweede helft van het experiment



figuur 9.19: Diepteprofiel van het berekende aantal getrapte He-ionen, profiel 1 voor verhitting en profiel 2 tussen de twee opwarmstappen in.

10 Conclusies

- Het spectrum van 100 eV He-ionen geeft een grote piek te zien bij ongeveer 1200 K. Deze piek wordt toegeschreven aan He-ionen getrap in de vacatures op het koolstof subrooster. Op de flank van deze piek is er nog een vele malen kleinere piek te zien bij 1000 K. Deze piek wordt toegeschreven aan imperfecties in het oppervlak.
- Het spectrum van 100 eV Ne-ionen geeft twee pieken te zien één bij 1050 K en één bij 1300 K. Deze twee pieken worden analoog aan de He-metingen verklaard. Dat de oppervlaktepik bij Ne relatief gezien belangrijker is kan verklaard worden doordat de penetratiediepte van de Ne-ionen kleiner is dan die van de He-ionen. Er zullen meer Ne-ionen dicht onder het oppervlak van het kristal getrap worden.
- Bij hogere energie worden de ionen dieper in het kristal geschoten. Gevolg hiervan is dat de oppervlaktepik verdwijnt. Naast het feit dat de ionen dan dieper in het kristal geschoten worden maken ze meer schade. Bij hogere energieën wordt er een derde piek bij 1450 K gevonden. Deze piek wordt toegeschreven aan Ne getrap in schade in het kristal, gemaakt tijdens het inschieten.
- Door middel van opwarmsnelheidsvariatie is de activeringsenergie van He trapping in TiC bepaald op 2.7 eV/at. Voor de frequentiefactor ν_0 behorende bij dit proces werd de waarde 3×10^{14} Hz bepaald. Voor deze bepaling zijn bestaande formules met redelijk succes aangepast, al is ν_0 een factor 30 te hoog. Ook uit computerberekeningen is deze factor 30 te voorschijn gekomen.
- Er is niet aangetoond dat beschieting met hoge energie ionen schade in het kristal veroorzaakt die na opwarmen niet verdwijnt. Ook is aangetoond dat bij de gebruikte doses en energieën er van het oppervlak geen grote aantallen atomen weggesputterd worden.
- Vergelijking van de metingen met computerexperimenten duidt er op dat het desorptieproces beschreven kan worden met behulp van diffusional release.

Literatuurlijst

- 1 W. Th. M. Buters in "Helium trapping in cold worked single crystalline molybdenum observed with thermal helium desorption spectrometry", proefschrift TU Delft 1987
- 2 W. H. B. Hoondert, W. Th. M. Buters, B.J. Thijsse en A. van den Beukel in nog niet gepubliceerde TiN-metingen
- 3 W. H. B. Hoondert in nog niet gepubliceerde TiC-metingen
- 4 S. Otani, T. Tanaka en Y. Ishizawa in "Journal of Crystal Growth" **71** (1985) 615
- 5 L.J. Seijbel in "Literatuurstudie: De invloed van ionen op het opdampen van een dunne laag" juni 1989
- 6 E. P. Th. M. Suurmeijer en J. Verhoeven in "Vacuümtechniek" NEVAC
- 7 H.E. Schiøtt in "Radiation effects" **6** (1970) 107
- 8 B.J. Thijsse, persoonlijk commentaar
- 9 E.V. Kornelsen in "Canadian Journal of Physics" **42** (1964) 364
- 10 J. Bohdanský en J. Roth in "Journal of Nuclear Materials" **122 & 123** (1984) 1417

Samenvatting

In dit verslag is in het eerste deel een nieuw apparaat beschreven waarin, in situ TDS-metingen gedaan kunnen worden aan opgedampte lagen. In het tweede deel worden TDS-metingen aan een TiC-eenkristal beschreven. Deze metingen zijn gedaan op het IRI en binnen de sectie FCM 1.

Het opdampen van lagen in de nieuwe ketel vindt plaats door middel van IBAD, ion beam assisted deposition. IBAD is het opdampen van lagen onder gelijktijdig inschieten van (edelgas)-ionen. Deze ionen beïnvloeden de eigenschappen van de opgedampte laag. Het tweede aspect van het inschieten van ionen in de laag is het feit dat deze ionen kunnen dienen als *probe* voor het TDS-experiment. Allereerst wordt beschreven hoe het ultra hoog vacuum in de ketel bereikt kan worden, vervolgens worden de onderdelen voor het IBAD-proces behandeld. Tot slot worden de onderdelen van het TDS-gedeelte in de ketel beschreven.

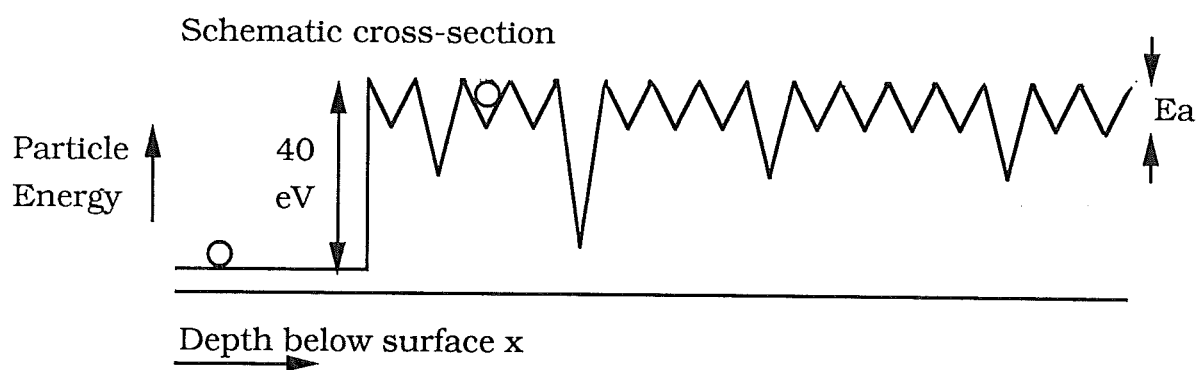
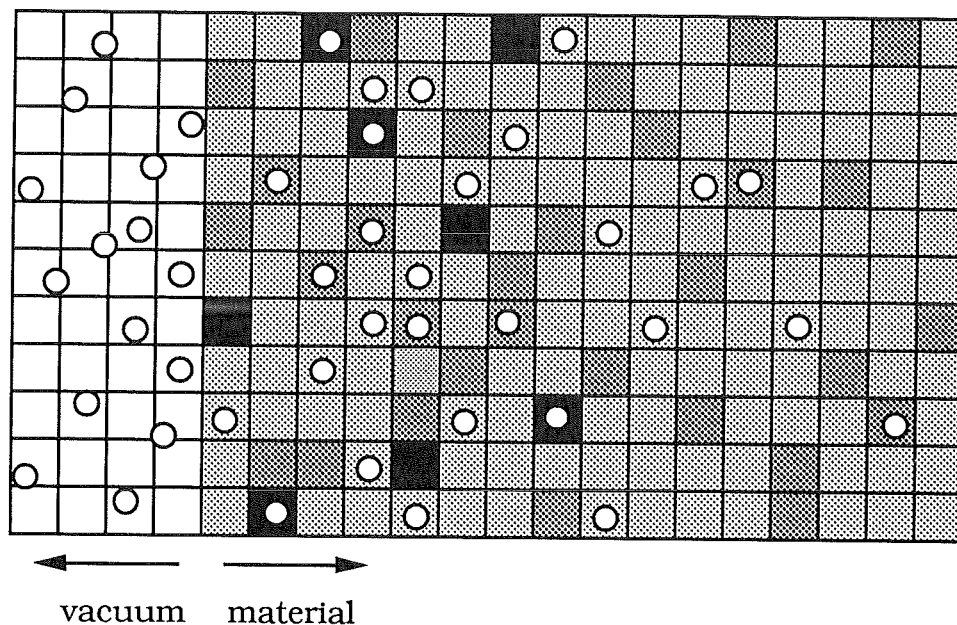
Het tweede deel van het verslag beschrijft TDS-metingen gedaan aan een TiC-eenkristal. In dit kristal is de verhouding Ti/C groter dan 1. Gevolg hiervan is dat er op het C-subrooster vacatures aanwezig zijn. Ingeschoten edelgasionen op deze plaatsen getrapt worden. Aangetoond is dat He-ionen inderdaad op deze plaatsen getrapt kunnen worden. De activeringsenergie die bij deze combinatie edelgasion trap hoort is bepaald op 2.7 eV/at. Verder is aangetoond dat Ne-ionen minder diep in het kristal ingeschoten worden dan He-ionen bij gelijke energie. Hoge energie Ne-ionen maken schade in het kristal maar sputteren tijdens de metingen slechts weinig of geen atomen van het oppervlak af.

Summary

This report is divided in two parts. The first part deals with the construction of a new apparatus for the combination of ion beam assisted deposition (IBAD) and thermal desorption spectroscopy (TDS). In the second part of this report TDS measurements on a single crystal TiC are described. These measurements were done on an apparatus at the Interfaculty Reactor Institute (IRI) and on an apparatus at the Metal Physics group in the Laboratory for Materials Science.

The new apparatus combines IBAD and TDS. IBAD is the deposition of atoms under noble gas ion bombardment. Due to these ions the properties of the layers will be changed. The ions can also serve as probe for the TDS-experiments. In this part of the report attention is paid to the very high vacuum in the vessel and to the sections for the IBAD and TDS-experiments.

In the second part of this report TDS-measurements on TiC are described. In the TiC crystal there is a shortage of C of some percents, so on the C-sublattice there are several vacancies. He-ions are trapped by these vacancies. The activation energy for the combination of these ions and traps is 2.7 eV/at. It is shown that the projected range of the Ne-ions with the same energy as He-ions is smaller than the projected range of the He-ions. Moreover it is found that high energy Ne-ions cause damage in the crystal and that there is no or very little sputtering of atoms due to the doses we used.



Vacuum sites
 $E_a = 0 \text{ eV}$
 fraction $f = 1$



Interstitial sites
 $E_a = 0.2 \text{ eV}$
 fraction $f = 0.99$

Type = 1
 (mobile particles)



Structural Vacancies
 $E_a = 2.2 \text{ eV}$
 fraction $f = 0.01$

Type = 2
 (trapped particles)



Induced Vacancies
 $E_a = 3.6 \text{ eV}$
 fraction $f = 1.5 \times 10^{-6} / \text{s implantation}$

Type = 3
 (trapped particles)

figure 1: HOP-lattice

Appendix: Simulation of trapping and release of particles in a solid layer with defects

Werner Engels?

The time-development of the particle distribution can be calculated by assuming that the particles perform three-dimensional random walks on a hypothetical lattice that extends both into the material and into the vacuum (see figure 1). Each lattice site is of a certain **type**. With each type is associated a certain **activation energy** E_a , which determines the probability that a particle at that site jumps to a neighboring site per unit of time. E_a is small for an interstitial site (≈ 0.2 eV) and large for a trapping site (≈ 3 eV). The problem is made one-dimensional by assuming that the essential quantities are functions of depth x only.

At each moment the rate of change of $n_i(x)$, the number of particles at sites of type i at depth x , can be expressed as

$$\begin{aligned} \frac{dn_i(x)}{dt} = & - \frac{1}{6} n_i(x) \sum_{j=1}^{N_t} \left(v_i^L(x) f_j(x-\lambda) + 4v_i^P(x) f_j(x) + v_i^R(x) f_j(x+\lambda) \right) \\ & + \frac{1}{6} f_i(x) \sum_{j=1}^{N_t} \left(v_j^R(x-\lambda) n_j(x-\lambda) + 4v_j^P(x) n_j(x) + v_j^L(x+\lambda) n_j(x+\lambda) \right) \\ & + S_i(x), \end{aligned}$$

where:

- $n_i(x)$ = Number of particles at sites of type i , at depth x .
- N_t = Number of different lattice site types i .
- $v_i(x)$ = Jump frequency of particles at sites of type i , at depth x . In a Boltzmann model one has

$$v_i(x) = v_0 e^{-E_i(x)/kT},$$

with v_0 the Debye frequency (10^{13} Hz), and E_i the activation energy.

"L", "P", and "R" denote jumps to the Left, in the x -Plane, and to the Right, respectively.

$f_i(x)$	=	Fraction of sites of type i , at depth x
λ	=	Unit jump distance (= lattice constant), $\lambda = 0.1$ nm.
$S_i(x)$	=	Implantation rate of particles into sites of type i , at depth x .

There are N_t equations, one for each type i . This set of coupled diffusion-type differential equations can be conveniently solved by the Crank-Nicholson method, for which a program was developed in C under Unix.

The key quantities in the equation are v , f and S . In the program these can be specified as functions of **position** x , **time** t (hence also of **temperature** T), **type** i , and **site occupation numbers** $n_1, n_2, \dots$. In addition, the jump frequencies v may be made directionally sensitive, in order to deal with overall steps in potential energy, such as at surfaces and interfaces.

