

Anleitung zum
Praktikum für Fortgeschrittene

Versuch:
X-ray Photoelectron Spectroscopy

Betreuer:
Dipl.-Phys. Florian Voigts

Institut für Physik und Physikalische Technologien
Technische Universität Clausthal
11.11.2005

Einleitung

Die X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) ist ein gebräuchliches Instrument zur Untersuchung von Festkörperoberflächen, insbesondere zur chemischen Analyse. In diesem Versuch sollen Sie mit einem solchen Röntgenspektrometer arbeiten und dabei sowohl die Elektronenspektroskopie als auch den Umgang mit Vakuumtechnik erlernen.

Das XPS-Spektrometer in Labor 410

Ein XPS-Spektrometer besteht aus einer Röntgenquelle zur Erzeugung der Primärstrahlung, einem energiedispersiven Element zur Analyse der ausgelösten Elektronen und einem Detektor zur Erfassung der Elektronen.

Für diesen Versuch kommt eine Röntgenquelle vom Typ Leybold RQ-20/38C zum Einsatz. Sie hat eine Doppelanode zur Erzeugung nicht monochromatisierter AlK_{α} - und MgK_{α} -Strahlung mit Photonenergien von 1486,6 eV bzw. 1253,6 eV. Die Halbwertsbreite der Linien beträgt etwa 0,8 eV. Die Röntgenstrahlung trifft die Probe unter einem Winkel von 80° zur Probennormalen.

Die Elektronen werden unter einem Winkel von 10° zur Probennormalen von einem Halbkugelanalysator (HKA) vom Typ VSW HA100 aufgenommen. Der HKA besteht aus zwei konzentrischen Halbkugelschalen, zwischen denen ein elektrisches Feld existiert. Der HKA erlaubt es, die Elektronen von der Probe doppelfokussierend auf den Detektor abzubilden und dabei nach ihrer kinetischen Energie zu sortieren. Der HKA hat einen Akzeptanzwinkel von $\alpha = 8^{\circ}$ und einen Eintrittsspalt von $d = 4$ mm Breite.

Elektronen können den Analysator nur passieren, wenn sie eine bestimmte kinetische Energie E_0 besitzen und damit folgende Gleichung erfüllen:

$$e \cdot U = E_0 \left(\frac{R_2}{R_1} - \frac{R_1}{R_2} \right) \quad (1)$$

Dabei ist $U = V_2 - V_1$ die Potentialdifferenz der Kugelschalen. Die Energie E_0 wird als Paßenergie bezeichnet und beträgt bei dieser Versuchsanordnung typischerweise 90 eV. Der Sollradius $R_0 = \frac{R_1 + R_2}{2}$ beträgt beim hier verwendeten HKA 100 mm.

Die Auflösung des HKA beträgt in etwa:

$$\frac{\Delta E}{E_0} = \left(\frac{d}{2R_0} + \frac{\alpha^2}{4} \right) = const. \quad (2)$$

Das vor dem HKA angeordnete Linsensystem sorgt erstens für eine Abbildung der Elektronen auf den Eintrittsspalt, zweitens kann zwischen zwei Gittern ein elektrisches Feld aufgebaut werden, das die Elektronen um den Retardierungsfaktor $R = \frac{E_{kin}}{E_0}$ beschleunigt bzw. verlangsamt. Damit kann der HKA in zwei verschiedenen Modi betrieben werden:

- FRR-Modus (Fixed Retarding Ratio): Der Retardierungsfaktor R wird konstant gehalten, durch Änderung der Paßenergie E_0 wird das Elektronenspektrum durchgeföhren. Dadurch ist die Auflösung nicht konstant, ΔE ist proportional zu E_{kin} .
- FAT-Modus (Fixed Analyser Transmission): Die Paßenergie E_0 wird konstant gehalten, durch Änderung des Retardierungsfaktors R wird das Elektronenspektrum durchgeföhren. Dadurch ist die Auflösung ΔE konstant.

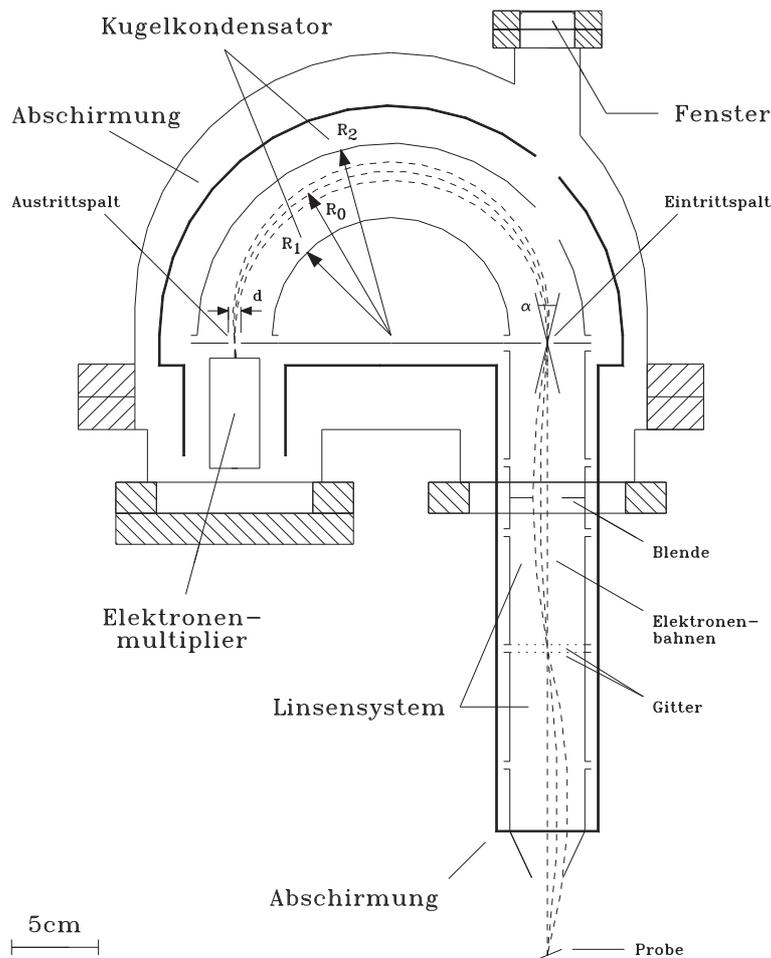


Fig. 1: Schematischer Aufbau des HKA

Für den Versuch soll generell im FAT-Modus gemessen werden.

Als Elektronendetektor wird ein Channeltron der Firma Sjuts eingesetzt, das eine maximale Zählrate von mindestens 10^6 s^{-1} zulässt. Der HKA und der Detektor werden über eine Elektronik vom Typ VSW HAC5000 angesteuert und das Meßsignal über eine Meßkarte digitalisiert und von einem PC aufgezeichnet.

Das gesamte System ist in eine Ultrahochvakuumanlage eingesetzt, die einen Basisdruck von besser als $1 \cdot 10^{-10} \text{ mbar}$ besitzt.

Der Versuch

Vorbereitung

Zur Vorbereitung auf den Versuch und das Quiz informieren Sie sich bitte insbesondere über folgende Fragen:

- Was ist der photoelektrische Effekt?

- Wie kann Röntgenstrahlung erzeugt werden? Welche unterschiedlichen Mechanismen muß man für den Versuch unterscheiden? Was bedeutet die Bezeichnung AlK_{α} ?
- Welche energiedispersiven Elemente für Elektronen gibt es? Wie funktionieren diese? Was sind die Vor- und Nachteile? Wie funktioniert ein Halbkugelanalysator?
- Was für Detektoren für Elektronen gibt es? Was sind die Vor- und Nachteile?
- Wie kann man ein Ultrahochvakuum (UHV) erzeugen? Wozu wird es bei diesem Versuch benötigt?
- Wie kann ein UHV erzeugt und gemessen werden? Was muß man dabei beachten?
- Wie funktioniert Elektronenspektroskopie an Festkörper-Oberflächen?
- Wie sieht die Energiebilanz beim Photoeffekt an Festkörper-Oberflächen aus?
- Was versteht man unter der Austrittsarbeit eines Festkörpers?
- Welche Informationen kann man mit XPS gewinnen?
- Was für Strukturen erwartet man in einem XPS-Spektrum? Welche Ursachen haben diese Strukturen?
- Was ist der Auger-Effekt?
- Welche Sekundär-Effekte können im XPS-Spektrum auftreten und die Auswertung erschweren?
- Wie kann man mit der XPS die Schichtdicke einer Schicht bestimmen?
- Welchen Einfluß hat die Änderung der Paßenergie des Halbkugelanalysators auf das XPS-Spektrum?
- Was versteht man unter einem 'chemical shift' bei XPS?

Versuchsdurchführung

1. Nehmen Sie zunächst ein Übersichtsspektrum der Probe auf. Verwenden Sie sinnvolle Einstellungen für Energiebereich, Schrittweite und Integrationszeit.
2. Mittels eines Verdampfers wird Material auf die Probe aufgedampft. Nehmen Sie ein zweites Spektrum mit identischen Einstellungen auf.
3. Nehmen Sie erneut ein Spektrum auf, bei dem Sie Röntgenstrahlung mit einer anderen Photonenenergie zur Anregung verwenden.
4. Nehmen Sie ein Spektrum einer dominanten Struktur mit kleinere Schrittweite auf.
5. Verändern Sie die Paßenergie des Analysators und wiederholen Sie die Aufnahme des Spektrums.

Aufgaben und Auswertung

Lösen Sie für die Auswertung des Versuchs im Protokoll folgende Aufgaben:

1. Leiten Sie Gleichung 1 her.
Hilfestellung: Stellen Sie eine Bilanz der wirkenden Kräfte auf und verwenden Sie die Kapazität eines Kugelkondensators $C = 4\pi\epsilon_0\epsilon_r \frac{R_1 R_2}{R_2 - R_1}$ sowie das Coulombsche Gesetz.
2. Bestimmen Sie mit Hilfe der Spektren aus Teil 1, 2 und 3 der Durchführung das Material der Probe und das aufgedampfte Material.
3. Bestimmen Sie die Schichtdicke des aufgedampften Materials.
4. Diskutieren Sie das Spektrum aus Teil 3 der Durchführung und vergleichen Sie mit dem Spektrum aus Teil 1.
5. Berechnen Sie die Auflösung des HKA nach Gleichung 2 und vergleichen Sie mit den Spektren aus Teil 4 und 5 der Durchführung. Diskutieren Sie die Veränderungen im Spektrum, die die Änderung der Paßenergie verursacht hat.
6. Diskutieren Sie die dominante Struktur aus den Spektren, und versuchen Sie die Struktur der Peaks zu interpretieren.

Literatur

- [1] G. Ertl, J. Küppers: *Low Energy Electrons and Surface Chemistry*, VCH 1985
- [2] M. Henzler, W. Göpel: *Oberflächenphysik des Festkörpers*, Teubner 1994
- [3] C. D. Wagner, W. M. Riggs: *Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy*, Perkin-Elmer 1979
- [4] H. Ebel, M. F. Ebel, P. Baldauf: *The energy dependence of attenuation lengths in elements*, *Surface and Interface Analysis* 12 (1988) 172