

Auszug aus dem Jahresbericht 2019
Zur aktuellen Website: www.ist.fraunhofer.de

EPMA-ANALYSE DÜNNER SCHICHTEN: SCHICHTDICKE UND ZUSAMMENSETZUNG

Die chemische Zusammensetzung und die Schichtdicke sind bei dünnen Beschichtungen oft die wichtigsten Parameter, die die Funktion der Schicht bestimmen. Eine Qualitätssicherung dieser Parameter ist daher, sowohl bei der Entwicklung als auch in der Produktion, essentiell. Die Elektronenstrahl-Mikroanalyse (EPMA) ist eine vielseitige Methode zur Charakterisierung dünner Schichten mit Dicken von Nanometern bis Millimetern. Sie erlaubt die zerstörungsfreie Bestimmung der chemischen Zusammensetzung und bei Schichten im Sub-Mikrometer-Bereich auch der Schichtdicken mit hoher Genauigkeit und Nachweisempfindlichkeit.

Das Messprinzip

Bei der EPMA-Analyse wird die Probe mit einem fein fokussierten Elektronenstrahl zur Emission von Röntgenstrahlung angeregt, die mithilfe von mehreren wellenlängen-dispersiven Kristallspektrometern analysiert wird. Aus der Intensität der charakteristischen Röntgenstrahlung kann die chemische Zusammensetzung mit einer absoluten Genauigkeit von 1–3 wt% bestimmt werden. Bei Schichten, die dünner als 500–1000 nm sind, können – unter gewissen Randbedingungen – zusätzlich die Dicke der Schichten von Einzel- und Mehrschichtsystemen zerstörungsfrei bestimmt werden.

Bulk Analyse der chemischen Zusammensetzung

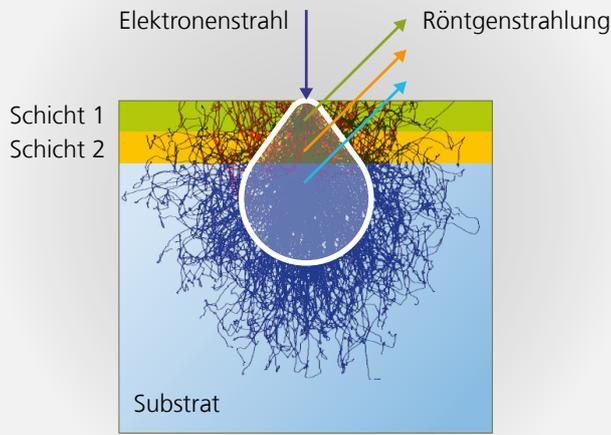
Wenn die Schichten relativ dick sind, d. h. $> 1 \mu\text{m}$, kann die chemische Elementzusammensetzung unabhängig vom Substrat gemessen werden (vgl. Abb. 1). Die Nachweisgrenze beträgt dabei ca. 0,01 wt% und die relative Genauigkeit 0,1 wt%. Die Ortsauflösung liegt, durch den fein fokussierten Elektronenstrahl, bei ca. $1 \mu\text{m}$. Dadurch können sehr gut ein- und zweidimensionale Verteilungen der chemischen Zusammensetzung gemessen werden, bei Schichten $> 10 \mu\text{m}$ auch am Querschliff. Die Abbildung 2 zeigt einen Querschliff durch ein Stück Gusseisen mit graphitischen Ausscheidungen.

Ein Linescan über eine der Ausscheidungen zeigt neben dem Kohlenstoff im Partikel 0,03 wt% Phosphor und in einer oberflächennahen Schale des Partikels bis zu 0,13 wt% Bor (vgl. nebenstehende obere Abbildung). Dies demonstriert die hohe Nachweisempfindlichkeit und die sehr gute Ortsauflösung des Verfahrens.

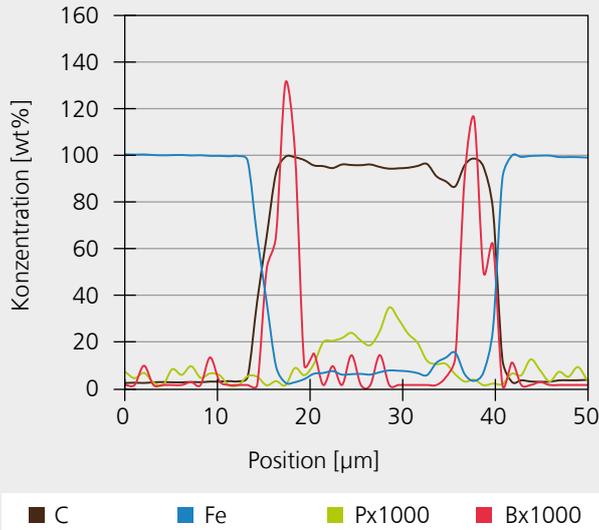
Die Dünnschichtanalyse

Neben der Analyse der chemischen Zusammensetzung ist bei Schichten dünner als 500–1000 nm auch eine Messung der Schichtdicke möglich. Der Elektronenstrahl kann in diesem Fall durch die Schicht bis in das Substrat eindringen. Dies geht sogar bei Zwei- oder Dreifach Schichtsystemen (vgl. Abb. 3). Voraussetzung ist, dass jedes beteiligte chemische Element nur in einer der Schichten oder im Substrat vorkommt, damit die entsprechende Elementstrahlung eindeutig zugeordnet werden kann.

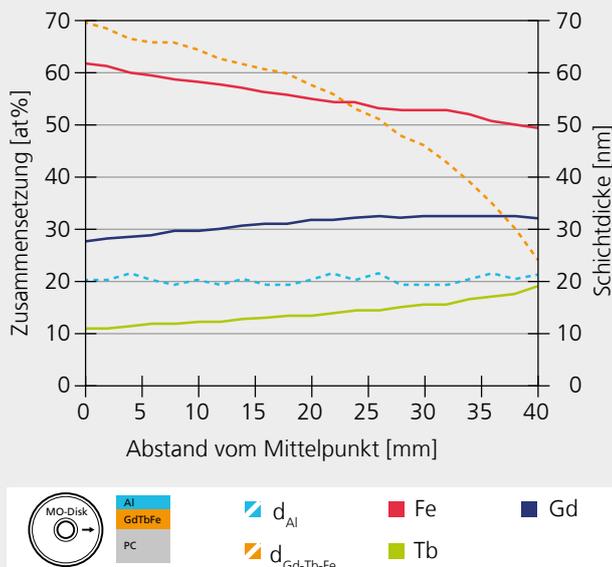
Die nebenstehende untere Grafik zeigt ein Beispiel einer magneto-optischen Speicherdisk aus Polycarbonat, auf der sich unten eine Gd-Tb-Fe-Funktionsschicht befindet, die mit einer Al-Schutzschicht versehen ist. Mithilfe der EPMA-Dünnschichtanalyse kann ortsabhängig über den Radius der Disk simultan die Dicke beider Schichten und die Stöchiometrie der verborgenen



3



EPMA Linescan über eine graphitische Ausscheidung in Gusseisen.



Linescan über eine magneto-optische Speicherdisk, mit einer Al-Deckschicht und GdTb-Fe-Funktionsschicht auf einem Polycarbonat-Substrat.

1 EPMA-Analyse dicker Schichten unabhängig vom Substrat: Eindringtiefe der Elektronen kleiner als die Schichtdicke.

2 Querschliff eines Gusseisens mit graphitischen Ausscheidungen.

3 EPMA-Analyse dünner Schichten. Eindringtiefe der Elektronen ist größer als die Schichtdicke. Simultane Bestimmung von Schichtdicke und Zusammensetzung ist möglich.

magneto-optischen Schicht Punkt für Punkt bestimmt werden. Man erkennt einen starken Gradienten in der Schichtdicke der GdTbFe-Schicht von 70 auf 20 nm. Gleichzeitig variiert das (Gd+Tb)/Fe-Verhältnis signifikant über den Radius der Disk. Die Messdauer für diese Analyse betrug ca. 45 min.

Die Dünnschichtanalyse ist so empfindlich, dass damit unter günstigen Bedingungen sogar Monolagen eines Materials, die unter einigen 10–100 nm eines anderen Materials liegen, detektiert und vermessen werden können. So konnte etwa in einer Low-E-Glasbeschichtung eine nur 0,3 nm dicke NiCr-Schicht unter 30 nm einer Metalloxidschicht in der Dicke bestimmt und die Stöchiometrie von Ni zu Cr gemessen werden.

Ausführlichere Erläuterungen und weitere Beispiele finden Sie in Vakuum in Forschung und Praxis, Vol 31, Nr. 3 (Juni 2019), S. 26–36.

KONTAKT

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