KfK 4883 Juni 1991

Untersuchungen zur Texturänderung von MoN-, Ag- und Pt-Schichten auf orientierten Saphir-Substraten durch Ar⁺⁺-Bestrahlung bei 600 keV

V. Jung, W. Schneider Institut für Nukleare Festkörperphysik Institut für Material- und Festkörperforschung

Kernforschungszentrum Karlsruhe

.

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Institut für Nukleare Festkörperphysik Institut für Material- und Festkörperforschung

KfK 4883

Untersuchungen zur Texturänderung von MoN-, Agund Pt-Schichten auf orientierten Saphir-Substraten durch Ar^{+ +}-Bestrahlung bei 600 keV

V. Jung, W. Schneider

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

Als Manuskript gedruckt Für diesen Bericht þehalten wir uns alle Rechte vor

.

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH Postfach 3640, 7500 Karlsruhe 1

ISSN 0303-4003

Untersuchungen zur Texturänderung von MoN-, Ag- und Pt-Schichten

auf orientierten Saphir-Substraten durch Ar⁺⁺-Bestrahlung bei 600 keV

Kurzfassung

MoN-, Ag- und Pt-Schichten wurden auf orientierte Saphir-Substrate aufgesputtert bzw. aufgedampft. Es entstanden Schichten unterschiedlicher Dicke bedingt durch unterschiedliche Aufdampfzeiten (Ag) bzw. durch unterschiedliche Sputtertemperaturen (Pt). Die Ausgangstexturen werden in unterschiedlicher Weise durch Ar⁺⁺-Bestrahlung verändert. Wesentlicher Grund hierfür ist die unterschiedliche atomare Beweglichkeit von MoN, Ag und Pt. Den größten Effekt zeigt eine bei 800° C aufgesputterte Platinschicht. Die Texturbreite (FWHM) der [111] Textur ging von 16[°] auf 5,5[°] am Ende der schrittweisen Ar⁺⁺-Bestrahlung zurück. Die MoN-Schichten zeigen fast keine Texturänderung, und die Ag-Schichten zeigen einen Änderungseffekt, wenn sie dünn genug sind (800 \Re).

Investigations of Texture Variations of MoN, Ag and Pt Layers

on Oriented Saphir Substrates by Ar⁺⁺ Irradiation at 600 keV

Abstract

MoN, Ag and Pt layers were sputtered on oriented **sap**phire substrates, in case of Ag evaporated. Layers with different thickness were generated depending on the time for sputtering or evaporating. The initial textures are changed in different manner by Ar^{++} irradiation. The main reason for this is the different atomar mobility of MoN, Ag and Pt. A Pt layer sputtered at 800° C shows the biggest effect. The FWHM of the [111] texture distribution is reduced from 16° to 5.5° after the last irradiation step. The MoN layers show no important texture variation. The Ag layers show an effect, when the layer thickness is small (800 Å).

1. Einführung

Texturuntersuchungen bestrahlter Sputterschichten wurden bisher an den Hartstoffen NbN und MoN, sowie an den Metallen Ag, Au [1-4] und nun auch an Pt angestellt. Dabei zeigte es sich, daß die Texturen der Hartstoffe sehr resistent gegen Bestrahlung sind, wohingegen ihre Gitterparameter starke Veränderungen erfahren.

Anders verhalten sich Schichten edeler Metalle wie Silber, Gold und Platin. Auch hier ist durch die vorgegebene Einschußrichtung der Ar⁺⁺-Ionen eine Vorzugsrichtung festgelegt, und mit zunehmender Bestrahlung tritt ein Ordnungszustand ein, bei dem anfängliche Texturbreiten zwischen 8° und 15° auf 4° bis 6° Halbwertsbreite (FWHM) verringert werden. Je edler ein Metall ist, desto leichter wird der Ordnungszustand hergestellt. Während z.B. eine Silberschicht mit 13° FWHM im unbestrahlten Zustand nach Bestrahlung mit $1,25 \cdot 10^{17}$ Ar⁺⁺/cm² auf nur 9° FWHM der [111] Textur zurückgeht, sinkt die Texturbreite einer bei 800° C aufgesputterten Platinschicht von 15° FWHM auf 5,5° ab. Der Grund für dieses unterschiedliche Verhalten dürfte in der unterschiedlichen atomaren Beweglichkeit und in der unterschiedlichen Selbstdiffusion zu finden sein.

2. Probenherstellung

Die Hartstoff- und Edelmetallschichten wurden auf orientierten Saphir-Substraten aufgesputtert bzw. im Falle von Silber und Gold aufgedampft. Die 10 mm mal 25 mm großen Substrate waren so geschnitten, daß die Al₂O₃ (1120) Fläche bis auf \pm 0,5[°] parallel zur Substratoberfläche liegt (so die Firmenangabe von Kelpin). Bei den Texturmessungen zeigte sich allerdings, daß eine breite Mosaikverteilung mit einer Halbertsbreite von ca. 4[°] vorliegt. Jedoch stand die Achse dieser Verteilung bis auf \pm 0,5[°] senkrecht auf der Substratoberfläche. Über die Orientierung in der Substratebene wurde keine Aussage gemacht. Wie sich aus den angestellten Texturmessungen dann herausstellte, wäre eine solche Aussage für die Meßergebnisse auch ohne Belang. Denn alle gemessenen Texturen der aufgedampften bzw. aufgesputterten Schichten waren Fasertexturen. Somit besteht in der Substratebene keine Orientierungskorrelation zwischen Schicht und Substrat. Im Abschnitt 3. Texturmessungen wird hierauf noch genauer eingegangen.

Die MoN-Schichten wurden bei Temperaturen von 600° C, 675° C und 700° C aufgesputtert. Silber- und Goldschichten wurden bei Raumtemperatur aufgedampft, während die Platin-Schichten aufgrund des höheren Schmelzpunktes ebenfalls - wie die Hartstoffe auch - aufgesputtert werden mußten. Als Sputtertemperaturen wurden hier Raumtemperatur (RT), 600° C, 700° C und 800° C eingestellt.

Mit Hilfe von Rückstreumessungen wurden die erreichten Schichtdicken bestimmt. Sie lagen bei 500 Å (600° C), 1000 Å (700° C) und 2000 Å (800° C). Während sich bei RT eine sehr breite [111] Textur ausbildete (FWHM ca. 40°), waren die Ausgangstexturbreiten 8° bei 600° C, 10° bei 700° C und 15° bei 800° C. In weiteren Messungen müßte noch diejenige Sputtertemperatur ermittelt werden, bei der die Texturbreite der Sputterschicht durch ein Minimum geht.

3. Texturmessungen

Im Gegensatz zu früheren Texturmessungen, die mit Hilfe eines 2-Kreis-Diffraktometers durchgeführt wurden, stand nunmehr eine Texturmeßapparatur von Siemens (Kristalloflex D 500) im Institut für Material- und Festkörperforschung des KFK zur Verfügung. Gemessen wurde mit Cu K -Strahlung in Reflektion an den Reflexen (111) und (222) bei Platin, sowie an den Reflexen (111) und (200) bei Silber und an den Reflexen (200) und (220) bei Molybdännitrid. Da die Blendenöffnung des einfallenden Röntgenstrahles 0,3⁰ betrug, resultierte daraus für den (111) Reflex (Einschußwinkel = 20°) auf der Probe ohne Wobbeln ein beschienener Strich von 8 mm Länge. Es ergab sich die Möglichkeit, durch Wechsel vom (111) zum (222) Reflex diejenige Fläche, die vom einfallenden Röntgenstrahl beschienen wird, ohne eingeschaltetes Wobbeln zu halbieren. Auch bei eingeschaltetem Wobbeln wird auf den Proben eine wesentlich kleinere Fläche überstrichen, so daß auch die Meßergebnisse unterschiedlich ausfallen. Der beschienene Bereich der Proben ist in Abb. 1 dargestellt.

Je nach Reflex - (111) oder (222) - wird auf der Probe über unterschiedliche Bereiche gemittelt. Hierdurch ist ebenso verständlich, daß bei der $\phi = 0^{\circ}$ Stellung der Probe andere Texturbreiten resultieren als bei $\phi = 90^{\circ}$.

Um systematische Fehler auszuschalten, wurden die Schnitte durch die Polkugeln jeweils außer bei den Winkeln $\phi = 0^{\circ}$, $\phi = 45^{\circ}$, $\phi = 90^{\circ}$, $\phi = 135^{\circ}$ auch bei den Winkeln $\phi = 180^{\circ}$, $\phi = 225^{\circ}$, $\phi = 270^{\circ}$, $\phi = 315^{\circ}$ gemessen. In Abb. 2 sind die jeweils um 180° versetzten Schnitte durch die Platin (111) Polkugel aufgetragen. Es zeigt sich hierbei, daß die berechneten systematischen Fehler mit den gemessenen übereinstimmen. So erzeugt z.B. eine Fehljustierung um $0,3^{\circ}$ einen Meßfehler im Maximum der Intensitätsverteilung von 3 %. Hier sei nur bemerkt, daß bei einer Probenbreite von 10 mm ein Winkel von $0,3^{\circ}$ einer Höhendifferenz von 10 mm/200 = 0,05 mm entspricht. Solche Höhendifferenzen beim Einkleben der Proben in den Probenrahmen lassen sich kaum vermeiden. Wiederum gewährleistet Klebwachs einen relativ schnellen und auch verläßlichen Probenwechsel. Ein systematischer Fehler von 3 % wurde jedenfalls als tolerierbar erachtet.

Nachdem an einigen Proben ganze Polfiguren gemessen worden waren, und nachdem sich eindeutig das Vorhandensein von Fasertexturen zeigte, wurde bei weiteren Messungen auf die Aufnahme ganzer Polfiguren verzichtet. Stattdessen wurden Schnitte durch die Polkugeln bei den Winkeln $\phi = 0^{\circ}$, 45° , 90° , 135° , 180° , 225° , 270° und 315° als ausreichend erachtet. Abb. 3 zeigt Pt (111) Polfiguren für 600° C und 800° C Sputtertemperatur. Aus diesen Polfiguren ist eine reine Fasertextur erkennbar.

Die Texturen der Proben wurden im unbestrahlten Zustand gemessen und weiterhin nach schrittweiser Bestrahlung mit Ar⁺⁺-Ionen von 600 keV. Die Bestrahlung erfolgte in Dosen, die sich jeweils um einen Faktor 5 unterschieden. Die erste Fluenz betrug 2.10¹⁴ Ar⁺⁺/cm² und die letzte integrale Fluenz betrug 1,25.10¹⁷ Ar⁺⁺/cm². Nach jedem Bestrahlungsschritt wurde die Texturbreite der [111] Textur im Falle von Silber Gold und Platin bestimmt, ebenso der Gitterparameter, welcher sich mit der Fluenz mehr oder weniger stark verändert.

- 3 -

4. Meßergebnisse

In den Abbildungen 4, 5, 6 und 7 sind die Ergebnisse der Textur-Messungen an Platin-Schichten dargestellt. Abb. 4 zeigt das Herauswachsen der [111] Textur mit zunehmender Fluenz. Dabei fällt ein quadratischer Anstieg des Verteilungsmaximums bis zu einer Fluenz von $5 \cdot 10^{15}$ Ar⁺⁺/cm² auf.

4 -

Um ein Maß für die Abnahme der Schichtdicke zu erhalten, die beim Beschuß der untersuchten Schichten mit Ar⁺⁺-Ionen durch Absputtern zwangsläufig verringert wird, wurde aus der Reflexbreite, dem Quadrat der Texturbreite und dem Maximum der Texturverteilung ein Näherungswert gebildet, der für den unbestrahlten Zustand auf 1 normiert wurde. Angenähert kann diese Größe mit "integrale Reflektivität" bezeichnet werden.

[6] Aus Schichtdickenmessungen durch Rückstreuung geht hervor, daß es eine Proportionalität zwischen "integraler Reflektivität" und Schichtdicke gibt. Dies trifft aber nur für die unbestrahlten Proben zu. Nach der Bestrahlung kann es Abweichungen geben, weil die Schichten unter Umständen unterschiedlich gestört werden. Dies beeinflußt die integrale Reflektivität.

Bei der näherungsweisen Berechnung der integralen Reflektivität stellt sich die Frage, ob die Reflexbreite multiplikativ in diese Größe eingehen soll. Dies dürfte voll zu bejahen sein, wenn die Reflexbreite groß ist gegen die Blendenöffnung. Wird dagegen die Reflexbreite kleiner als die Blendenöffnung (Divergenzblende), so liegen die Verhältnisse komplizierter. Deswegen ist in Abb. 5 dieser Fall bei der integralen Reflektivität berücksichtig, daß nämlich die Reflexbreite nicht multiplikativ in die integrale Reflektivität eingeht. Dieser Fall ist in Abb. 5 links gestrichelt eingezeichnet.

In den Abbildungen 5 bis 7 sind außerdem zur Veranschaulichung des Effektes der Verringerung der Texturbreite auf das Maximum der Texturverteilung die Maxima aufgetragen. Diese sind für den unbestrahlten Zustand auf 1 normiert und sie wachsen entsprechend der schmaler werdenden Verteilungen an. Diese Intensitätsverteilungen sind die bereits erwähnten Schnitte durch die Polkugeln.

Die Abbildungen 8a, 8b und 8c zeigen die Ergebnisse von Texturmessungen an unterschiedlich dicken Silberschichten. Dabei zeigt sich, daß die Texturänderung einer bestrahlten Silberschicht sehr empfindlich von der Schichtdicke abhängt. Die Schichtdicke in Abb. 8a beträgt ca. 800 Å. Die Schicht ist gerade dünn genug, daß die eingeschossenen Ionen durch die Schicht hindurchgelangen. Wird die Silberschicht dicker, so zeigt sie ein Verhalten, das derjenigen einer bestrahlten MoN-Schicht ähnlicher wird. Dies ist darauf zurückzuführen, daß beim Silber das Channeling der Ionen nicht in dem Maße erfolgt wie beim Platin. In Abb. 7 z.B. beträgt die Dicke der Platinschicht ca. 2000 Å, und nur durch Channeling gelangen die eingeschossenen Ar⁺⁺-Ionen durch die Schicht hindurch. Sie sorgen dann in der ganzen Schicht für die Umorientierung der Kristallite. Aufgrund der größeren Kernladungszahl und auch aufgrund des kleineren Gitterparameters ist bei Platin der Channeling-Grenzwinkel um 30 % größer als bei Silber und liegt bei 7,6⁰. Räumlich gesehen geht dieser Effekt aber quadratisch ein. Außerdem ist bei Platin im Gegensatz zu Silber die atomare Beweglichkeit weitaus höher. Dies führt dazu, daß auch dickere Platinschichten von den eingeschossenen Ionen umorientiert werden können [5].

Die Abbildung 8b zeigt eine Silberschicht von ca. 1600 Å Dicke. Hier ist der Umorientierungseffekt schon beachtlich kleiner. Und in Abb. 8c findet bei einer Silberschicht von ca. 2500 Å Dicke garkeine Umorientierung mehr statt. Das Verhalten dieser dicken Silberschicht ähnelt durchaus dem Verhalten einer bestrahlten MoN-Schicht, wie sie in Abb. 9 dargestellt ist.

Aufgrund der sehr geringen atomaren Beweglichkeit des Hartstoffes MoN ist es verständlich, daß nur sehr geringe Texturänderungen eintreten, wie aus Abb. 9 ersichtlich ist. Gleichwohl verändern sich bei diesem Supraleiter die supraleitende Sprungtemperatur T_C und der Gitterparameter.

Ganz allgemein ändern sich bei allen bestrahlten Schichten die Gitterparameter. Deswegen sollen diese bestrahlungsinduzierten Änderungen der Gitterparameter der untersuchten Schichten hier gemeinsam betrachtet werden. In Abbildung 10 ist die Gitterparameteränderung von einer NbN-Schicht dargestellt, ebenso der Abfall der kritischen Temperatur T_C mit zunehmender Fluenz. Die Gitterparameter-Änderung einer Silberschicht ist in Abb. 12 dargestellt. Im Gegensatz zu NbN fällt der Gitterparameter bei der bestrahlten Silberschicht bereits nach dem

- 5 -

ersten Bestrahlungsschritt ab. Bei der NbN-Schicht hingegen steigt er nach dem ersten Bestrahlungsschritt an. Der weitere Verlauf des Gitterparameters beim Silber ist dann ähnlich wie beim NbN - nach dem Abfall des Gitterparameters dann wieder erneuter Anstieg und dann erneuter Abfall.

Ganz anders verhält sich der Gitterparameter einer bestrahlten Gold-Schicht: Nach einem kurzen Anstieg nach dem ersten Bestrahlungsschritt fällt er linear ab, wenn der Maßstab der integralen Dosis logarithmisch ist. Ein Wiederanstieg findet nicht statt. Dies ist in Abb. 11 dargestellt.

In Abbildung 13 ist schließlich das Verhalten der Gitterparameter der 4 Platinschichten zu sehen. Der Verlauf bei den Proben, die bei 600° C bzw. 700° C aufgesputtert wurden, hat eine gewisse Ähnlichkeit mit demjenigen Verlauf des Gitterparameters, wie er sich für eine bestrahlte Silberschicht ergibt (Abb. 12). Ansonsten gibt es bei den Platinschichten deutliche Unterschiede im Verhalten nach schrittweiser Bestrahlung in Abhängigkeit von der Temperatur, bei der die Platinschichten aufgesputtert wurden.

Nur die Sputtertemperatur von 800⁰ C erbringt den aus der Literatur bekannten Gitterparameter von 3,930 Å. Bei geringeren Sputtertemperaturen wird der Gitterparameter größer. Dies läßt darauf schließen, daß bei niedrigerer Sputtertemperatur mehr Packungsfehler auftreten, die einen größeren mittleren Gitterparameter bewirken.

5. Diskussion

Zwei Vorstellungen für den Ablauf der Textur-Änderungen in den Silber-, Gold- und Platin-Schichten durch Ar⁺⁺-Bestrahlung bei 600 keV sind denkbar:

 Durch den Effekt des Channeling bleiben Kristallite mit passender Orientierung stehen, während Kristallite mit einer solchen Orientierung abgesputtert werden, deren [111] Richtung mit der Einschußrichtung der Ionen einen Winkel bildet, der größer als der Channeling-Grenzwinkel ist. 2. Durch die Stoßkaskaden, welche die eingeschossenen Ionen erzeugen, findet im Mikrobereich ein lokales Aufschmelzen mit nachfolgender Rekristallisation statt. Diese Rekristallisation läuft in der Art ab, daß die hindurchchannelnden Ionen die neu gebildeten Kristallite nicht mehr stören. Die [111] Richtung wird also parallel oder mit kleinem Winkel zur Einschußrichtung der Ar⁺⁺-Ionen ausgerichtet.

Sollte das erste Modell zutreffen, dann müßte dies in einer elektronenmikroskopischen Aufnahme zu sehen sein. D.h. es müßten dort tiefe Gruben entstehen, wo Kristallite mit falscher Orientierung standen. Andere Kristallite mit passender Orientierung müßten als hohe Inseln stehen bleiben.

Die elektronenmikroskopische Aufnahme in Abb. 14 zeigt aber genau das Gegenteil: Die bestrahlte Schicht weist weder Gruben noch hochstehende Inseln auf. Vielmehr ist erkennbar, daß die Schicht gleichmäßig abgesputtert wurde. Dies läßt den Schluß zu, daß durch die eingeschossenen Ionen mit ihren Stoßkaskaden lokales Aufschmelzen stattfindet und daß die Rekristallisation orientiert mit [111] Richtung parallel oder im kleinen Winkel zur Einschußrichtung der Ar⁺⁺-Ionen geschieht.

Die Unterschiede in der atomaren Beweglichkeit [7] der verschiedenen Schichten, Silber, Gold und Platin, dürften die Hauptursache für die verschieden großen Effekte der Ar⁺⁺-Bestrahlung auf die Verringerung der Texturbreite sein. Das Channeling spielt gewiß insofern eine Rolle, als die channelden Ionen das gerichtete Wachstum der Kristallite mit [111] Richtung parallel oder im kleinen Winkel zur Einschußrichtung der Ar⁺⁺-Ionen nicht stören.

Die Autoren bedanken sich sehr herzlich bei den Herren Dr. G. Linker und J. Remmel für die Schichtdickenmesseungen durch Rückstreuung, bei Herrn R. Smithey für das Aufsputtern der Schichten und bei Herrn B. Strehlau für die Bestrahlungen der Schichten.

Literatur

- [1] Jung, V.: Irradiation-Induced Texture Variations and Atomic Displacements in Au and NbN Layers, J. Appl. Cryst. 21 (1988) 562-568.
- [2] Jung, V.: Änderung der Epitaxie von Gold- und NbN-Sputterschichten durch Schrumpfung des Gitterparameters infolge Ar⁺⁺-Bestrahlung, Z. Kristallogr. 186 (1989) 152-154.
- [3] Jung, V.: Texturabbau von NbN-Sputterschichten durch Ar⁺⁺ Bestrahlung mit Störung der Grenzfläche Substrat/Sputterschicht,
 Z. Kristallogr. 174 (1986) 107-109.
- [4] Jung, V. und Schneider, W.: Textur-Veränderungen durch Ar⁺⁺-Bestrahlung an MoN-, Ag- und Pt-Schichten auf orientierten Saphir-Substraten, Z. Kristallogr. 197 (1991) 139.
- [5] Gemmell, Donald S.: in "Channeling", Rev. Mod. Phys. 46 (1974) 214-215.
- [6] Chu, W. K., Mayer, J. W. & Nicolet, M.-A.: Backscattering Spectrometry, New York (1978) Academic Press.
- [7] Kaur, I. and Gust, W.: Fundamentals of Grain and Interface Boundary Diffusion, Stuttgart: Ziegler 1988.
- [8] Kaur, I., Gust, W. and Kozma, L.: Handbook of Grain and Interface Boundary Diffusion Data, Vol. I and Vol. II, Stuttgart 1989.



<u>Abb. 1</u> Geometrische Zuordnung der Ionen-bestrahlten Fläche einer rechteckigen Probe und der vom Röntgenstrahl beschienenen Fläche. Die Ar⁺⁺-bestrahlte Fläche ist kreisrund, und die Röntgenstrahl-beschienene Fläche ist rechteckig. Dieses Rechteck hat für $\phi = 0^{\circ}$ bzw. für $\phi = 90^{\circ}$ unterschiedliche Form und schneidet verschiedene Bereiche aus der Probe aus. Durch Übergang vom (111) zum (222) Reflex mit $\theta = 43^{\circ}$ werden bei gleichen Röntgenstrahl-Blenden die Probenausschnitte kleiner und die gemessenen Effekte größer.



Abb. 2 Beispiele von Schnitten durch die (111) Pt-Polkugel für (111) und (222) Reflex. Beim (111) Reflex ist ein systematischer Fehler von 3 % im Maximum der Verteilung bedingt durch einen Orientierungsfehler der Probe von O,3^O. Bei Verwendung des (222) Reflexes sind diese Systematischen Fehler aufgrund des steileren Einfalles des Röntgenstrahles nur halb so groß. Die Meßergebnisse von (111) und (222) Reflex unterscheiden sich, weil ein kleinerer Bereich aus der Probe ausgeschnitten wird.



<u>Abb. 3</u> Polfiguren der (111) Pt-Texturen für die Platin-Proben, die bei 600° C bzw. 800° C aufgesputtert wurden. In beiden Fällen sind durch die Ringe bei $\chi =$ 19,5° deutlich ausgebildete Fasertexturen zu erkennen. Diese Fasertexturen lagen bereits im unbestrahlten Zustand der Proben vor. Für die weiteren Messungen genügten Schnitte durch die Polkugeln bei $\phi = 0^{\circ}$; 45° ; 90° ; 135° ; 180° ; 225° ; 270° und 315° .



<u>Abb. 4</u> Herauswachsen der (111) Pt-Textur aus einer sehr breiten Verteilung einer bei Raumtemperatur (RT) aufgesputterten Platinschicht im Zuge wachsender Fluenz. Für die Verteilungskurven sind rechts die Fluenzen angegeben und links die zu ihnen gehörenden Null-Linien der Intensitäten. Der Anstieg der Intensität verläuft bis zu $5 \cdot 10^{15}$ Ar⁺⁺/cm² quadratisch, wenn die Fluenzschritte logarithmisch gestuft sind.

- 10 -



<u>Abb. 7</u> Halbwertsbreiten (FWHM) der Verteilungsschnitte durch die (111) Pt- Polkugeln einer bei 800° C aufgesputterten Platinschicht. Bei dieser Probe ist der stärkste Ordnungseffekt zu finden. Das FWHM fällt vom Maximum bei 16° auf 5,5° ab. Obwohl diese Schicht ca. 2000 A im unbestrahlten Zustand dick war, gelangen die Ar⁺⁺-Ionen mit Channeling durch die Schicht hindurch und richten die Kristallite mit [111] Richtung auf die Einschußrichtung der Ionen aus. Es wurde wiederum mit (111) und (222) Reflex gemessen.



Abb. 8a Halbwertsbreiten (FWHM) der Verteilungsschnitte durch die Ag (111) Polkugel einer ca. 800 Å dicken aufgedampften Silberschicht. Nach einem Maximum bei 14,7[°] fällt die Halbwertsbreite am Ende der Bestrahlung auf 9[°] ab. Dies ist ein weitaus geringerer Effekt, als er bei bestrahlten Gold- und Platinschichten gefunden wurde.

- 11 -



<u>Abb.8b</u> Wenn die Silber-Schichtdicke größer wird, nimmt der gemessene Effekt der Texturveränderung deutlich ab. Die hier untersuchte Schicht ist ca. 1600 Å dick. Auch aufgrund des um 23 % kleineren Channeling-Grenzwinkels von $5,8^{\circ}$ beim Silber gegenüber Platin gelangen nicht so viele Ar⁺⁺-Ionen durch die Silberschicht hindurch. Vor allem aber ist die atomare Beweglichkeit beim Silber kleiner als beim Platin. Neben der [111] Fraktion ist das Verhalten der [100] Fraktion der Mischtextur aufgetragen. Letztere hat einen Anteil von 5 %.



Abb. 8c Bei einer Dicke der Silberschicht von ca. 2500 Å findet überhaupt kein Ordnungseffekt mehr statt. Die eingeschossenen Ar⁺⁺-Ionen erzeugen eher Unordnung als Ordnung. Der Kurvenverlauf der Verteilungsbreite in Abhängigkeit von der Fluenz ähnelt demjenigen eine MoN-Schicht. Daneben die Abhängigkeit der [100] Fraktion.

- 12 -



<u>Abb. 5</u> Halbwertsbreiten der Verteilungsschnitte (FWHM) durch die (111) Pt-Polkugeln in Abhängigkeit von der Fluenz einer bei 600° C aufgesputterten Platinschicht. Darüber ist die integrale Reflektivität aufgetragen, im Falle des (111) Reflexes mit bzw. ohne Berücksichtigung der Reflexbreite, die sich mit zunehmender Fluenz vergrößert. Zur Veranschaulichung ist in beiden Fällen - (111) und (222) Reflex das Maximum der Verteilungsschnitte aufgetragen.



<u>Abb. 6</u> Halbwertsbreiten der Verteilungsschnitte (FWHM) durch die (111) Pt-Polkugeln in Abhängigkeit von der Fluenz einer bei 700⁰ C aufgesputterten Platinschicht. Ebenso wie in Abb. 5 sind integrale Reflektivität und Verteilungsmaxima aufgetragen. Die Meßergebnisse sind für (111) bzw. (222) Reflex unterschiedlich, siehe Abb. 1.

- 13 -



<u>Abb. 9</u> Abhängigkeit der Halbwertsbreiten der beiden Komponenten der [100]/[110] Mischtextur einer MoN-Schicht, die bei 675^o C aufgesputtert wurde, von der Fluenz durch Ar⁺⁺-Bestrahlung. Die Halbwertsbreiten der Fasertexturverteilungen ändern sich nur sehr wenig mit zunehmender Fluenz. Dies liegt hauptsächlich an der geringen atomaren Beweglichkeit dieses supraleitenden Hartstoffes.



Abb. 14 Elektronenmikroskopische Aufnahme einer bestrahlten Platin-Schicht. Die Oberfläche weist bis auf Erhebungen durch Ar-Blasen und Vertiefungen durch geplatzte Ar-Blasen keine Unebenheiten auf. Dies läßt darauf schließen, daß die Platin-Schicht bei der Ar⁺⁺-Bestrahlung nicht selektiv abgesputtert wird. Kristallite verschiedener Orientierungen werden gleichmäßig abgetragen. Die Textur ändert sich durch lokales Aufschmelzen und anschließende Rekristallisation mit neuer Orientierung.

- 14 -





<u>Abb. 10</u> Änderung von Gitterparameter a und supraleitender Sprungtemperatur T_c einer NbN-Schicht mit zunehmender Fluenz infolge Ar⁺⁺-Bestrahlung. Der Gitterparametr steigt zunächst an, fällt zwischen 10¹⁵ und 5·10¹⁵Ar⁺⁺/cm² steil ab, um dann erneut anzusteigen.

<u>Abb. 11</u> Änderung des Gitterparameters einer 800 Å starken Goldschicht durch Bestrahlung mit Ar⁺⁺-Ionen von 600 keV. Bei geringer Dosis steigt der Gitterparameter zunächst an und fällt dann linear ab, wenn die Bestrahlungsschritte logarithmisch gestuft sind. Die Texturbreite der [111] Textur wird von anfänglich 12° auf schließlich 6° verringert.



Abb. 12 Änderung des Gitterparameters einer Silberschicht von 800 Å Dicke mit der Fluenz infolge Ar⁺⁺-Bestrahlung. Im Gegensatz zu Gold fällt der Gitterparameter sofort ab, um dann aber ab $5 \cdot 10^{15}$ Ar⁺⁺/cm² wieder anzusteigen und danach erneut abzufallen. Darüber sind die Halbwertsbreiten der Reflexe (111) und (200) aufgetragen. Ihre Variation weist auf Veränderung der Korngröße bzw. der Gestalt der Körner hin.



Abb. 13 Verhalten der Gitterparameter der Platinschichten, die bei Raumtemperatur (RT), 600°C, 700°C und 800°C aufgesputtert wurden, in Abhängigkeit von der Fluenz infolge Ar⁺⁺-Bestrahlung. Die Sputtertemperatur von 800°C erbringt den exakten Gitterparameter von 3,930Å. Bei niedrigeren Sputtertemperaturen ist der Gitterparameter größer infolge von Fehlordnungen.