

TIEFENPROFILANALYSE AUF GEWÖLBTEN SUBSTRATEN MIT SIMS

Die Sekundärionen-Massenspektroskopie (SIMS) ist ein Verfahren zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzung dünner Schichten als Funktion der Tiefe. Dabei wird die Probenoberfläche von einem Ionenstrahl Lage für Lage abgetragen. Die SIMS erreicht Tiefenauflösungen von nur einem Nanometer und Nachweisgrenzen von weniger als 1 ppm. Allerdings ist die Quantifizierung der Tiefenprofile dünner Schichten aufgrund sogenannter Matrixeffekte anspruchsvoll. Das bedeutet, dass sich bei der SIMS die Kalibrierfaktoren für die Konzentrationen mit der chemischen Zusammensetzung der Probe, d. h. der Matrix, verändern. Eine besondere Herausforderung stellen darüber hinaus gewölbte Oberflächen von technischen Proben dar, die die Ergebnisse verfälschen können.

Qualitätssicherung von Hartstoffschichten auf zylindrischen Proben

Die Automobil- und Werkzeugindustrie beschichtet heutzutage große Stückzahlen kleiner zylindrischer Komponenten, z. B. Düsenadeln, Kolbenbolzen, Kolben, Bohrer oder Fräser etc. mit Hartstoffschichten wie etwa DLC (diamond like carbon), Wolfram-DLC, CrN, TiN, CrAlN oder TiAlN (vgl. Abbildung 1). Für die Qualitätssicherung dieser Produkte ist es entscheidend, den Wasserstoffgehalt (H) der DLC- und W-DLC-Schichten zu messen, oder bei den nitridischen Schichten das genaue Verhältnis von Metall zu Stickstoff nicht nur an der Oberfläche, sondern auch in vergrabenen Schichten, Multilayern oder Gradientenschichten zu bestimmen. Mittels quantitativer SIMS-Tiefenprofilanalyse ist dies möglich, wenn durch Verwendung der Cs-Cluster Methode die Matrixeffekte reduziert und angepasste Standards angewendet werden.

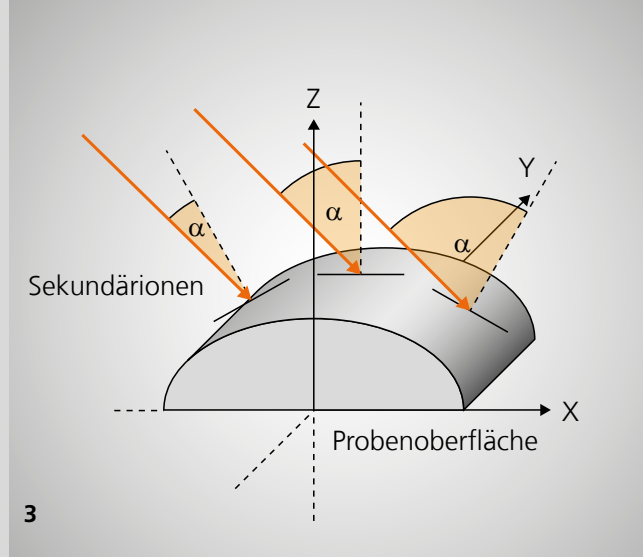
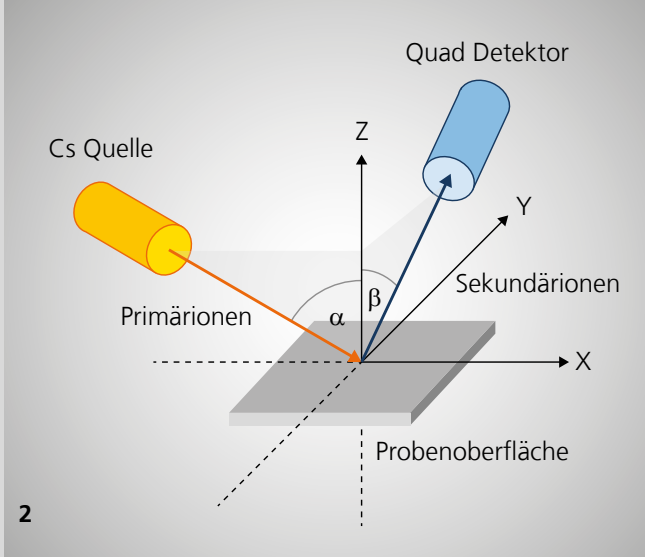
Einflussfaktor Einfallswinkel

Ergebnisse von SIMS-Messungen sind nicht nur von der Chemie der Probe, sondern auch vom Einfallswinkel des Ionenstrahls und dem Abnahmewinkel des Massenspektrometers abhängig (vgl. Abbildung 2). Trifft der Ionenstrahl bei kleinen

zylindrischen Proben mit Durchmessern von 2 bis 10 mm nicht den höchsten Punkt, so ändert sich der Einfallswinkel (vgl. Abbildung 3). Bei einem Zylinder von 2 mm Durchmesser, z. B. einer Düsenadel, führt eine Abweichung des Auftreffpunktes um nur 0,2 mm zu einem abweichenden Auftreff- oder Abnahmewinkel von über 10°. Da die Proben optisch justiert werden und DLC-Schichten auch noch vollständig schwarz sind, entstehen leicht derartige oder größere Justierfehler. Bei gewölbten Oberflächen spielt diese Problematik eine besondere Rolle.

Winkelabhängigkeit von SIMS-Messungen

In einer repräsentativen Untersuchung wurde an den oben genannten Hartstoffschichten der Fehler in der Quantifizierung als Funktion des Einfallswinkels α und Abnahmewinkels β in einem Bereich von ca. 20°–60° bestimmt, wobei 45° der Standardwinkel bei flachen Proben ist. Es wurde gefunden, dass die Rohzählraten von Cr, Ti, Al, W und N um einen Faktor 5–30 mit dem Winkel variieren, die Zählraten von H, C dagegen deutlich weniger. Die Abhängigkeit vom Abnahmewinkel β ist ähnlich. Für die Quantifizierung mit Hilfe sogenannter relativer Empfindlichkeitsfaktoren (RSF) wird jeweils das Verhältnis der Zählraten der Elemente zum Matrixelement

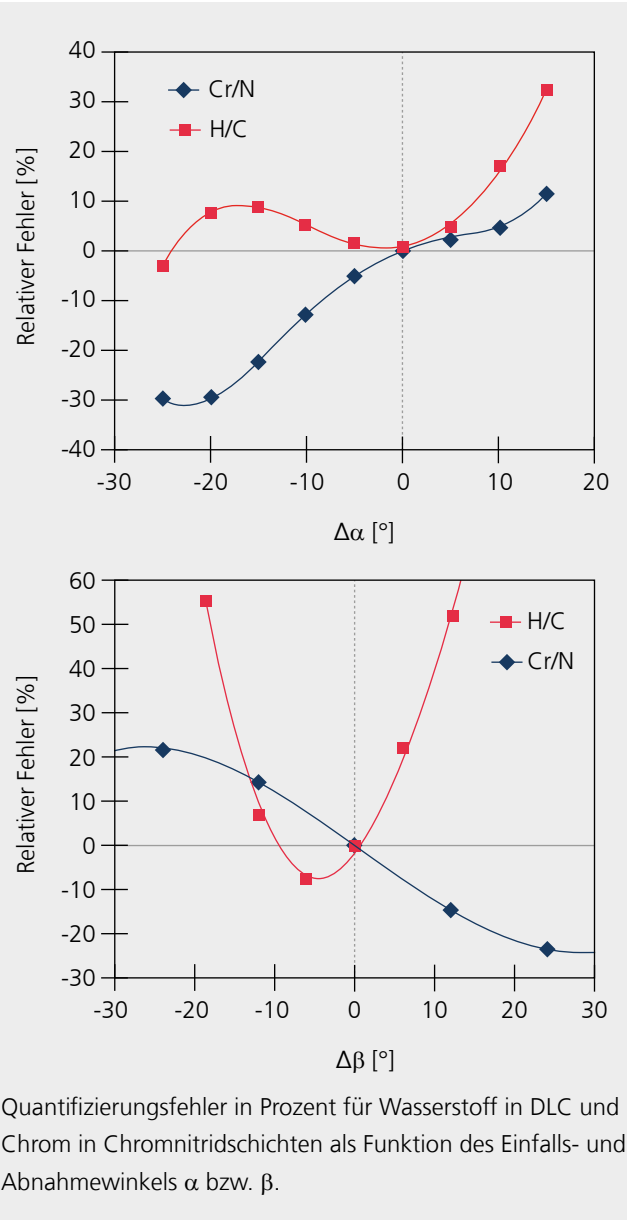


1 Beispiele für zylindrische SIMS Proben mit drei DLC-Schichten und einer CrAIN-Schicht (Bohrer).

2 Einfallswinkel α und Abnahmewinkel β des Ionenstrahls bei der SIMS.

3 Ortsabhängige Variation des Einfallswinkels bei gewölbten Oberflächen.

Kohlenstoff (C) oder Stickstoff (N) gebildet. Diese Größe ist proportional zur chemischen Zusammensetzung. Ihre Variation mit dem Winkel α und β zeigt also den möglichen Fehler der Quantifizierung. In dem nebenstehenden Diagramm ist dieser Fehler repräsentativ für das H/C-Verhältnis einer DLC-Schicht und das Cr/N-Verhältnis einer CrN-Schicht dargestellt. Insbesondere beim H kann ein Winkelfehler von 10° zu Quantifizierungsfehlern von bis zu 20 Prozent führen, d. h. statt 20at% H werden 25at% detektiert. Für die nitridischen Schichtsysteme ist der relative Fehler üblicherweise geringer (10 %). Die Untersuchungen zeigen, dass der extrem sorgfältigen Justage der Messposition bei gewölbten Proben eine besondere Bedeutung zukommt. Der Ionenstrahl muss bei zylindrischen Proben präzise auf die höchste horizontale Stelle des Zylinders justiert werden. Auf Grundlage der Ergebnisse kann die Winkelabhängigkeit bei bekannten wohl definierten Kippwinkeln, z. B. bei einer Klingenschneide, auch durch Korrekturfaktoren kompensiert werden.



KONTAKT

Dr. Kirsten Schiffmann
 Telefon +49 531 2155-577
 kirsten.schiffmann@ist.fraunhofer.de