

Blick in die chemische Tiefe

Mit chemischen Tiefenprofilen können dünne Schichten, beispielsweise für Solarzellen, von oben nach unten auf ihre chemische Zusammensetzung analysiert werden. So lässt sich überprüfen, ob die eingesetzten Materialien in gewünschter Reihenfolge und Reinheit vorliegen. Empa-Forschende haben ein Instrument entwickelt, das chemische Tiefenprofile von sehr dünnen Schichten schnell und mit hoher Auflösung erstellen kann.

TEXT: Beatrice Huber / BILDER: Empa



1

Schichten im Mikro- und Nanometerbereich erfreuen sich dank spezieller physikalischer Eigenschaften grosser Beliebtheit in Forschung und Industrie. Zum Einsatz kommen sie etwa als Polymerfilme in der organischen Elektronik und in Lebensmittelverpackungen. Oder in der Photovoltaik: Fachleute an der Empa und an anderen Forschungsinstituten entwerfen neuartige Solarzellen aus verschiedenen organischen und anorganischen Materialien, die nur einige Mikrometer dick sind und dennoch eine gleich gute oder noch bessere Leistung zeigen wie gängige Solarzellen aus Silizium. Zudem sind Dünnschicht-Solarzellen deutlich leichter, was ihre Einsatzmöglichkeiten erweitert, und benötigen weniger Material zur Herstellung.

Um das Sonnenlicht in möglichst viel Strom umzuwandeln, sind die Schichten meist sehr komplex aus unterschiedlichen Materialien aufgebaut. Um diese mehrlagigen Schichten präzise, zuverlässig und reproduzierbar herstellen zu können, müssen der Aufbau sowie die chemische Zusammensetzung der einzelnen Schichten regelmässig überprüft werden. Instrumente, die chemische Tiefenprofile erstellen, sind also gefragt. Die Empa-Abteilung «Werkstoff- und Nanomechanik» in Thun verfügt über den Prototyp eines solchen Gerätes.

Schnell – und erst noch hoch auflösend

Der «Plasma Profiler» – so der Name des Instruments – kombiniert Massenspektrometrie mit Glimmentladung. Letztere nutzt ein aus dem Edelgas Argon bestehendes Plasma, um bei einem Umgebungsdruck von nur wenigen Millibar Atome und Moleküle aus der zu untersuchenden festen Probe zu lösen und zu ionisieren. Die Ionen gelangen dann in das Massenspektrometer, das die chemische Zusammensetzung der Dünnschichten bestimmt.

«Die Kombination von Glimmentladung und Massenspektrometrie ist an sich nicht neu», sagt Empa-Forscher James Whitby, der das Instrument mitentwickelt hat. «Das von uns benutzte Flugzeitmassenspektrometer ermöglicht jedoch sehr schnelle Messungen, ohne dass wir den Massenbereich, über den wir messen können, einschränken müssen. Und das gab es bislang nicht.» Denn das Flugzeitmassenspektrometer analysiert alle Ionen gleichzeitig, inklusive sehr grosse, zum Beispiel von Polymeren, selbst wenn die Schichten nur sehr dünn sind. Die Tiefenauflösung liegt bei rund fünf Nanometer.

Entwicklung auf dem Weg zur Marktreife

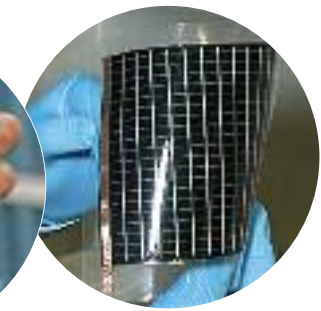
Die ersten Arbeiten für den «Plasma Profiler» begannen vor rund acht Jahren. Im Rahmen

eines von der Kommission für Technologie und Innovation KTI finanzierten Projekts wurde das Instrument weiterentwickelt. Daran war neben der Empa die Tofwerk AG beteiligt, eine Spezialfirma für Flugzeitmassenspektrometer mit Sitz in Thun. Für ein Folgeprojekt innerhalb des 6. EU-Rahmenprogramms kamen dann noch weitere europäische Universitäten und Industriepartner dazu. Insgesamt wurden drei Prototypen gebaut. Neben dem ersten Instrument in Thun steht heute noch je ein «Plasma Profiler» an der Universität im spanischen Oviedo und bei einem der Industriepartner, HORIBA Jobin Yvon SAS in Paris, der die kommerzielle Version des Instruments auch bereits vermarktet.

Die Empa-Forschenden um James Whitby haben vor allem an den Grundlagen gearbeitet. «Wir haben sehr viel Zeit investiert, um das Instrument zu verstehen und zu beherrschen», sagt Whitby. «Denn ein Analyseninstrument nützt nur dann, wenn wir dessen «Output» auch korrekt interpretieren können.» Wie müssen die Proben vorbereitet werden? Welche Umgebungsdrücke sind optimal? Bei welchen Frequenzen muss das Plasma angeregt werden? Welches Material hinterlässt welchen «Fingerabdruck» im Massenspektrum? All diese Fragen wollen beantwortet sein, soll das Instrument zuverlässige und reproduzierbare Resultate liefern.



2



Gerät mit vielen Talenten

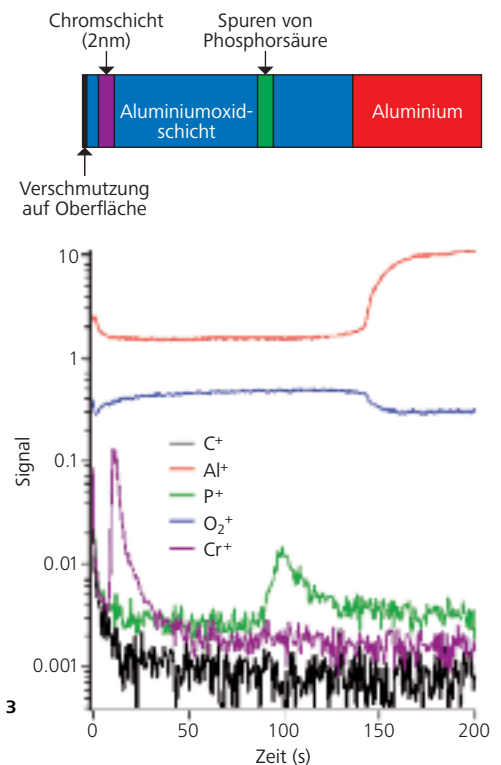
Der «Plasma Profiler» bietet eine ganze Reihe von Vorteilen: etwa die gepulste Anregung. Metastabile Argon-Atome, die während des Nachglühens, also in der kurzen Zeit nach dem Puls, besonders zahlreich im Plasma vorhanden sind, ionisieren das Probenmaterial «sanft» und vereinfachen das Massenspektrum von Molekülmaterialien. Zudem schon die gepulste Anregung das Probenmaterial, wodurch auch Substanzen wie Glas «analysierbar» werden, die bei kontinuierlicher Anregung beschädigt würden. Doch damit nicht genug: Dank dem Flugzeitmassenspektrometer kann das Instrument nicht nur positiv geladene Metallionen, sondern auch negativ geladene Anionen – beispielsweise Halogene wie Fluor und Chlor – messen, was in der Kombination mit anderen Massenspektrometern nicht so einfach ist. Da der «Plasma Profiler» Hochfrequenzanregung nutzt, lassen sich auch Proben analysieren, die elektrisch nicht leitend sind. Etwas, das mit kommerziell erhältlichen Instrumenten, die Massenspektrometrie mit Glimmentladung kombinieren, bislang unmöglich war, jedoch wichtig ist, um organische Polymere zu untersuchen.

Entsprechend vielfältig sind daher die Einsatzmöglichkeiten des Multitalents. Etwa, um Korrosionsprozesse zu untersu-

chen, beispielsweise an Kulturgütern, aber auch in der Automobil- und Raumfahrtindustrie. Auch Beschichtungen von medizinischen Implantaten und dielektrische Spiegel – das sind Spiegel, die nur ein Teil des Lichtspektrums reflektieren und zum Beispiel in Lasern eingesetzt werden – lassen sich nanometergenau chemisch analysieren.

Instrument für dreidimensionale Profile

Der «Plasma Profiler» ist auf dem Weg zur Kommerzialisierung. Das Empa-Team arbeitet denn auch bereits an weiteren Projekten. So entwickeln sie beispielsweise ein Instrument, das nicht nur eine hohe Auflösung in die Tiefe zeigt, sondern auch lateral, das heisst zur Seite. Damit könnten dann dreidimensionale chemische Karten von komplexen Mehrkomponentenmaterialien erstellt werden. //



3

1

Dünne Schichten werden für verschiedene Anwendungen untersucht, beispielsweise für Photovoltaik. Um diese präzise, zuverlässig und reproduzierbar herstellen zu können, müssen der Aufbau sowie die chemische Zusammensetzung der einzelnen Schichten regelmässig überprüft werden.

2

Der «Plasma Profiler» analysiert feste Proben und erstellt chemische Tiefenprofile auch von sehr dünnen Schichten mit einer hohen Auflösung. In der Kammer links im Bild findet die Glimmentladung statt (der Probenhalter ist in geschlossenen Zustand nicht sichtbar); rechts ist das Massenspektrometer (sowie seine Stromversorgung).

3

Tiefenauflösung: In eine Aluminiumoxidschicht (Dicke 230 Nanometer, blau) wurde eine hauchdünne Chromschicht (Dicke 2 Nanometer, violett) eingebettet. Der Peak zeigt mit hoher Auflösung, wo sich die Chromschicht befindet. Das starke Signal zu Beginn der Messung stammt von einer Verschmutzung mit Kohlenstoff auf der Oberfläche.