

Fachpraktikum

Mikroelektronik und Sensorik

Versuch: Auger-Elektronenspektroskopie



Versuchsanleitung Auger-Elektronenspektroskopie: Grundlagen

1. Versuchsziel

Kennenlernen der physikalischen Grundlagen der Auger-Elektronenspektroskopie (AES), der Meßtechnik und der notwendigen Vakuumtechnik eines Auger-Spektrometers. Durchführung spektrometrischer Messungen an ausgewählten Proben unter Anwendung der Grundlagenkenntnisse.

2. Versuchsg Grundlagen

2.1. Der Auger-Prozeß

Die Auger-Elektronenspektroskopie (AES) ist ein oberflächensensitives Festkörperanalyseverfahren, das den bereits 1925 von Pierre Auger entdeckten und nach ihm benannten Auger-Effekt ausnutzt. Dabei wird eine innere Schale eines Atoms durch Energiezufuhr (meist durch einen Elektronenstrahl mit einer Energie um einige keV) ionisiert. Der nun folgende

Elektronenübergang aus einer äußeren Schale setzt seine Energie jedoch nicht in Form von Röntgenstrahlung frei, sondern sie wird auf ein Elektron einer äußeren Schale übertragen, das nun in der Lage ist, den Festkörper zu verlassen (siehe Abb.1). Entsprechend den am Auger-Prozeß beteiligten Schalen wird das freiwerdende Auger-Elektron oder der Auger-Elektronenübergang als UVW bezeichnet. Die Bezeichnung enthält das ionisierte Niveau U

(z.B. K, L ..), das nachliefernde Niveau V (z.B. L, M, .. oder das Valenzband V) und das

emittierende Niveau W (z.B. L, M, .. V). Für das Beispiel in Abb.1 handelt es sich um einen K L₁ L₂₃-Auger-Übergang. Nach dem Auger-Prozeß verbleibt das Atom eine sehr kurze Zeit in zweifach ionisiertem Zustand. Für Wasserstoff-, Helium- und theoretisch auch für Lithiumatome kann es keinen Auger-Übergang geben. Das auf diese Weise den Festkörper verlassende Elektron hat eine ganz bestimmte Energie, die sich aus dem Schalen Aufbau des Atoms ergibt. Die charakteristische Energie des Auger-Elektrons UVW berechnet sich aus den energetischen Lagen der Energieniveaus U, V und W des Atoms mit der Kernladungszahl Z folgendermaßen:

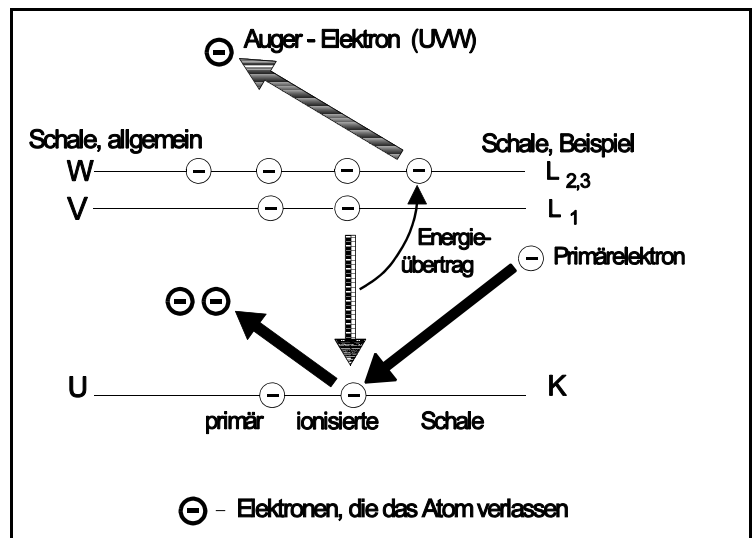


Abb. 1: Prinzipielle Darstellung des Auger-Prozesses

$$E_{UVW} = E_U(Z) - E_V(Z) - E_W(Z + \Delta) \quad (1)$$

Δ ist eine empirische Korrektur der Schalenenergie E_W , die wegen des zweifach ionisierten Endzustandes erforderlich ist ($\Delta = 0.5 \dots 1$). Da die Auger-Elektronen charakteristische, sich aus den Energieniveaus der Schalen ergebende Energien besitzen, können sie Auskunft über das Vorhandensein ihrer Herkunftsatome geben. Dieser Sachverhalt wird für die Spektroskopie von Festkörpern hinsichtlich ihrer Zusammensetzung ausgenutzt. Es wird schon hier deutlich, daß es Atome gibt, die auf Grund ihres Schalenaufbaus Auger-Elektronen mit verschiedenen charakteristischen Energien emittieren können (vor allem Atome mit vielen Schalen, d.h. großer Kernladungszahl) und daß Verschiebungen der Energieniveaus oder Bänder sich in Verschiebungen der energetischen Lage der Augerpeaks widerspiegeln können.

2.2. Das Meßprinzip der AES

Die Ionisation der Atome des Festkörpers erfolgt meist durch Beschuß mit einem Elektronenstrahl entsprechender Energie, jedoch sind auch Photonenquellen (Röntgen) u.a. möglich. Die vom Festkörper zurückkommenden Elektronen werden hinsichtlich ihrer kinetischen Energie (d.h. Geschwindigkeit) analysiert und registriert. Dazu ist ein spezieller Energieanalysator notwendig, der nur Elektronen einer bestimmten Energie passieren läßt, alle anderen jedoch zurückhält. Mit einem solchen Analysator kann die energetische Verteilung des vom Festkörper

ausgesandten Elektronenstroms gemessen werden. Abb.2 zeigt die energetische Verteilung eines vom Festkörper emittierten Elektronenstroms bei Elektronenbeschuß a) im gesamten Energiebereich, b) ausschnittsweise verstärkt und c) differenziert. Die vom Festkörper kommenden Elektronen setzen sich aus den echten Sekundärelektronen und den elastisch reflektierten Elektronen zusammen; dazwischen gibt es einen Bereich von inelastisch reflektierten Elektronen, die bei Stoßprozessen einen Energieverlust erlitten haben und von Auger-Elektronen. Auch

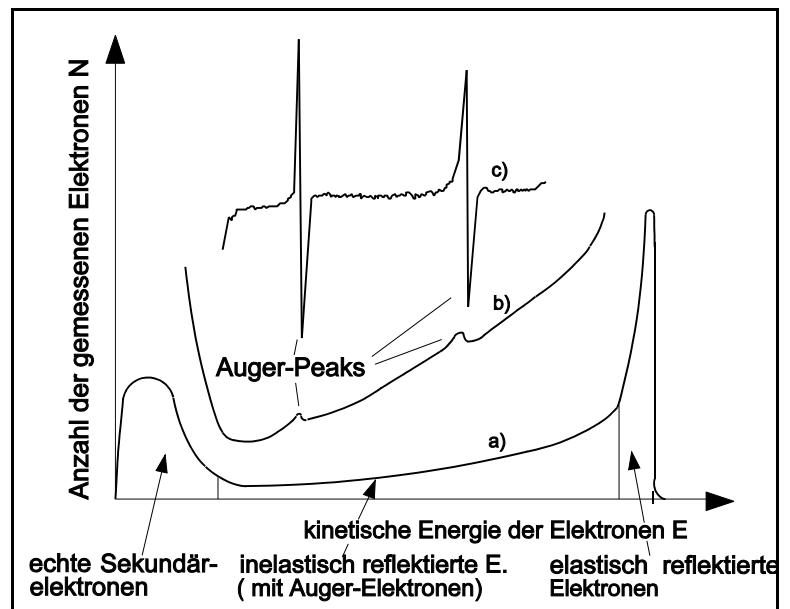


Abb. 2: Energetische Verteilung der vom Festkörper emittierten Elektronen $N(E)$

Auger-Elektronen, die Energie durch Stoßprozesse verloren haben, tragen mit zum Untergrund in diesem Bereich bei. Die elastisch reflektierten Elektronen besitzen die Energie der Primärelektronen E_p , die sich aus

der Beschleunigungsspannung der Elektronenquelle ergibt.

In der Auger-Elektronenspektroskopie werden die gemäß Abb. 2 vom Festkörper kommenden Elektronen spektroskopiert; aus der energetischen Lage der Auger-Peaks kann auf das Vorhandensein von Atomen eines bestimmten chemischen Elements geschlossen werden, die Höhe des Signals gibt Auskunft über die Anzahl der vorhandenen Atome (qualitative Aussage zur Konzentration). Die Augerelektronen, die den Festkörper ohne Energieverlust verlassen und so zur Elementidentifikation genutzt werden, kommen nur aus einer sehr geringen Tiefe unter der Festkörperoberfläche. Das sind, abhängig von ihrer Energie nur einige Atomlagen. Elektronen aus größeren Tiefen verlieren auf ihrem Weg aus dem Festkörper durch Stoßprozesse Energie und verlieren damit auch die Information ihres Herkunftsatoms. Die Augerspektroskopie wird dadurch zu einem sehr oberflächenempfindlichen Verfahren, die Informationstiefe ist bedingt durch die Austrittstiefe oder mittlere freie Weglänge der Augerelektronen sehr gering und beträgt nur wenige Atomlagen.

2.3. Ionenbeschuß

Bedingt durch die Austrittstiefe der Auger-Elektronen (siehe Abschn. 2.2) kommt die Information über die atomare Zusammensetzung nur aus den obersten Atomlagen des Festkörpers. Auf der Oberfläche jedes Festkörpers befinden sich in der Regel mehrere Atomlagen, bestehend aus adsorbiertem H_2O und anderen Verbindungen und Gasen, die in der Atmosphäre vorkommen. Die Spektroskopie der ungereinigten Festkörperoberfläche liefert in der Regel nicht die gewünschte Information über den Festkörper. Man benötigt ein Verfahren, das in der Lage ist, im Vakuum unmittelbar vor der Analyse die Oberfläche zu reinigen, d.h. die störenden Atomlagen abzutragen. Die Reinigung muß im Vakuum erfolgen, da sich in der

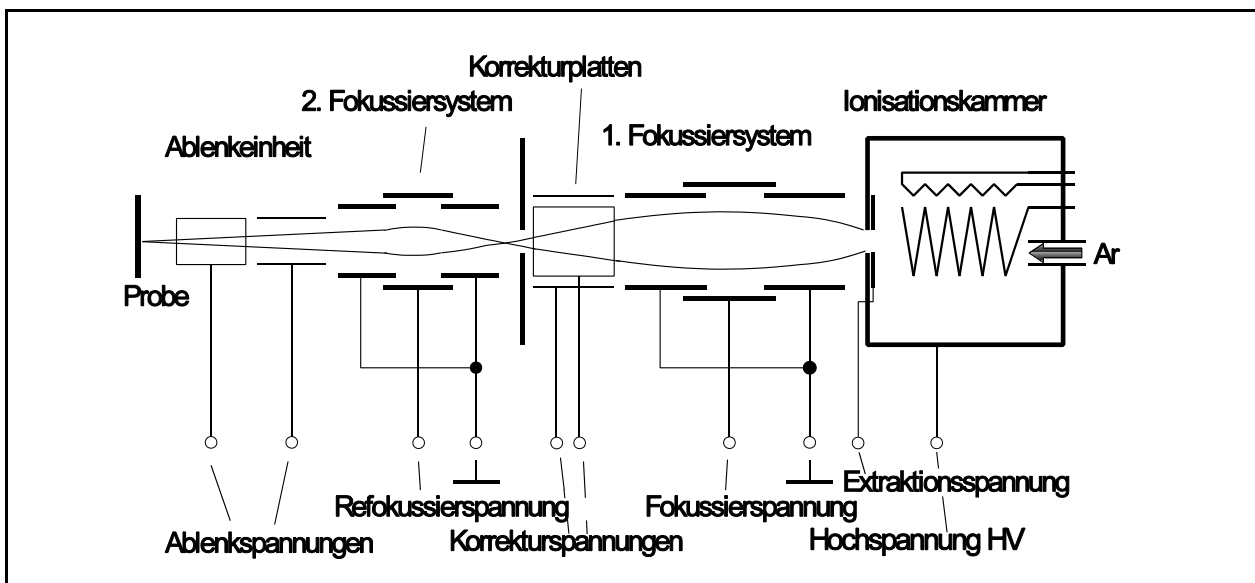


Abb. 3: Prinzipieller Aufbau einer Gasionenkanone

Atmosphäre die Probe binnen kürzester Zeit wieder mit Adsorbatschichten bedecken würde (siehe Abschn. 2.5.). Für diesen Zweck hat sich der Beschuß der Festkörperoberfläche durch energiereiche Ionen, meist Edelgasionen, bewährt. In einer Ionenkanone werden die Gasatome durch Elektronenstoß ionisiert (z.B. analog eines Glühkathoden-Vakuummeters), beschleunigt, ein- oder mehrfach fokussiert und abgelenkt. Abb.3 zeigt den prinzipiellen Aufbau einer Edelgasionenkanone. Die auf diese Weise mit einer Energie von ca. 0.5 ... 10 keV (üblicherweise 3...5 keV) auf die Festkörperoberfläche auftreffenden Ionen bewirken im Festkörper Stoßprozesse und Stoßkaskaden. Auf Grund solcher Stoßkaskaden wird einigen Atomen an der Oberfläche die nötige Energie zugeführt, um den Festkörper verlassen zu können. Dieser Vorgang wird als Ionenstrahlspattern oder Ionenstrahlätzen bezeichnet. Die Anzahl der in einer bestimmten Zeit und Fläche auf diese Weise abgetragenen Teilchen im Verhältnis zu den ankommenden Teilchen des Primärionenstrahls bezeichnet man mit Sputterausbeute S . S ist die Anzahl der gesputterten Teilchen pro Primärion:

Die Sputterausbeute hängt im wesentlichen von folgenden Parametern ab:

$$S = \frac{N(\text{gesputterte Teilchen})}{N(\text{Primärionen})} \Bigg|_{\text{bezogen auf Fläche und Zeit}} \quad (2)$$

- *Primärionenart und -energie
- *Target
- *Einfallswinkel der Primärionen und
- *Bindungsverhältnisse an der Festkörperoberfläche

Als Primärionen nutzt man gewöhnlich Edelgasionen, da diese die Festkörperoberfläche am wenigsten beeinflussen. Verbreitet als Beschußgas sind Argon, Krypton und Xenon. Aber auch reaktive Ionen werden auf Grund bestimmter Vorteile zum Sputtern benutzt (N_2^- , Cs-, O_2^- und Ga-Ionen). Die Sputterausbeute für 3keV-Ar-Ionen unter 45° -Beschuß beträgt für die verschiedenen Festkörperatome ca. 1 ... 3. Dabei sind ca. 1/10 der gesputterten Teilchen selbst ionisiert. Das Sputtern von Festkörperatomen an der Oberfläche führt zum gewünschten Abtragen der Oberflächenschichten. Die Abtragungsgeschwindigkeit wird Sputterrate r genannt und hat üblicherweise die Einheit nm/min :

$$r = \frac{dz}{dt} \quad \text{mit } z - \text{Koordinate der Probertiefe} \quad (3)$$

Sie kann experimentell am einfachsten bestimmt werden und hängt ihrerseits von der Sputterausbeute und der Beschußstromdichte ab. Um Sputterraten miteinander vergleichbar zu machen, müssen sie hinsichtlich der Beschußstromdichte normiert werden :

$$R = \frac{r}{G_{ION}} \quad G_{ION} - \text{Primärionenstromdichte} \quad (4)$$

Die normierte Sputterrate R trägt die Einheit $(\text{nm} \cdot \text{cm}^2) / (\mu\text{A} \cdot \text{min})$. Sie beträgt für 3keV-Ar-Ionenbeschuß unter 45° für die verschiedenen Elemente ca. $0.15 \dots 0.3 (\text{nm} \cdot \text{cm}^2) / (\mu\text{A} \cdot \text{min})$.

Mit Hilfe des Ionenstrahlputterns ist es nicht nur möglich, die Oberfläche des Festkörpers von Verunreinigungen und Kontaminationsschichten zu befreien, sondern der Abtrag kann bis in Tiefen von einigen μm erfolgen. Mißt man simultan oder abwechselnd zum Abtragsprozeß die Zusammensetzung der momentanen Oberflä-

che, so erhält man die Tiefenverteilung der Elementzusammensetzung. Das Ergebnis heißt Auger-Tiefenprofil. Abb.4 zeigt als Beispiel ein Auger-Tiefenprofil einer Aluminiumschicht auf einem Silizium-Substrat.

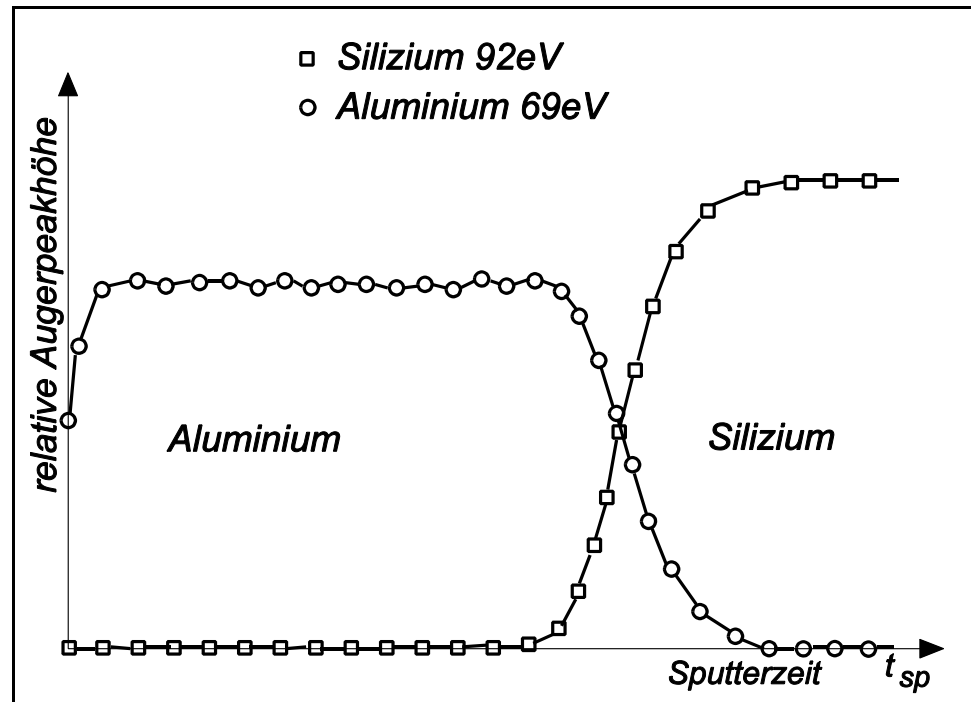


Abb. 4: Auger-Tiefenprofil einer Aluminiumschicht auf Silizium-Substrat

Die gesputterte Tiefe ergibt sich aus Sputterrate und Sputterzeit entsprechend Formel (3)

zu :

$$z = \int_0^{t_{sp}} r dt \quad (5)$$

mit t_{sp} - Sputterzeit.

Verschiedene sekundäre Sputtereffekte, die das Abtragen von Atomen begleiten, erschweren die Interpretation von Auger-Tiefenprofilen. Die wichtigsten sekundären Sputtereffekte sind im folgenden aufgelistet, ohne im einzelnen auf ihren Einfluß, ihre Bedeutung und Korrekturmöglichkeiten einzugehen :

- *sputterinduzierte Oberflächenrauigkeit
- *sputterinduziertes Durchmischen von Atomlagen (mixing)
- *bevorzugtes Sputtern von Komponenten bei Mehrkomponentenproben (selektives Sputtern)

Die eigentlich scharfe Grenzfläche des Übergangs von Aluminium auf Silizium in Abb.4 wird durch sputterinduzierte Rauigkeit "verschmiert" gemessen.

Alternative Oberflächenreinigungsverfahren zum Ionenstrahlputtern sind mechanisches Kratzen und Brechen im Vakuum, alternative Tiefenprofilierungsverfahren sind z.B. Augermessungen an Quer- und Schrägschliffen.

2.4. Aufbau eines Auger-Spektrometers

Die wichtigsten Komponenten eines Auger-Spektrometers sind :

- *Elektronenkanone
- *Energieanalysator und Elektronendetektor
- *Ionenkanone
- *Probenmanipulator evtl. mit Probenschleuse

Diese Komponenten sind in einem Vakuumsystem untergebracht. Auf den Aufbau und die Notwendigkeit des Ultrahochvakuum-Systems für die Auger-Elektronenspektroskopie wird im Abschn. 2.5. eingegangen.

In der **Elektronenkanone** werden aus einer Kathode Elektronen emittiert, mit einem Wehnelt-Zylinder deren Strom gesteuert und zu einer Anodenblende beschleunigt. Die Elektronen, die durch die Anodenblende gelangen, werden ein- oder mehrfach fokussiert und bilden auf der Oberfläche der zu untersuchenden Probe einen Brennfleck mit einem Durchmesser von ca. 100 nm ... 100 µm (abhängig von Strahlstrom, Güte

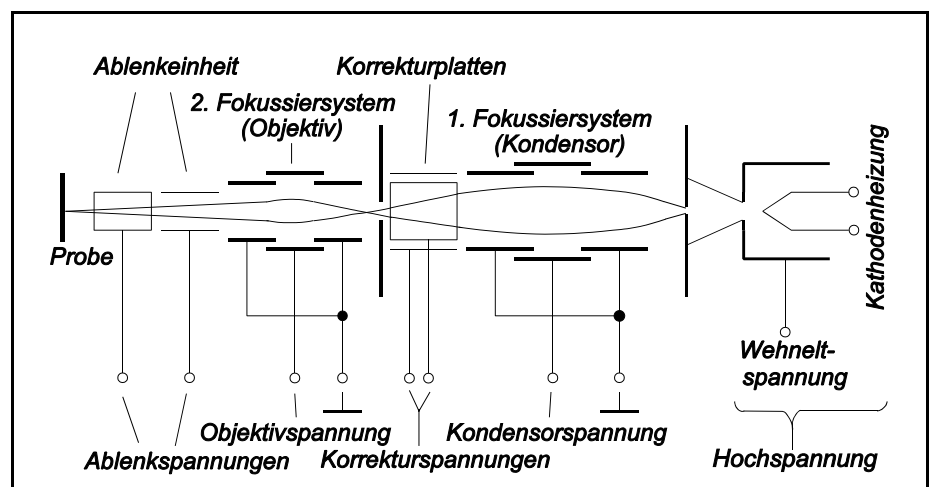


Abb. 5: Prinzipieller Aufbau einer doppeltfokussierten Elektronenkanone mit Glühkathode

des Fokussiersystems und Kathode). Um den Ort der Augermessung auswählen zu können und aus anderen Gründen kann der Elektronenstrahl mit Hilfe von zwei Plattenpaaren abgelenkt werden. Zur Wahl der geeigneten Meßstelle wird der Elektronenstrahl meist in Fernsehnorm gerastert. Durch Auffangen der Sekundärelektronen in einem Sekundärelektronen-Vervielfacher (SEV) kann wie in einem Rasterelektronenmikroskop ein Bild von der Probenoberfläche auf einem Monitor dargestellt werden.

Die verschiedensten Varianten für Elektronenkanonen sind gebräuchlich; es gibt Kanonen mit Glühka-

thoden, mit Feldemissionskathoden und mit Lanthanhexaboridkathoden. Auch elektrostatische und elektromagnetische Fokussiersysteme sind üblich. Abb.5 zeigt als Beispiel den Aufbau einer doppeltfokussierenden Elektronenkanone mit Glühkathode.

Der Elektronenstrahl wie auch der Ionenstrahl werden mit einem Faradaykollektor ausgemessen. Mißt man den Strom auf einer Targetoberfläche (Abb.6a), so kann aus dem gemessenen Targetstrom nicht auf die wirkliche Größe des Primärelektronenstroms geschlossen werden, da der Sekundärelektronenstrom nicht bekannt ist. Die Sekundärelektronen werden unterdrückt (oder wieder aufgefangen) wenn man den Elektronenstrahl durch eine Blende in einen Trichter schickt und dort den Strom mißt (Abb.6b). Eine solche Meßeinrichtung zum Messen von Elektronen- und Ionenstrahlen heißt Faradaykollektor, für den es die verschiedensten konstruktiven Varianten gibt.

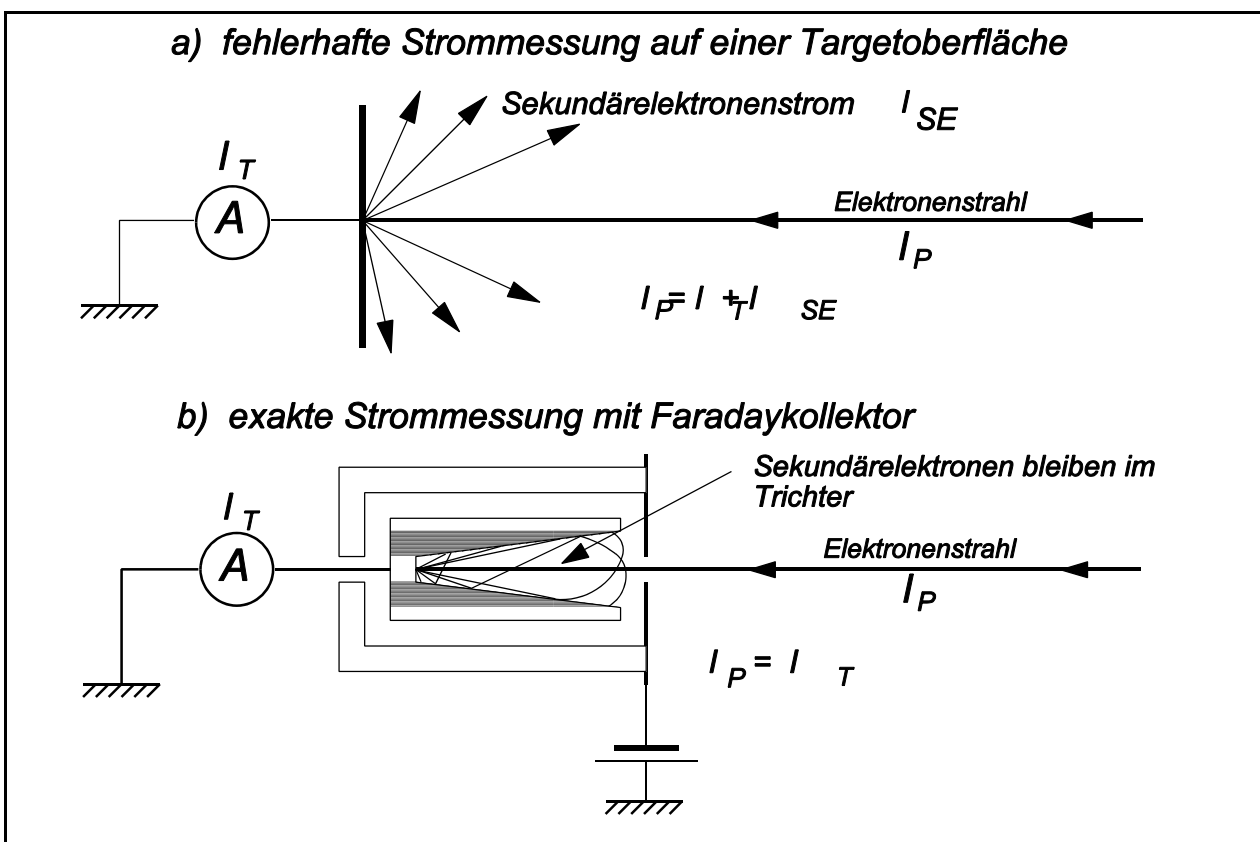


Abb. 6: Zum Prinzip der Messung eines Elektronenstrahls mit einem Faradaykollektor

Als **Energieanalysator** finden in modernen Auger-Spektrometern vor allem Zylinderspiegelanalysatoren (Cylindrical Mirror Analyser, CMA) und Halbkugelanalysatoren Anwendung. In beiden werden elektrostatische Felder zur Geschwindigkeits- d.h. Energieselektierung benutzt. Früher verbreitete Bremsfeldanalysatoren (RFA) finden kaum noch Anwendung. Das elektrostatische Feld wird so eingestellt, daß genau Elektronen einer bestimmten Energie passieren können. Diese Elektronen werden am Ende mit einem Detektor, meist ein Sekundärelektronen-Vervielfacher (SEV) nachgewiesen. Der Analysator wirkt für die von der Probe emittierten Elektronen als Bandpaß mit einer bestimmten, energieabhängigen Bandbreite. Am

Detektor werden die Elektronen entweder digital im Zählbetrieb oder analog als Elektronenstrom gemessen. Abb.7 zeigt als Beispiel den Zylinderspiegel-Analysator mit Sekundärelektronen-Vervielfacher (Kanal-SEV) und koaxialer Elektronenkanone.

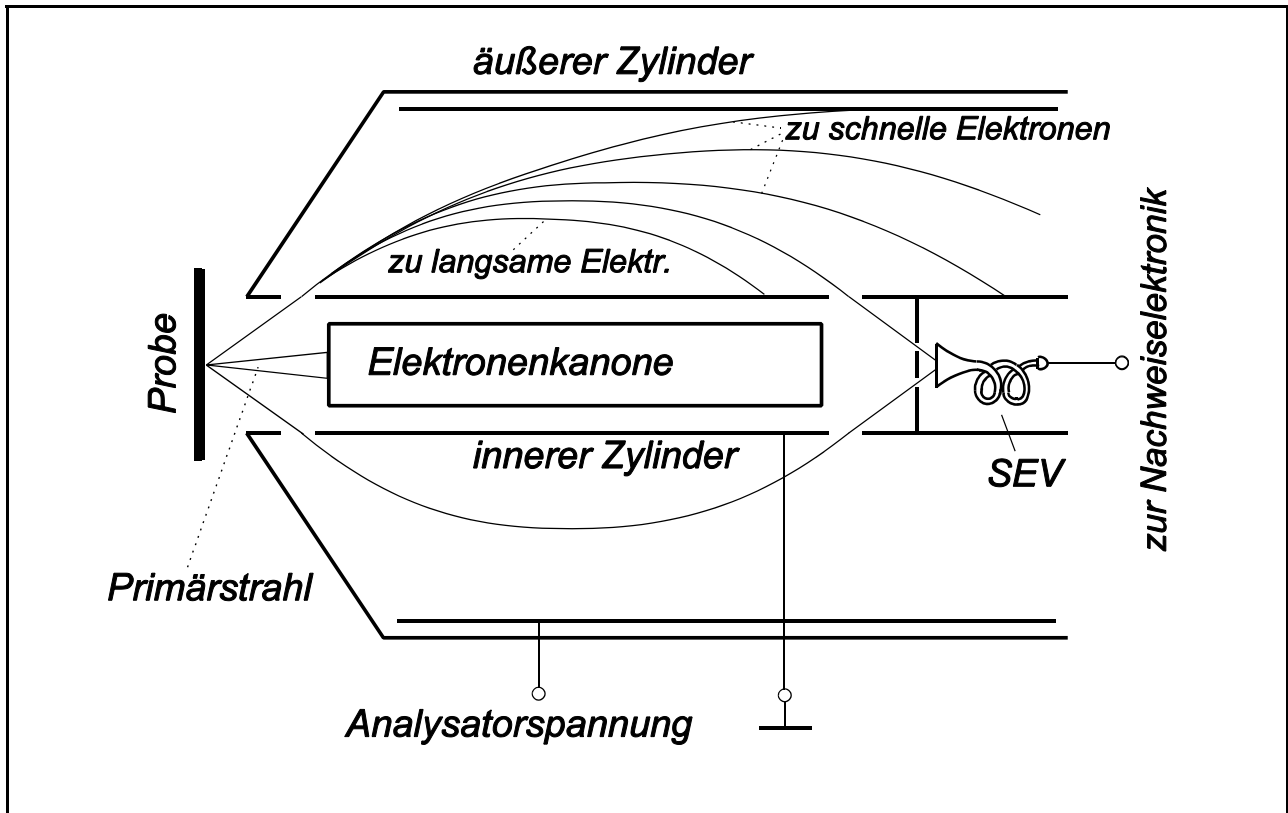


Abb. 7: Aufbau und Funktion eines Zylinderspiegel-Analysators mit koaxialer Elektronenkanone

Arbeitet das Spektrometer im Analogbetrieb so wird zur Rauschunterdrückung das Lock-in-Prinzip verwendet. Dabei wird die Gleichspannung am Analysator mit einer Wechselspannung einer bestimmten Frequenz überlagert. Der Lock-in-Verstärker ist ein phasenempfindlicher Verstärker und verstärkt nur das Signal, das sich mit der sogenannten Modulationsfrequenz ändert. Da nur das Signal, nicht aber das Rauschen der Frequenz der Analysatormodulation folgt, kann das Rauschen wirkungsvoll unterdrückt werden. Die Modulation der Analysatorspannung

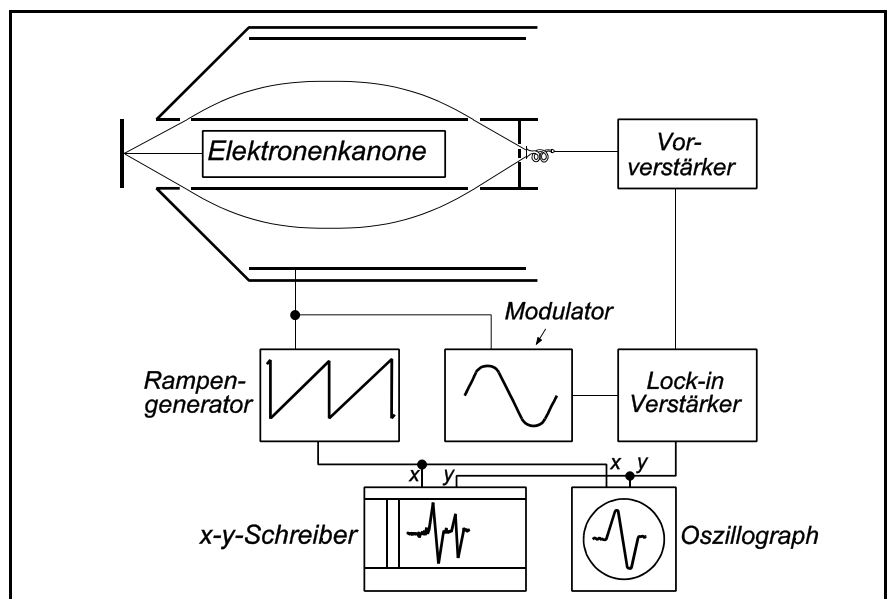


Abb. 8: Blockschaltbild der Komponenten eines CMA-Spektrometers im Analogbetrieb

bewirkt außerdem eine Differentiation des Spektrums. Abb. 8 zeigt schematisch die Schaltung zur Spektroskopie von Augerelektronen im Analogbetrieb mit CMA.

Der **Probenmanipulator** ermöglicht die mechanische Bewegung und Justierung der zu messenden Probe vor dem Analysator, der Elektronenkanone und der Ionenkanone, deren Brennpunkt identisch sein kann. Der Manipulator erlaubt in weiten Bereichen die Wahl der gewünschten Meßstelle auf der Probe. Die Manipulatoren lassen sich gewöhnlich in drei kartesischen Koordinaten verstellen, bei Karussellvarianten läßt sich der Winkel verstellen. Oft sind Freiheitsgrade vorhanden, um die Probe zu neigen und zu rotieren. Im allgemeinen können die Proben mehrfach elektrisch kontaktiert werden. Manche Manipulatoren ermöglichen Probenheizung und/oder -kühlung mit Temperaturmessung. Die **Probenschleuse** erlaubt das Einschleusen der Proben auf einem speziellen Probenhalter in das Vakuumsystem, ohne die gesamte Vakuumapparatur belüften zu müssen. Die Probenschleuse gehört heute zur Grundausrüstung eines Spektrometers. Es gibt verschiedene Schleusen- und Transfertechnologien; oft ist die Schleuse in analytischen Apparaturen mit einer Möglichkeit zur Probenpräparation kombiniert.

2.5. Das Vakuumsystem

Das Vakuumssystem ist notwendig, um die gesputterte, saubere Oberfläche vor erneuter Kontamination mit Atomen aus der Luft zu schützen. Weiterhin arbeiten Elektronenkanone, Analysator und Ionenkanone nur unter bestimmten Vakuumbedingungen. Als Richtlinie für die Kontamination im Vakuum kann folgender Sachverhalt angegeben werden: bei einem Vakuumdruck von 10^{-4} Pa und einem Haftkoeffizienten von 1 kontaminiert auf einer Festkörperoberfläche eine atomare Monolage in einer Sekunde. In Abhängigkeit von der Dauer einer üblichen Auger-Messung wird also ein entsprechend besseres Vakuum benötigt. Auger-Spektrometer sind an Ultra-Hochvakuum-Technik (UHV, $p < 10^{-5}$ Pa) gebunden. Üblicherweise arbeiten Auger-Spektrometer in Druckbereichen um 10^{-8} Pa und besser mit speziellen Pumpsystemen für kohlenwasserstofffreies (d.h. ölfreies) Vakuum. In der UHV - Technik sind alle Flansche metallgedichtet (Cu oder Ag). Zur Vorevakuierung wird ein Vorvakuumssystem benötigt und zum Betrieb der Ionenkanone ein differentielles Pumpsystem und ein Gaseinlaßsystem. Abb.9 zeigt als Beispiel schematisch den Vakuumschaltplan des Systems eines Augerspektrometers.

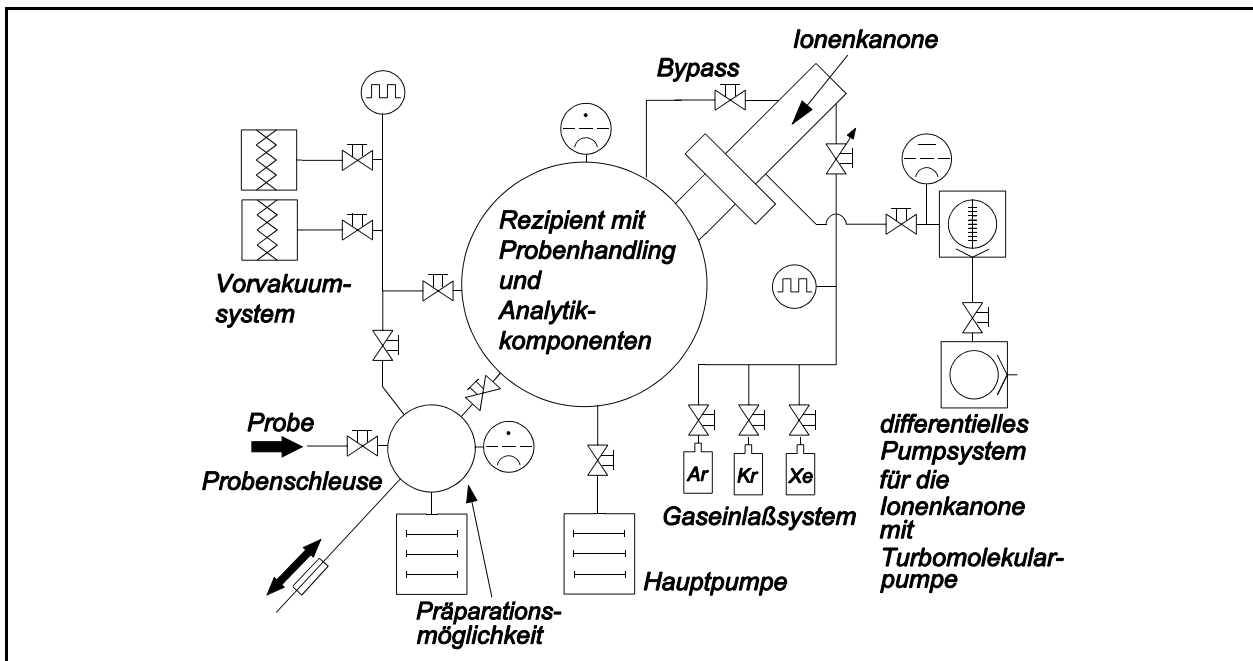


Abb. 9: Vakuumschaltplan eines Augerspektrometers (Beispiel)

2.6. Scanning-Auger-Mikroskopie

Die Scanning-Auger-Mikroskopie (SAM, auch Auger-Mapping) erweitert das punktförmige Analyseverfahren zu einem zweidimensionalen Verfahren. In Kombination mit dem Ionenstrahlspattern wird eine echte dreidimensionale Elementverteilungsanalyse möglich. Dazu wird der Primärelektronenstrahl zeilenweise über die zu messende Oberfläche geführt und das Augersignal eines oder mehrerer Elemente gemessen. Das Meßergebnis kann auf einem Speicheroszillographen als flächenhafte Elementverteilung dargestellt werden. Modernere Spektrometer sind computergesteuert und speichern die anfallenden Daten digital; die Darstellung erfolgt üblicherweise in Falschfarbendarstellung (Zuordnung Peakhöhe - Farbe) auf einem Monitor. Die laterale Auflösung (Schärfe) wird bei der Scanning-Auger-Mikroskopie vor allem durch den Elektronenstrahldurchmesser bestimmt. Kleine Elektronenstrahldurchmesser sind notwendig, um z.B. in Strukturen von mikroelektronischen Schaltkreisen Augermessungen durchführen zu können. Die Aufnahme von Auger-Flächenverteilungsbildern ist zeitaufwendig, da die Bilder oft aus vielen Tausend Einzelmessungen entstehen und jede Messung auf Grund von rauschunter-drückenden Zeitkonstanten eine Mindestzeit benötigt. Abb.10 zeigt als Beispiel ein Scanning-Auger-Bild an einem Querschliff eines mikroelektronischen Schaltkreises.

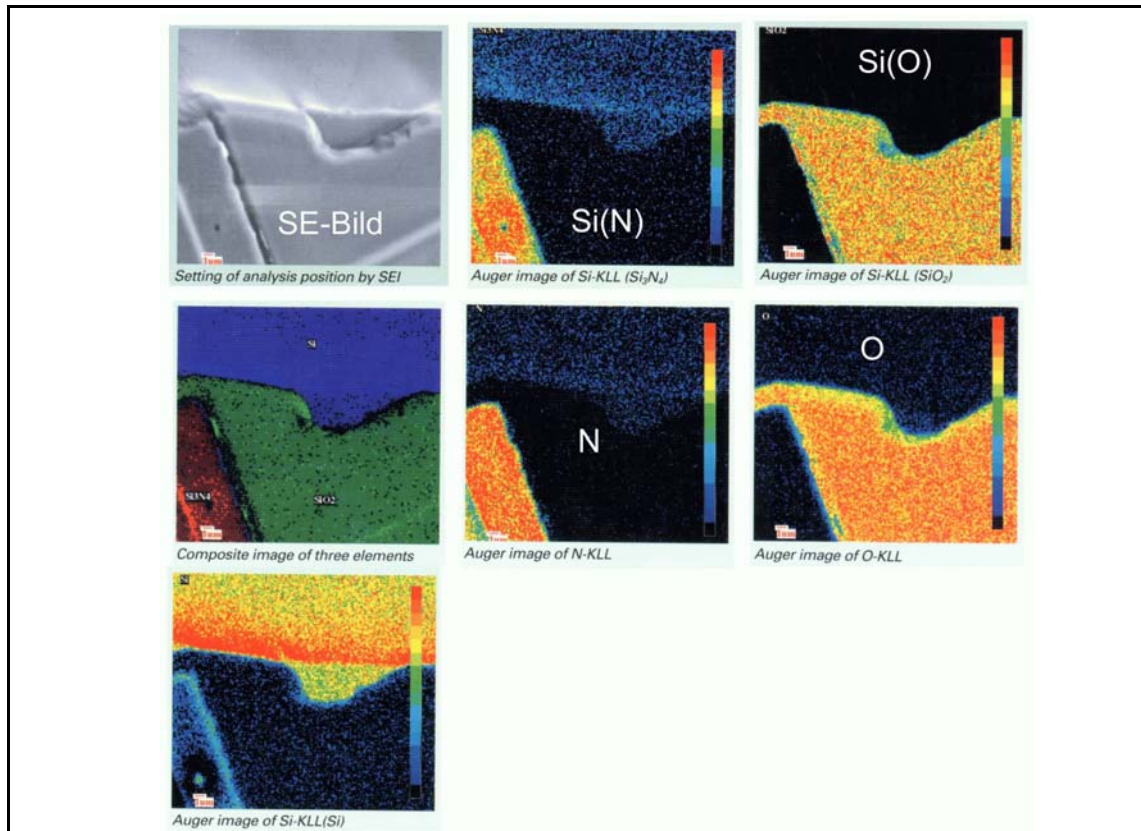


Abb. 10: Scanning-Auger-Mikroskopie von verschiedenen Elementen an einem Querschliff eines mikroelektronischen Schaltkreises

2.7. Charakteristika der Auger-Elektronenspektroskopie

Die AES ist ein modernes, leistungsfähiges Analyseverfahren, daß seine breite Anwendung in Forschung und Industrie gefunden hat. Gekennzeichnet ist die AES durch folgende Charakteristika:

- *hohe Nachweisempfindlichkeit (ca. 0.1%, abhängig vom Element)
- *hohe Tiefenauflösung (die Augerelektronen kommen aus Tiefen von wenigen nm)
- *geringe Unterschiede in der Empfindlichkeit der Elemente (max. Faktor Zehn zwischen den Elementen)
- *mit Ionenstrahlspattern und Rastertechnik zu einem dreidimensionalen Analytikverfahren erweiterbar)
- *hohe laterale Auflösung (Elektronenstrahlen sind gut fokussierbar, erreicht werden in Auger-Spektrometern 20nm Strahldurchmesser)
- *die Ergebnisse sind oft mit vertretbarem Aufwand quantifizierbar, d.h. es können Konzentrationsangaben gemacht werden.
- *die Meßtechnik ist automatisierbar (computergesteuerte Auger-Messun-

gen und Datenverarbeitung)

- *aus der Form der Augerpeaks lassen sich unter Umständen Aussagen zu den Bindungsverhältnissen treffen

Die Auger-Spektrometrie ist auf Grund des Sondendurchmessers und der Austrittstiefe das Analyseverfahren mit dem kleinsten Analysevolumen.

Es folgt eine Auflistung einiger Nachteile und Probleme der AES insbesondere im Hinblick auf andere Analyseverfahren:

- *H und He sind nicht nachweisbar
- *Probleme bei der Messung an Isolatoren (Aufladungen)
- *Elementidentifikation ist unter Umständen durch Peaküberlagerungen erschwert
- *Peaküberlagerungen mit Peaks des Sputtergases sind möglich (Beispiel B und Cl mit Ar)
- *quantitative Analyse unter Umständen aufwendig, für hohe Genauigkeit oft großer Aufwand an Vergleichsmessungen und Rechnungen

Jedes Oberflächen- und Festkörperanalyseverfahren hat seine Vor- und Nachteile, es gibt kein "bestes" Verfahren. Es gibt nur für bestimmte Aufgaben und Fragen mehr und auch weniger geeignete Analysemethoden. Oft sind die durch die Analytik zu beantwortenden Fragen auch erst durch Anwenden von zwei oder mehreren Analytikverfahren beantwortbar. Als Ergänzung zur AES oder in Kombination zur AES finden sich häufig:

- *Rasterelektronenmikroskopie (REM)
- *Sekundärionen-Massenspektrometrie (SIMS)
- *Sekundär-Neutralteilchen-Spektrometrie (SNMS)
- *Elektronenstrahl-Mikrosonde (ESMA)
- *Photoelektronen-Spektrometrie (XPS, UPS)
- *Rastertunnel-Mikroskopie, Kraftmikroskopie (STM, AFM)
- *Transmissionselektronen-Mikroskopie (TEM)

Unter allen Analytikverfahren nimmt die Auger-Spektroskopie einen vorderen Platz in der Verbreitung und Anwendung ein.

2.8. Anwendungen

Die AES findet überall dort Anwendung, wo Oberflächen und/oder dünne Schichten von Bedeutung sind.

Das sind zuerst die **elektrotechnische/elektronische Industrie**, wo im Bereich der Technologie Oberflächen- und Dünnschichtanalytik stark verbreitet ist. Die Analyse von elektrischen Kontakten, Kontaktmaterialien, Schichtfolgen in Dünn- und Dickschichttechnologie, Korrosions- und Verkappungsprobleme von Bauelementen, Analyse an Sensoren sind nur einige Beispiele. Besonders in der **Mikroelektroniktechnologie** findet die AES auf Grund des kleinen Analysevolumens in allen Bereichen Anwendung. In der **chemischen Forschung und Industrie** spielen insbesondere bei der Katalyse die Oberflächen eine besondere Rolle, so daß die AES auch hier Anwendung findet. Auch **Korrosionsschutz**-Problematiken werden mit AES analysiert, hier sind es Beschichtungstechnologien oder elektrochemische Technologien, die die AES oft einsetzen. Im **Maschinenbau** ist die Herstellung dünner verschleißfester Schichten an bewegten Teilen oder die Herstellung von Hartstoffschichten auf Werkzeugoberflächen Anwender solcher Analytikverfahren wie der AES. Auch die **Mikromechanik**, die z.T. die technologischen Verfahren der Mikroelektronik verwendet, ist ein Einsatzgebiet. Die AES ist eine Analysemethode, die besonders in der **Grundlagen- und angewandten Forschung** Einsatz findet.

Die genannten Anwendungsgebiete sind nur Beispiele; die Zusammenstellung der Anwendungsgebiete soll nur einen Überblick verschaffen, wie vielfältig die Einsatzmöglichkeiten der AES als ein modernes und verbreitetes Oberflächenverfahren sind.

3. Fragen zur Selbstkontrolle

1. Welcher physikalische Prozeß liegt der Auger-Elektronenspektroskopie zu Grunde?
2. Wie berechnet sich die kinetische Energie eines Auger-Elektrons?
3. Aus welchen Bereichen besteht das Spektrum der vom Festkörper kommen den Sekundärelektronen?
4. Warum ist die AES ein oberflächenempfindliches Analyseverfahren?
5. Wie entstehen in einer Ionenkanone aus z.B. Ar-Atomen Ionen, die dann beschleunigt, fokussiert und abgelenkt werden können?
6. Wie entsteht ein Auger-Tiefenprofil?

7. Wie kann man aus der Sputterausbeute S die normierte Sputterrate r berechnen?
Welche Größen werden dazu benötigt?
8. Wie berechnet sich aus der Sputterzeit die gesputterte Tiefe?
9. Aus welchen Komponenten besteht ein Auger-Spektrometer?
10. Was unterscheidet den Aufbau von Elektronen- und Ionenkanone, welche Teile sind prinzipiell ähnlich?
11. Wie funktioniert ein Energieanalysator für Elektronen?
12. Wie wird mit einem Faradaykollektor ein Elektronenstrahl gemessen ?
13. Welche Größe des Elektronenstrahles mißt man mit einem Faradaykollektor, wenn der Strahldurchmesser klein gegenüber dem Blendendurchmesser ist und welche, wenn er groß gegenüber dem Blendendurchmesser ist ?
14. Was versteht man unter Modulation der Analysatorspannung und zu welchem Zweck arbeitet man damit?
15. Wie wirkt sich eine größer werdende Modulationspannung möglicherweise auf die Form der differenzierten Augerpeaks aus?
16. Warum ist in Auger-Spektrometern Ultrahochvakuum nötig?
17. Welche vakuumtechnischen Komponenten sind für ein Auger-Spektrometer notwendig?
18. Wie entsteht ein Scanning-Auger-Bild? Was unterscheidet ein Scanning- Auger-Bild von einem rasterelektronenmikroskopischen Bild?
19. Was bedeutet "dreidimensionales Analyseverfahren"?

20. Welche Eigenschaften hat die AES im Vergleich zu anderen Analyseverfahren?
21. Warum werden oft verschiedene Analyseverfahren kombiniert, oft sogar in einem Gerät?
22. Wo findet die AES Anwendung?

4. Praktikumsaufgaben:

4.1. Von drei sich auf dem Probenhalter der Auger-Anlage befindenden Proben werden Spektren aufgenommen. Es handelt sich um folgende Proben:

1. Cu-Probe (reinst)
2. Ag-Probe (reinst)
3. Ag-Cu - Legierungsprobe unbekannter Zusammensetzung

Die Meßstellen sollten vor der Messung durch Ionenstrahlspattern gereinigt sein; der Zustand (wann gesputtert, wie lange) soll im Protokoll vermerkt werden.

Die Spektren werden im energetischen Bereich von ca. 30eV bis ca. 1000eV aufgenommen. Kleine Peaks werden empfindlicher gemessen. Alle Peaks werden interpretiert und ihre Peak-zu-Peak-Höhe ausgemessen. Dabei wird die Meßempfindlichkeit (Lock-in-Verstärkung) auf einen gemeinsamen Wert (z.B. 1000 μ V) normiert.

Vor der Messung wird der Elektronenstrahl mit Hilfe eines Faradaykollektors auf 1 μ A eingestellt. Alle für die Mesung wichtigen Parameter werden kontrolliert und im Protokoll bzw. auf dem Meßblatt vermerkt. Das sind im einzelnen:

- Elektronenstrom
- Primärspannung
- SEV-Spannung
- Modulationsamplitude
- Lock-in-Verstärkung
- Lock-in-Zeitkonstante

- Schreibgeschwindigkeit

4.2. Auf der Ag-Probe werden folgende methodischen Untersuchungen durchgeführt:

- Änderung des Signal/Rauschverhältnisses für den Ag-Hauptpeak in Abhängigkeit von der Spannung am Nachweis-SEV

Dazu sind bei mindestens 5 verschiedenen SEV-Spannungen zwischen 950V und 1200V die Peakhöhen des Ag-Hauptpeaks und die Höhe des Rauschens im Energiebereich zwischen 370eV und 380eV (andere Lock-in-Empfindlichkeit!) zu messen.

Die Ergebnisse bitte im Protokoll graphisch darstellen !

- Änderung der Peakhöhen und Peakform des Ag-Hauptpeaks in Abhängigkeit von der Modulationsspannung

Im Protokoll bitte die Abhängigkeit der PPH des Silberpeaks von der Modulationsamplitude aufnehmen !

5. Literatur

D.Briggs, M.P.Seah

Practical Surface Analysis by Auger and X-Ray Photoelectron Spectroscopy

John Wiley, Chichester 1983

M.Grasserbauer, H.J.Dudek, M.F.Ebel

Angewandte Oberflächenanalyse mit SIMS, AES und XPS

Springer-Verlag Berlin, Heidelberg 1986

I.F.Ferguson

Auger Microprobe Analysis

Adam Hilger, Bristol and New York 1989