

TRIDESET LET SPEKTROSKOPIJE AUGERJEVIH ELEKTRONOV V SLOVENIJI

Anton Zalar

Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, 1000 Ljubljana

POVZETEK

Prvi spektrometer Augerjevih elektronov v Sloveniji je bil postavljen aprila leta 1977 v Oddelku za tehnologijo vakuumskih materialov in tankih plasti, ki ga je vodil prof. dr. Evgen Kansky na Inštitutu za elektroniko in vakuumsko tehniko v Ljubljani. Navedeni so osnovni podatki o spektrometru podjetja Physical Electronics Ind. z oznako SAM, PHI Model 545A, in dograditve, ki so bile potrebne za preiskavo vzorcev s področja optoelektronike, elektronike, metalurgije in tankih plasti. Z leti se je raziskovalna skupina specializirala za profilno analizo AES tankih plasti in večplastnih struktur, zato je optimizacija te preiskovalne metode podrobneje razložena. Opisan je razvoj profilne analize med vrtenjem vzorca, ki jo je skupina razvila in patentirala. Tehnika, razvita v začetku osemdesetih let prejšnjega stoletja, omogoča znatno izboljšavo globinske ločljivosti, zato se danes uporablja za profilno analizo v kombinaciji z ionskim jedkanjem in metodami AES, XPS, in SIMS. Omenjene so moderne smeri razvoja profilne analize, ki obsegajo instrumentalne izboljšave in teoretičen izračun koncentracijskih profilov z modeli TRIM in MRI. Navedene so vse raziskovalne skupine in njihovi spektrometri Augerjevih elektronov, ki so v uporabi v Sloveniji.

Thirty years of Auger electron spectroscopy in Slovenia

ABSTRACT

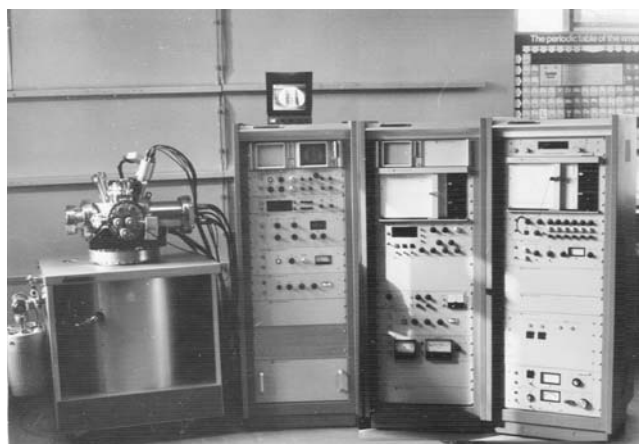
The very first Auger electron spectrometer in Slovenia was installed 30 years ago, in april 1977, in the Department for vacuum materials and thin-film technologies, headed by Prof. Dr. Evgen Kansky at the Institute for electronics and vacuum technique (IEVT) in Ljubljana. The specifications and some improvements of the scanning Auger microprobe PHI Model 545A, installed in the Laboratory of surface and thin film analysis are described. The most important achievements of the research group which performed Auger electron spectroscopy (AES) for surface and thin film analysis of materials used for optoelectronics, electronics, metalurgy and thin-film technologies are given. Through the years the research group specialised in AES depth profiling of thin films and multilayer structures. The optimisation of sputtering parameters for optimal depth resolution of depth profiles is discussed. The development of rotation mechanisms used for depth profiling during sample rotation is described. The new technique patented by the group in 1985 reduces sputtering-induced roughness and ion beam angle-dependent effects which contributes to a more real and accurate depth profiling. An outlook on future trends includes instrumental developments and theoretical profile simulations methods, like TRIM and MRI. The activities of other laboratories in Slovenia which are equipped with Auger electron spectrometers are indicated too.

1 UVOD

Letos, aprila 2007, je minilo trideset let, odkar smo na takratnem Inštitutu za elektroniko in vakuumsko tehniko (IEVT) v Ljubljani postavili spektrometer Augerjevih elektronov in naredili prve preiskave površin trdnih snovi. Pobudnik in organizator za nakup instrumenta ameriškega podjetja Physical

Electronics Ind. vrste SAM, PHI Model 545A, (slika 1) je bil prof. dr. Evgen Kansky, univ. dipl. inž. kem., ki je bil na IEVT vodja Oddelka za tehnologijo vakuumskih materialov in tankih plasti. Prof. Kansky je z največjo raziskovalno skupino na IEVT delal na področjih optoelektronike, površin trdnih snovi in tankih plasti. Raziskave so bile namenjene podpori novim tehnologijam in razvoju nekaterih izdelkov, kot so fotokatode, spoji steklo-kovina in keramika-kovina, različni uporovni elementi, ki so temeljili na tankoplastnih tehnologijah, in drugi sestavni deli za elektroniko in optoelektroniko. Kot razgledan in dobro informiran znanstvenik je prof. Kansky ugotovil, da je za razvoj novih tehnologij nujno potrebno poznati sestavo in strukturo površin materialov, iz katerih so bili narejeni novi izdelki.⁽¹⁾ V začetku sedemdesetih let prejšnjega stoletja so prišli na trg prvi komercialni spektrometri za preiskavo površin materialov s spektroskopijo Augerjevih elektronov (AES), spektroskopijo fotoelektronov, vzbujenih z rentgenskimi žarki (XPS = ESCA), in z masno spektroskopijo sekundarnih ionov (SIMS). Po več poskusih zbiranja finančnih sredstev je prof. Kanskemu v sodelovanju z Vojnotehničnim inštitutom v Beogradu uspelo zbrati dovolj sredstev za nakup spektrometra Augerjevih elektronov, ki je bil prvi v takratni Jugoslaviji, šele nekaj let kasneje pa so tovrstne naprave kupili in postavili tudi v Beogradu (1982) in Zagrebu (1984).

Dokler je bila raziskovalna oprema za analizo površin na začetni razvojni stopnji in razmeroma draga, smo na IEVT razvoj na tem področju spremljali



Slika 1: Vrstični analizator Augerjevih elektronov ameriškega podjetja Physical Electronics Ind., SAM, PHI Model 545A, instaliran na IEVT aprila 1977: vakuumsko posoda s spektrometrom (levo) in elektronika

s prebiranjem člankov v tujih revijah. Že od leta 1973 dalje pa smo bili zaradi zahtev raziskovalnega dela in razvoja tehnoloških procesov prisiljeni svoje vzorce preiskovati v tujih laboratorijih. Sodelavka Melita Murko-Jezovšek, univ. dipl. inž. kem., je v okviru svojega magistrskega dela jezičke hermetičnih kontaktikov z metodo AES preiskovala pri prof. F. Viehböcku na Tehniški visoki šoli na Dunaju, avtor tega članka (A. Z.) pa sem od leta 1973 redni gost v Laboratoriju za analizo površin, ki ga je takrat vodil prof. S. Hofmann na inštitutu Max-Planck-Institut für Metallforschung (MPI) v Stuttgartu. Iz tega obdobja so tudi naše prve objave.⁽¹⁻⁵⁾ V tujini pridobljeno znanje nam je omogočilo, da smo bili na IEVT usposobljeni analizirati površine trdnih snovi z metodo AES že spomladi leta 1977, takoj po nakupu in postavitvi vrstičnega (rastrskega) mikroanalizatorja na Augerjeve elektrone v Laboratoriju za analizo površin in tankih plasti. V njem je bil v istem obdobju postavljen še vrstični elektronski mikroskop JEOL JSM 35 z dodatki za elektronsko mikroanalizo (EDXS in WDXS).

2 OSNOVNI PODATKI O SPEKTROMETRU IN DOGRADITVE NAPRAVE

Fizikalno-kemijske osnove spektroskopije Augerjevih elektronov so bile že večkrat navedene v tujih knjigah in domačih objavah.⁽⁶⁻⁹⁾ Tukaj želim poudariti, da je bil nabavljeni spektrometer za takratne čase najmodernejši in je omogočal točkovno, linijsko in profilno analizo vzorcev ter slike sestave površin, izdelane z Augerjevimi elektroni. Energija primarnega elektronskega curka je bila nastavljiva od 1 keV do 10 keV, od nje pa je bila odvisna velikost analizirane površine, ki je bila določena s premerom elektronskega curka. Ta je bil približno 3 μm za elektrone z energijo 10 keV in okrog 40 μm pri delu s 3 keV, s čimer je bila omejena lateralna ločljivost slik, izdelanih s sekundarnimi ali Augerjevimi elektroni. Energijska ločljivost spektrometra je bila nastavljiva od 0,3 % do 1,2 %. Ionska puška je omogočala uporabo ionov Ar^+ z energijo od 1 keV do 5 keV. V odvisnosti od vrstičenja (rastriranja) ionskega curka na površini od 10 mm \times 10 mm do nekaj kvadratnih milimetrov smo dosegali hitrosti ionskega jedkanja od nekaj desetink nanometrov na minuto do 10 nm/min. Na nosilec vzorcev je bilo mogoče pritrditi do 12 vzorcev, za namestitev posameznega vzorca pred analizator s cilindričnim zrcalom pa je bil z mikrometrskimi vijaki omogočen premik v treh smereh. Za zamenjavo vzorcev je bilo potrebno vsakokratno odpiranje vakuumskega sistema spektrometra in s tem izpostavitve notranjosti sten vakuumske posode okoliški atmosferi. Po zapiranju sistema smo za

doseganje ultravisokega vakuumu potrebovali dva do tri dni. Več podrobnosti o spektrometru je mogoče dobiti v že navedenih objavah.^(8, 9)

Po prvem letu obratovanja, ko je imel spektrometer še garancijo, so ga serviserji matičnega podjetja Physical Electronics Ind., ki so prihajali iz evropske podružnice iz Münchna, popravljali samo še nekajkrat. Pri prvih servisih je bilo vedno prisotnih več sodelavcev IEVT na čelu z vodjem oddelka prof. Kanskim. Pri teh popravilih smo pridobili toliko znanja, da zadnjih 25 let z občasnimi telefonskimi nasveti serviserjev in ob pomoči domačih elektronikov popravila opravljamo sami. Pri prvih večjih popravilih, kot je npr. menjava katode elektronske puške, sta v prvih letih sodelovala Bogdan Podgornik in Rasto Zavašnik, univ. dipl. inž. fiz. Leta 1979 se je skupini v laboratoriju pridružil Borut Praček, univ. dipl. inž. met., ki je od mene postopoma prevzel operaterska dela na spektrometru. Skupina se je nato leta 1995 kadrovsko ojačala s prihodom mladega raziskovalca Janeza Kovača, univ. dipl. inž. fiz., ki je imel že bogato predznanje s področja analitike površin, saj je pred tem več let delal v Trstu, v Laboratorio Tecnologie Avanzate Superfici e Catalisi (TASC). Popravila na spektrometru, ki so zaradi njegove starosti razmeroma pogosta, v zadnjih letih opravljata dr. Janez Kovač in Borut Praček, pri mehanskih delih sodeluje še Janez Trtnik, občasno pa potrebujemo tudi pomoč elektronikov.

Na spektrometru je bilo v tridesetih letih delovanja opravljenih več izboljšav in dograditev, zato ga lahko uporabljamo še danes. Za preiskave fotokatodnih plasti, ki jih je vodil prof. Kansky, smo morali preprečiti migracijo alkalij z analiznega mesta vzorca zaradi difuzije, povzročene z ogrevanjem s primarnim elektronskim curkom. Celico s formirano fotokatodno plastjo smo zataljeno v steklo vgradili na nosilec vzorca spektrometra. Tik pred analizo v ultravisokem vakuumu je bila odstranjena rahlo zažagana steklena inkapsulacija z žarečo volframovo zanko, nato pa je AES-analiza potekala med hlajenjem vzorca s tekočim dušikom pri temperaturi okrog 82 K. Žal teh preiskav nismo smeli objavljati, ker so bile napravljene v okviru projekta za posebnega naročnika, JLA.

Drug tip preiskav, ki je potekal pri povišani temperaturi, pa je zahteval vgradnjo posebnih držal, na katerih so bili vzorci, ki smo jih ogrevali z električnim tokom skozi prevodnice na vakuumski posodi spektrometra. Tako smo med pregrevanjem na temperaturo okrog 600 °C preiskovali končno fazo čiščenja površine polprevodniškega monokristala p-GaAs/Zn.⁽¹⁰⁾

Za spajanje optoelektronskih komponent se uporabljajo posebne spajke brez topila, katerih tekoča površina mora biti čista in čim manj oksidirana. Prof.

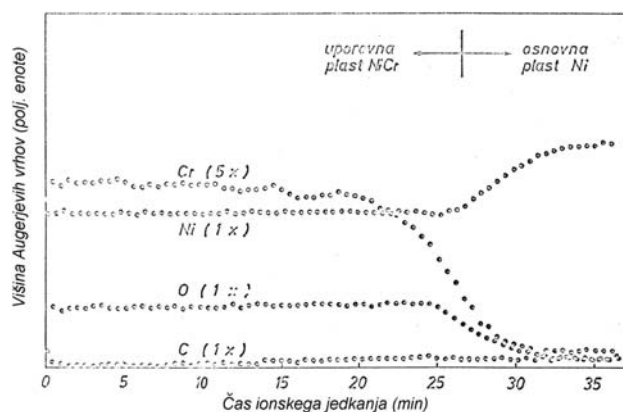
Kansky je s svojo skupino konstruiral poseben, električno ogrevan nosilec vzorcev iz traku Mo, ki je omogočal preiskavo tekočih spajk na osnovi In in InSn.^(11,12) Na tem zanimivem področju je delala Monika Jenko, univ. dipl. inž. met., ki je kasneje preiskovala tudi segregacijo na površini neorientirane elektropljučevine.^(13,14)

Že kmalu po nakupu spektrometra smo ugotovili, da je njegova velika pomanjkljivost v tem, da ni bil povezan z računalnikom, ker takšne izvedbe leta 1977 še niso bile razvite in komercialno dosegljive. Posebej zamudno je bilo kvantitativno vrednotenje velikega števila analogno izrisanih spektrov, dobljenih med profilno analizo AES. Bojan Jenko, univ. dipl. inž. el., in Krste Jovanoski, univ. dipl. inž. rač., sta že v letih 1979/80 spektrometer Augerjevih elektronov direktno povezala z računalnikom PDP 11/34.^(15,16) Povezala sta analogni izhod spektrometra z analognim vhodom računalnika, signal (spekter) pa sta nato z A/D-pretvornikom pretvorila v digitalno obliko. Na posnetem spektru je bilo mogoče identificirati do deset elementov. Razvili smo tudi program za kvantitativno vrednotenje spektrov, dobljenih med profilno analizo vzorcev, vendar pa smo podatke morali še vedno vnašati s tipkovnico. Nadaljnjo izboljšavo na tem področju sta napravila dr. Janez Kovač in mag. Tomo Bogataj, ko sta leta 1996 z vmesnikom, razvitim na IEVT, med spektrometrom in že bolj zmogljivim računalnikom omogočila avtomatsko zajemanje velikega števila spektrov, dobljenih med profilno analizo, in njihovo hitro kvantitativno vrednotenje. Kontrolni sistem je bil kasneje še dograjen, za boljše prepoznavanje vrhov v spektrih Augerjevih elektronov pa je bil razvit program za faktorsko analizo in linearno razstavljanje spektrov.⁽¹⁷⁾

V našem laboratoriju smo se z leti še posebej specializirali za profilno analizo tankih plasti in na tem področju v svetovnem merilu dosegli tudi največje uspehe, zato bom to preiskovalno tehniko in z njo povezane izboljšave podrobneje obravnaval v naslednjem poglavju.

3 PROFILNA ANALIZA

Profilna analiza tankih plasti se izvaja v kombinaciji z eno od metod za analizo površin, kot je AES (lahko tudi XPS ali SIMS), in ionskim jedkanjem vzorca. Curek pozitivnih ionov žlahtnega plina (največkrat uporabljamo Ar, lahko pa tudi kak drug plin) pri trku ob vzorec odstranjuje plasti atomov na površini, ki jih istočasno analiziramo. Za natančno preiskavo sprememb koncentracije elementov neposredno pod prostimi površinami ali na notranjih faznih mejah je boljše uporabiti ionsko jedkanje s prekinitvami v kratkih časovnih presledkih, čemur sledi



Slika 2: profilni AES-diagram uporabne plasti NiCr, napršene na stekleno podlago, prekrito s prevodno plastjo Ni. Profil je zrisan z večkanalnim pisalnikom; intenziteta profila Cr je zaradi boljše preglednosti ojačana (5 krat).

analiza in zapis spektra Augerjevih elektronov. Naš spektrometer je bil opremljen z večkanalnim točkovnim pisalnikom, ki je omogočal, da smo med profilno analizo zapisovali višino Augerjevih vrhov šestih elementov. Tako smo dobili v analizirani plasti relativno porazdelitev elementov v odvisnosti od časa ionskega jedkanja oziroma od debeline analizirane plasti, če je bila ta poznana (slika 2).

S profilno analizo tankih plasti dobimo podatke o višini Augerjevih vrhov posameznih elementov I v odvisnosti od časa ionskega jedkanja t , torej velja, da je $I = f(t)$. Med profilno analizo lahko registriramo spektre Augerjevih elektronov v izbranem energijskem območju ali pa merimo samo višine Augerjevih vrhov elementov, ki sestavljajo analizirani vzorec. S profilno analizo pa želimo ugotoviti porazdelitev koncentracije elementov c v odvisnosti od globine (debeline) analizirane plasti z , zato je potrebna pretvorba izmerjenih podatkov, da dobimo odvisnost $c = f(z)$.^(18,19) Za ta preračun je treba poznati odvisnost globine ionskega jedkanja od časa ionskega jedkanja $z = f(t)$ in lokalno koncentracijo elementa $c = f(I)$, ki jo dobimo z enim od znanih postopkov za kvantitativni izračun sestave analiziranega vzorca.⁽²⁰⁻²²⁾ V primeru, da bi ionsko jedkanje potekalo enakomerno po celi debelini preiskovane tanke plasti, bi bil eksperimentalno izmerjeni koncentracijski profil enak dejanskemu. Žal pa z ionskim jedkanjem ne odstranjujemo posameznih atomskih plasti zaporedno, zato je za ugotovitev dejanskega koncentracijskega profila treba upoštevati več fizikalnih vplivov, ki povzročijo popačenje izmerjenega koncentracijskega profila. Naj na tem mestu omenim samo nekaj najpomembnejših, kot so sprememba topografije in sestave analizirane površine, povzročena z ionskim jedkanjem, vpliv izstopne globine Augerjevih elektronov, povratno sipanje primarnih elektronov in drugi.^(18,19)

Navedeni vplivi povzročajo navidezno razširitev merjenega profila, ki jo lahko matematično opišemo s funkcijo globinske ločljivosti. Merilo za natančnost izmerjenega koncentracijskega profila je globinska ločljivost Δz .^(18,19) Najbolj splošna in največkrat uporabljena definicija pravi, da je globinska ločljivost $\Delta z = 2\sigma$, kar ustreza razdalji v območju ionskega jedkanja, v katerem se na idealno ostri fazni meji dveh tankih plasti A/B koncentracija elementa A spremeni od 84 % na 16 %. Pri tem je σ standardni odklon v približku Gaussove funkcije ločljivosti, ki jo dobimo z odvodom izmerjenega koncentracijskega profila $dI(t)/dt$, oziroma $dc(z)/dz$.

Profilna analiza se je od svoje uvedbe v začetku sedemdesetih let prejšnjega stoletja pa do danes neprestano izboljševala. Izboljšave so bile instrumentalne narave, obenem pa je računalniška tehnika omogočila hitrejšje zajemanje analiznih rezultatov in kvantitativni izračun, ki daje koncentracijo elementov v atomskih deležih (*at. %*). Moderni AES-instrumenti z ozkim vzbujevalnim curkom elektronov omogočajo lateralno ločljivost in s tem preiskavo majhnih faz reda velikosti nekaj 10 nm (z XPS je dosežena lateralna ločljivost v klasičnih instrumentih reda velikosti več 10 μm , pri delu s sinhrotronsko svetlobo pa še precej manj). Odklon primarnega elektronskega curka pa omogoča profilno analizo na več mestih vzorca z različno sestavo v enem procesu ionskega jedkanja.

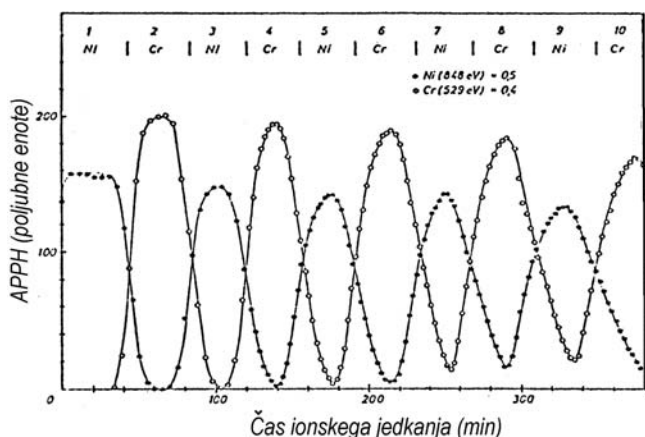
Že omenjene fizikalne vplive, ki poslabšajo globinsko ločljivost profilnih diagramov, lahko znatno zmanjšamo z optimalno izbiro analiznih parametrov. Moderne ionske puške so črpane diferencialno, kar zmanjša možnost kontaminacije analiznega mesta, energijo ionov pa navadno lahko izbiramo v mejah od 0,5 keV do 5 keV. Nižja energija ionov^(23,24) in njihova večja masa⁽²⁵⁻²⁷⁾ zmanjšata debelino področja mešanja atomov in povzročata manjše poškodbe analizirane površine in spremembe topografije. Uklonske plošče ionskih pušk omogočajo ionsko jedkanje na razmeroma veliki površini, do velikosti okrog 1 cm^2 . Nosilci vzorcev v modernih instrumentih omogočajo spremembo nagibnega kota vzorca, tako da je vpadni kot ionov lahko izbran v širokem kotnem območju od 0° do 85°.^(24,28) Danes mehanizme, potrebne za tehniko vrtenja vzorca med profilno analizo prečno na curek vpadlih ionov, ki je bila razvita v našem laboratoriju v začetku osemdesetih let z namenom, da se izboljša globinska ločljivost, vgrajujejo vsi najpomembnejši proizvajalci preiskovalne opreme za profilno analizo z metodami AES, XPS in SIMS.

4 PRISPEVEK NAŠE RAZISKOVALNE SKUPINE K RAZVOJU IN IZBOLJŠANJU PROFILNE ANALIZE

Na IEVT smo v začetku sedemdesetih let v proizvodnji tankoplastnih elementov za elektroniko, kot so miniaturni potenciometri in upori ter pasivna uporovna vezja, napogosteje uporabljali za tanke uporovne plasti zlitino NiCr s sestavo masnih deležev 80/20. Različno oblikovane tanke plasti NiCr smo nanašali na gladko polirane steklene podlage skozi kovinske maske z različnimi vakuumskimi postopki, kot so naparevanje NiCr iz uporovno ogrete volframove ladjice in s sublimacijo iz žice NiCr. Novejša postopka, ki sta zagotavljala bolj ponovljivo tehnologijo pa sta bila naparevanje z elektronskim curkom in katodno naprševanje te zlitine.

S preiskavo izbranih vzorcev uporovnih plasti s profilno analizo AES na MPI v Stuttgartu smo ugotovili, da so njihove električne lastnosti razen geometrijskih oblik oziroma dimenzij odvisne od njihove sestave in vgrajenih nečistoč. Zaradi različnih parnih tlakov Cr in Ni naparevanje uporovne zlitine NiCr ni zagotavljalo homogene sestave po celi debelini uporovne plasti. Od hitrosti naparevanja pa je bilo še odvisno, koliko nečistoč je bilo pri tlaku okrog 10⁻³ Pa vgrajenih v kovinsko plast, kar je vplivalo tako na upornost plasti kot tudi na njihov temperaturni koeficient upornosti in je povzročalo neponovljivost proizvodnje uporovnih elementov.^(2,5)

Proizvodnja tankoplastnih elementov na IEVT je zahtevala vsakodnevni večkratni nanos uporovnih in kontaktnih plasti. V sodelovanju s prof. Hofmannom iz MPI-Stuttgart, kjer smo opravljali profilno analizo AES naših vzorcev, se je kmalu pokazala potreba za izdelavo tankih plasti z znano debelino, ki bi jih uporabljali za kalibracijo ionske puške in študij osnovnih procesov, ki potekajo med profilno analizo. Na osnovi svojih izkušenj smo se zato na IEVT odločili za izdelavo prve večplastne strukture, sestavljene iz zaporednih plasti Ni in Cr,^(29,30) ki smo jih na gladke podlage iz stekla nanegli s postopkom naparevanja (slika 3). Izkazalo se je, da smo imeli srečno roko, saj so se notranje fazne meje Ni/Cr in Cr/Ni v večplastni strukturi izkazale za termično stabilne, koeficienta ionskega jedkanja obeh kovin pa sta se razlikovala za manj kot 20 %. Kasneje smo ugotovili, da imajo še ostrejše fazne meje večplastne strukture Ni/Cr, če so nanese s katodnim naprševanjem. Za našo interno uporabo je prof. dr. Boris Navinšek z Instituta "Jožef Stefan" s svojim sodelavcem Antonom Žabkarjem, univ. dipl. inž. fiz., s to tehniko nanesel večplastne strukture Ni/Cr na gladke silicijeve podlage. Naše preiskave so vzbudile precej pozornosti, in kasneje je dr. J. Fine iz National Bureau



Slika 3: Profilni AES-diagram prve večplastne strukture Ni/Cr, naparjene na IEVT na gladko stekleno podlago z zaporednim naprejevanjem Cr in Ni iz elektrouporovno ogrethih volframovih ladjic. Profilno analizo sem leta 1975 izdelal s spektrometrom Augerjevih elektronov, PHI Mod. 50-500, v času gostovanja na MPI Stuttgart^(29, 30). Auger Peak-to-Peak Height (APPH) pomeni višino Augerjevih vrhov.

of Standards (NBS), Washington, za standardni referenčni material SRM 2135 prav tako izbral večplastne strukture Ni/Cr. Tudi te so izdelali v laboratoriju prof. Navinška, ki je z NBS sodeloval v okviru skupnega projekta. Zanimivo je, da so v ref. 31 navedli, da so se za ta par kovin odločili na podlagi naših izkušenj, obenem pa so preskušali večplastno strukturo Ni/Ag, za katero se je izkazalo, da nima termično stabilnih notranjih faznih mej, ker je bila na njih opažena segregacija Ag, povzročena z ionskim jedkanjem vzorca.⁽³²⁾

Že pred leti je Mednarodna organizacija za standardizacijo (ISO) privzela večplastno strukturo Ni/Cr kot standardni referenčni material, ki ga danes proizvajajo v ZDA (Geller Micro Analytical). Pri tem je treba navesti, da je bil pri ISO že v začetku devetdesetih let ustanovljen tehnični komite ISO/TC 201 (Surface Chemical Analysis), mene pa so imenovali za eksperta v delovnih skupinah za profilno analizo in standarde za profilno analizo. Prof. dr. T. Madey, takratni predsednik Mednarodne zveze za vakuumsko znanost, tehniko in aplikacije (IUVSTA), me je leta 1994 tudi prosil za povezavo med Sekcijo za uporabno znanost površin pri IUVSTA, Povezovalnim komitejem IUVSTA in Tehničnim komitejem ISO/TC 201. Leta 1994 se je v ISO-komite vključil tudi Urad za standardizacijo in meroslovje Republike Slovenije, ki me je imenoval za svojega predstavnika v komiteju ISO/TC 201.

Po nakupu lastne opreme in ustanovitvi Laboratorija za analizo površin in tankih plasti na IEVT smo nadaljevali zelo dobro sodelovanje z Odsekom za tanke plasti in površine na IJS, ki ga je do svoje upokojitve leta 1999 vodil prof. Navinšek, danes pa ga vodi dr. Peter Panjan. Za potrebe preiskav tankoplast-

nih struktur je raziskovalna skupina, ki je specializirana za nanos trdih prevlek, po naših napotkih s katodnim naprejevanjem izdelala veliko število modelnih tankoplastnih struktur vrste kovina/kovina, kovina/oksid, kovina/polprevodnik in še druge kombinacije različnih tankoplastnih materialov.^(33,34) Med drugim smo z dr. Panjanom v sodelovanju treh organizacij: IEVT, IJS in Iskra Semicon, izdelali večplastno strukturo Ni/Cr/Cr₂O₃/Ni/Cr na poliranih silicijevih rezinah, ki se še danes uporablja kot interni standardni material podjetja Physical Electronics Ind. Izkazalo se je, da so dvoplastne, troplastne in večplastne strukture primerne za študij, razvoj in optimizacijo samega postopka profilne analize in za preiskave reakcij na notranjih faznih mejah. Na navedenih področjih smo imeli v celotnem obdobju, in še danes, zelo uspešno sodelovanje z več tujimi raziskovalnimi skupinami. Razen najbolj pomembnega sodelovanja s skupino prof. S. Hofmanna in v zadnjem obdobju s prof. E. J. Mittemeijerjem in dr. J. Y. Wangom na MPI v Stuttgartu naj omenim še sodelovanje s profesorji P. B. Barna, A. Barna in M. Menyhardom iz Research Institute for Technical Physics and Materials Science, Budimpešta, v Karlsruheju pa smo sodelovali z dr. E. W. Seibtom iz Kernforschungszentruma Karlsruhe, Institut für Technische Physik.

Največjo odmevnost del je naša raziskovalna skupina imela na področju osnovnih raziskav samega postopka profilne analize, ki so v končni fazi v svetovnem merilu pripeljale do razvoja nove preiskovalne metode, ki je danes poznana kot profilna analiza med vrtenjem vzorca. Naj navedem nekaj napotkov za doseganje optimalne globinske ločljivosti profilnih diagramov, ki ob koncu sedemdesetih let niso bili vsi splošno poznani. Pogoj za natančno profilno analizo je delo v ultravisokem vakuumu sistema spektrometra in uporaba čim bolj čistega žlahtnega plina za ionsko jedkanje vzorcev. Pri vzorcih Ni/Cr z gladko površino smo dosegli boljšo globinsko ločljivost z uporabo ionov Xe⁺, ki imajo večjo maso kot Ar⁺.⁽²⁵⁾ To smo si razlagali z manjšo debelino plasti mešanja atomov in manjšo hrpa-vostjo, povzročeno z ionskim jedkanjem. Med profilno analizo, ki lahko traja tudi več ur, moramo imeti časovno in krajevno konstanten ionski tok, kar omogoča vrstičenje ionskega curka na večji površini. Za natančno analizo je potrebna dobra električna prevodnost vzorca in preprečitev difuzijskih procesov na analiziranem mestu, ki jih lahko povzročita elektronski in/ali ionski curek. Intenzivno hlajenje vzorca onemogoči difuzijo elementov ali jo močno zmanjša in s tem izboljša natančnost analize. Kadar aparaturne možnosti in narava vzorca to dopuščajo, uporabljamo curek primarnih elektronov s čim manj-

šim premerom. Na hrapavih vzorcih naj bo površina, določena s premerom curka elektronov, manjša od površine mikroploskve, ki jo analiziramo.

Pri majhnih vpadnih kotih ionov je priporočljivo uporabljati ionske curke z nižjo energijo, od 0,5 keV do 1,0 keV. Pri večjih vpadnih kotih ionov (poševni vpad ionov pri kotih nad 60°) se zmanjša vpliv ionskega curka na tvorbo nove topografije prvotno gladke površine vzorca, obenem pa se zmanjša tudi debelina plasti mešanja atomov v smeri, pravokotni na površino vzorca. Zato je energija ionov lahko višja, npr. od 5 keV do 10 keV,⁽³⁵⁾ ker s tem povečamo hitrost ionskega jedkanja, ki je med obstreljevanjem vzorcev z ioni nizke energije pri velikih vpadnih kotih razmeroma majhna. Za posamezne materiale, ki se med seboj razlikujejo po kemijski sestavi in kristalni strukturi, je treba tudi v kotnem območju nad 60° ugotoviti najugodnejši vpadni kot ionov, pri katerem ionsko jedkanje povzroči najmanjšo spremembo topografije površine vzorca.

Tehnološki vzorci imajo pogosto hrapavo površino, dosežena globinska ločljivost v območju vpadnih kotov ionov od 0° do 60° pa je odvisna od topografije površine, ki jo določata hrapavost (R_a) in kotna porazdelitev mikroploskev. Za hrapave vzorce je priporočljivo izbrati vpadni kot ionov blizu 0° , ker je s tem zmanjšana možnost senčenja posameznih mikroploskev proti ionskemu curku, zaradi česar se take mikroploskve med profilno analizo ne jedkajo, kar močno poslabša globinsko ločljivost.⁽²⁴⁾ Iz tega izhaja, da ionsko jedkanje hrapavih površin mirujočih vzorcev pri poševnem vpadnem kotu ionov nad 60° ni primerno, ker so vplivi senčenja in redepozicije⁽³⁶⁾ zelo močni.

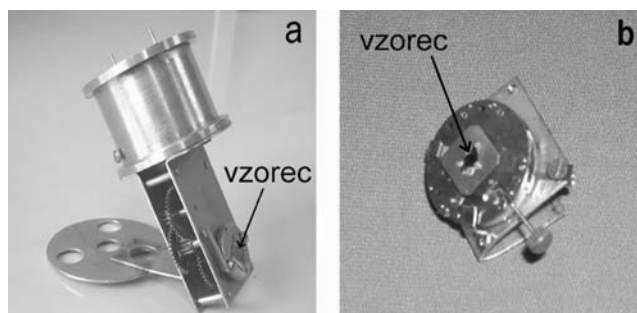
4.1 Profilna analiza med vrtenjem vzorca

Idealno gladke površine imajo tekočine. Realne površine trdnih snovi, ki imajo hrapavost na atomskem nivoju, tudi veljajo za gladke površine. Zaradi interakcije ionskega curka z gladko površino vzorca, ki pa ima lahko nehomogeno sestavo in strukturo ter vgrajene linijske in točkovne napake, se med ionskim jedkanjem poveča hrapavost površine in spremeni kotna porazdelitev mikroploskev. Zaradi svoje kristalne strukture in različno orientiranih kristalnih zrn ter mej med njimi ionsko jedkanje povzroči večje spremembe na površinah kovin kot na vzorcih z amorfno strukturo. Preiskava topografije površin vzorcev z elektronskim mikroskopom, ki so imeli pred ionskim jedkanjem gladko površino, je pokazala, da je stopnja hrapavosti odvisna od vrste ionov in njihovega vpadnega kota.^(23,35) Vpliv hrapavosti na globinsko ločljivost so v več laboratorijih delno zmanjšali z ionskim jedkanjem med profilno

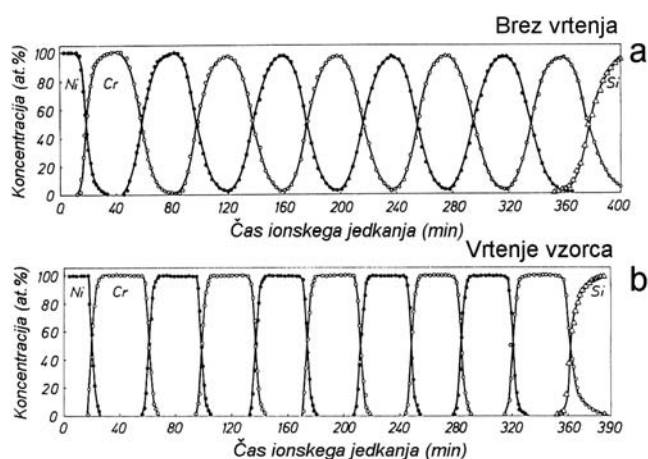
analizo AES z dvema ionskima puškama.^(36,37) S to tehniko so dosegli, da so ioni vpadali na vzorec iz dveh nasprotnih strani pri enakih ali pa pri različnih vpadnih kotih. Predpostavljali smo, da bi z vpadom ionov iz še več strani dosegli še bolj enakomerno ionsko jedkanje površin vzorcev. Praktična izvedba uporabe več ionskih pušk pa zaradi pomanjkanja prostora v vakuumski posodi spektrometra seveda ni bila izvedljiva. Zato smo prišli na idejo, da bi enak učinek, to je zmanjšanje vpliva topografije na globinsko ločljivost, povzročene z ionskim jedkanjem, in zmanjšanje kotne odvisnosti koeficienta razprševanja, dosegli z vrtenjem analiziranega vzorca prečno glede na vpadli curek ionov.

Leta 1983 nosilcev vzorcev, ki bi omogočali njihovo kontinuirno vrtenje med profilno analizo, ni bilo mogoče kupiti. Zato smo začeli lasten razvoj in izdelavo vrtilnega mehanizma primerne velikosti za vgradnjo v vakuumski sistem spektrometra, ki ni smel povzročati onesnaženja sistema, moral pa je biti mehansko stabilen, brez večjih vibracij, obenem pa ni smel imeti magnetnih in električnih vplivov na okolico. Naš prvi, doma izdelan vrtilni mehanizem je imel pogon z manjšim motorjem, ki smo ga vzeli iz starega gramofona. Celotna konstrukcija je bila sicer ustrezna (slika 4 a), zataknilo pa se je pri vgradnji v vakuumski sistem spektrometra. Kljub predhodnemu razplinjanju motor iz gramofona ni bil kompatibilen z ultravisokim vakuumom v sistemu ($p < 10^7$ Pa). Prvi preskusi so bili sicer napravljeni, vendar je bila površina vzorcev zaradi previsokega tlaka v spektrometru, ki ga je povzročala desorpcija ogljikovodikov iz navitja motorja, preveč kontaminirana z ogljikom.

Po večkratnem preskušanju smo uporabili drug vrtilni mehanizem s pogonom na mehansko vzmet. Sliši se učeno, dejansko pa je naš finomehanik Bogdan Podgornik na vrtilno os stare švicarske ure pritržil nosilec (slika 4b), na katerem je bil pritrjen naš vzorec, vse skupaj pa smo postavili na originalni nosilec vzorcev spektrometra Augerjevih elektronov.

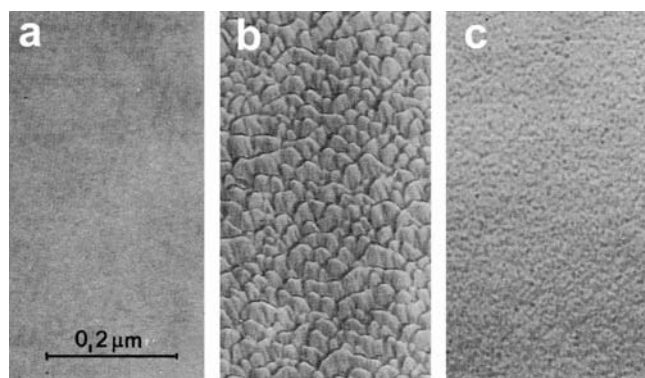


Slika 4: Vrtilni mehanizem (a), ki ni bil kompatibilen z ultravisoko vakuumskim sistemom spektrometra in (b) vrtilni mehanizem na mehansko vzmet, s katerim so bile napravljene prve uspešne preiskave večplastnih struktur z vrtenjem vzorca med profilno analizo⁽³⁸⁾

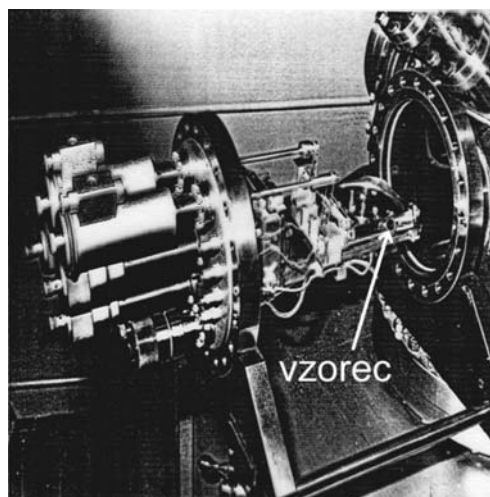


Slika 5: Profilna AES-diagrama napršene večplastne strukture Ni/Cr na gladki podlagi Si-rezine, dobljena pri enakih analiznih parametrih z ionskim jedkanjem s 5 keV Ar⁺; (a) brez vrtenja med profilno analizo in (b) z vrtenjem vzorca z 1 r/min⁽³⁸⁾

Tudi pri tej izvedbi ni potekalo vse gladko, saj se je naviti vrtilni mehanizem ustavil, še preden smo po dveh dneh v vakuumski posodi spektrometra dosegli ultravisokovakuumske razmere. Naslednja izboljšava je bila v tem, da smo vrtilni mehanizem sprožili zunaj vakuumskega sistema, ko je bil v njem že dosežen ultravisoki vakuum. Primerjava profilnih diagramov mirujočega in vrtečega vzorca Ni/Cr je pokazala bistveno izboljšanje globinske ločljivosti,⁽³⁸⁾ če se je vzorec med profilno analizo vrtel (slika 5 a, b). Preiskave površin vzorcev so pokazale, da je to zaradi tega, ker je hrapavost površine vzorca, ki se je vrtel med ionskim jedkanjem, precej manjša kot na mirujočem vzorcu (slika 6 a, b). Prvič smo tudi dosegli, da je bila globinska ločljivost v profilnih diagramih neodvisna od globine ionskega jedkanja, kar je bilo za takratne čase popolna novost in je še danes zelo pomembno za doseganje natančne profilne



Slika 6: TEM-slike topografije površin vzorcev Ni/Cr: (a) površina Ni pred ionskim jedkanjem in (b, c) površini plasti Cr, okrog 400 nm pod prvotno površino v bližini fazne meje Cr/Si po ionskem jedkanju z 1 keV Ar⁺ pri vpadnem kotu ionov 57° (b) brez vrtenja vzorca in (c) pri vpadnem kotu ionov 66° in z vrtenjem vzorca med profilno AES-analizo⁽²³⁾. Za izdelavo slik je uporabljena tehnika ogljikove replike in senčenje s Pt.



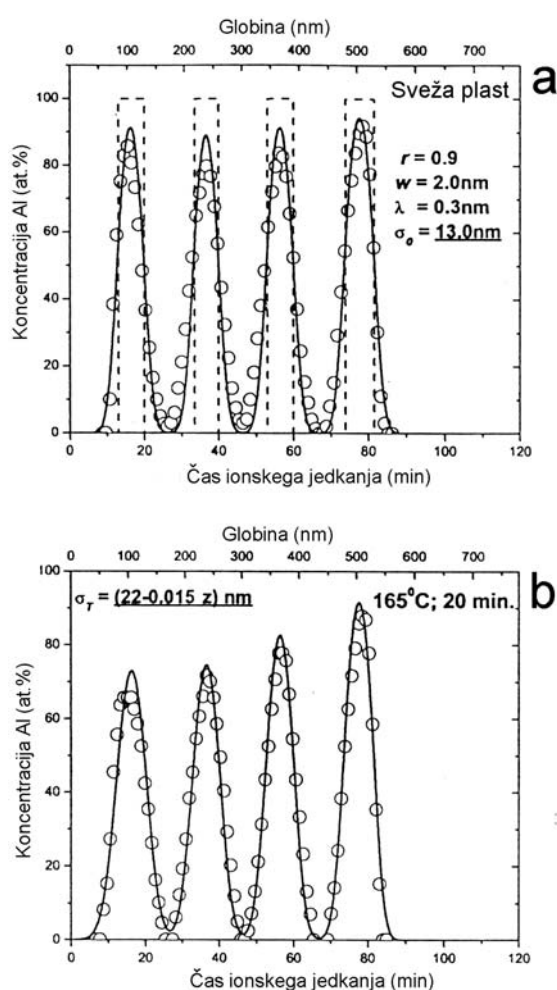
Slika 7: Izboljšan vrtilni mehanizem, ki omogoča izbiro nagibnega kota in hitrosti vrtenja vzorca. Vgrajen je na originalni nosilec vzorcev spektrometra SAM, PHI Mod. 545A, in je še danes v uporabi.

analize. Kasneje je sodelavec Marjan Drab, univ. dipl. inž. stroj., izdelal izboljšan vrtilni mehanizem, ki omogoča nagib vzorca od 10° do 90° in vrtenje v mejah od 0,5 r/min do 10 r/min in ga še danes uporabljamo (slika 7).⁽³⁹⁾

Postopek profilne analize med vrtenjem vzorca smo patentno zaščitili⁽⁴⁰⁾ in ga ponudili v odkup takrat vsem največjim svetovnim proizvajalcem instrumentov za analizo površin. Zanimanje za odkup pravic za uporabo je kmalu pokazalo podjetje Physical Electronics Ind. iz ZDA. Predstavitveno predavanje sem imel tudi pri podjetju Leybold-Heraeus v Kölnu, Zvezna Republika Nemčija, vendar je to v tistem obdobju že opuščalo proizvodnjo instrumentov za analizo površin. Drugi dve proizvajalki: VG Scientific Limited, Anglija, in JEOL, Japonska, pa sta odgovorili, da ju postopek ne zanima. Na podlagi teh odgovorov vodstvo IEVT ni hotelo plačati pristojbine, potrebne za zaščito patenta zunaj Jugoslavije, čeprav je Patentna pisarna zagotovila za to potrebna devizna sredstva. Podjetje Physical Electronics Ind. je odkupilo ekskluzivno pravico za uporabo nove analize tehnike in jo zaščitilo na ameriškem področju z oznako "Zalar™ Rotation".⁽⁴¹⁾ Omenjeni angleško in japonsko podjetje pa sta po pridobitvi vseh informacij že po nekaj letih v svoje instrumente začeli vgrajevati svoje vrtilne mehanizme, s tem da so nas kot inovatorje v celoti ignorirali in metodo tudi imenovali po svoje. Metoda vrtenja vzorca se danes uporablja za profilno analizo v kombinaciji z ionskim jedkanjem pri vseh najpomembnejših metodah za analizo površin, kot so AES, XPS in SIMS.⁽⁴²⁻⁴⁴⁾

Razvoj na področju spektroskopije Augerjevih elektronov je pripeljal do izboljšane zmogljivosti spektrometrov, predvsem kar zadeva lateralno (10 nm)

in globinsko ločljivosti (1–2 nm) in deloma tudi energijsko ločljivost. Računalniška tehnika omogoča hitro zajemanje analiznih rezultatov in njihovo kvantifikacijo. V zadnjih letih se vse več uporabljajo računalniški programi, kot sta TRIM in MRI, ki omogočajo teoretičen izračun in rekonstrukcijo profilnih diagramov. Naša raziskovalna skupina na tem področju intenzivno sodeluje z obema že omenjenima institucijama iz Stuttgarta^(45–47) in Budimpešte.^(28,48) Teoretični model MRI, ki ga je razvil prof. Hofmann, omogoča izračun profilnega diagrama (slika 8), ki ga primerjamo z eksperimentalno izmerjenim.⁽⁴⁹⁾ Prilagajanje teoretičnega profila z eksperimentalnim poteka s spreminjanjem posa-



Slika 8: Merjena koncentracijska profila Al (krogci) v večplastni strukturi Si/Al in koncentracijska profila, izračunana z modelom MRI (polna črta), upoštevajoč prispevke k funkciji globinske ločljivosti, ki so navedeni za svežo plast na sliki (a): r – razmerje hitrosti ionskega jedkanja $\dot{z}_{\text{Al}}/\dot{z}_{\text{Si}}$, w – debelina področja mešanja atomov, λ – izstopna globina Augerjevih elektronov Al (68 eV) in σ_0 – parameter hrapavosti. S črtkano črto je označena lega plasti Al v večplastni strukturi Si/Al. Pri vzorcu, toplotno obdelanem 20 min pri 165 °C, se spremeni samo parameter hrapavosti, ker je v σ_T vključen še prispevek k razširitvi fazne meje zaradi difuzijskega procesa. Enačba $2Dt = \Delta\sigma_T^2 - \sigma_0^2$ omogoča izračun efektivnega difuzijskega koeficienta D , pri čemer je t čas toplotne obdelave.⁽⁴⁹⁾

meznih prispevkov k funkciji globinske ločljivosti zaradi vplivov mešanja atomov analiziranega vzorca med ionskim jedkanjem (M), hrapavosti površine (R) in informacijske globine (I), ki je povezana z neelastično srednjo prosto potjo Augerjevih elektronov.⁽⁴⁵⁾ Model je danes razširjen in upošteva še vplive prednostnega ionskega jedkanja v dvokomponentnem sistemu⁽⁴⁹⁾ in v najnovejšem času še povratno sipanje elektronov.^(47,50,51) Moderna elektronika danes registrira zapis Augerjevih vrhov v nediferencirani obliki $N(E)$, kar omogoča pridobitev tudi nekaterih kemijskih informacij po profilu analiziranega vzorca. Vendar je za te namene seveda bolj uporabna metoda XPS, s katero je z energijskim premikom vrhov fotoelektronov mogoče natančno spremljati kemijsko stanje elementov v odvisnosti od časa ionskega jedkanja oziroma od analizne globine.⁽⁵²⁾

5 IZOBRAŽEVALNA DEJAVNOST IN PEDAGOŠKO DELO

Sodelavci Laboratorija za analizo površin in tankih plasti smo rezultate svojega dela objavljali doma, še več pa v tujini, in o njih poročali na konferencah in strokovnih srečanjih. V začetku metoda AES v Jugoslaviji ni bila poznana in jo je bilo treba predstaviti na konferencah in še posebej posameznim industrijskim partnerjem. Naj navedem zanimiv podatek, da smo z nastopom na vsaki domači konferenci pridobili po enega do dva interesenta, ki sta potem svoje vzorce prinašala v preiskavo v naš laboratorij. Število interesentov se je večalo do sredine osemdesetih let, nato pa se je po razpadu Jugoslavije zaradi političnih razlogov in slabe ekonomske situacije bivših republik in iz istih razlogov tudi z nekaterimi industrijskimi partnerji v Sloveniji sodelovanje enostavno prekinilo.

Sodelavci laboratorija smo veskozi skrbeli tudi za izobraževanje mlajših sodelavcev in študentov. Najprej je to potekalo na Osnovnih tečajih o vakuumski tehniki v okviru Društva za vakuumsko tehniko Slovenije. Kmalu pa smo se vključili tudi v pedagoški proces na Univerzi v Ljubljani in kasneje tudi na Univerzi v Mariboru. Že v letih 1987/88 in 1988/89 sem imel kot predavatelj iz prakse v manjšem obsegu predavanja za študente podiplomce na FNT, VTOZD Kemija in kemijska tehnologija, v okviru predmeta "Izbrane metode instrumentalne analize – metode za analizo površin". V letih 1988/89 sem imel v okviru predmeta "Preiskovalne metode" podobna predavanja tudi za podiplomce, vpisane na metalurgiji. Od leta 1995 dalje izvajamo redna predavanja in vaje na Naravoslovnotehniški fakulteti v Ljubljani, Oddelek za materiale in metalurgijo, tretji letnik, v okviru predmeta "Analiza strukture in sestave" in od

leta 2000 dalje sem na podiplomskem študiju nosilec dveh predmetov "Fizika in kemija površin" in "Analiza površin". Od leta 1995 sem na Univerzi v Mariboru na Fakulteti za računalništvo in informatiko sodeloval pri podiplomskem študiju programa "Elektronska vakuumna tehnologija" s predmetom "Metode za karakterizacijo površin". Tudi na Mednarodni podiplomski šoli Jožefa Stefana so v okviru predmeta "Vakuumistika" predvidena poglavja o metodah za analizo površin.

V našem laboratoriju študentje opravljajo vaje in preiskave vzorcev, ki jih izberejo po svoji presoji glede na predvidene teme magistrskih ali doktoratov, dobljene rezultate pa nato uporabijo pri izdelavi seminarskih nalog. Laboratorij ima posodobljeno starejšo opremo in dva nova instrumenta, ki omogočajo naslednje preiskovalne metode: AES, XPS, AFM, SEM in EDXS. Navedene tehnike omogočajo preiskavo površin trdnih snovi in tankih plasti, ki so osnova za diplomska, magistrska in doktorska dela, ki se v tem laboratoriju izvajajo vse od svoje ustanovitve.

6 DRUGI SPEKTROMETRI AUGERJEVIH ELEKTRONOV V SLOVENIJI

Uporaba metod za analizo površin se je tako na področju osnovnih raziskav kot pri preiskavi industrijskih vzorcev močno uveljavila v Sloveniji, še bolj pa v tujih razvitih državah. V Sloveniji imamo razen opisanega spektrometra Augerjevih elektronov, ki je bil nabavljen in postavljen na IEVT¹, še več drugih podobnih instrumentov. Diplomanta V. Nemanič in M. Žumer sta leta 1981 na IEVT pod vodstvom mentorja prof. dr. E. Kanskega in s pomočjo strokovnih sodelavcev IEVT izdelala iz domačih in tujih sestavnih delov eksperimentalni spektrometer Augerjevih elektronov,^(53,54) s katerim je bilo opravljenih več preiskav, vendar danes ni več v uporabi.

Na Inštitutu za kovinske materiale in tehnologije v Ljubljani je skupina, ki jo vodi doc. dr. Monika Jenko, leta 1997 nabavila moderno kombinirano napravo AES/XPS, VG-Scientific Microlab 310-F, ki ima kot AES-instrument zelo dobro lateralno ločljivost, nekaj 10 nm, uporabljajo pa jo za preiskavo različnih kovinskih materialov.^(55,56) Preiskujejo tudi oksidne plasti,⁽⁵⁷⁾ karbide⁽⁵⁸⁾ in magnetne materiale, izdelane na osnovi praškovne metalurgije,⁽⁵⁹⁾ z mednarodnim sodelovanjem pa so se uveljavili tudi na področju preiskav procesov segregacije na elektropločevinah.^(60,61)

Na IJS sta instalirani tudi dve manj zmogljivi napravi, in sicer ima dr. Darko Hanžel v svojem laboratoriju instrument AES/SIMS, PHI 595, podjetja Physical Electronics, ki je bil kupljen leta 1997 kot 10 let stara rabljena oprema, druga pa je kombinirana eksperimentalna naprava, Spectaleed LEED/Auger, nemškega podjetja Omicron GmbH, ki jo prof. dr. Albert Prodan od leta 1994 uporablja kot pripomoček pri osnovnih preiskavah površin, pretežno kovinskih materialov z metodo STM.

7 ZAHVALA

Za uspešno sodelovanje na področju spektroskopije Augerjevih elektronov se zahvaljujem svojima dolgoletnima sodelavcema, Borutu Pračku, univ. dipl. inž. met., in dr. Janezu Kovaču, univ. dipl. inž. fiz. Obema gre zahvala tudi za tehnično pomoč pri pripravi slikovnega materiala za objavo tega članka.

8 LITERATURA

- ¹E. Kansky, Pomen analize površin trdnih snovi za raziskave in proizvodnjo sestavnih delov za elektroniko, Zbornik konference ETAN, Ljubljana, (1974), 307
- ²A. Zalar, AES-Konzentrations-Tiefenprofile und elektrische Eigenschaften von NiCr-Schichten, Grenzflächenprobleme II, MPI-IEVT, Stuttgart, (1975), 109–112
- ³M. Murko Jezovšek, Analysis of Contact Layers in Reed Contacts with AES, Thin Solid Films 32 (1976) 366
- ⁴M. Murko Jezovšek, Analiza površin in profilov električnih kontaktov s spektroskopijo Augerjevih elektronov, Magistrsko delo, Univerza v Ljubljani, Fakulteta za naravoslovje in tehnologijo, (1976)
- ⁵S. Hofmann, A. Zalar, Correlation Between Electrical Properties and AES-Concentration Depth Profiles of NiCr Thin Films, Thin Solid Films 39 (1976), 219–225
- ⁶T. A. Carlson, Photoelectron and Auger Spectroscopy, 2. izdaja, Plenum Press, New York, 1975
- ⁷C. R. Brundle, A. D. Baker, Electron Spectroscopy, Theory, Techniques and Applications, Academic Press Inc., London, 1977
- ⁸A. Zalar, Spektroskopija Augerjevih elektronov, 8. Jugoslovanski vakuumski kongres, Bled, Bilten JUVAK 17, ur. J. Gasperič (1979), 397–411
- ⁹A. Zalar, Spektroskopija Augerjevih elektronov, Elektrotehniški vestnik 2–3 (1980), 61–69
- ¹⁰E. Kansky, A. Zalar, S. Jerič, J. Lenassi, Preiskave čiščenja monokristalnih površin GaAs, VIII Jugoslovanski vakuumski kongres, Bilten 17, DVTS, Bled (1979), 451–460
- ¹¹M. Jenko, E. Kansky, E. Erjavec, B. Praček, AES Studies of Surface Phenomena on Liquid Indium Solder, Vacuum 38 (1988), 8–10
- ¹²M. Jenko, S. Jerič, B. Praček, B. Erjavec, Studies of Surface Phenomena on Liquid InSn Solder at Fluxless Vacuum Soldering, Vuoto 20, No 2 (1990), 350–353
- ¹³M. Jenko, F. Vodopivec, A. Osojnik, B. Praček, Študij segregacije na površini neorientirane elektro pločevine z metodo AES, Vakuumist 25 (1991), 6–9
- ¹⁴M. Jenko, F. Vodopivec, B. Praček, Surface Segregation of Antimony in Fe-Si Steel for Grain Oriented Sheets, Appl. Surf. Sci. 70/71 (1993), 118–122
- ¹⁵B. Jenko, A. Zalar, M. Murko-Jezovšek, Uporaba računalnika pri vrednotenju spektrov Augerjevih elektronov, VIII Jugoslovanski vakuumski kongres, Bilten 17, DVTS, Bled (1979), 423–427

¹ Laboratorij za analizo površin in tankih plasti, v katerem je bil postavljen prvi spektrometer Augerjevih elektronov v Sloveniji, je od leta 1977 do 1995 deloval v okviru IEVT, v času njegovega ukinitja je laboratorij deloval v okviru Inštituta za tehnologijo površin in optoelektroniko (ITPO), in sicer do marca 2003, ko je bil ITPO po sklepu Vlade Republike Slovenije priključen na IJS. Laboratorij sedaj uspešno deluje v okviru Odseka za tehnologijo površin in optoelektroniko (F-4) na IJS.

- ¹⁶B. Jenko, K. Jovanoski, A. Zalar, Uporaba miniračunalnika pri profilni analizi AES, XXIV Jugosovanska konferencija ETAN-a, Priština (1980), 1.265–1.268
- ¹⁷J. Kovač, T. Bogataj, A. Zalar, Optimized Linear Decomposition of Data Obtained During AES Depth Profiling, *Surf. Interface Anal.* 29 (2000), 190–194
- ¹⁸S. Hofmann, Depth Profiling in AES and XPS, v knjigi D. Briggs, M. P. Seah (urednika), *Practical Surface Analysis*, sec. edition, Vol. 1–Auger and X-ray Photoelectron Spectroscopy, John Wiley and Sons, Chichester (1990), 143–199
- ¹⁹T. Wagner, J. Y. Wang, S. Hofmann, v knjigi D. Briggs, J. T. Grant (urednika), *Surface Analysis by Auger and X-ray Photoelectron Spectroscopy*, IM Publications, Chichester (2003), 619–649
- ²⁰L. E. Davis, N. C. MacDonald, P. W. Palmberg, G. E. Riach, R. E. Weber, *Handbook of Auger Electron Spectroscopy*, Physical Electronics Ind., Eden Prairie (1976)
- ²¹M. P. Seah, Quantification of AES and XPS, v knjigi navedeni v ref. 18, 201–255
- ²²M. P. Seah, Quantification of AES and XPS, v knjigi navedeni v ref. 19, 345–375
- ²³A. Zalar, Auger Electron Spectroscopy Depth Profiling During Sample Rotation, *Surf. Interface Anal.* 9 (1986), 41–46
- ²⁴A. Zalar, S. Hofmann, Influence of Ion Energy, Incidence Angle and Surface Roughness on Depth Resolution in AES Sputter Profiling of Multilayer Cr/Ni Thin Films, *Nucl. Instr. a. Meth. Phys. Res. B* 18 (1987), 655–658
- ²⁵J. Liday, R. Harman, G. Badin, J. Breza, A. Zalar, Auger Electron Spectroscopy Composition Depth Profiling of Cr/Ni Multilayer Structures using Ar⁺ and Xe⁺ Ions, *Thin Solid Films* 208 (1992), 290
- ²⁶S. Hofmann, A. Rar, Ultrahigh Resolution in Sputter Depth Profiling with Auger Electron Spectroscopy using Ionized SF₆ Molecules as Primary Ions, *J. Appl. Phys. Part 2-Letters* 37(6B) (1998), L758–L760
- ²⁷S. Sun, A. Wucher, C. Szakal, N. Winograd, Depth Profiling of Polycrystalline Multilayers Using a Buckminsterfullerene Projectile, *Appl. Phys. Lett.* 84 (25) (2004), 5177–5179
- ²⁸A. Barna, M. Menyhard, L. Kotis, Gy. J. Kovacs, G. Radnoci, A. Zalar, P. Panjan, Unexpectedly High Sputtering Yield of Carbon at Grazing Angle of Incidence Ion Bombardment, *J. Appl. Phys.* 98 (2005) 024901-1-024901-6
- ²⁹S. Hofmann, J. Erlewein, A. Zalar, Depth Resolution and Surface Roughness Effects in AES Sputter Profiling of NiCr Multilayer Sandwich Samples, *Thin Solid Films* 43 (1977), 275–283
- ³⁰S. Hofmann, A. Zalar, Auger Electron Spectroscopy Depth Profiling of Ni/Cr Multilayers by Sputtering with N⁺ Ions, *Thin Solid Films* 60 (1979), 201–211
- ³¹J. Fine, B. Navinšek, F. Davarya, T. D. Andreadis, Sputter Depth Profiles of Ni/Cr Thin-Film Structures Obtained From the Emission of Auger Electrons and X-Rays, *J. Vac. Sci. Technol.*, 20 (1982), 449–462
- ³²J. Fine, T. D. Andreadis, F. Davarya, Kinetics of Sputter-Enhanced Surface Segregation at Ni/Ag Interface, *J. Vac. Sci. Technol. A-Vac. Surf. and Films* 1(2) (1983), 507–508
- ³³A. Zalar, P. Panjan, V. Kraševc, S. Hofmann, Alternative Model Multilayer Structures for Depth Profiling Studies, *Surf. Interface Anal.* 19 (1992), 50–54
- ³⁴A. Zalar, B. Praček, M. Drab, S. Hofmann, P. Panjan, V. Kraševc, AES, XPS and TEM Characterization of Metal/Oxide Multilayers, *Vacuum* 43, No. 5–7(1992), 489–493
- ³⁵A. Zalar, E. W. Seibt, P. Panjan, AES Sputter Depth Profiling of Cr/Ni Multilayers Using, Ar, O and N Ions, *Vacuum* 40 (1990), 71–75
- ³⁶S. Hofmann, A. Zalar, Depth Resolution Improvement in AES Sputter Profiling of Ni/Cr Multilayers on Rough Substrates Using Two Ion Beams, *Surf. Interface Anal.*, 10 (1987), 7–12
- ³⁷M. Keenlyside, F. H. Stott, G. C. Wood, Ion Sputtering in the Surface Analysis of Practical Surfaces, *Surf. Interface Anal.* 5 (1983), 64–70
- ³⁸A. Zalar, Improved Depth Resolution by Sample Rotation During Auger Electron Spectroscopy Depth Profiling, *Thin Solid Films* 124 (1985), 223–230
- ³⁹M. Drab, A. Zalar, Rotacijski manipulator vzorcev v ultravisokovakujski komori spektrometra Augerjevih elektronov, XI Jugovakuumski kongres, Gozd Martuljek, ur. A. Pregelj in sod., DVTS, Bilten JUVAK 24 (1990), 82–86
- ⁴⁰Patentna prijava, Postopek za določanje globinske sestave vzorca, P 1697/84, IEVT (A. Zalar, B. Podgornik), Ljubljana, 1984
- ⁴¹S. P. Clough, D. F. Paul, Auger Depth Profiling with Zalar™ Rotation, *PHI Interface*, 10, No 4 (1988), 8–10
- ⁴²A. Zalar, S. Hofmann, Comparison of Rotational Depth Profiling with AES and XPS, *Appl. Surf. Sci.* 68 (1993), 361–367
- ⁴³E.-H. Cirlin, J. J. Vajo, R. E. Doty, T.C. Hasenberg, Ion-Induced Topography, Depth Resolution, and Ion Yield During Secondary Ion Mass Spectrometry Depth Profiling of a GaAs/AlGaAs superlattice: Effects of Sample Rotation, *J. Vac. Sci. Technol. A9* (3) (1991), 1395–1401
- ⁴⁴S. Hofmann, A. Zalar, E.-H. Cirlin, J. J. Vajo, H. J. Mathieu, P. Panjan, Interlaboratory Comparison of the depth Resolution in Sputter Depth Profiling of Ni/Cr Multilayers with and without Sample Rotation Using AES, XPS and SIMS, *Surf. Interface Anal.* 20 (1993), 621–626
- ⁴⁵S. Hofmann, Atomic Mixing, Surface Roughness and Information Depth in High-resolution AES Depth Profiling of GaAs/AlAs Superlattice Structure, *Surf. Interface Anal.* 21 (1994), 673–678
- ⁴⁶J. Kovač, A. Zalar, Quantitative Evaluation of Contributions to Interface Broadening in Metallic/Silicon Multilayers, *Surf. Interface Anal.* 36 (2004), 841–844
- ⁴⁷A. Zalar, J. Kovač, B. Praček, S. Hofmann, P. Panjan, AES Depth Profiling and Interface Analysis of C/Ta Bilayers, *Appl. Surf. Sci.* 252 (2005), 2056–2062
- ⁴⁸A. Barna, M. Menyhard, G. Zsolt, N. Q. Khanh, A. Zalar, P. Panjan, Relative Sputter Rate Measured in Cu/Co Multilayer Using Ar⁺ Ion Bombardment at Grazing Angle of Incidence, *J. Vac. Sci. Technol. A21* (1) (2003), 196–200
- ⁴⁹J. Y. Wang, A. Zalar, Y. H. Zhao, E. J. Mittemeijer, Determination of the Interdiffusion Coefficient for Si/Al Multilayers by Auger Electron Spectroscopical Sputter Depth Profiling, *Thin Solid Films* 433 (2003), 92–96
- ⁵⁰S. Hofmann, J. Y. Wang, Implementing the Electron Backscattering Factor in Quantitative Sputter Depth Profiling Using AES, *Surf. Interface Anal.* 39 (4) (2007), 324–330
- ⁵¹S. Hofmann, J. Y. Wang, A. Zalar, Backscattering Effect in Quantitative AES Sputter Depth Profiling of Multilayers, *Surf. Interface Anal.* (2007), v tisku
- ⁵²J. Kovač, A. Zalar, Zmogljivost rentgenskega fotoelektronskega spektrometra (XPS) na Institutu "Jožef Stefan", *Vakuumist* 25/3 (2005), 31–36
- ⁵³M. Žumer, Načrtovanje, izdelava in preizkus ultra visokovakujskega sistema za spektrometer na Augerjeve elektrone, Diplomsko delo, Univerza v Ljubljani, Fakulteta za naravoslovje in tehnologijo, TOZD fizika, 1981
- ⁵⁴V. Nemanič, Namestitev in umeritev analizatorja Augerjevih elektronov, Diplomsko delo, Univerza v Ljubljani, Fakulteta za naravoslovje in tehnologijo, TOZD fizika, 1981
- ⁵⁵M. Jenko, The New Research Equipment for Surface Characterization of Materials at the Institute of Metals and Technology, *Kovine zlit. tehnol.* 31 (6) (1997), 519–520
- ⁵⁶M. Jenko, Dj. Mandrino, Uporaba površinske analitske tehnike HRAES pri raziskavah jekel, *Kovine zlit. tehnol.* 33 (3/4) (1999), 181–183
- ⁵⁷Dj. Mandrino, M. Jenko, V. Prešeren, HRAES and XPS Studies of Oxide Layer Formed on Electrical Steel, *Kovine zlit. tehnol.* 33 (6) (1999), 419–422
- ⁵⁸D. A. Skobir, M. Jenko, Dj. Mandrino, The Characterization of Various Chromium Carbide Compounds in X20CrMoV121 Steel, *Surf. Interface Anal.* 36 (2004), 94–944
- ⁵⁹Dj. Mandrino, M. Godec, P. Škraba, B. Šuštaršič, M. Jenko, AES, XPS and EDS Analyses of an Iron-Based Magnetic Powder and an SMC Material, *Surf. Interface Anal.* 38 (2004), 912–916
- ⁶⁰M. Jenko, J. Fine, Dj. Mandrino, Effect of Selenium Surface Segregation on the Texture of a Selenium-doped FeSi Alloy, *Surf. Interface Anal.* 30 (2000), 350–353
- ⁶¹J. Janovec, M. Jenko, J. Pokluda, B. Vlach, P. Lejček, M. Svoboda, P. Šandera, Effect of Grain Boundary Segregation on Mechanical Properties of P-doped Fe-Si Base Alloys, *Mater. Sci. Forum* 482 (2005), 191–194