

超快镀层分析工具

HORIBA
Scientific



扫一扫，了解更多光谱知识



HORIBA
Scientific

北京 北京市海淀区海淀东三街2号欧美汇大厦12层 (100080)
 上海 上海市长宁区天山西路1068号联强国际广场A栋一层D单元 (200335)
 广州 广州市天河区体育东路138号金利来数码网络大厦1612室 (510620)
 成都 成都市青羊区人民南路一段86号城市之心大厦17层C1 (610016)
 西安 西安市高新区锦业一路56号研祥城市广场B栋Win国际2306室

T: 010 - 8567 9966 F: 010 - 8567 9066
 T: 021 - 2213 9150 / 6289 6060 F: 021 - 6289 5553
 T: 020 - 3878 1883 F: 020 - 3878 1810
 T: 028 - 8620 2663 / 8620 2662
 T: 029 - 8886 8480 F: 029 - 8886 8481

www.horiba.com/cn/scientific
info-sci.cn@horiba.com

NO: Printed(2022/03-1000)

Explore the future

Automotive Test Systems | Process & Environmental | Medical | Semiconductor | Scientific

HORIBA

HORIBA
Scientific

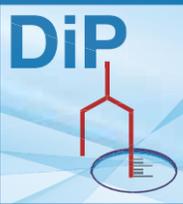
GD-Profiler 2™

脉冲式射频辉光放电光谱仪



RF GDOES

This document is not contractually binding under any circumstances - Printed in France - ©HORIBA France SAS 07/2020



Explore the future

Automotive Test Systems | Process & Environmental | Medical | Semiconductor | Scientific

HORIBA

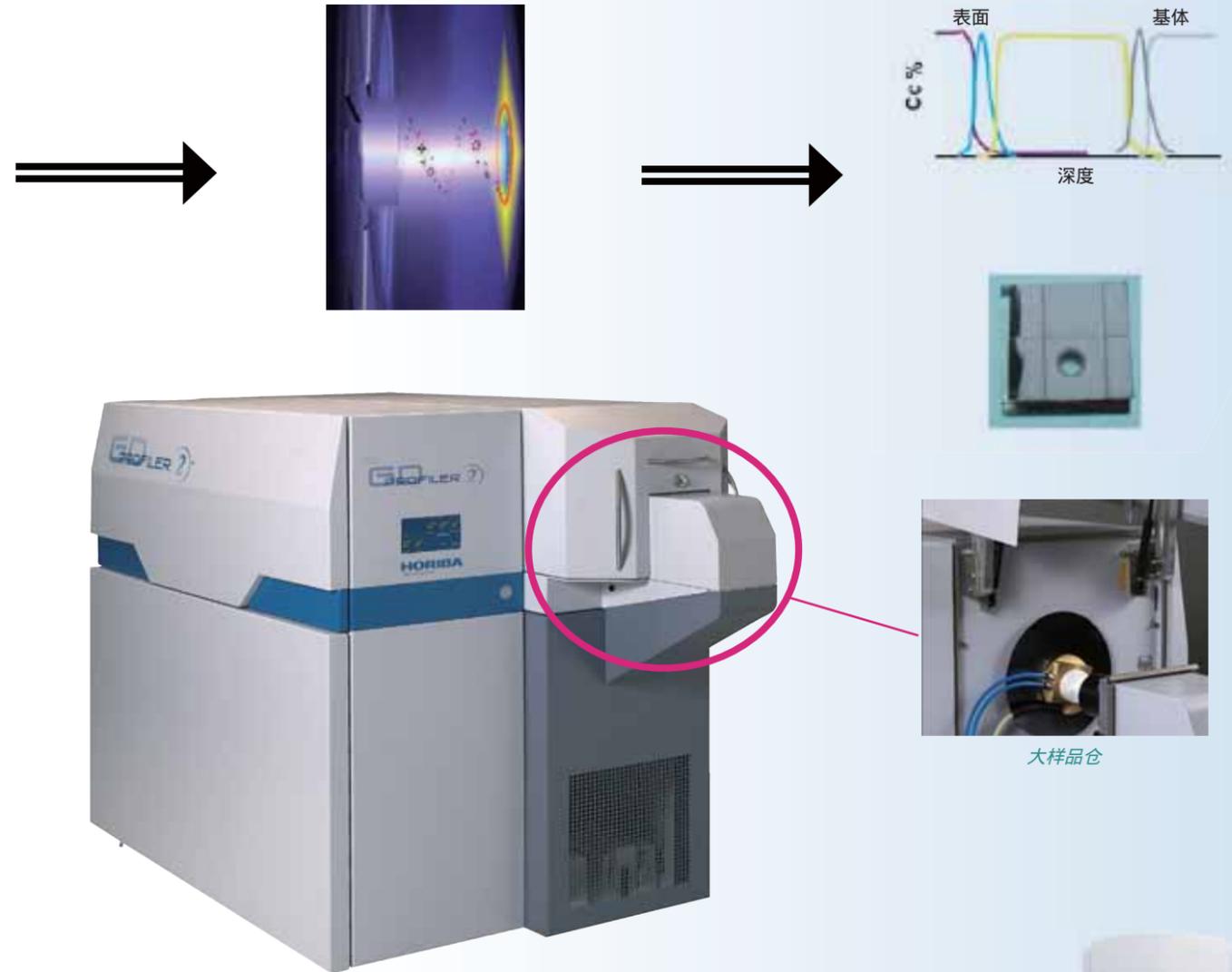
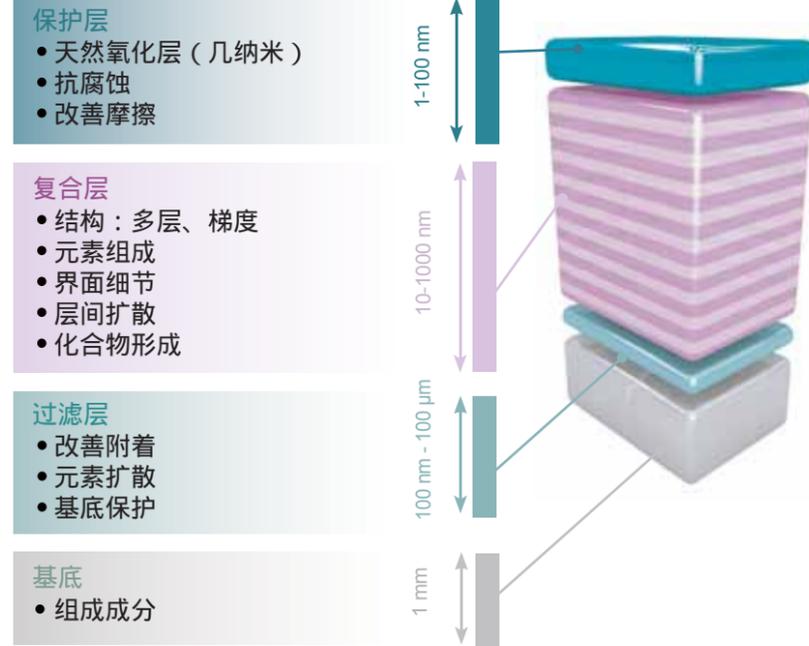
配备DIP功能的脉冲式射频辉光放电光谱仪

GDOES: 多层元素深度剖析

现在，大多数的材料都是多层结构，比如太阳能光伏薄膜、LED、硬盘、锂电池电极、镀层玻璃等。它们表面经过特殊处理或采用了先进镀层来改善材料性能，如提高机械性能或耐腐蚀能力。

脉冲式射频辉光放电光谱仪是一款用于镀层材料研究、过程加工和控制的理想分析工具。它可对薄/厚膜、导体/非导体进行超快速元素深度剖析，并且对所有的元素都有高的灵敏度。

多层样品的深度剖析



典型应用领域

锂电池	玻璃中的阳离子交换
渗氮渗碳	金属涂层
LED芯片	聚合物
材料结构	氢(氘)分析
硬盘	

DIP: 直接得到测试深度随时间的变化曲线

DIP: 采用微分干涉分析技术，可在辉光放电测试过程中直接测得剥蚀深度随时间的变化，深度分辨率可达纳米级。



使用透明的蓝宝石样品，DIP可以观察到两个光束。

多点自动 Mapping 功能提高工作效率



定量分析元素深度分布从1纳米到150微米以上

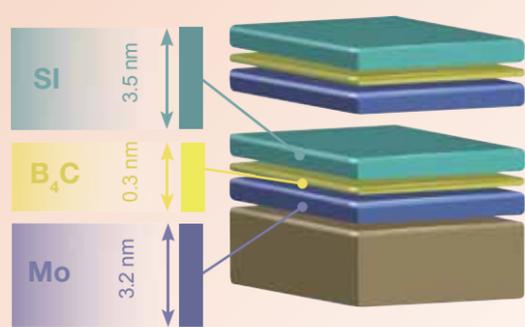
速度 & 深度分辨率

超快

脉冲式射频辉光放电光谱仪典型的剥蚀速率为微米/分钟 (即: 2-10nm/s), 可快速测试多个样品或同个样品的多点测试, 反馈及时。使其可用于优化和控制蒸发、沉积以及退火的每个阶段。并快速应对工业过程中的变化。得益于HORIBA的专利"UFS"技术, 即使是聚合物层也可以超快地溅射而不会损坏。

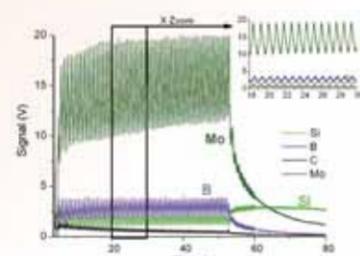
纳米级深度分辨率

先进的脉冲式射频辉光源以及专利高动态检测系统赋予了该款设备纳米级甚至是亚纳米级的深度分辨率。



亚纳米深度分辨率, 样品为薄的多层材料, 是 X-ray 的反射镜
参考: Thin Solid Films 540 (2013) 96-105

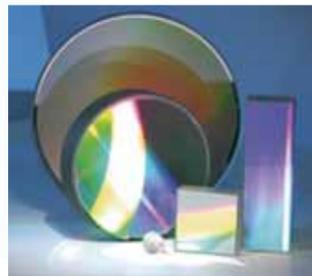
7 nm 厚的 3 层结构重复堆叠 60 次



可以看到并分辨出 60 层 B₄C (每层 0.3 纳米厚)。在 1 分钟内溅射出 420 nm 厚的结构!

最佳光谱覆盖

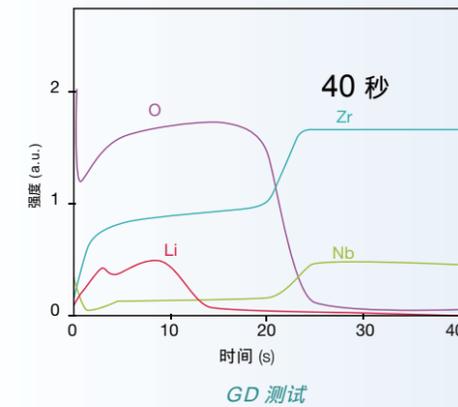
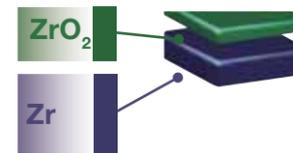
高灵敏度和超快速光学检测系统使其可以同时检测所有感兴趣元素的深度分布; 发射谱线范围从 VUV (H 和同位素 D 的谱线在 120 nm 附近, O 在 130 nm 等) 到 IR 的锂 (670 nm) 和钾 (766 nm)。



无基体效应

如下图所示将 Zr 暴露在含有微量 Li 元素的氧化气氛中。Zr 从氧化物到基体的浓度自然增加。GD 信号 (左) 随浓度变化而变化, 相反 SIMS 信号 (右) Zr 在氧化物层中比在基体中高得多。

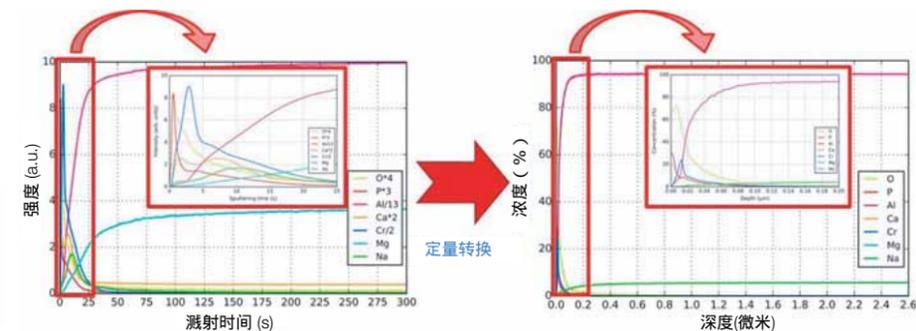
这是由于 SIMS 在待测样品离子化中是依赖基体的, 而 GD-OES 将剥蚀和激发相分离, 使元素发射强度不依赖于基体。



薄/厚膜的定性定量深度剖析

表面灵敏技术 (XPS 或 SIMS) 分析速度很慢并且仅能分析 1 微米以内的镀层。对于较厚的镀层, 虽然可以使用 SEM EDX 测试横截面, 但需要繁琐的样品制备并且不能测试轻元素。脉冲式射频辉光放电光谱可快速溅射几纳米到 150 微米以测试所有元素, 且薄/厚膜均适用。

在脉冲 RF GD 源中, 剥蚀和激发在空间上是分开的。剥蚀取决于材料, 可使用 DiP 进行测量。激发仅在气相中发生, 并且仅与等离子体状态相关, 发射谱线的强度与等离子体中的浓度成正比。因此, 从测量信号 (强度与时间) 到定量结果 (浓度与深度) 的转换非常简单。

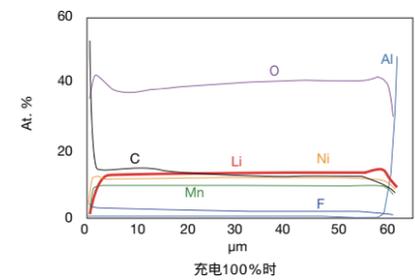
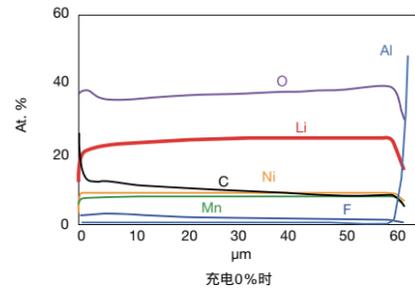


广泛的应用

Li电池

Li电池正极和负极，厚层和表面SEI。对空气敏感样品可采用锂钟附件。

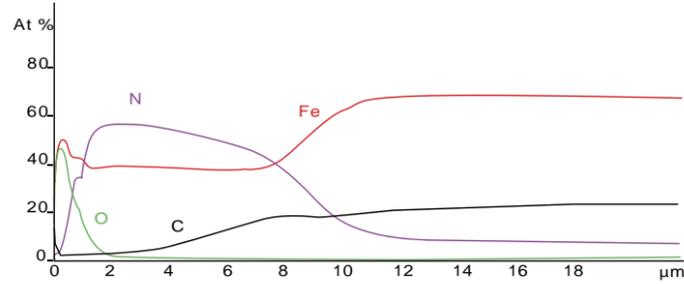
Ref: HORIBA Scientific Application note n°18



渗氮

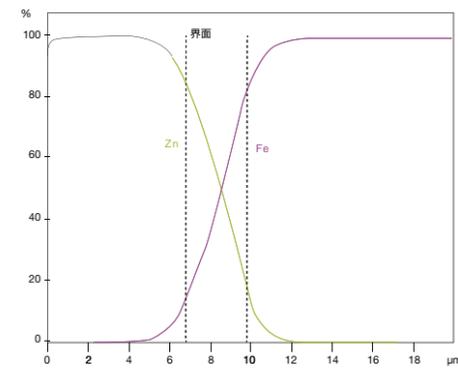
渗氮渗碳，测试氮和碳随深度的分布。

Ref: G. Mancuso, Colmegna, 4th GD Day



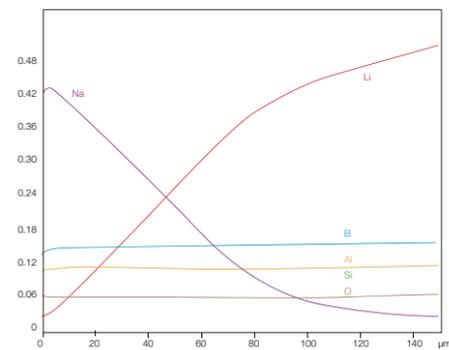
Zn 涂层

符合ISO 16662
厚度、涂层均匀性、缺陷。



玻璃阳离子交换

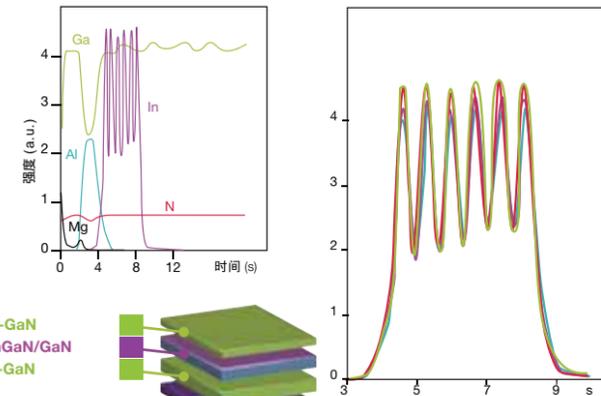
脉冲模式可避免热效应。



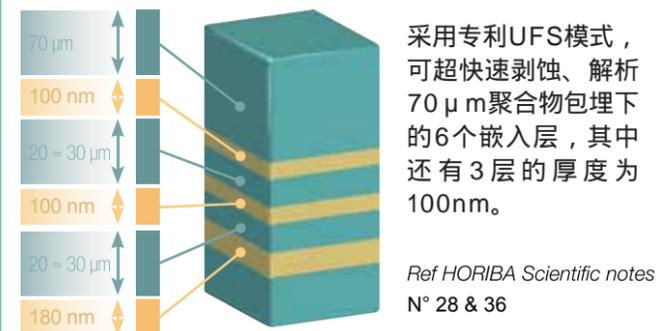
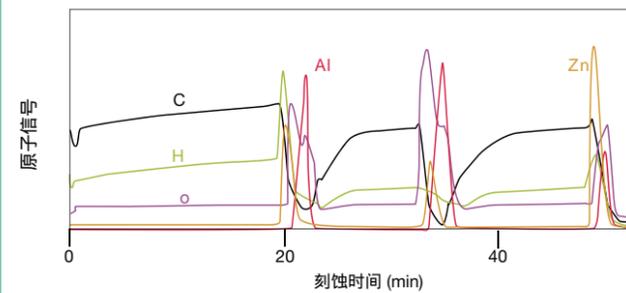
LED

过程控制，深度分辨率。蓝光和红光LED分析，并且可以选配自动载样及自动多位点测试附件。

Ref: HORIBA Scientific Application note n°19



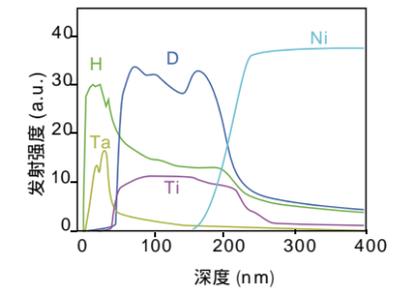
聚合物



H/D分析

直接测量H。
H和D也可以同时测量。

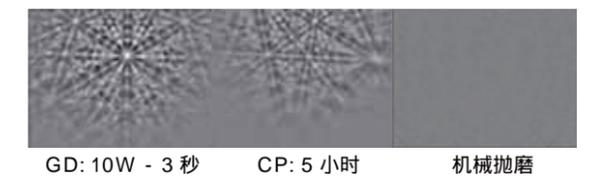
Ref: Fusion Engineering and Design 87 (2012) 1091- 1094



GD为SEM/EBSD制样

专利技术GD等离子体为SEM和EBSD制备样品。

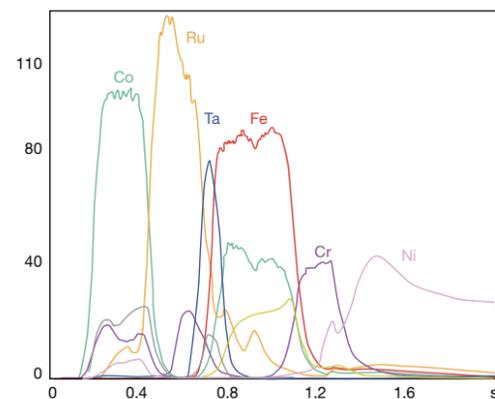
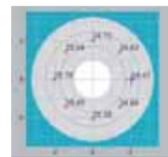
Ref: M. Penoy, Ceratizit, 6th International GD day.



硬盘

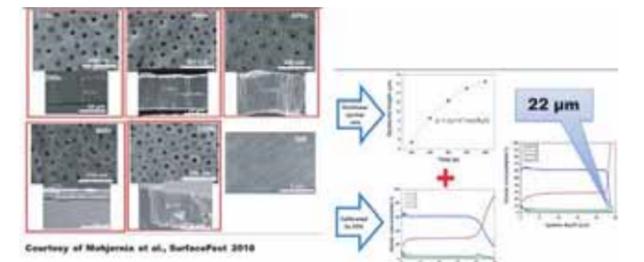
深度分辨率，均匀性检测，重复性检测。

Ref: S. Liang, Seagate, 2013 SCIX US GD Workshop. Elements for illustration only, not actual.



材料结构

将长TiO₂纳米线（长度超过20 μm）捆扎，并测试其捆扎截面。在整个剥蚀过程中，纳米管结构保持清晰、完整。

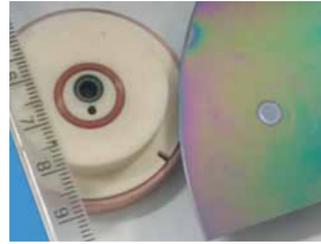


等离子源：功能强大

等离子体测试源性质

等离子体测试源对于仪器的操作至关重要，并揭示了仪器的测试特性。

- 操作简单：将样品放在“O”形环上，正对着约束等离子体的铜阳极管
- 大样品室
- 低压等离子体，13.56 MHz RF等离子体源，可脉冲工作，无需超高真空；等离子体气体消耗少 (<0.3L/min)
- 双泵：辉光源采用两个独立的泵抽真空，这样可确保在整个溅射过程中所有溅射区域的压力维持稳定。（采用双泵系统的辉光源才能给SEM制备样品）

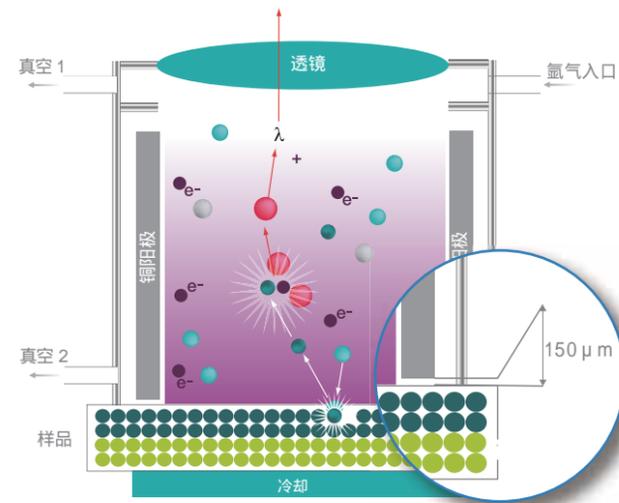


单泵系统：表面的局部压力不均一，导致深度分辨较差。



双泵系统：可清晰地观察到样品颗粒结构。

- 电容耦合：通过非脉冲和脉冲模式下的实时自动匹配来确保（专利技术）对多层样品进行最佳测量。
- 脉冲射频操作：提供更高的瞬时功率，而不会损坏易碎和热敏材料
- 等离子清洗：只有在脉冲射频模式下才能使用，它可以最大程度地减少表面污染，对于正确表征极表面测量至关重要，参考（J.Anal.At.Spectrom. 2009, 24, 734-741）
- 光学信号的脉冲同步采集：提高信噪比
- 校准的灵活性：使用脉冲射频模式可以轻松选择校准材料，可以在同一分析方法中使用块状和涂层样品（导体、非导体和半导体）



GD溅射原理

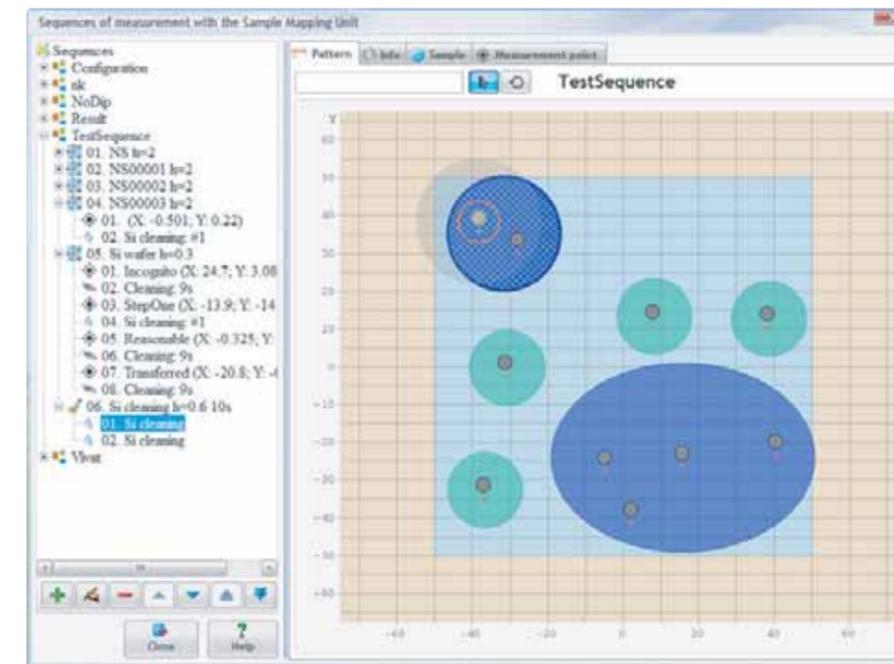
最新创新

- UFS模式（专利）：聚合材料的超快速溅射，不会改变样品特性。
- 差分干涉仪轮廓分析DiP（专利技术）：内置干涉仪，用于实时测量溅射坑深度和剥蚀速率

样品Mapping单元提高生产力

脉冲RF GDOES有时太快，以至于在进行多次分析时，操作人员需要守候着仪器并手动调整。当需要重复测定晶圆（LED、硬盘等）多位点判断其膜层均一性或不同批次样品时，自动样品成像附件（SMU）可符合需求。

SMU会替换掉标准手动测试样品仓（如右图）。选配SMU后依旧可以随意选择手动操作模式或自动操作模式。XYZ自动定位样品台可精确测试指定位置，确保批次测试位点的一致性。此外还可以确保RF耦合效率一致（专利技术）。当载物台处于静止位置时，将自动清洁阳极。在此静止位置，也可以手动操作仪器，提供与标准仪器相同的灵活性-大腔室门确保轻松进入样品室。



软件屏幕显示了具有不同形状和厚度的各种样品的批量测量（颜色变化与厚度相关）。SMU测量可以使用2mm和4mm阳极。

GD的光学系统

光谱范围和分辨率

- 120-800 nm的宽光谱范围
- 带有专有MgF₂涂层的优化VUV / UV光栅
- 碱金属的红外光栅
- 氮气吹扫光学器件可长期保持光学表面的响应

灵活性

- 带有HDD检测的高分辨单色仪
- 灵活测试N+1元素
- 样品全谱扫描

高动态，超快速检测

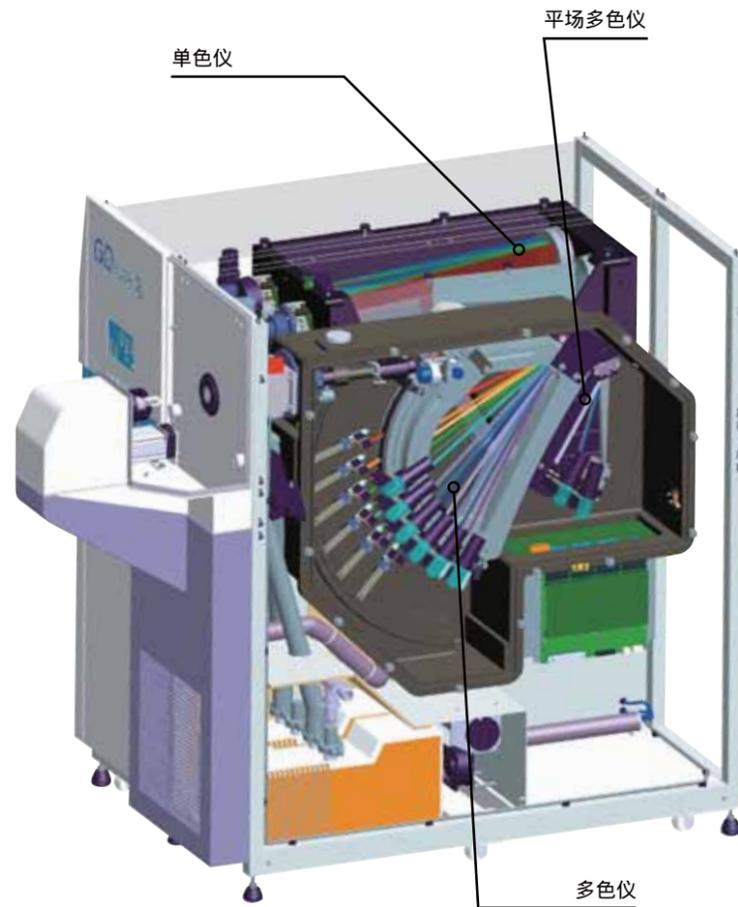
专利技术高动态检测器HDD适用于所有谱线

GD测试速率很快，减小剥蚀速率会降低灵敏度，因为总光通量Fi与进入等离子体被激发的材料含量直接相关。

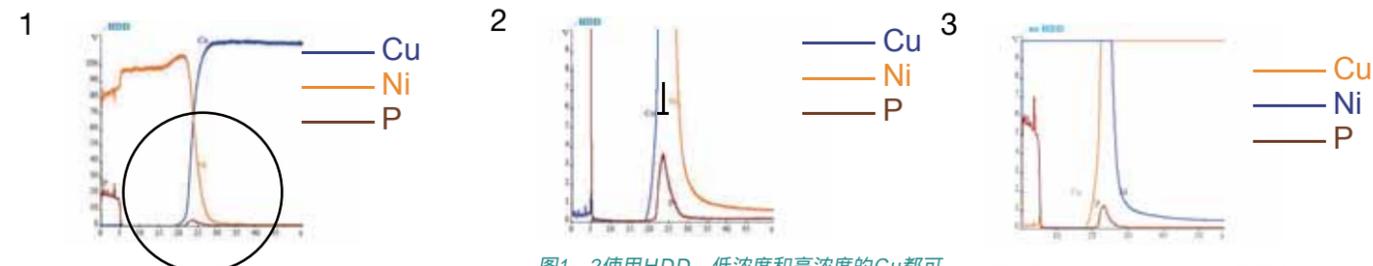
检测器需要快速响应从一层到另一层浓度的变化。

获得专利的高动态检测器（HDD）提供 5×10^9 的线性动态采集范围，测量浓度范围从ppm到100%的所有元素深度剖面。

使用HDD时，测试前无需预先调节电压，节省大量时间。



多色仪和单色仪优化配置



样品为Ni/Cu，表层含有元素P和微量Cu。

图1、2使用HDD，低浓度和高浓度的Cu都可以观测到，动态范围为10⁹以上。

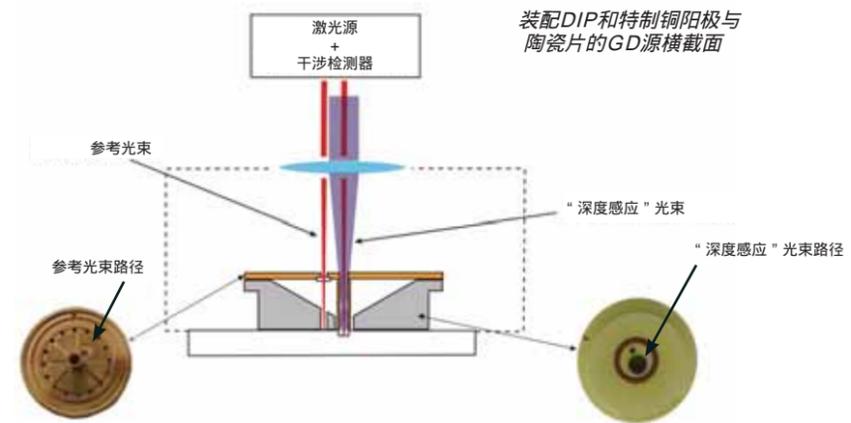
图3没有使用HDD，测试范围限定为0-10 V，Ni和Cu的信号出现饱和。

差分干涉仪(DiP)

GDOES中的剥蚀速率取决于材料特性，并且当测量多层时，剥蚀速率会随深度而变化。以前，只能通过计算（容易产生不确定性）或外部测量来获得剥蚀速率的估算值。

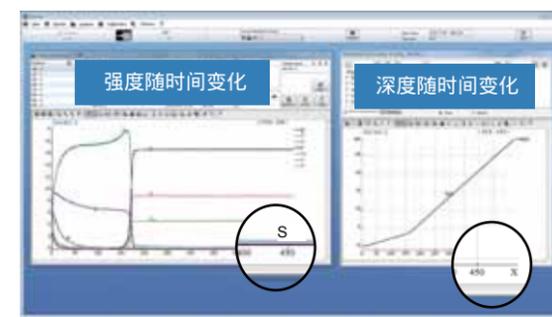
借助DiP，可以在进行GD分析的同时，以纳米精度对深度随时间的变化进行直接测量。

- GD源中内置的干涉仪
- 测量的剥蚀坑深度和剥蚀速率
- 1类激光

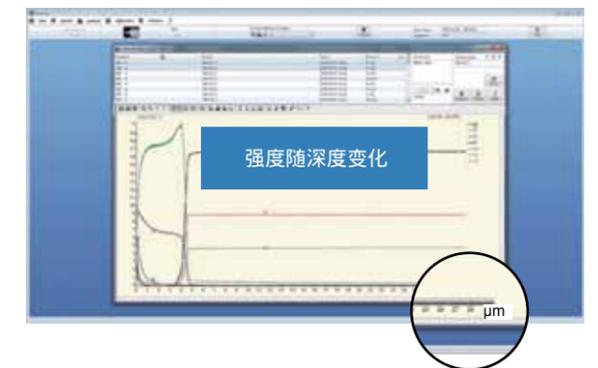


蓝宝石样品：因透明性可观测到两束光的位置。

$$\text{强度随时间变化} + \text{深度随时间变化} = \text{强度随深度变化}$$



表面测量和DiP窗口。在DiP窗口（右）中，斜率的变化反映了层之间剥蚀速率的变化。这些剥蚀速率是通过干涉测量直接获得的。



使用Quantum软件中的DiP，可以直接将时间轴转化为深度。

特殊样品的解决方案

GDOES运行时不需要超高真空密封，通过专用附件或样品装载方案，可以测试对空气敏感、小面积、多孔或不平整样品。

宽敞的样品仓

大型样品仓可帮助测量大型样品，也可以使用附件测试多种样品。



锂钟

适用于对空气敏感的材料或粗糙的样品。



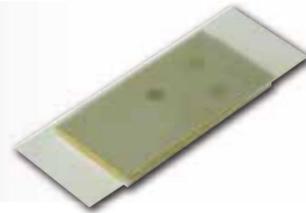
小样品附件

当样本较小时可以使用较小直径的铜阳极，钢套件等。



柔性薄膜的测试方法

铝基材上的PET膜。



“大象鼻”

不平整样品的分析策略：确保阳极/样品和真空密封的适当距离。

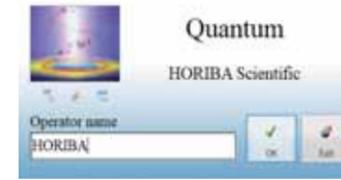


用于SEM横截面制备的样品架

样品的横截面夹在真空密封支架内的2个不锈钢块之间。



Quantum™ : GD分析软件



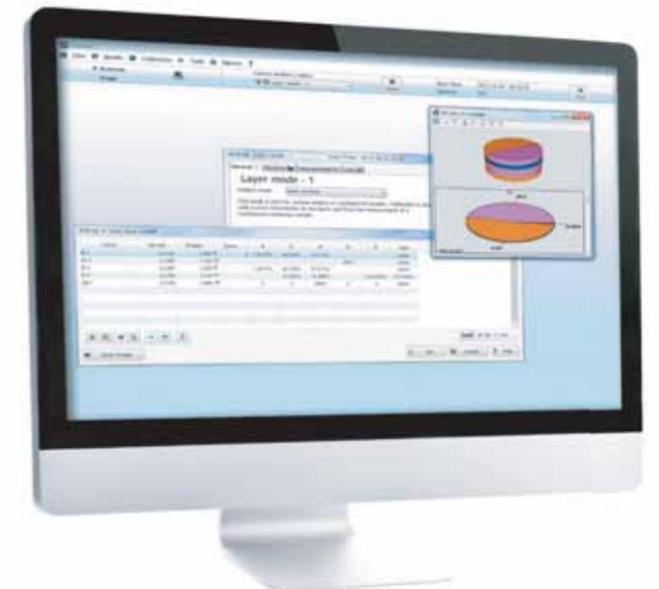
- IQ遵循ISO标准的智能量化模型和灵活的分层模式，这得益于脉冲射频源的灵活性。结果表示为M%，At%，深度，涂层重量，层厚度。
- 内置参考材料库：含有溅射速率和波长信息
- 强大的数据处理功能（具有数据批量处理）和报告自动生成



氮元素定量曲线计算界面

- 包括所有功能（无选项）
- 免费提供的仿真版本可用于远程数据处理
- Time Plus功能（增加运行期间的测量时间）
- 等离子清洁
- 脉冲信号同步检测

- XRF联用，可将XRF（或XPS）测试结果导入软件
- 在线SPC（统计过程控制模块）



技术资料

开放式数据处理、研究界面，为您打造DIY的专属风格

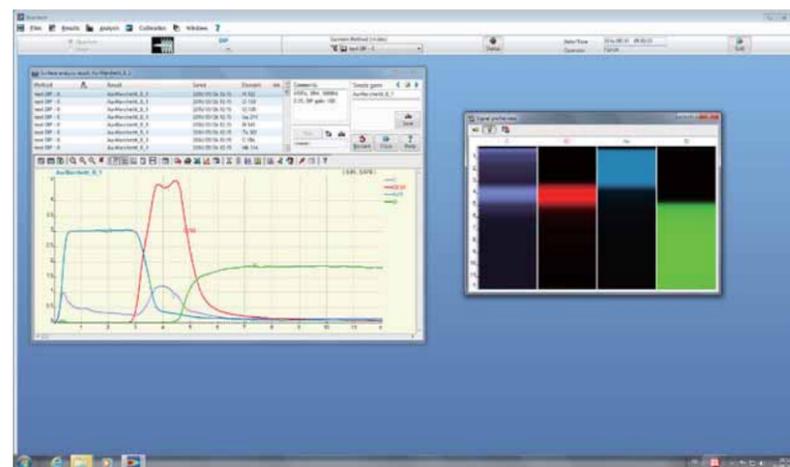
- 可自行编辑或是选用已有分析公式，如求导、平滑、对数等
- 不同元素间进行比较，获得相关系数
- 操作简单、功能强大



伪彩图显示镀层结构，使结果更加直观、易懂

- 最多可显示12个元素
- 可选择水平或垂直显示
- 图片可被导入报告、图表等

此外，还有报告一键式生成、数据预览、快捷批处理功能等。为您数据采集、分析及报告进行全方位的软件支撑，实现高效、便捷。



标准配置

激发源	频率为13.56 MHz的射频水冷式固态发生器，可以在RF、脉冲RF或是VDC下运行最大功率150 W
光谱范围	120 nm ~ 800 nm
光谱仪	恒温系统 (31 ± 0.1)；焦距0.5 m；2400 gr/mm光栅
光谱分辨率	18 pm~25 pm
深度分辨率	1 nm
最大元素通道	47个
检测器	线性动态范围 5×10 ⁹
真空泵	真空度可达 5×10E ⁻⁴
软件	Quantum
计算机	Windows 10 (根据计算机水平更新)

可选配置

单色仪	焦距0.64 m；2400 gr/mm (160 nm~800 nm) 或3600 gr/mm (160 nm~560 nm)
平场多色仪	1200 gr/mm光栅
铜阳极	标准直径为4 mm；1 mm、2 mm、7 mm和8 mm可选
DIP 深度测试附件	适用于镜面平整的样品

设备需求

尺寸	150 × 86 × 125 cm (长 × 宽 × 高)
重量	350 Kg
电源	230 V +/- 10%的单相电，频率为50/60 Hz
环境	湿度：20~80%；温度：18~24 (± 2V)
氩气(等离子体)	纯度>99.999%，压力4 bar
氮气(吹扫光谱室)	纯度>99.995%，流速3 L/min
压缩空气压力	6 bar