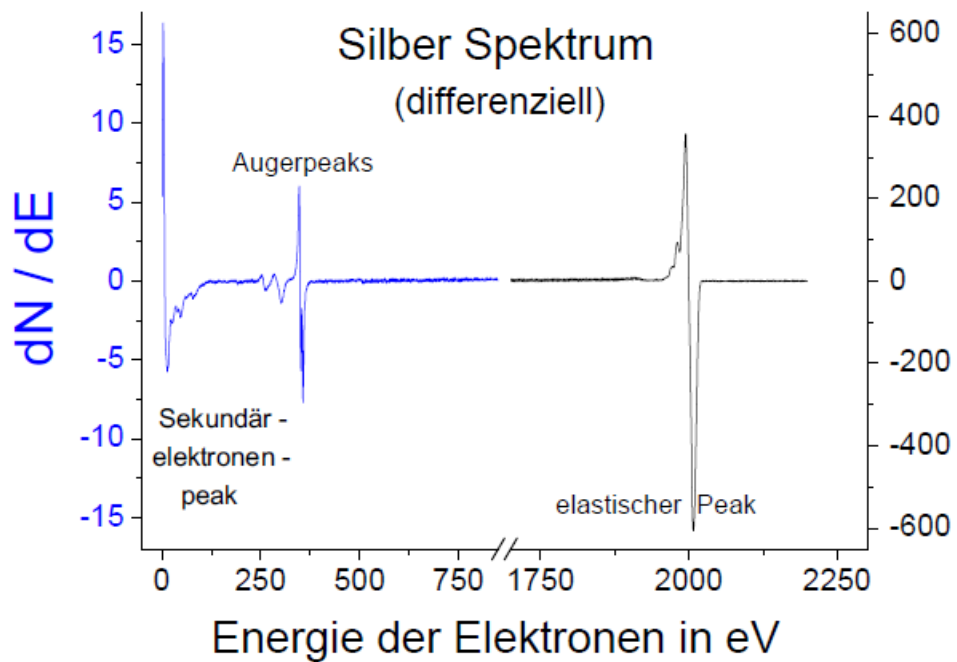
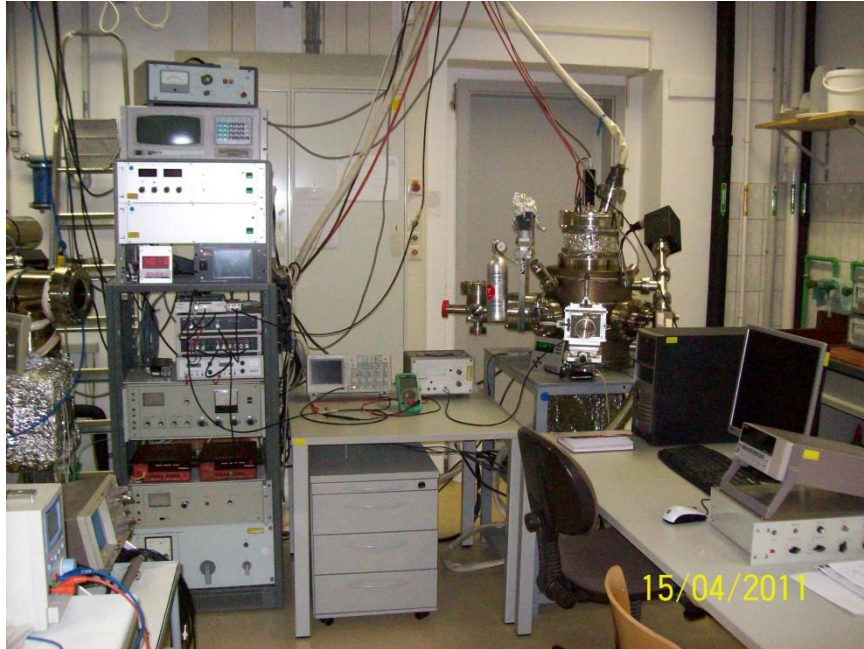


Auger-Elektronen-Spektroskopie (AES)



Auger-Elektronen-Spektroskopie (AES)

Die Auger-Elektronen-Spektroskopie (AES) ist neben der röntgenstrahl-angeregten Photoelektronen-Spektroskopie (XPS/ESCA/PES) die wichtigste Analysemethode für Oberflächen und dünne Festkörperschichten. Die Methode basiert auf der Emission von sogenannten Auger-Elektronen als Konkurrenzprozess zur Röntgenemission nach Anregung durch Elektronen oder Röntgenstrahlen. In der Regel wird zur Anregung ein Elektronenstrahl im Energiebereich von 3 bis 10 keV verwendet. Da ein Elektronenstrahl im nm- und μm -Bereich fokussiert und zusätzlich gerastert werden kann, ist eine lokale Analyse eines Festkörpers möglich. Die Austrittstiefe der Auger-Elektronen ist dabei durch inelastische Wechselwirkung auf wenige Atomlagen begrenzt, so dass eine oberflächenempfindliche Analyse eines kleinen Festkörpervolumens möglich ist. Alle Elemente außer H und He sind prinzipiell mittels AES messbar und unter Verwendung von empirischen Empfindlichkeitsfaktoren kann eine quantitative Bestimmung der chemischen Zusammensetzung erfolgen. Die relative Empfindlichkeit für den Elementnachweis in einem Material liegt bei 10^{-2} bis 10^{-4} . Die Analyse einer Oberfläche erfordert Ultrahochvakuum. AES wird häufig mit Edelgas-Ionenätzen (sputtering) kombiniert, um Oberflächen zu reinigen oder durch schichtweisen Abtrag Tiefenprofile der Zusammensetzung zu ermitteln.

Lernziele und Methoden

- Kennenlernen von Oberflächenanalyse-Methoden, Auger-Meitner-Effekt
- Kennenlernen der Wechselwirkungsprozesse von Elektronen im Festkörper (in/elastische Streuung, An- und Abregungsprozesse, Sekundärstrahlung, Plasmonen)
- Bestimmung der chemischen Zusammensetzung von Festkörper-Oberflächen
- Kennenlernen von Ultrahochvakuumtechnik und Besonderheiten
- Untersuchung zum Signal-Rausch-Verhältnis und Anwendung von Methoden zu dessen Verbesserung
- Kennenlernen von Lock-In-Verstärker und Differentielle Abtastung

Experimentelle Technik

- Elektronen-Spektrometer, Zylinder-Spiegel-Analysator, Sekundär-Elektronen-Verstärker, Raster-Elektronenquelle, Probenstrom-Abbildung
- Ultrahochvakuum, Ionengetter-Pumpe, Titan-Sublimationspumpe
- Probenschleuse mit Turbomolekular-Pumpe, Scroll-Pumpe
- Vakuum-Messung, Ionisationsmessröhre, Massenspektrometer

Inhaltsverzeichnis

1 Der Auger-(Meitner)-Effekt

- 1.1 Wechselwirkung von Elektronen mit Materie
- 1.2 Augereffekt

2 Die Auger-Elektronen-Spektroskopie (AES)

- 2.1 Grundprinzip
 - 2.2 Aufbau der Apparatur
 - 2.2.1 Ultrahochvakuum (UHV)
 - 2.2.2 Aufbau und Geräteüberblick
- 2.3 Elektronenspektrometer
 - 2.3.1 Der Zylinderspiegelanalysator
 - 2.3.2 Lock-In-Verstärker
- 2.4 Differentielle Messung von Auger-Spektren
- 2.5 Messparameter
 - 2.5.1 Einfluss der Probenposition
 - 2.5.2 Einfluss des radialen Abstandes
 - 2.5.3 Modulation
 - 2.5.4 Rate und Zeitkonstante
- 2.6 Auswertung von Spektren
 - 2.6.1 Spektreninterpretation und Elementbestimmung
 - 2.6.2 Chemische Verschiebung
 - 2.6.3 Relativer Empfindlichkeitsfaktor
 - 2.6.4 Quantitative Analyse

3 Versuchsaufbau

4 Messaufgaben

5 Fragen zum Versuch

Literaturverzeichnis

1. Der Augereffekt

1.1 Wechselwirkung von Elektronen mit Materie

Für die Spektroskopie ist die inelastische Wechselwirkung von Bedeutung, da hierbei die Atome der bestrahlten Probe angeregt werden und anschließend Sekundärteilchen oder Sekundärstrahlung emittieren. Diese enthalten wiederum Informationen über die Probe. Bei einigen keV Anregungsenergie besitzen die Elektronen eine Eindringtiefe in der Größenordnung von einem Mikrometer. Röntgenstrahlen hingegen dringen bis zu einigen mm und Ionen lediglich einige nm in den Festkörper ein. Trotz der besseren Oberflächenempfindlichkeit von Ionen im keV-Bereich werden häufig Elektronen verwendet, weil die laterale Auflösung bei Elektronen am besten ist, aufgrund ihrer guten Fokussierbarkeit. Wird durch Bestrahlung der Probe ein Elektron aus einer kernnahen Schale herausgelöst, so kann als Folgeprozess Röntgenstrahlung bzw. ein Augerelektron emittiert werden. Es handelt sich hierbei um Konkurrenzprozesse, wobei die Wahrscheinlichkeit für Röntgenemission proportional zu Z^4 ist. Im Gegensatz dazu tritt der Augerprozess (siehe Abschnitt 1.2) dann auf, wenn keine Röntgenemission statt findet. Folglich beobachtet man Röntgenemission eher bei schweren Atomen und den Augereffekt eher bei leichten. Da die Abregung des ionisierten Atoms nur auf diese zwei Arten stattfinden kann, ergibt die Summe der Wahrscheinlichkeiten für Röntgenemission ω_x und Augereffekt ω_A eins.

$$\omega_x + \omega_A = 1$$

In der Abbildung 1.1 sind die Prozesswahrscheinlichkeiten der beiden Effekte über der Kernladungszahl abgetragen. Wobei hier die zweite Indizierung für die Elektronenschale, aus welcher ein Elektron ionisiert wird, also hier die K- und die L-Schale, steht.

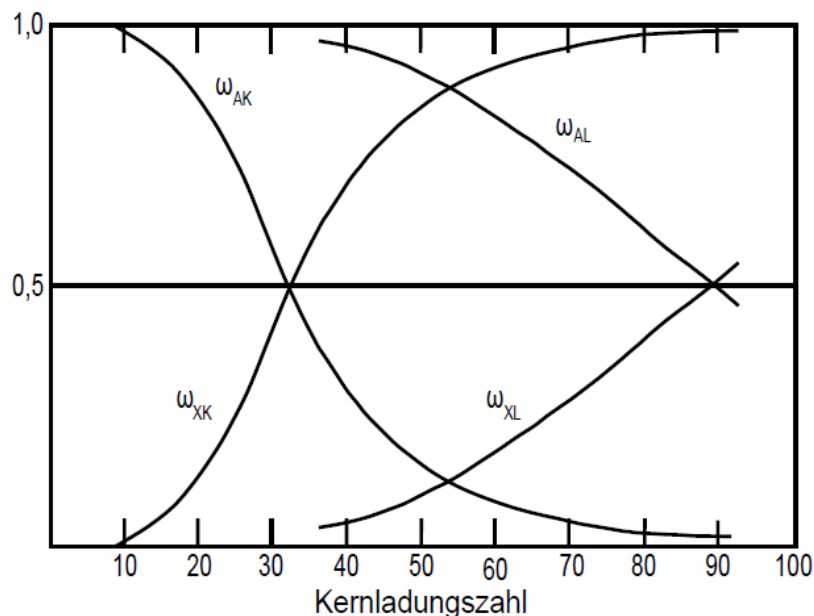


Abbildung 1.1: Prozesswahrscheinlichkeiten von Augerprozess und Röntgenemission [4]

Die Ermittlung der chemischen Zusammensetzung durch die AES beruht auf der Messung der charakteristischen kinetischen Energien der Augerelektronen. Aufgrund der inelastischen Wechselwirkungen im Festkörper verlieren diese jedoch an Energie. Die Streuung innerhalb der Probe bestimmt somit die Austrittstiefe und dadurch ebenfalls die

Oberflächenempfindlichkeit. Die Austrittstiefe wird durch die inelastische mittlere freie Weglänge charakterisiert, welche die zurückgelegte Strecke zwischen zwei inelastischen Stößen angibt. Abbildung 1.2 zeigt die inelastische mittlere freie Weglänge von Elektronen im Festkörper, die für verschiedene Elemente aufgenommen wurde. Die hier in Monolagen angegebene Weglänge hängt nicht nur von der kinetischen Energie der Elektronen ab, sondern auch von der Anzahl der Valenzelektronen, der Bandlückenenergie, der Massendichte und der Ordnungszahl des Festkörpers. Wie in dem Graphen zu erkennen, ist vor allem bei höheren Energien (> 100 eV) die Veränderung der Austrittstiefe geringer als bei kleineren Energien.

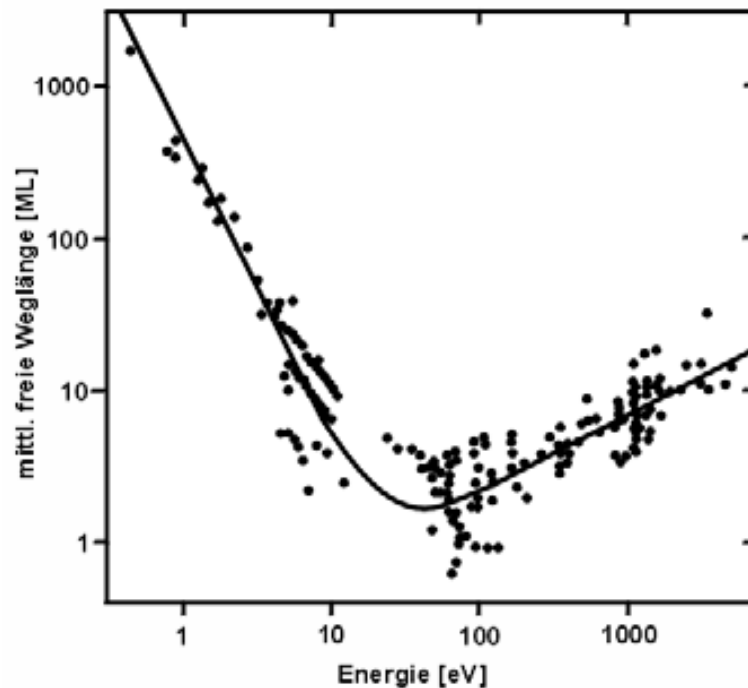


Abbildung 1.2: Inelastische mittlere freie Weglänge [6]

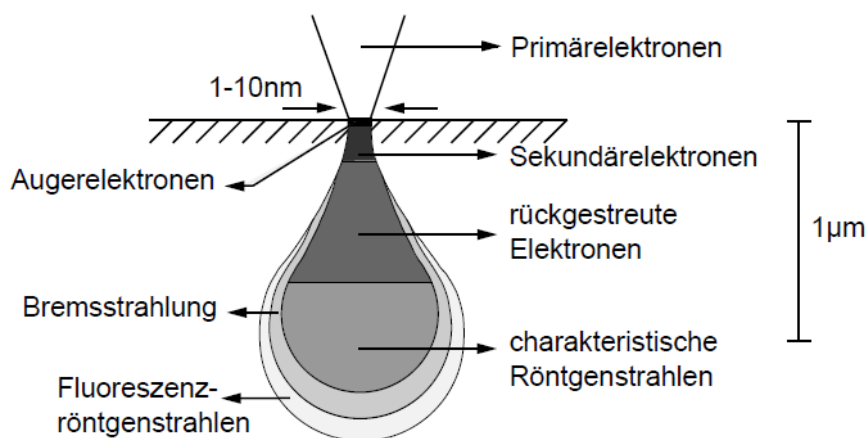


Abbildung 1.3: Anregungsbirne eines Elektronenstrahls mit 5-10 keV Energie [6]

Bei der AES findet die Anregung im Allgemeinen durch einen Elektronenstrahl statt. Die Vergrößerung des Anregungsvolumens aufgrund der Streuprozesse lässt sich qualitativ mit Hilfe der sogenannten Anregungsbirne (siehe Abbildung 1.3) darstellen. Je größer die Strahlenergie und je kleiner ist die Ordnungszahl der Probenbestandteile, desto größer ist auch das Anregungsvolumen. Dadurch ist der Effekt der Strahlfokussierung und somit auch die laterale Auflösung begrenzt. Die Abbildung 1.3 beschreibt lediglich die Austrittstiefen der einzelnen Spezies halbquantitativ. Die Fluoreszenzröntgenstrahlung hat die größte Austrittstiefe, was sich dadurch begründet, dass sie nicht direkt von der Eindringtiefe der Elektronen abhängt. Da die erzeugte Sekundärstrahlung statistisch in jede Richtung gleichmäßig streut, dringt sie auch teilweise tiefer in den Stoff ein, kann dann jedoch nicht mehr aus dem Festkörper austreten und detektiert werden. Diese Strahlung kann Fluoreszenzstrahlung anregen, welche somit auch aus tiefer liegenden Schichten austreten kann. Die genauen Werte hängen sowohl vom untersuchten Material als auch von der Anregungsenergie der Elektronen ab. Trotz dieser Stoffabhängigkeit ist es Augerelektronen nur möglich, aus oberflächennahen Schichten den Festkörper zu verlassen, wodurch die Auger-Analyse eine sehr oberflächenempfindliche Methode darstellt.

1.2 Augereffekt

Der Augereffekt beruht auf dem strahlungslosen Übergang der Elektronen in der Elektronenhülle eines Atoms (Abb. 1.4). Die Beteiligung eines inneren Photoeffektes kann experimentell ausgeschlossen werden, da die Auswahlregeln für Strahlung nicht gelten.

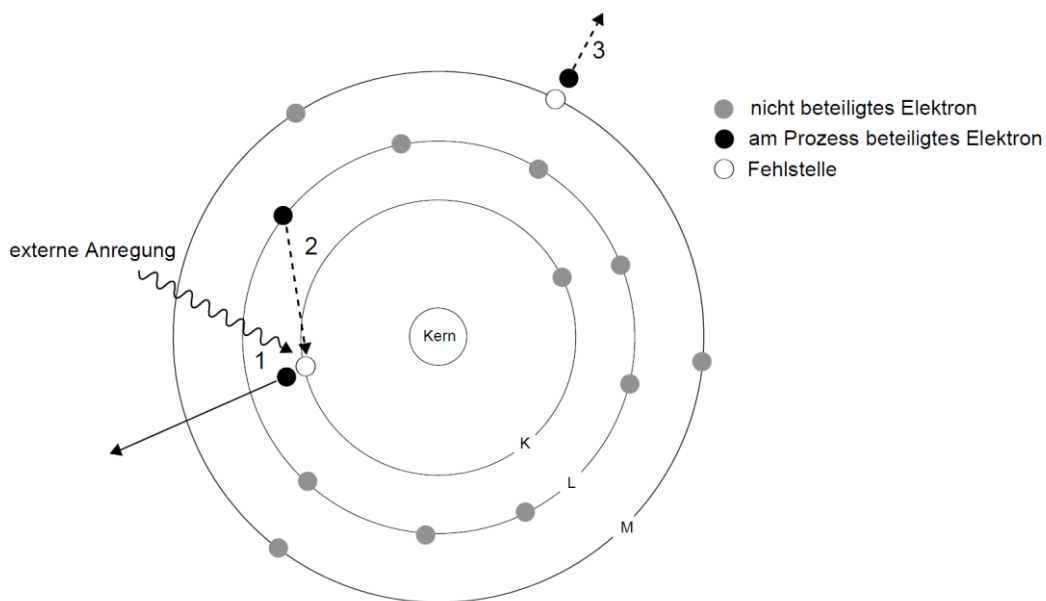


Abbildung 1.4: Schematische Darstellung eines KLM Augerprozesses

Es handelt sich hierbei um einen mehrstufigen Prozess, bei welchem zuerst ein stark gebundenes Elektron aus einer der inneren Elektronenschalen durch Anregung ionisiert wird (1). Anschließend wird der frei gewordene Platz aufgrund der niederenergetischen Lage wieder durch ein Elektron einer höheren Schale besetzt (2). Die hierbei frei werdende Energie kann entweder als Strahlung emittiert werden (Röntgenemission) oder sie wird strahlungslos an ein anderes weniger stark gebundenes Elektron abgegeben (Augerelektron 3), welches daraufhin im Festkörper noch die Austrittsarbeit aufbringen muss, um ihn zu

verlassen (Augereffekt). In der Abbildung 1.4 wird dieser Prozess beispielhaft für ein KLM-Auger-Elektron gezeigt. Die ausgelösten Elektronen werden durch die an der „Entstehung“ beteiligten Elektronenschalen bezeichnet. Beispielsweise das zuvor gezeigte KLM-Elektron wurde so bezeichnet, da bei der Ionisierung des Atoms ein Elektron der K-Schale herausgelöst wurde, ein Elektron der L-Schale den frei gewordenen Platz belegt hat und die Energie an ein weiteres Elektron der M-Schale abgegeben wurde. Mit V gekennzeichnete Elektronen bezeichnen die Valenzelektronen. Die Wahrscheinlichkeit steigt, wenn die Relaxation und die Emission des Augerelektrons von der gleichen Schale ausgehen. Die KLL-, LMM-und MNN-Auger-Elektronen usw. sind also die am häufigsten auftretenden Auger-Effekt-Produkte.

Die Energien für diese Übergänge sind in Abbildung 1.5 für 90 Elemente verzeichnet. Die Energie $E_{\text{kin}}(\text{ABC})$ der Augerelektronen ergibt sich aus der Energiedifferenz der beteiligten Schalen (A, B, C) abzüglich der benötigten Austrittsarbeit W_A um den Festkörper zu verlassen.

$$E_{\text{kin}}(\text{ABC}) = E_A - E_B - E_C^* - W_A, \quad E^* = E(Z + \Delta Z)$$

Da die Emission des C-Elektrons erst erfolgt, nachdem das Atom ionisiert wurde, muss die Steigerung der Bindungsenergie $E^* > E_C$ beachtet werden. Nach dem Auger-Prozess ist das Atom zweifach ionisiert.

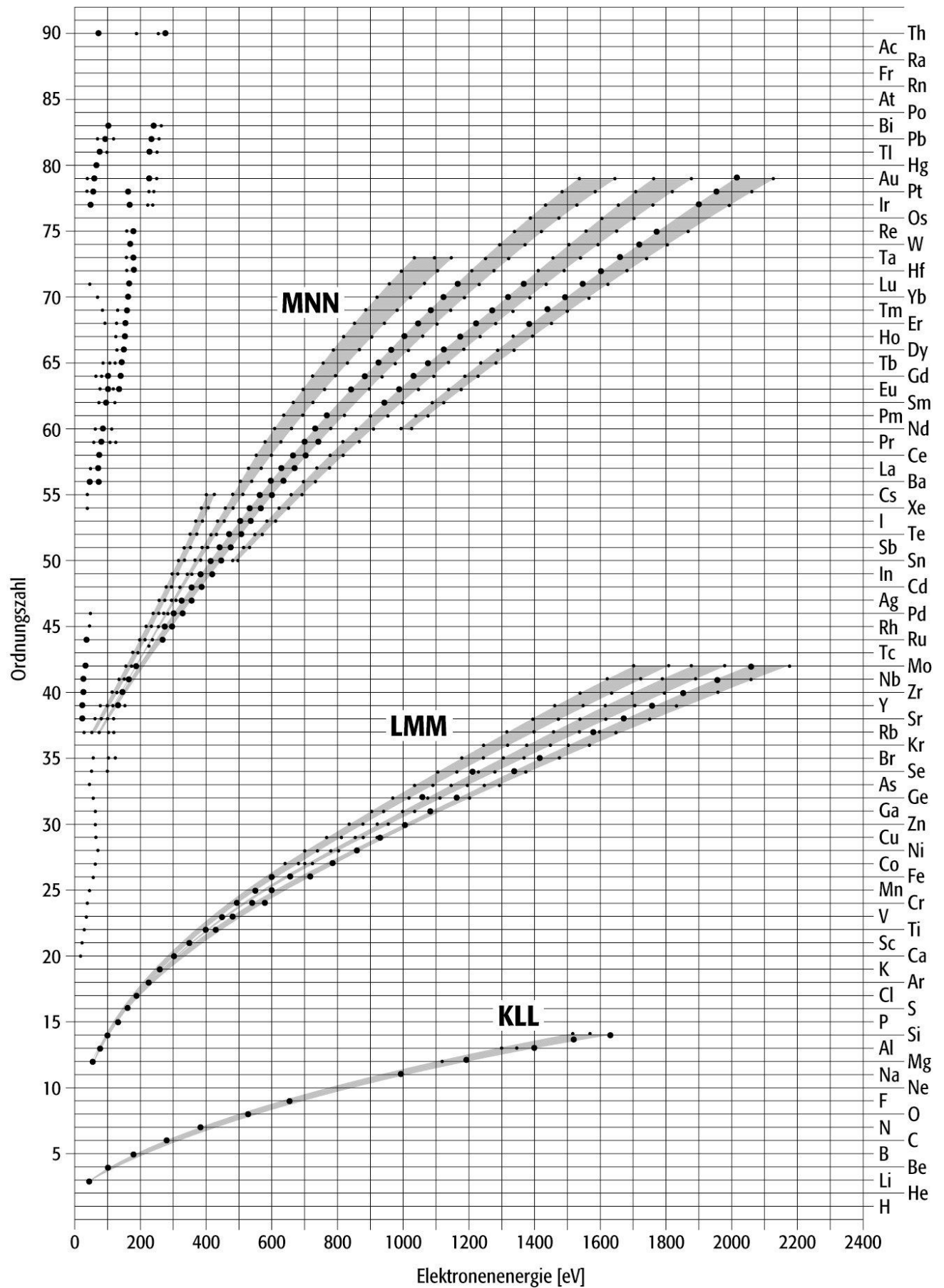


Abbildung 1.5: Karte der Auger-Elektronen-Energien [8]

2. Die Augerelektronenspektroskopie

Die Augerelektronenspektroskopie (AES) ermöglicht bedingt die zerstörungsfreie Untersuchung aller Elemente mit höherer Ordnungszahl als $Z = 2$. Wasserstoff und Helium sind ausgeschlossen, da diese nicht genügend Elektronen besitzen, sodass kein Augereffekt auftreten kann. Mit Hilfe der AES kann die chemische Zusammensetzung und die Konzentration der Probenelemente ermittelt werden, worauf im Folgenden eingegangen werden soll. In Abhängigkeit von der eingesetzten Elektronenquelle können laterale Auflösungen von $10\text{ }\mu\text{m}$ bis 10 nm erreicht werden. Der für die Elektronenspektroskopie relevante Energiebereich liegt im Allgemeinen zwischen ca. 50 eV und 3 keV .

2.1 Grundprinzip

Das Grundprinzip der Auger-Elektronen-Spektroskopie (AES) beruht auf dem Augereffekt. Durch Elektronenbeschuss werden die kernnahen Elektronen ausgelöst und der Augerprozess kann statt finden. Anschließend werden die von der Probe zurückkommenden Elektronen mit Hilfe eines Detektors nachgewiesen. Folglich können elastisch rückgestreute Primärelektronen, Sekundärelektronen und Augerelektronen energiedispersiv detektiert werden. Trägt man die Anzahl der detektierten Elektronen über deren kinetischen Energie

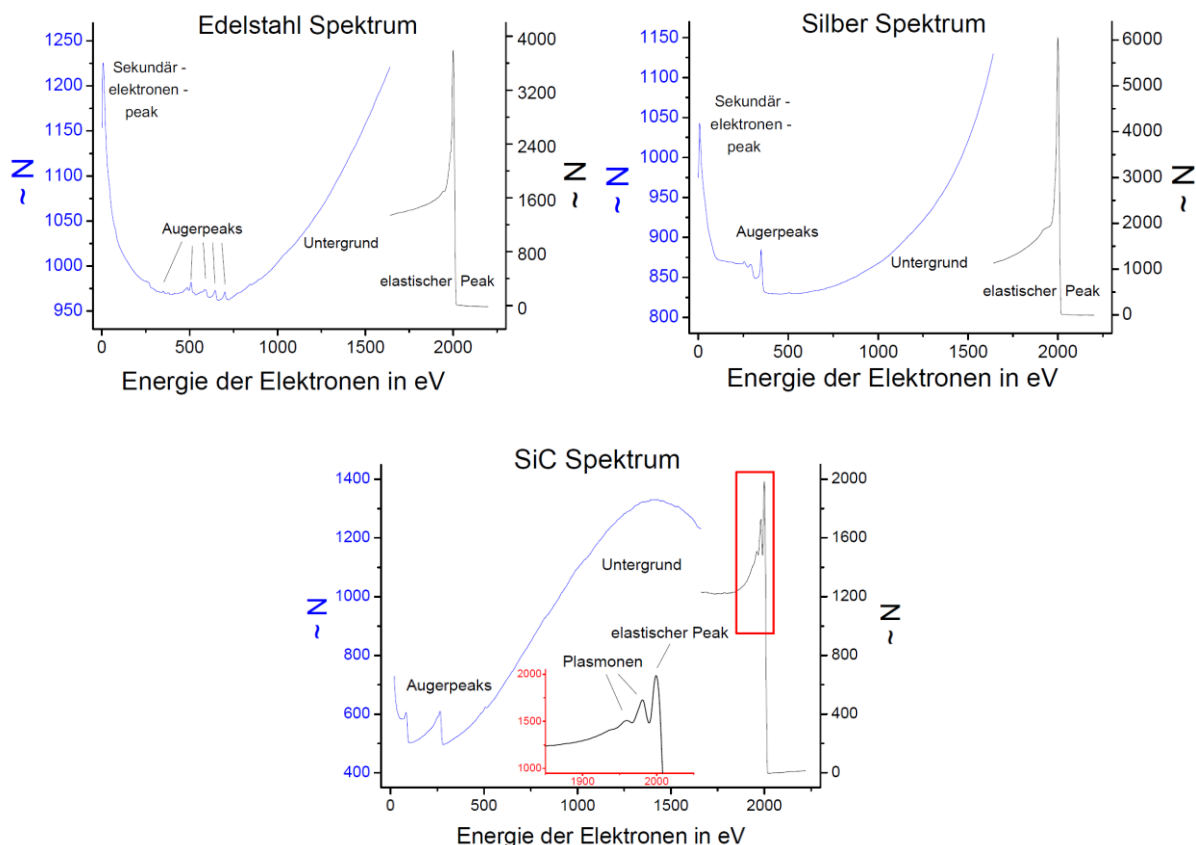


Abbildung 2.1: Die Elektronenspektren von Edelstahl, Silber und Siliziumkarbid zeigen die Signalintensitäten N der Sekundär- und Auger-Elektronen, der elastisch rückgestreuten Elektronen mit Plasmonenpeaks und den Untergrund der inelastisch gestreuten Elektronen

von Null bis hin zur Anregungsenergie auf, so erhält man Spektren ähnlich derer in den Abbildungen 2.1(a)-(c). Wichtig ist dabei, dass das erhaltene Signal lediglich proportional zur Anzahl der Elektronen ist und keinen Absolutwert darstellt.

Betrachtet man die Abbildungen 2.1(a)-(c) so wird ersichtlich, dass die Augerelektronenpeaks klein im Vergleich zu anderen Erscheinungen (Untergrund, Sekundärelektronenpeak, elastischer Peak) im Spektrum sind. Der elastische Peak beispielsweise entsteht durch Detektion der elastisch zurückgestreuten Primärelektronen und liegt bei der Anregungsenergie. Zu beachten ist, dass die linke Skalierung nur für den blau dargestellten Bereich gilt und die rechte für den schwarz dargestellten elastischen Peak. Ebenfalls erkennbar sind Plasmonenpeaks, diese entstehen wenn Elektronen auf dem Weg durch den Festkörper Energie an das „Elektronengas“ (Plasma) abgeben. Jene Elektronen besitzen eine kinetische Energie, die kleiner ist als die der nicht wechselwirkenden Elektronen. Der Energieverlust entspricht ganzzahligen Vielfachen der Anregungsenergie der Plasmonen im Festkörper. Plasmonenpeaks sind also auf der niederenergetischen Seite von Augerpeaks bzw. des elastischen Peaks zu finden und besitzen äquidistante Abstände zueinander und zum Peak der nicht wechselwirkenden Elektronen.

2.2 Aufbau der Apparatur

Um Augerspektroskopie durchführen zu können, ist es nötig die Elektronenquelle, die Probe und den Detektor im Ultrahochvakuum (UHV) zu positionieren. Die mittlere freie Weglänge der Elektronen, welche u.a. vom Druck abhängt, sollte im Größenbereich der Ausmaße des Rezipienten liegen. Anderenfalls würden die Elektronen weder die Probe noch den Detektor in ausreichender Anzahl ungestört erreichen. Gestört werden die Elektronen wenn sie mit den Restgasatomen wechselwirken. Weiterhin wäre die Probe durch die Restgasatome so stark belegt, dass eine dicke Kontaminationsschicht die Probe verdeckt. Um Ablagerungen auf der Probe zu entfernen kann diese, sofern die Möglichkeit dazu besteht, durch Ionenbeschuss gereinigt (*gesputtert*) werden.

2.2.1 Ultrahochvakuum (UHV)

Man spricht von Vakuum, wenn der Druck geringer als 300 mbar ist (Der niedrigste Erdatmosphärendruck beträgt 300mbar oder auch 30 kPa.) Man teilt dabei in Grob-, Fein-, Hoch- und Ultrahochvakuum ein. Wenn man von UHV spricht, so bezeichnet man damit Drücke von 10^{-5} bis 10^{-10} Pa. Gebräuchlicher ist jedoch die Einheit mbar, weshalb man einen Bereich von 10^{-7} bis 10^{-12} mbar definiert. Erreicht wird UHV durch mehrere Schritte:

1. Vorbereitung: Säubern der Komponenten, Zusammensetzen und Abdichten der Anlage
2. Abpumpen der Anlage, Dichtheitsprüfung (Lecksuche)
3. Ausheizen der Anlage unter Vakuum

1) Zuerst muss der saubere Rezipient dicht verschlossen werden. Wichtig hierbei ist nicht nur das Abdichten sondern auch die Sauberkeit. Jegliche Bestandteile, die sich anschließend im Vakuum befinden sollen, dürfen nicht mit den bloßen Händen angefasst werden, sondern nur mit fusselfreien Handschuhen. Bei der Zusammensetzung der Vakuumanlage muss darauf geachtet werden, dass alle Komponenten ausheizbar sind, also einen niedrigen Dampfdruck besitzen.

2) Beim Abpumpen der Anlage verwendet man meist mehrere Pumpen, da für unterschiedliche Druckbereiche verschiedene Pumpen aufgrund der technischen Umsetzung der Vakuumherzeugung geeignet sind. Um Grobvakuum zu erreichen, verwendet man mechanische Pumpen, also z.B. eine Drehschieberpumpe, die allerdings Öl als Dicht- und Schmiermittel verwendet, besser eine trockenlaufende Pumpe (Scroll). Mit Kinetischen Pumpen, beispielsweise einer Turbomolekularpumpe erreicht man Hochvakuum und nach Ausheizen auch UHV. Um UHV zu erreichen, werden in der Regel Ionengetter- oder Kryopumpen eingesetzt. Weiterhin ist zu beachten, dass man möglichst kurze Leitungen mit großem Querschnitt für ein gutes Saugvermögen verwendet

3) Um das Vakuum weiter zu verbessern (10^{-10} mbar oder besser), wird die komplette Anlage mehrere Stunden oder Tage bei 150°C bis 400°C ausgeheizt, sodass sich die noch vorhandenen Adsorbate von den Oberflächen lösen und abgepumpt werden können. Die maximale Ausheiztemperatur wird dabei durch die Belastbarkeit der eingebauten Komponenten bestimmt. Besitzt eine der angebrachten Komponenten einen zu großen Dampfdruck für diese Temperaturen, so kommt es zum Ausgasen dieser, was das Erreichen von UHV verhindert. Durch den Vorgang des Ausheizens erreicht man im Allgemeinen bis zu zwei Größenordnungen besseren Druck (10^{-9} bis 10^{-10} mbar). Sofern keine Probenschleuse vorhanden ist, muss beachtet werden, dass die Proben ebenfalls ausheizbar sein müssen.

2.2.2 Aufbau und Geräteüberblick

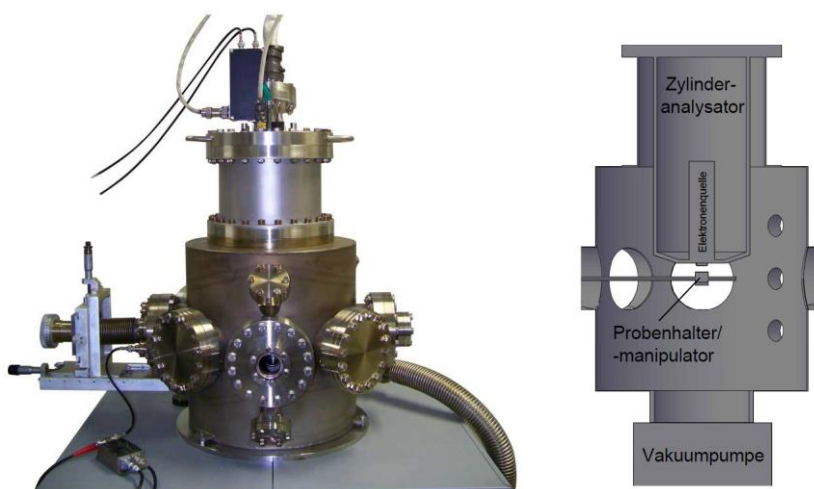


Abbildung 2.2: Auger-Analysekammer mit Analysator, Elektronenquelle und Probenmanipulator

Die Probe kann mit dem in Abb. 2.2 links angebrachten Manipulator in den drei Raumrichtungen bewegt und um die Probenachse rotiert werden. Oberhalb der Manipulatorachse befindet sich der Analysator mit integrierter Elektronenquelle. Diese Komponenten befinden sich alle in einem UHV-tauglichen Rezipienten. In Abbildung 2.3 ist ein Überblick über die Beschaltung der Anlage mit den Versorgungsgeräten gegeben.

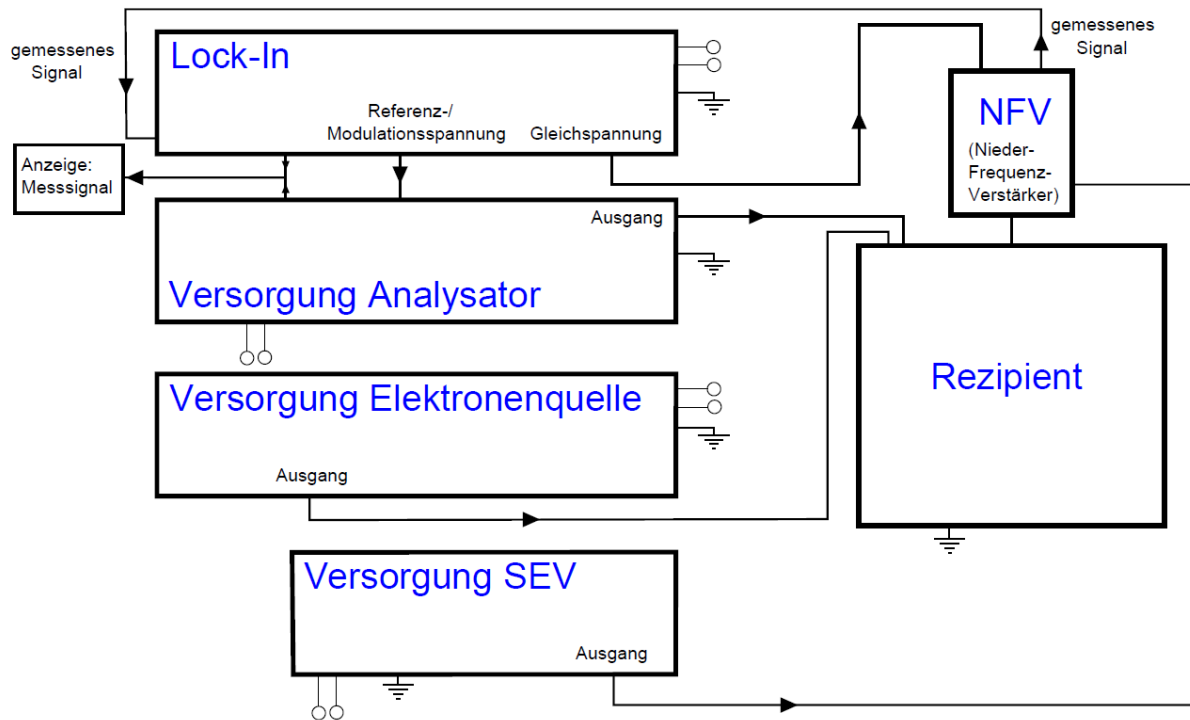


Abb. 2.3: Prinzipschaltung des Auger-Spektrometers mit den Versorgungsgeräten

2.3 Elektronenspektrometer

2.3.1 Der Zylinderspiegelanalysator

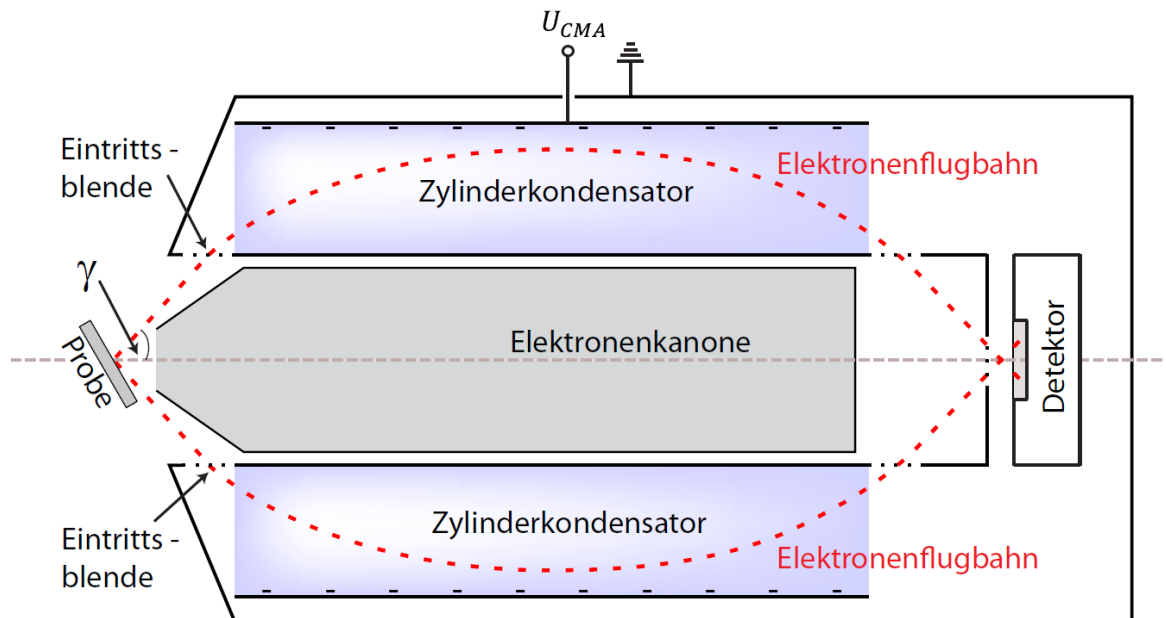


Abb. 2.4: Aufbau eines Zylinderspiegel-Analysators

Gegenwärtig ist der Zylinderspiegelanalysator (cylindrical mirror analyser, CMA) der wohl am häufigsten verwendete Energieanalysator in der Augerelektronenspektroskopie. Der Aufbau

eines solchen CMA ist in Abbildung 2.4 dargestellt. Zwischen zwei coaxialen Zylinderflächen wird ein elektrisches Potential U_{CMA} angelegt. Die von der Probe emittierten Elektronen können unter einem Winkel γ , der durch die Geometrie der Anordnung determiniert ist, die Eintrittsblende des Analysators passieren. Handelsübliche Zylinderspiegelanalysatoren sind mit einem Winkel $\gamma = 42^\circ$ gebaut. Nach dem Passieren der Eintrittsblende befinden sich die Elektronen im elektrischen Feld $E_{\text{CMA}}(\gamma)$ der Zylinderflächen und werden je nach angelegtem Potential beschleunigt/abgelenkt. Um die Elektronen energiedispersiv detektieren zu können, werden diese durch ein von der Analysatorachse ausgehendes Feld zu dieser hin beschleunigt. Der Schnittpunkt der Elektronenflugbahn mit der Analysatorachse ist also durch die Geschwindigkeit der Elektronen v – und das angelegte Potential U_{CMA} bestimmt. Die Geschwindigkeit v – ist wiederum durch die kinetische Energie E_{kin} der Elektronen festgelegt. Ein achsennah angebrachter Sekundär-Elektronenverstärker SEV detektiert somit, bei sonst konstanten Parametern je nach angelegtem Potential, nur Elektronen einer bestimmten Energie. Die sich in der Praxis ergebende Energiespanne (energetische Auflösung) ist primär durch die Größe der Blenden bestimmt.

Der CMA ist ein Bandpass-Analysator, d.h., er lässt nur Elektronen eines begrenzten Energiebereiches durch. Wie sonst in der Elektronik auch hat ein Bandpass den Vorteil eines besseren Signal/Rausch-Verhältnisses, da diese proportional zur Bandbreite ist.

2.3.2 Lock-In-Verstärker

Der Lock-In-Verstärker stellt einen sehr schmalbandigen Bandpassfilter dar. Mit dessen Hilfe ist es möglich kleine Signale zu messen, welche mit einer bekannten Frequenz moduliert wurden, jedoch von einem starken Rauschen überlagert sind. Der prinzipielle Aufbau eines Lock-In-Verstärkers ist in Abbildung 2.5 dargestellt. Auf die Verstärkung selbst wird in diesem Abschnitt nicht eingegangen, da sie für die Differenzierung keine Bedeutung besitzt.

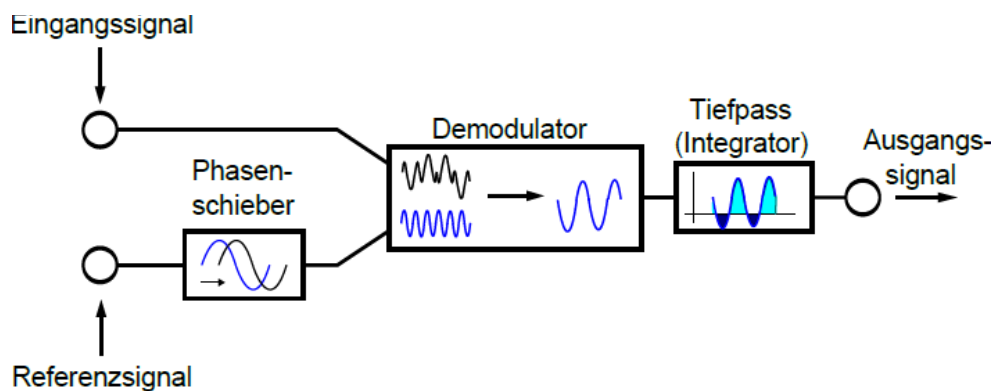


Abb. 2.5: Prinzipaufbau eines Lock-In-Verstärkers

Anhand der Abbildung kann die Arbeitsweise des Lock-Ins nachvollzogen werden. Benötigt wird zunächst das Eingangssignal, welches mit einer bekannten Frequenz moduliert ist und ein Referenzsignal mit derselben Frequenz. Letzteres wird durch einen Phasenschieber mit dem eigentlich zu messenden Signal in Phase gebracht. Im Demodulator wird die Spannung am Lock-In-Eingang mit der phasenrichtigen Referenzspannung multipliziert (siehe auch Abbildung 2.7). Durch den darauf folgenden Tiefpass wird über die erhaltene Signalförmung integriert. Am Ausgang des Lock-In-Verstärkers liegt somit eine Gleichspannung an, deren Höhe proportional zur Amplitude des zu messenden Signals ist.

2.4. Differentielle Messung von Auger-Spektren

Mit dem in Abschnitt 2.3.1 beschriebenen Zylinderanalysator ist es also möglich eine Intensität, die proportional zur Anzahl der Elektronen einer bestimmten kinetischen Energie ist, zu messen. Durch einfaches Variieren der angelegten Kondensatorspannung und Aufnahme der detektierten Intensität könnte ein Spektrum, ähnlich derer in den Abbildungen 2.1(a)-(c), aufgenommen werden. Dahingegen besitzt die differentielle Messung jedoch entscheidende Vorteile. So verliert der störende Untergrund der Sekundärelektronen im differenzierten Spektrum an Bedeutung. Zusätzlich folgt aus der Verwendung eines Lock-In-Verstärkers (kurz Lock-In) bei der analogen Differenzierung ein verbessertes Signal-Rausch-Verhältnis. Im Allgemeinen lassen sich die Augerpeaks durch die abgeleitete Darstellung einfacher identifizieren und charakterisieren.

Um eine Aussage über den Anstieg des Spektrums bei einer bestimmten Energie treffen zu können, muss die Umgebung des Arbeitspunktes abgetastet werden. Hierzu wird der angelegten Kondensatorspannung U_{CMA} ein Wechsellspannungssignal mit definierter Frequenz f_{Mod} und Amplitude U_{Mod} aufmoduliert. Die so erhaltene Intensität, welche am Ausgang des Detektors bzw. Sekundärelektronenvervielfachers (SEV) abgegriffen wird, besitzt ebenfalls eine Periodizität mit der gleichen Frequenz f_{Mod} (oder Vielfache dieser). In Abbildung 2.6 ist dieses Verhalten qualitativ für drei verschiedene Arbeitspunkte dargestellt.

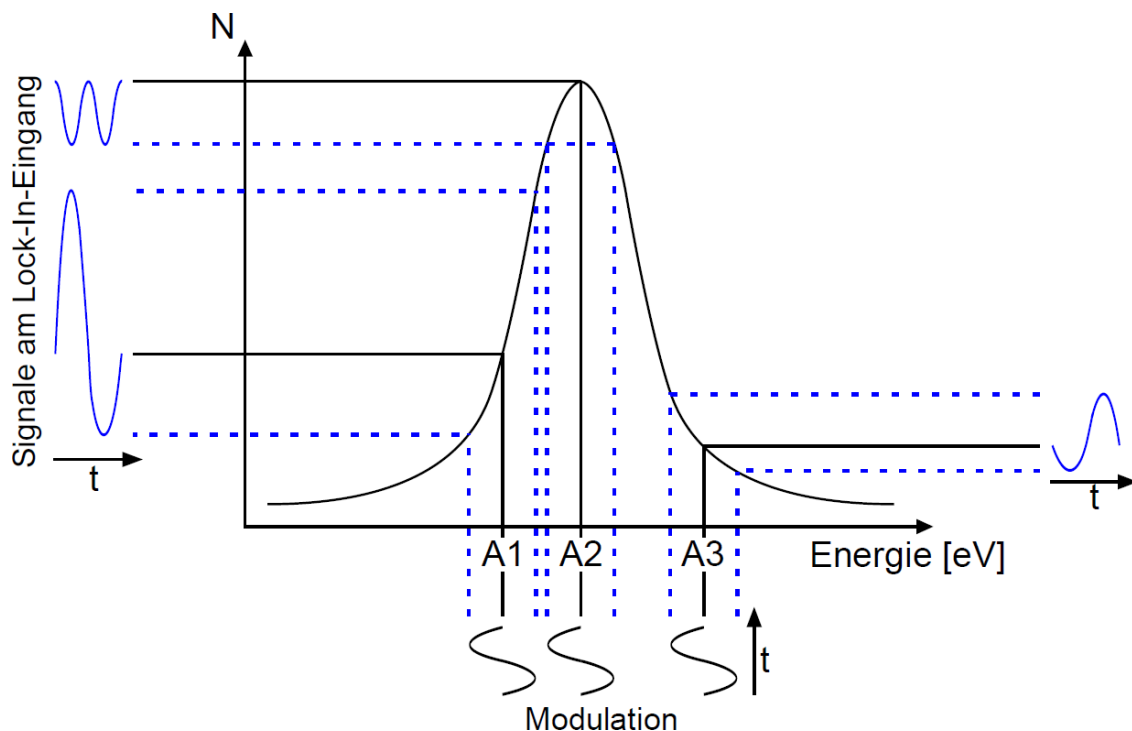


Abbildung 2.6: Prinzip der analogen Differenzierung

Im Arbeitspunkt A1 besitzt der zu Grunde liegende Graph einen hohen Anstieg, dem entsprechend fällt die Amplitude des Folgesignals am SEV vergleichsweise groß aus. Im Arbeitspunkt A2 hingegen ist der Anstieg gleich Null. Aus dem Folgesignal kann dies nicht direkt geschlussfolgert werden, jedoch weist die Verdopplung der Frequenz darauf hin. Einen betragsmäßig kleineren Anstieg als im Arbeitspunkt A1 besitzt der Graph im Arbeitspunkt A3. Zudem ist dieser Anstieg negativ, was sich im Folgesignal durch eine Phasenverschiebung von π andeutet. Das aufgenommene Intensitätssignal (Folgesignal) wird anschließend dem Lock-In-Verstärker zugeführt. Als Referenzsignal dient die zuvor schon verwendete

Modulationsspannung. Beide Signale werden im Lock-In phasenangepasst multipliziert und beim Passieren des Tiefpasses integriert. In Abbildung 2.7 ist dieser Vorgang für die Arbeitspunkte A1, A2 und A3 dargestellt.

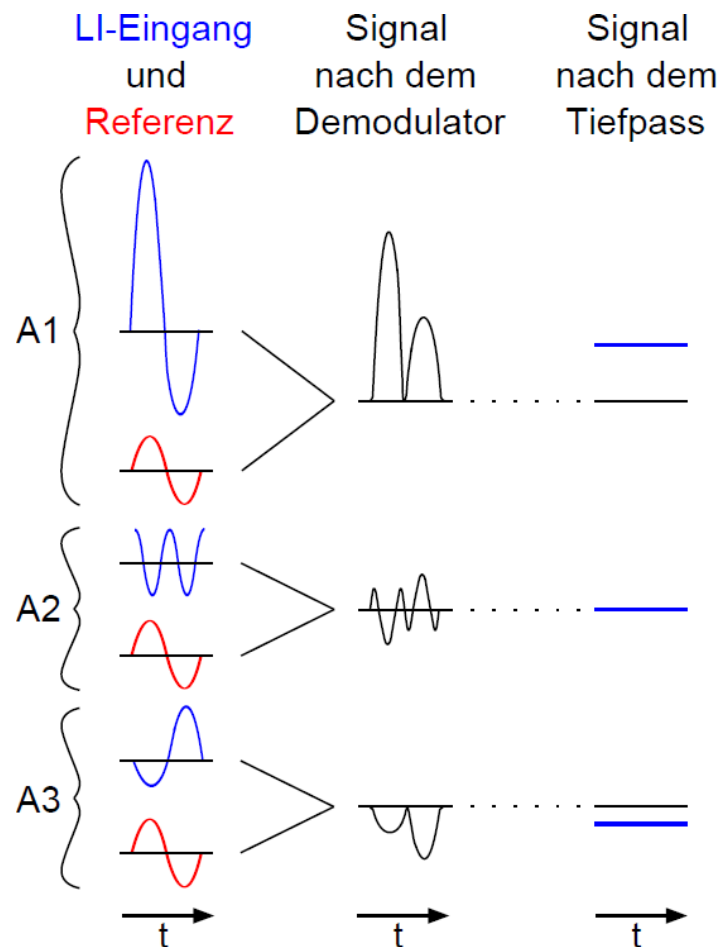


Abbildung 2.7: Verarbeitung der Signale im Lock-In

Der Unterschied der Phase zwischen den Signalen der Arbeitspunkte A1 und A3 kommt bei der phasenempfindlichen Gleichrichtung zum Tragen. So entstehen als Ausgangssignale zwei Gleichspannungen unterschiedlicher Polarität. Aus dem Signal des Arbeitspunktes A2 hingegen folgt nach dem Demodulator dennoch ein Wechselsignal, welches durch den Tiefpass völlig ausgelöscht wird. Am Ausgang des Lock-In liegt dann im Idealfall keine Spannung an.

Umgesetzt werden kann die analoge differenzielle Messung mit dem in Abschnitt 2.3.1 beschriebenen Zylinderanalysator. Dieser Vorgang ist in Abbildung 2.8 im Prinzip dargestellt. Dazu speist man den CMA mit einer sägezahnförmigen Spannung U_{CMA} der Frequenz f_{CMA} und moduliert auf diese Spannung ein sinusförmiges Wechselspannungssignal U_{Mod} der Frequenz f_{Mod} .

Das am CMA-Ausgang erhaltene Signal $U^{\text{out}}_{\text{CMA}}$ wird dem Lock-In-Eingang zugeführt. Das Modulationssignal U_{Mod} wird dem Lock-In als Referenzsignal angeboten. Trägt man anschließend das Signal am Lock-In-Ausgang über der Spannung U_{CMA} auf, so erhält man unter der Voraussetzung $f_{\text{CMA}} \ll f_{\text{Mod}}$ ein differenzielles Spektrum gleich denen in den Abbildungen 2.9(a)-(c). Da $E_{\text{kin}} \propto U_{\text{CMA}}$ gilt, können die Spannungswerte der Abszisse einfach in Energien umgerechnet werden.

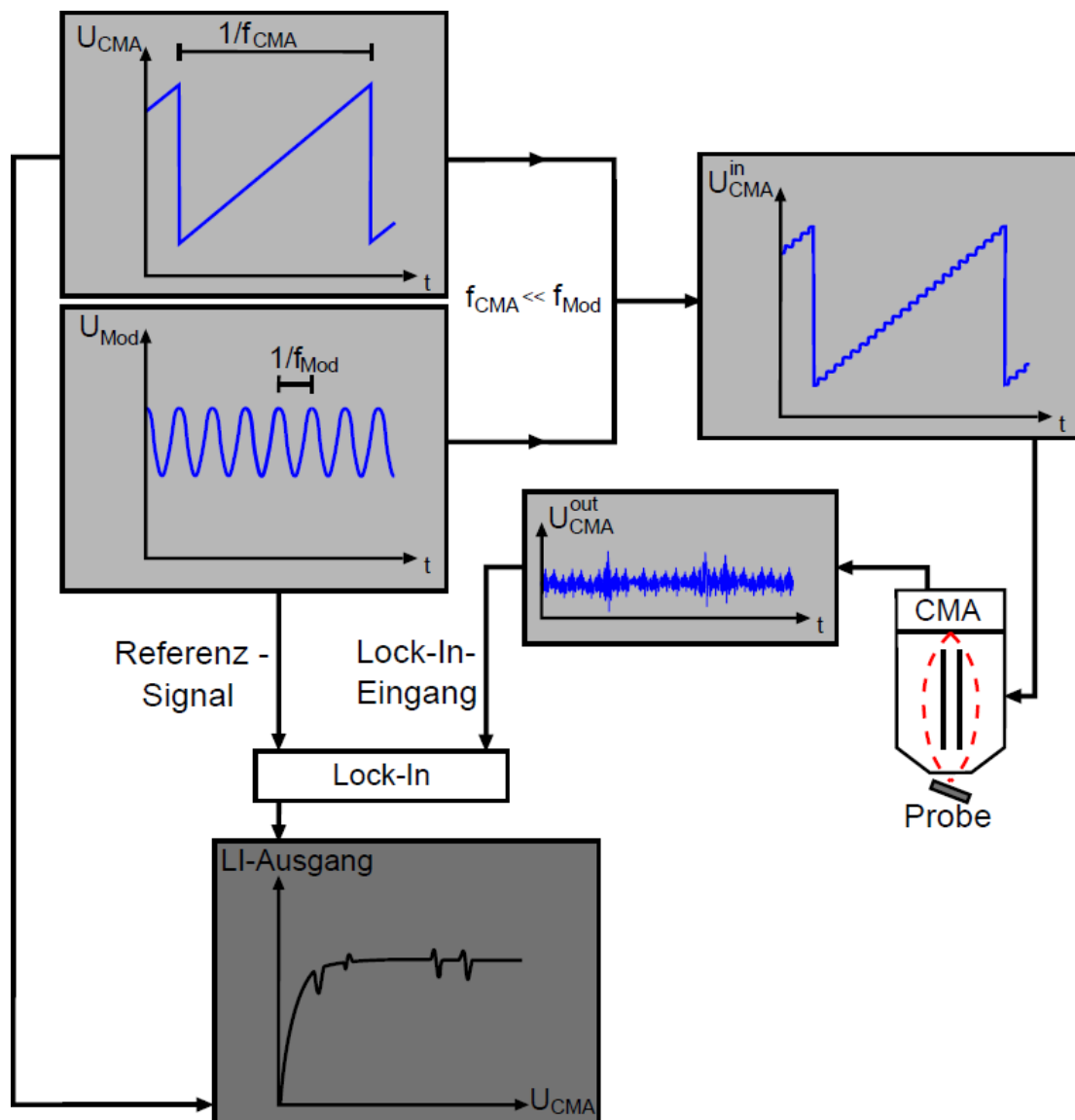


Abbildung 2.8: Prinzipschaltbild zur differentiellen Messung

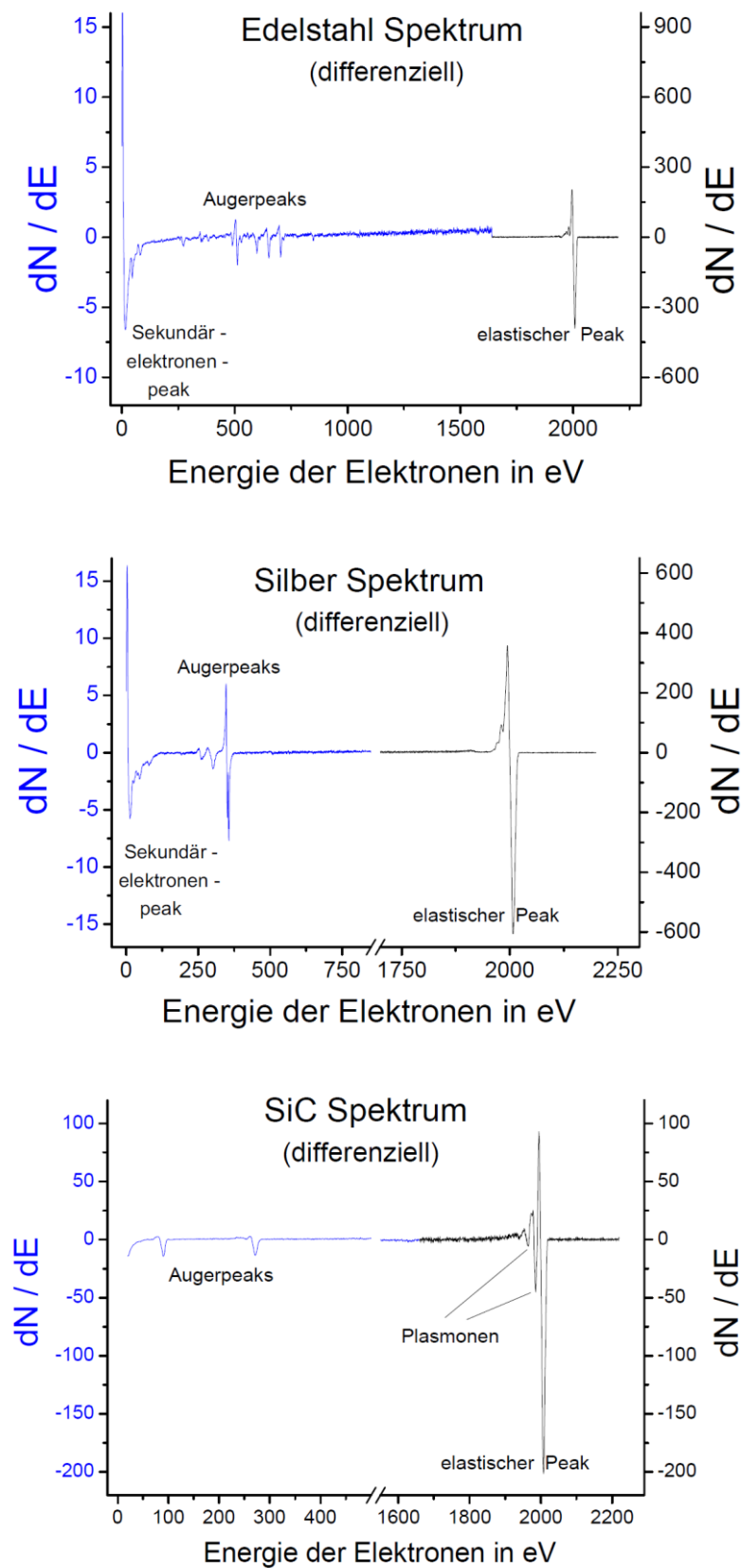


Abbildung 2.9: Differenzielle Auger-Spektren von Edelmetall, Silber und Siliziumkarbid

2.5 Messparameter

In diesem Kapitel betrachten wir verschiedene Parameter, welche vor der Aufnahme eines Spektrums entsprechend eingestellt werden müssen. Zunächst befassen wir uns mit Parametern der Geometrie und anschließend mit Messparametern.

2.5.1 Einfluss der Probenposition

Die Position der Probe trägt maßgeblich zum Erfolg der Messung bei. So kann der Winkel der Probenoberfläche zum einfallenden Elektronenstrahl die Intensität der Peaks und auch die Entfernung der Probe vom Analysatorfokus das Ergebnis der Messung beeinflussen. Deshalb soll in diesem Kapitel der Einfluss der Probenposition (axialer Abstand der Probe vom Analysator-Fokus, siehe Abbildung 2.10) genauer betrachtet werden.

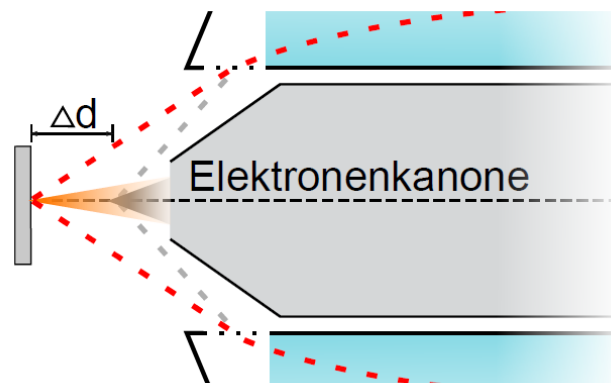


Abbildung 2.10: Veranschaulichung des axialen Abstandes

Ist die Probe korrekt positioniert und der CMA kalibriert, so werden den gemessenen Elektronen die richtigen Energien $E_{\text{CMA}} = E_{\text{kin}}$ zugeordnet. Befindet sich jedoch der untersuchte Probenabschnitt nicht im Brennpunkt des Analysators so werden die zugeordneten Werte für E_{CMA} systematisch verfälscht. Mit hinreichender Näherung ergibt sich folgender Zusammenhang:

$$\Delta E(\Delta d) = E_{\text{kin}} \cdot b \cdot \Delta d$$

mit $\Delta E = E_{\text{CMA}} - E_{\text{kin}}$

Der Faktor b beschreibt dabei die relative Änderung der Energie bei einer Verschiebung der Probe aus dem Brennpunkt des Analysators.

Einstellen der Probenposition

Ist die Probe richtig positioniert, so werden die Signale den richtigen Energien zugeordnet. Ein Signal, dessen Lage man sich sicher sein kann, liefert der elastische Peak. Dieser Peak entsteht, wenn man die elastisch zurückgestreuten Elektronen detektiert. Die Lage des Signals muss bei der Anregungsenergie liegen. Beschießt man die Probe also mit Elektronen die auf eine kinetische Energie von beispielsweise 2keV beschleunigt wurden, so ist das Signal des elastischen Peaks auch auf diese Energie zu justieren, indem die Probenposition entsprechend eingestellt wird. Zu beachten ist, dass entgegen der allgemeinen Konvention, bei der Auswertung der differenzierten Augerspektren das Minimum der Signale anzugeben, hier die Lage des Nulldurchganges des elastischen Peaks auf den Wert der Anregungsenergie eingestellt werden muss.

2.5.2 Einfluss des radialen Abstandes

In diesem Abschnitt wollen wir darauf eingehen, welchen Einfluss der radiale Abstand d_r des Elektronenstrahlauffreffpunktes auf die Probe von der Analysatorachse auf die Messung besitzt (siehe Abbildung 2.11).

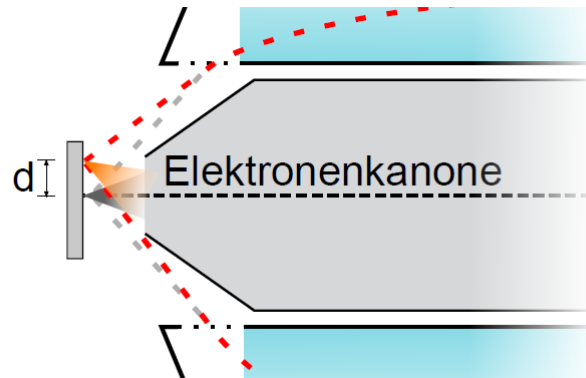


Abbildung 2.11: Veranschaulichung des radialen Abstandes

Aus der Abbildung 2.11 kann man entnehmen, dass durch eine Verschiebung, des Auftreffpunktes des Elektronenstrahls eine Veränderung des Eintrittswinkels der zu messenden Elektronen in den Analysator folgt. Genauer betrachtet besitzen Elektronen der gleichen kinetischen Energie unterschiedliche Eintrittswinkel $\gamma_2 \in (\gamma - \Delta\gamma < \gamma_2 < \gamma + \Delta\gamma)$. Anhand dieser Überlegung lässt sich schlussfolgern, dass die Elektronenstrahlausrichtung einen Einfluss auf das zu messende Signal besitzt. Einer solchen Verfälschung der Signale ist vorzubeugen. Eine korrekte Einstellung des Elektronenstrahls kann wiederum unter der Beobachtung des elastischen Peaks durchgeführt werden. Dabei kann man zusätzlich die Erkenntnis nutzen, dass dieser Peak im allgemeinen die maximale Intensität bei $d_r = 0$ aufweist.

2.5.3 Modulation

Die Modulationsspannung bestimmt bei der differentiellen Messung sowohl die Intensität als auch die Breite und Form der Augersignale. Als Größe wird der Spitze-Spitze-Wert der Modulationswechselspannung angegeben. Für Modulationsspannungen kleiner als die Auger-Linienbreite wächst die Peak-Peak-Höhe der differenzierten Augersignale annähernd linear mit der Modulationsspannung. Die aufgenommenen Spektren werden umso stärker geglättet, je größer die Modulation gewählt wird. Bei zu hoher Modulationsspannung kann das Signal jedoch auch zu stark geglättet und verbreitert werden, wodurch nah beieinander liegende Peaks nicht mehr getrennt werden können und die Peak-Peak-Höhe (Max-Min) der differenzierten Signale nicht mehr (linear) mit der Erhöhung der Modulationsspannung wächst.

Eine Veränderung der Modulation führt auch zu einer Verschiebung der Energielage der Maxima und Minima der Peaks.

2.5.4 Rate und Zeitkonstante

Die Rate beschreibt, welcher Energiebereich in eV pro Sekunde abgetastet wird. Bei der Festlegung der optimalen Abtastrate, muss zusätzlich die Zeitkonstante des Lock-In betrachtet werden. Diese gibt an, über welchen Zeitbereich der Lock-In mittelt und wird in ms angegeben. Das Produkt der beiden sagt aus, über wie viele eV gemittelt wird:

$$[\text{Rate} \cdot \text{Zeitkonstante}] = \text{ms} \cdot \text{eV} / \text{s} = \text{meV}$$

Einerseits muss über einen gewissen Bereich gemittelt werden, damit das Signal/Rausch-Verhältnis hinreichend gut wird. Andererseits darf dieser Bereich nicht zu groß sein, da ansonsten Informationen des Signals weggemittelt werden könnten.

2.6 Auswertung von Auger-Spektren

2.6.1 Spektreninterpretation und Elementbestimmung

Aus den Spektren kann man die Elementzusammensetzung der Probenoberfläche (genauer: die oberen Atomlagen) und häufig Informationen über chemische Verbindungen erhalten. Nicht nur eine Identifizierung der Bestandteile ist möglich, sondern auch deren Konzentration (quantitative Analyse). Direkt ablesbar sind die Energielage der Peaks und deren Intensität (Peak-Peak-Höhe). Als Peaklage wird im Allgemeinen nicht der Nulldurchgang, der dem eigentlichen Peakmaximum des nichtdifferenzierten Spektrums entspricht, angegeben, sondern die kinetische Energie des Peak-Minimums.

In Abbildung 2.12 ist das Augerspektrum von einer Edelstahlprobe zu sehen. Anhand der energetischen Lage der Hauptpeaks kann man die Bestandteile der Probe mit Hilfe von Literaturangaben [1,7] bestimmen. Die schwächeren Nebenpeaks werden anschließend den gefundenen Elementen zugeordnet. Die intensitätsschwachen Peaks, die dabei nicht durch die ermittelten Elemente beschriftet werden, können im Anschluss analog zum vorigen Vorgehen ermittelt werden. Für das obige Spektrum ergeben sich die dargestellten Zuordnungen.

Bei den Hauptpeaks handelt es sich um die Eisen-LMM-Peaks und Sauerstoff, die diese Werte bei Fe-Ni-Cr-Verbindungen annehmen (siehe auch Abschnitt 2.6.2). Folglich sind auch Nickel und Chrom zu erwarten, deren Peaks sich bei 849eV und 530eV bzw. 46eV befinden. Zusätzlich mit dem vorhandenen Kohlenstoff (bei 274eV) lässt sich schlussfolgern, dass es sich um eine Chromnickelstahlprobe handelt. Der starke Peak bei 512eV entsteht durch Kontaminationssauerstoff. Die Peaks bei 81eV, 351eV, 356eV und 384eV sind hier ebenfalls Kontaminationspeaks. Wobei Silizium und Silber durch Sputtern von Elementstandards in der Anlage freigesetzt wurden und sich anschließend auf der Edelstahlprobe abgelagert haben.

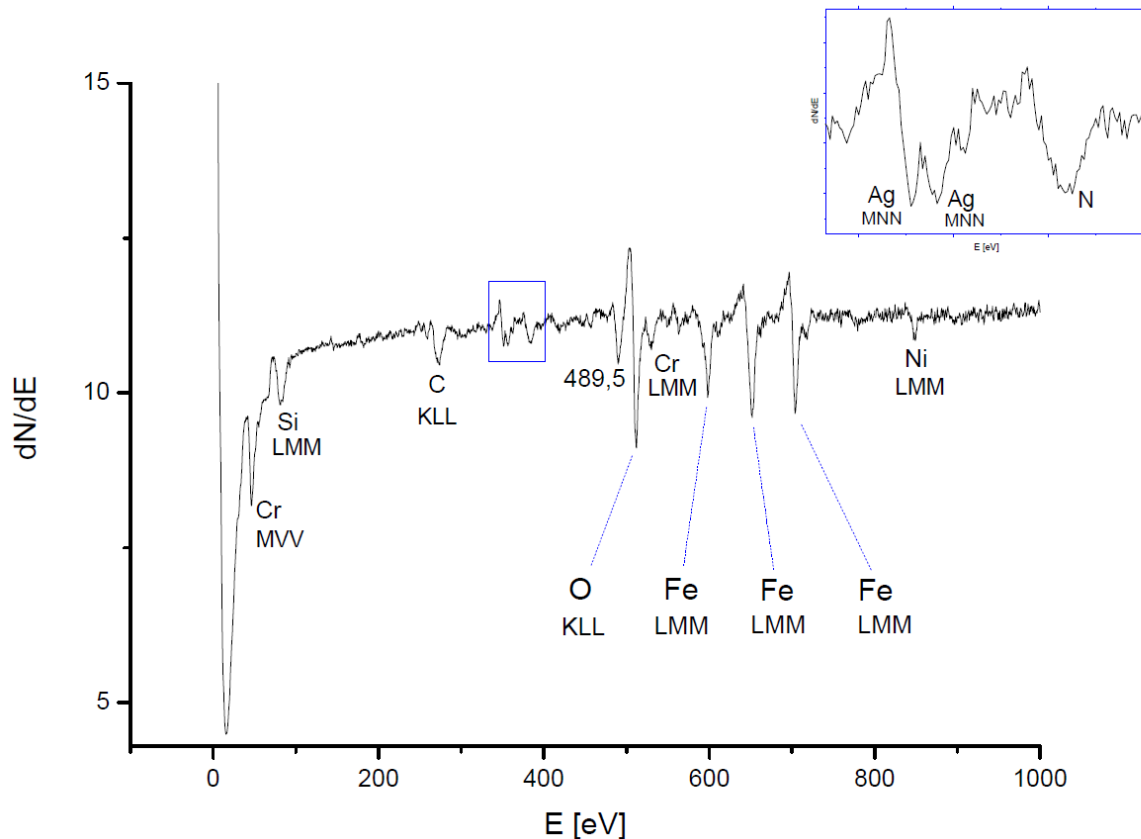


Abbildung 2.12: Typisches Augerspektrum von Edelstahl

2.6.2 chemische Verschiebung

Die kinetische Energie der Augerelektronen wird nicht nur von der Atomsorte selbst beeinflusst, sondern auch von der chemischen Umgebung des Atoms. Eine reine Elementprobe erzeugt andere Werte, als die gleichen Atome in einer Verbindung. Dies wurde bei der obigen Peakidentifizierung bereits ausgenutzt. Die chemischen Bindungen führen zu einer Veränderung der Elektronenniveaus durch Ladungstransfer und damit auch zu geänderten Bindungsenergien. Das Vorzeichen der chemischen Verschiebung ist für alle Energieniveaus einer Atomsorte gleich.

Die chemischen Verschiebungen von Auger-Elektronen sind meist größer als die Verschiebungen der Elektronenenergieniveaus, die zum Beispiel mit der Photoelektronenspektroskopie gemessen werden können. Ein Grund dafür ist die Beteiligung von 3 Niveaus beim Auger-Effekt. Man erhält ein einfach-ionisiertes Atom vor dem Auslösen des Auger-Elektrons. Dieser Zustand ist sensitiver für seine chemische Umgebung als ein nicht-ionisiertes Atom. Die größten Verschiebungen treten bei Atomen mit nur drei Niveaus auf, da bei diesen der Einfluss der Kernladung auf die beteiligten Elektronen am stärksten ist. Solche enormen Verschiebungen von bis zu 10 eV erschweren die Interpretation der Spektren. Eine Veränderung der Linienform kann zusätzlich auftreten. Weiterhin kann es zu einer Änderung der Plasmonenverlustsignale kommen, da die Elektronendichte sich bei verschiedenen Bindungen unterscheidet. Dieser Effekt kann zusätzlich bei der Interpretation herangezogen werden. Als ein Beispiel für Signalveränderungen durch chemische Verschiebung ist in Abbildung 2.13 der Silizium LMM-Peak in verschiedenen Bindungen und Umgebungen gezeigt.

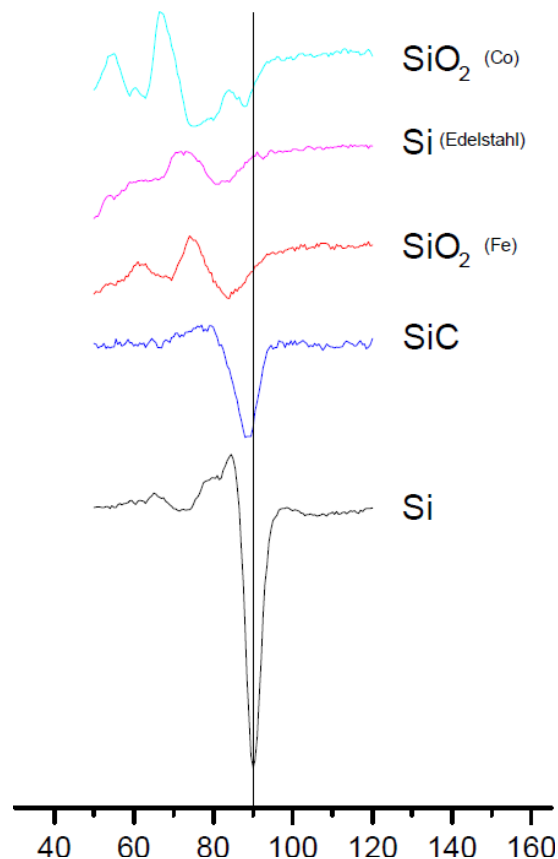


Abbildung 2.13: Chemische Verschiebung und Linienform des Silizium-LMM-Peaks

Die eingezeichnete Linie befindet sich beim Minimum der reinen Siliziumprobe. Es ist deutlich erkennbar, dass die Lage des Minimums bei veränderter chemischer Umgebung zu kleineren Energien verschoben ist. Betrachtet werden hier eine reine Si-Probe, Siliziumkarbid sowie der Si-Peak der oben erwähnten Edelstahlprobe und zwei SiO₂-Proben mit einer ultradünnen Cobalt bzw. Eisenschicht. Weiterhin erkennbar ist die bereits erwähnte Linienformveränderung. Besonders ist diese bei der Oxidbildung also SiO₂ erkennbar. Darüber hinaus können Verschiebungen des gesamten Auger-Spektrums durch Aufladungseffekte bei schlecht leitenden Materialien die Interpretation der chemischen Verschiebung erschweren. Deshalb muss immer eine sorgfältige Kalibrierung mit Referenzproben oder besser probeninternen Referenzsignalen, wie zum Beispiel Kontaminationskohlenstoff oder Argon nach Ionenbeschuss, erfolgen.

In den nachfolgenden Abschnitten werden die Peakintensitäten und die Informationen, die man daraus erhalten kann, untersucht. Wobei zu beachten ist, dass lediglich homogene Schichten betrachtet wurden.

2.6.3 Relativer Empfindlichkeitsfaktor

Vermisst man zwei verschiedene Elemente gleicher Konzentration mit den gleichen Parametern, so erhält man meist unterschiedliche Peakintensitäten. Dies wird durch die Z-Abhängigkeit des Ionisationsquerschnittes (siehe Anhang: Abbildung 4.2), die Unterschiede in der mittleren freien Weglänge und der Augerausbeute verursacht. Die Augerausbeute wiederum hängt von mehreren Parametern ab, z.B. von der Anregungsenergie und der Massendichte. Da dieser Zusammenhang nicht einfach mathematisch quantifizierbar ist, man aber dennoch einen Vergleich der Intensitäten ermöglichen möchte, behilft man sich mit einem empirischen Faktor - dem **relativen Empfindlichkeitsfaktor S**. Hierbei wird die Intensität des untersuchten Stoffes mit der eines Vergleichselements normiert. Im Allgemeinen hat sich der 351eV Auger-Peak von Silber als Referenz ($S = 1$) etabliert. Der Empfindlichkeitsfaktor wurde für verschiedene Anregungsenergien bestimmt und tabelliert. Nicht jedes Element ist jedoch in reiner Form einfach messbar, weshalb man sich mit Verbindungen behilft. Untersucht man eine Probe der Verbindung $X_A Y_B$, so wird der relative Empfindlichkeitsfaktor $S(x) = S_x$ des Elementes X wie folgt berechnet:

$$S(x) = \frac{A + B}{A} * \frac{I(x)}{I(Ag)}$$

Durch die Verwendung der Stöchiometriefaktoren A und B wird eine Korrektur erster Ordnung der Dichte des Elementes X im Analysevolumen durchgeführt. $I(x)$ und $I(Ag)$ bezeichnen die Peak-Peak-Amplitude des untersuchten Elementes X und von Silber. Die Peak-Peak-Amplitude, die auch als Augerintensität bezeichnet wird, beschreibt die Differenz des lokalen Maximums zum lokalen Minimum des betrachteten Peaks. Der Abstand entlang der Abszisse entspricht der Entfernung der maximalen Steigung des nicht-differenzierten Signals. Theoretisch entspricht dies der Halbwertsbreite; praktisch jedoch wird es aufgrund der in Abschnitt 2.5 erläuterten Effekte verfälscht. Um den relativen Empfindlichkeitsfaktor bestimmen zu können, muss die Messung unter den gleichen Bedingungen statt finden, d.h. es sollten möglichst die gleichen Einstellparameter verwendet werden. Ist dies für eine genaue Messung jedoch nicht möglich, so muss die Abweichung beachtet und die Peak-Peak-Amplitude korrigiert werden. Die Anregungsenergie muss jedoch bei beiden Proben gleich sein, da die Peakintensitäten von dieser abhängig sind.

In Abbildung 2.14 sind die Empfindlichkeitsfaktoren für 3keV Anregungsenergie für alle Elemente ab Beryllium bis hin zu Gold verzeichnet. Anhand dieser Informationen kann man die Konzentration der Elemente bestimmen.

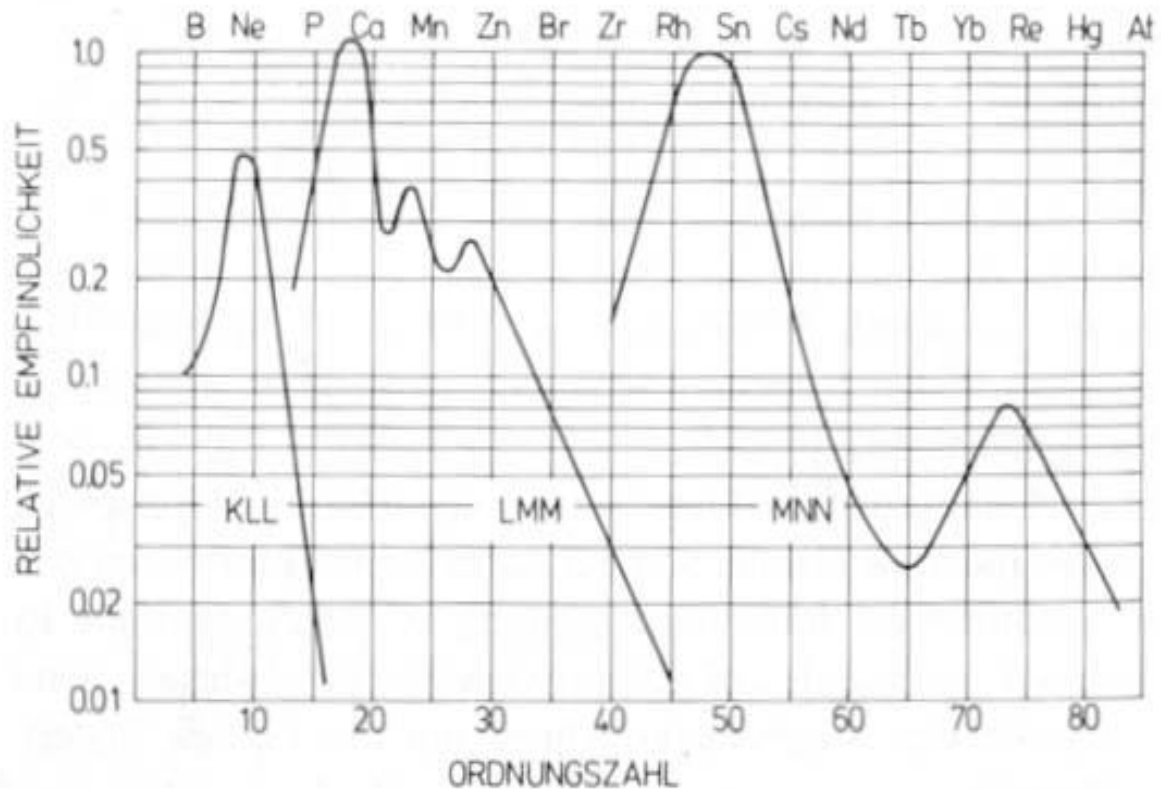


Abbildung 2.14: Empfindlichkeitsfaktoren für 3keV Anregungsenergie[1]

2.6.4 Quantitative Analyse

In erster Näherung könnte man die Konzentration bestimmen, indem man das Verhältnis der Intensität zu der eines Elementstandards bestimmt. Dies setzt jedoch eine große Anzahl solcher Standards voraus, was äußerst unpraktikabel ist. Mit Hilfe des relativen Empfindlichkeitsfaktors S kann jedoch auf einfache Weise die Konzentration c bestimmt werden. Das Prinzip beruht darauf, vergleichbare (korrigierte) Intensitäten für die einzelnen Bestandteile zu berechnen und deren relativen Anteile zu ermitteln.

$$c(x) = \frac{\frac{I(x)}{S(x) \cdot d(x)}}{\sum_{\alpha} \frac{I(\alpha)}{S(\alpha) \cdot d(\alpha)}}$$

Für $I(x)$ und $I(\alpha)$ werden die Augerintensitäten der Elementpeaks eingesetzt, wobei x das betrachtete Element beschreibt und α die restlichen auf der Probe befindlichen Stoffe.

d ist ein relativer Skalenfaktor, der die Parameter der Peakmessung angleicht. Dabei werden die Empfindlichkeit des Lock-In L, die Modulationsenergie E_m und der Primärstrahlstrom I_p der Messungen multipliziert.

$$d = L \cdot E_m \cdot I_p$$

3. Versuchsaufbau

Da in Abschnitt 2.2.2 bereits der schematische Aufbau und die wichtigsten Komponenten in ihrer Funktionsweise erläutert wurden, soll hier nur ein Gesamtüberblick über die Anlage gegeben werden.

Die Aufnahme der Augerspektren geschieht mit Hilfe eines LabView-Programms.

Eine Beschreibung zur Bedienung der Geräte befindet sich am Versuchsplatz.

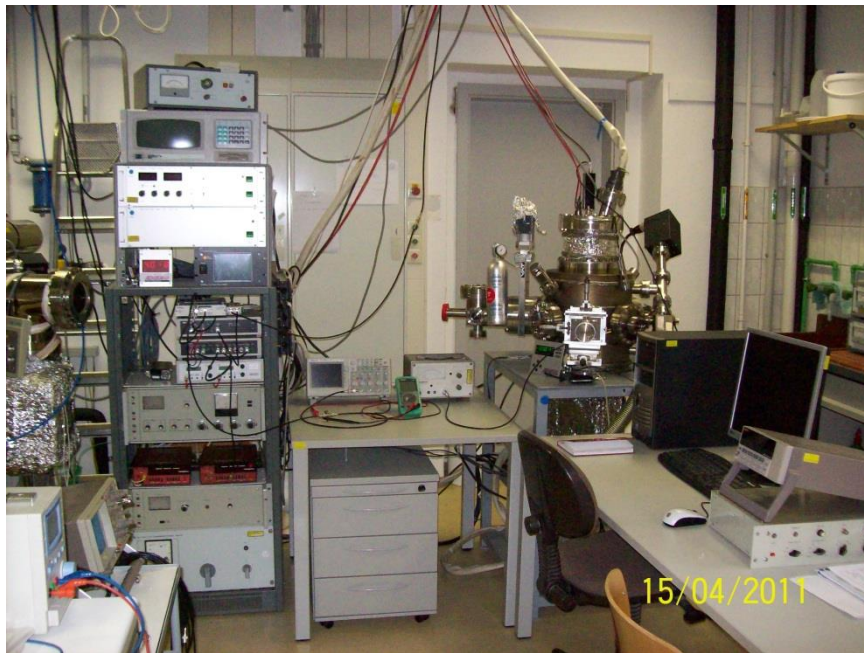


Abbildung 3.1: Übersicht des Versuchsplatzes

Die für die Durchführung der Messungen wichtigen Komponenten sind das Steuergerät der Anregungselektronenquelle (Abb. 3.2), das Multimeter zum Ablesen der Beschleunigungsspannung und die HV-Versorgung des SEVs (Abb. 3.3), weiterhin die UHV-Anlage mit einer Anzeige für den Druck in der Kammer (Abb. 3.4) und der Probenmanipulator (Abb. 3.5).



Abbildung 3.2: Steuergerät der Anregungselektronenquelle

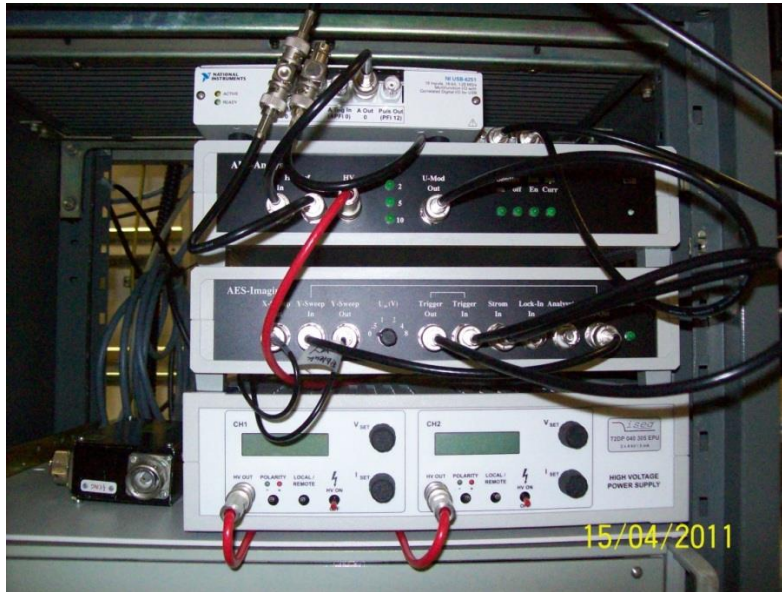


Abbildung 3.3: Hochspannungsversorgung des SEVs (unten links) und der Ionenquelle (unten rechts) sowie Steuergeräte für AES-Imaging (Mitte) und für den AES-Analysator (oben)



Abb. 3.4: UHV-Anlage mit Analysator (oben) und Druck-Anzeige (unten) sowie Gasversorgung für die Ionenquelle

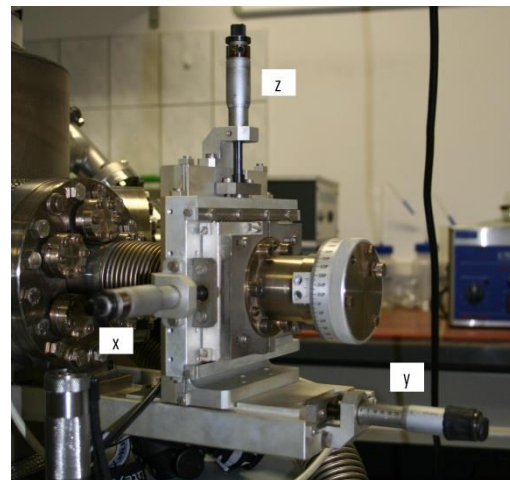


Abb. 3.5: Probenmanipulator

4. Messaufgaben

Standard-Messparameter (nur zum Einstieg, sonst immer an Messaufgabe anpassen):

- Kathodenstrom/Elektronenquelle: ca. 2,9 A (max. 3,0 A → Lebensdauer!!)
- Probenstrom für die Messung von Auger-Spektren: typisch 30 ... 100 nA
- SEV-Hochspannung 4 kV (oder kleiner bei hohen Intensitäten, z.B. elastischer Peak)
- Modulationsspannung 5 V_{ss}

MA1

Nehmen Sie Probenstrombilder Ihrer Proben mit verschiedenen Vergrößerungen auf.

Optimieren Sie Kontrast, Helligkeit und laterale Auflösung (*Fokus 2*).

Parameter: Elektronenenergie z.B. 2 und 4 keV zum Vergleich.

Kartieren Sie die Proben und die Teile des Probenhalters für eine (spätere) Zuordnung und Interpretation Ihrer Messungen.

MA2

a) Messung einer Standardprobe: Stellen Sie die Probenaufnahme mit einer Silberprobe (oder eine andere Probe, die Sie vom Betreuer erhalten) horizontal und in einen sicheren Abstand zum Manipulator bei der Position $z = 17$. Die Probe sollte sich dann in der Nähe zum Brennpunkt des CMA befinden.

Wählen Sie eine Elektronenenergie von 4keV, einen ausreichenden Probenstrom und eine Modulationsspannung von 2V sowie geeignete Parameter für die Abtastrate, die Lock-In-Zeitkonstante und die Empfindlichkeit.

Messen Sie ein Spektrum über einen CMA-Spannungsbereich von 20 bis 500V und identifizieren Sie das Augersignal von Silber. Wiederholen Sie die Messung nur im Bereich des Silber-Auger-Signals (Breite des Spannungsbereiches 20 ... 50 eV).

Optimieren Sie die Messung für ein ausreichendes Signal/Rausch-Verhältnis.

MA3

Messen und bestimmen Sie die Abhängigkeiten des Signals

a) von der Lock-In Phasenverschiebung,

b) der Modulation

c) der Rate und Zeitkonstante (Kombination!)

und ermitteln Sie optimale Werte für diese Parameter.

MA4

Bestimmen Sie den Geometriefaktor $K = \text{Elektronenenergie/Analysatorspannung}$ und nutzen Sie diesen für die Energie-Kalibrierung Ihrer Spektren.

Messen Sie die Abhängigkeit der Signalenergie/Signalspannung vom Abstand Probe-CMA und bestimmen Sie den Variationsparameter b .

MA3

Nehmen Sie Auger-Spektren vom Probenhalter und einer Probe auf und interpretieren Sie die Spektren.

Parameter:

$E = 4 \text{ keV}$, $I = 100\text{nA}$, Modulation 5V, Spannungsbereich 1000 V,

Rate/Zeitkonstante geeignet wählen.

MA4 Akkumulation

Untersuchen Sie die Abhängigkeit des Signal-Rausch-Verhältnisses für unterschiedliche Abtastraten /Zeitkonstanten und passende Akkumulationszahlen unter der Bedingung sonst gleicher Parameter und gleicher Gesamtmessdauer.

Ermitteln Sie die funktionale Abhängigkeit des Signal-Rausch-Verhältnisses von der Akkumulationszahl.

MA5

Messen Sie eine Probe vor bzw. nach Ionenätzen (Betreuer) und nach Belüften/Einschleusen.

Interpretieren Sie das Ergebnis.

MA7 Quantitative Auswertung von Spektren

Bestimmen Sie das Spektrum einer geeigneten Probe und von reinem Silber unter den gleichen Messbedingungen und berechnen Sie daraus die Empfindlichkeitsfaktoren der charakteristischen Augerlinien. Vergleichen Sie Ihre Ergebnisse mit Daten aus dem Auger-Handbuch.

MA8 Quantitative Analyse

Nehmen Sie die Spektren von unbekannten Proben auf und bestimmen Sie die Probenbestandteile. Ermitteln Sie deren atomare Konzentrationen.

MA9 Bestimmung der Energieauflösung des CMA

Messen Sie den elastischen Peak in Abhängigkeit von der Elektronenenergie (etwa zwischen 300 und 3000 eV). Wählen Sie eine Modulationsspannung von 1V sowie Rate und Lock-In-Zeitkonstante geeignet und halten Sie diese Parameter in dieser Messreihe konstant. **Achten Sie darauf, dass der starke elastische Peak den SEV nicht übersteuert und schädigt (Probenstrom 1 ...10 nA, SEV-Spannung vor der Messung senken und langsam erhöhen).**

MA10 (optional) Elektronenenergieverlustspektroskopie/Plasmonen

Messen Sie für verschiedene Elektronenenergien zwischen 300 und 1000 eV die inelastischen Verluste (Plasmonen) der elastisch rückgestreuten Elektronen an unterschiedlichen Proben. **Achten Sie darauf, dass der starke elastische Peak den SEV nicht übersteuert und schädigt (Probenstrom 1 ...10 nA, SEV-Spannung vor der Messung senken und langsam erhöhen).**

MA11 (optional) geometrische Parameter

Wählen Sie eine Probe deren Spektrum Ihnen bekannt ist. Untersuchen Sie durch Variation zunächst den Einfluss der Probenposition auf das Spektrum. Wählen sie die korrekte Probenposition und untersuchen Sie durch Variation den Einfluss der Strahlablenkung auf das Spektrum.

5. Fragen

Fragen zur Vorbereitung

1. Erklären Sie den Auger-Effekt.
2. Weshalb wird für die Auger-Elektronen-Spektroskopie Ultrahochvakuum benötigt?
3. Welche Elemente sind mittels AES nachweisbar?
4. Wie groß ist die Informationstiefe der Auger-Elektronen-Spektroskopie? Wodurch ist die Informationstiefe der Auger-Elektronen bestimmt?
5. Wie kann man die Informationstiefe bei der Auger-Elektronen-Spektroskopie beeinflussen?
6. Welches sind die Grundkomponenten eines Auger-Elektronenspektrometers und welche Funktion haben diese?
7. Wie funktioniert ein CMA und wie ist er aufgebaut?
8. Wie justiert man die Probenposition korrekt? Welche Auswirkungen können falsch gewählte geometrische Parameter auf das Spektrum haben?
9. Welche geometrischen Parameter beeinflussen die Spektrenaufnahme?
10. Wie wirkt sich die chemische Umgebung/Bindungen auf die Augerlinien aus?
11. Wofür wird der Empfindlichkeitsfaktor benötigt und wie bestimmt man ihn?
12. Wie berechnet man die Konzentration der Probenbestandteile?
13. Erklären Sie die Methode der differentiellen Abtastung bei der AES.
14. Warum ist die differentielle Abtastung von Auger-Spektren vorteilhaft?
15. Erklären Sie die Effekte beim Beschuss einer Festkörperoberfläche mit einem fein fokussierten Elektronenstrahl. Welche Sekundärstrahlung entsteht?
16. Welche Vorteile hat die Nutzung der Auger-Elektronen im Vergleich zu den anderen Sekundärstrahlungsarten nach Elektronenbeschuss einer Oberfläche?
17. Welche technischen Möglichkeiten kann man in einem Auger-Spektrometer zur Abbildung der Probenoberfläche und zur Lokalisierung des Analyseflecks nutzen?
18. Wodurch ist die Größe des mittels AES typischerweise analysierten Probenvolumens gegeben? Wie groß ist dieses (typisch)?

Fragen zum Versuch

19. Welche Energie sollten die anregenden Elektronen bei der AES besitzen? Wie hängen die Auger-Spektren/Signale von der Energie ab?
20. Wie beeinflussen die Modulationsspannung, die Abtastrate, die Lock-In-Zeitkonstante und die Lock-In-Phase das Auger-Signal?
21. Wie kann man eine Tiefenverteilung der Elementzusammensetzung mittels Auger-Elektronen-Spektroskopie ermitteln?
22. Wie ändern sich Signalintensität, Rauschen und Signal/Rausch-Verhältnis unter idealen Bedingungen (welche?) mit der Akkumulationszahl? Wodurch kann es Abweichungen von der idealen funktionellen Abhängigkeit geben?

Literatur

- [1] L. I. Davis, N. C. MacDonald, P. W. Palmberg, G. E. Riach, R. E. Weber
Handbook of Auger Electron Spectroscopy Physical Electronics Division, Perkin-Elmer Corporation, 6509 Flying Cloud Drive, Eden Prairie, Minnesota 55343, 2.Auflage
- [2] R. L. Gerlach, A. R. DuCharme
Backscattering Cross Sections for Ionization of Surface-Atom K Shells by Electron Impact
Sandia Laboratories, Albuquerque, New Mexico 87115
- [3] W. Demtröder
Experimentalphysik 1 -Mechanik und Wärme
Springer, 4.Auflage, 2005
- [4] **M. Grasserbauer**
Angewandte Oberflächenanalyse mit SIMS, AES und XPS
Akademie-Verlag Berlin, 1986
- [5] Bernd Schröter
Analyse von Oberflächen und Schichten
Vorlesung an der FH Jena
- [6] D. Briggs, M.P. Seah
Practical Surface Analysis - Auger and X-Ray Photoelectron Spectroscopy
John Wiley & Sons, Second Edition, 1990
- [7] <http://www.lasurface.com/database/spectreaes.php>
- [8] <http://www.wissenschaft-online.de/abo/lexikon/physik/989> Spektrum Akademischer Verlag
- [9] **H.J. Mathieu *Auger Electron Spectroscopy***
in: *Surface Analysis – The Principal Techniques* 2nd Edition
edited by John Vickerman and Ian Gilmore, Wiley 2009