

Protokoll:
Auger-Elektronen-Spektroskopie

Clemens Anschütz
Markus Pawellek

10. November 2015

1 Aufgaben

1.1 Aufgabe

- Nehmen Sie Probenstrombilder Ihrer Proben mit verschiedenen Vergrößerungen auf.
- Optimieren Sie Kontrast, Helligkeit und laterale Auflösung.
- Kartieren Sie die Proben und die Teile des Probenhalters für eine (spätere) Zuordnung und Interpretation Ihrer Messungen.

1.2 Aufgabe

- Stellen Sie die Probenaufnahme mit einer Silberprobe horizontal und in einem sicheren Abstand zum Manipulator bei der Position $z = 17$ ein.
- 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.

1.3 Aufgabe

- Messen und bestimmen Sie die Abhängigkeiten des Signals von der Lock-In Phasenverschiebung, der Modulation der Rate und Zeitkonstante und ermitteln Sie optimale Werte für diese Parameter.

1.4 Aufgabe

- Bestimmen Sie den Geometriefaktor K und nutzen Sie diesen für die Energie-Kalibrierung Ihrer Spektren.

1.5 Aufgabe

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

1.6 Aufgabe

- Messen Sie eine Probe vor und nach Ionenätzen.
- Interpretieren Sie das Ergebnis.

2 Grundlagen

Bei der Auger-Elektronen-Spektroskopie (auch AES) handelt es sich um ein Oberflächenanalyseverfahren. Dieses kann sowohl qualitative als auch quantitative Aussagen über die Zusammensetzung der Probe machen. Wie der Name schon sagt, wird vor Allem der sogenannte Auger-Effekt ausgenutzt, um durch Messung auf das Vorkommen von Elementen zu schließen.

2.1 Auger-Effekt

Der Auger-Effekt beruht auf dem strahlungsfreien Übergang der Elektronen in der Elektronenhülle eines Atoms. Er kann anschaulich durch folgenden Prozess, welcher auch Auger-Prozess genannt wird, erklärt werden:

- Durch externe Anregung wird ein stark-gebundenes Elektron auf einer der inneren Schalen des Atoms ionisiert. Dies kann durch Röntgenstrahlung oder anderen Elektronen geschehen.
- Der freie Platz wird nun, aufgrund der niederenergetischen Lage, durch ein Elektron einer höheren Schale besetzt (auch Relaxation).
- Frei-werdende Energie, welche durch diesen Übergang entsteht, kann entweder in Form von Röntgenstrahlung oder aber strahlungsfrei an ein Elektron einer höheren Schale abgegeben werden. Dieses Elektron wird auch Auger-Elektron genannt.
- Findet ein strahlungsfreier Übergang statt und besitzt das Auger-Elektron genügend Energie, um die Austrittsarbeit des Festkörpers zu überwinden, so verlässt es diesen. Das Atom ist damit zweifach-positiv geladen. Dieser Effekt wird auch der Auger-Effekt genannt.

Damit wird klar, dass ein Auger-Elektron nur bei Atomen mit mehr als zwei Elektronen beobachtet werden kann. Es lassen sich also Wasserstoff (H) und Helium (He) nicht nachweisen. [3]

Einzelne Auger-Prozesse werden auch durch die vorkommenden Elektronenschalen und deren Reihenfolge charakterisiert. Zum Beispiel handelt es sich bei einem KLL-Prozess um einen Auger-Prozess, bei dem das erste Elektronen aus der innersten K-Schale ionisiert wurde, das zweite Elektronen aus der darüber liegenden L-Schale den Platz einnahm und das dritte Elektron ebenfalls aus der L-Schale zum Auger-Elektron wurde.

Es sei hier gesagt, dass die Wahrscheinlichkeit eines Auger-Prozesses, bei dem Relaxation und Emission derselben Schale entspringt, größer ist (Beispiele: KLL, LMM, MNN). [3]

Seien nun W, X, Y drei beliebige Elektronenschalen eines Atoms mit $W < X \leq Y$. Sei weiterhin die Kernladungszahl Z und die Austrittsarbeit Φ_A . Dann gilt nach voriger Betrachtung für die Energie E_{WXY} eines Auger-Elektrons:

$$E_{WXY} = E_W(Z) - E_X(Z + \Delta Z) - E_Y(Z + \Delta Z) - \Phi_A$$

Hierbei repräsentiert $E_i(Z)$ die Energie der i -ten-Schale zur Kernladungszahl Z . Es muss beachtet werden, dass sich die Kernladungszahl um ΔZ während des Auger-Prozesses verändert. [2]

Wie bereits erwähnt, kann durch die externe Anregung auch Röntgenstrahlung entstehen. Die Wahrscheinlichkeit für die Entstehung dieser ist proportional zu Z^4 , wobei Z die Kernladungszahl ist. Folglich entstehen Auger-Elektronen eher bei leichten und Röntgenstrahlen eher bei schweren Atomen. [3]

Die Ermittlung der chemischen Zusammensetzung durch die AES beruht auf der Messung der charakteristischen kinetischen Energien der Auger-Elektronen. 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. Im Normalfall liegt sie bei ungefähr zehn Monolagen, wobei sie von mehreren Größen abhängt (Beispiel: kinetische Energie der Elektronen). [3]

2.2 Grundprinzip der AES

Durch Elektronenbeschuss werden die kernnahen Elektronen ausgelöst und der Auger-Prozess kann statt finden. Anschließend werden die von der Probe zurückkommenden Elektronen mit Hilfe eines Detektors nachgewiesen. Folglich können elastisch rückgestreute Primärelektronen, Sekundärelektronen und Auger-Elektronen energiedispersiv detektiert werden. Trägt man die Anzahl der detektierten Elektronen über deren kinetischen Energie von Null bis hin zur Anregungsenergie auf, so erhält man Auger-Spektren. Wichtig ist dabei, dass das erhaltene Signal lediglich proportional zur Anzahl der Elektronen ist und keinen Absolutwert darstellt. [3] Anhand der folgenden Abbildung wird ersichtlich, dass die Auger-Peaks eher klein im Vergleich zu den anderen auftretenden Erscheinungen sind.

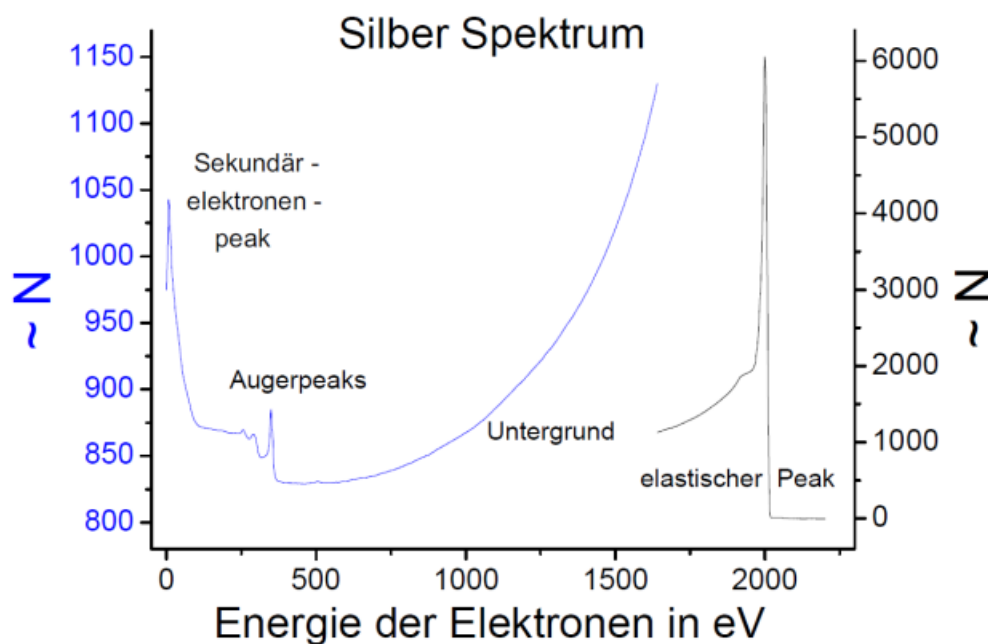


Abbildung 1: Auger-Spektrum von Silber (Ag) [3]

2.3 chemische Verschiebung

Die kinetische Energie der Auger-Elektronen 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. 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. Abbildung 2 zeigt dies am Beispiel von Silizium (Si). [3]

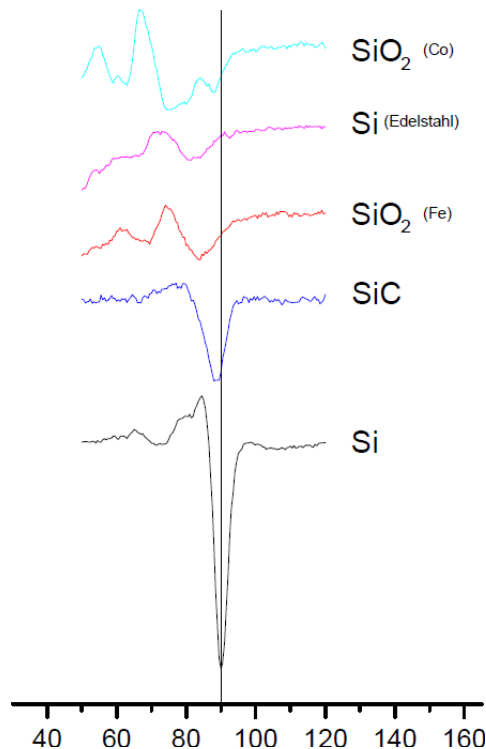


Abbildung 2: Chemische Verschiebung des Silizium-LMM-Peaks [3]

2.4 Relativer Empfindlichkeitsfaktor

Vermisst man zwei verschiedene Elemente gleicher Konzentration mit den gleichen Parametern, so erhält man im Allgemeinen unterschiedliche Peakintensitäten. Der Zusammenhang zwischen den Peakintensitäten und den physikalischen Größen ist nicht ohne größeren Aufwand mathematisch quantifizierbar. Um dennoch einen Vergleich der Intensitäten ermöglichen zu können, behilft man sich mit einem empirischen Faktor. Dieser Faktor wird auch relativer Empfindlichkeitsfaktor S genannt. Hierbei wird die Intensität des untersuchten Stoffes mit der eines Vergleichselements normiert. Im Allgemeinen hat sich der 351 eV Auger-Peak von Silber als Referenz etabliert. Damit gilt für Silber (Ag):

$$S(\text{Ag}) = 1$$

Der relative Empfindlichkeitsfaktor wurde für verschiedene Anregungsenergien bestimmt und tabelliert. Nicht jedes Element ist jedoch in reiner Form messbar, weshalb man sich mit verschiedenen Verbindungen behilft. Untersucht man eine Probe der Verbindung $X_A Y_B$, wobei X, Y Elemente und A, B Stöchiometriefaktoren sind, so gilt:

$$S(X) = \frac{A + B}{A} \cdot \frac{I(X)}{I(\text{Ag})}$$

Hierbei bezeichnet I die gemessene Intensität (Peak-Peak-Amplitude) des jeweiligen Stoffes. [3]

2.5 Quantitative Analyse

Seien nun A die Menge der Elemente einer untersuchten Probe und $X \in A$. Dann lässt sich aufgrund der vorherigen Betrachtung folgendes über die relative Konzentration c von X sagen:

$$c(X) = \frac{I(X)}{S(X)} \cdot \left(\sum_{\alpha \in A} \frac{I(\alpha)}{S(\alpha)} \right)^{-1}$$

d ist ein relativer Skalenfaktor, welcher die Parameter der Peak-Messung angleicht. Seien L die Empfindlichkeit des Lock-In, E_m die Modulationsenergie und I_p der Primärstrahlstrom, dann gilt:

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

3 Versuchsaufbau und Durchführung

3.1 Aufbau

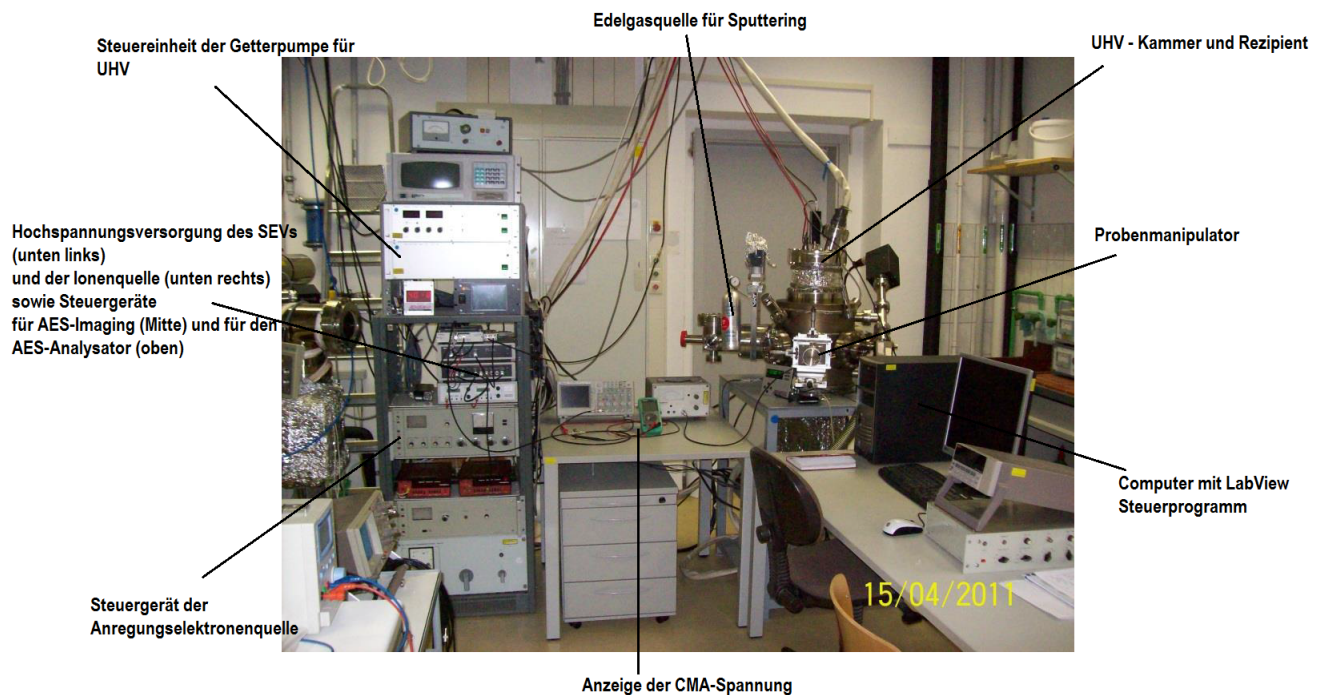


Abbildung 3: Aufbau nach [3]

3.2 Durchführung

Das Ultrahochvakuum im Rezipienten wird mit Hilfe zweier Pumpen erzeugt. Die erste Pumpe arbeitet mechanisch und erzeugt Drücke im Hochvakuumbereich. Für UHV (also 10^{-10} mbar und besser) wird dann eine Ionengetterpumpe verwendet und zudem die gesamte Anlage mehrere Tage bei 150 - 400°C ausgeheizt. [3]

Die Ermittlung der kinetischen Energie der rückgestrahlten Elektronen erfolgt über einen CMA (cylindrical mirror analyser). Dieser besteht aus einem Zylinderkondensator mit zwei sehr kleinen Blenden am oberen und unteren Ende und lässt nur Elektronen einer bestimmten Geschwindigkeit passieren. Diese treffen dann auf den Sekundärelektronenverstärker und erzeugen ein Signal.

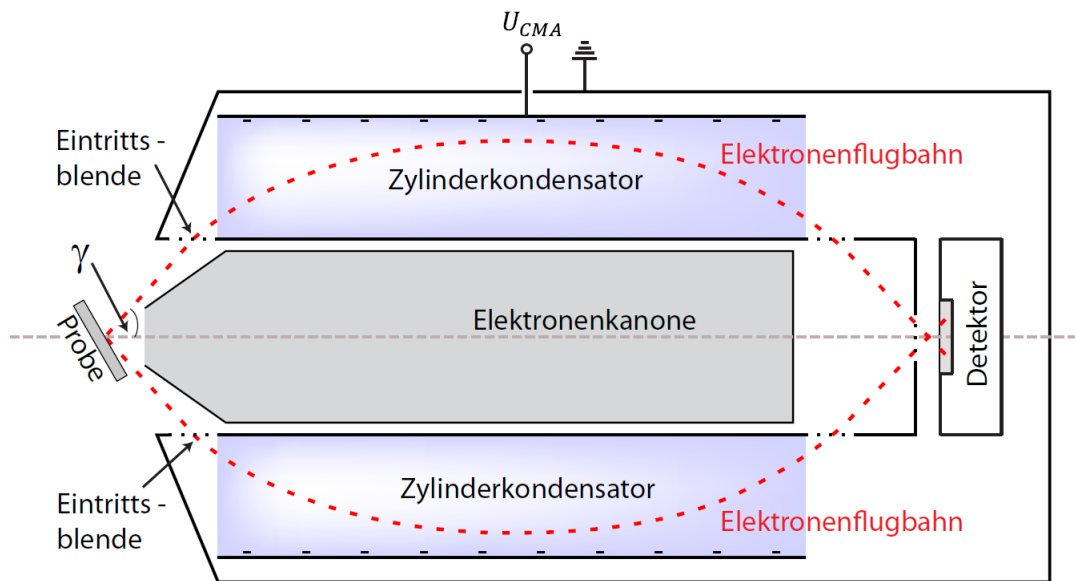


Abbildung 4: CMA-Aufbau nach [3]

Da die Auger-Peaks zwar sehr scharf, aber relativ schwach im Vergleich mit Untergrund und elastischem Peak sind, empfiehlt es sich, das differentielle Spektrum zu betrachten. Dieses wird mit Hilfe eines Lock-In-Verstärkers in folgender Schaltung erzeugt:

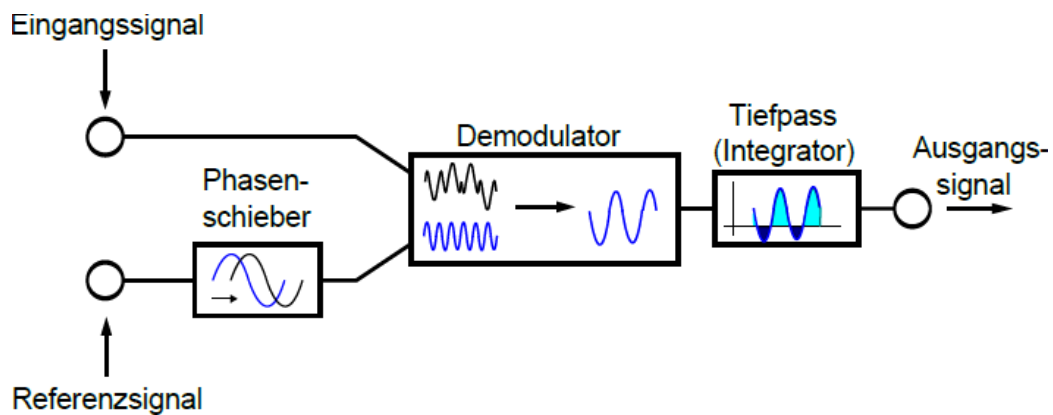


Abbildung 5: Schema eines Lock-In nach [3]

Die hochfrequente Modulationsspannung U_{mod} wird dabei der Sägezahnspannung U_{CMA} aufaddiert. Das so gemessene Energiespektrum wird anschließend im Demodulator mit einem Referenzsignal gleicher Frequenz wie U_{mod} multipliziert und über einen Tiefpass veränderlicher Zeitkonstante integriert. Am Ende erhält man das Spektrum in differentieller Form.

4 Messergebnisse und Diskussion

4.1 Probenstrombilder

Folgende Abbildung verdeutlicht, welche Proben an welchen Stellen analysiert wurden.

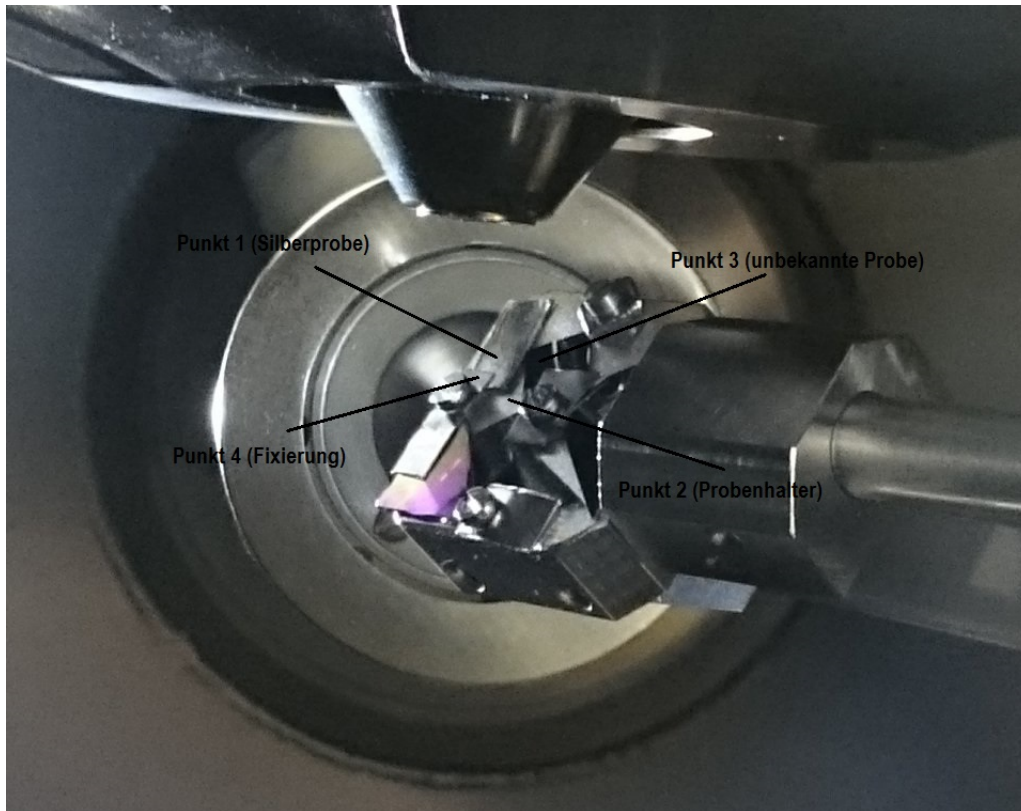


Abbildung 6: Bild des Probenhalters mit den untersuchten Proben
(Aufnahme durch eine Digitalkamera)

Dabei entstanden folgende Probenstrombilder:

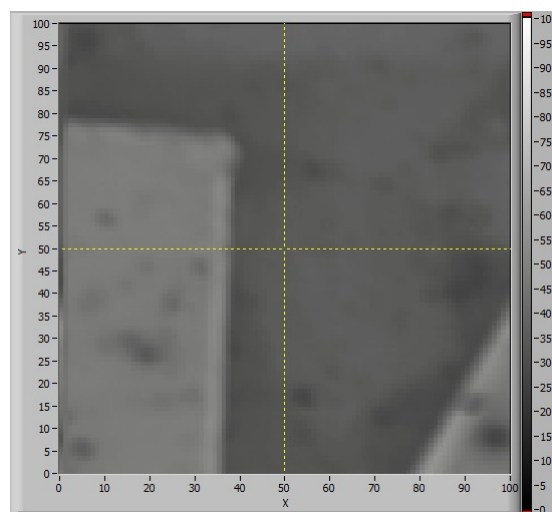


Abbildung 7: Probenstrombild von Silber (links) Probenhalter (Mitte) und Probe 3 (rechts)
Aufnahme mit 4keV und Probenstrom von ca. 43 nA

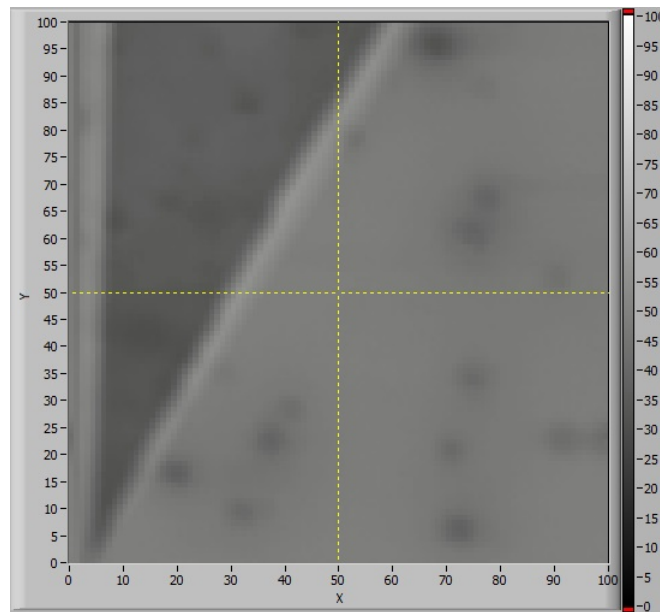


Abbildung 8: Probenstrombild von Probe 3 Aufnahme mit 4keV und Probenstrom von ca. 130 nA

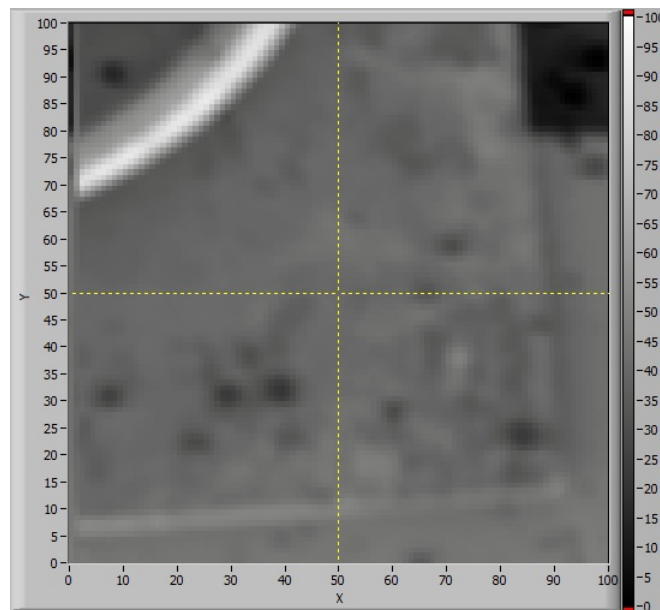


Abbildung 9: Probenstrombild von Fixierung Aufnahme mit 4keV und Probenstrom von ca. 110 nA

Die Aufnahmen stellen die jeweiligen Objekte immer horizontal gespiegelt dar. Der unterschiedliche Probenstrom deutet darauf hin, dass je nach Untergrund die Elektronen mehr oder weniger stark gestreut wurden und nicht über Probe und Zählwerk zurück geleitet.

4.2 Silber-Spektrum, Messparameter und Geometriefaktor

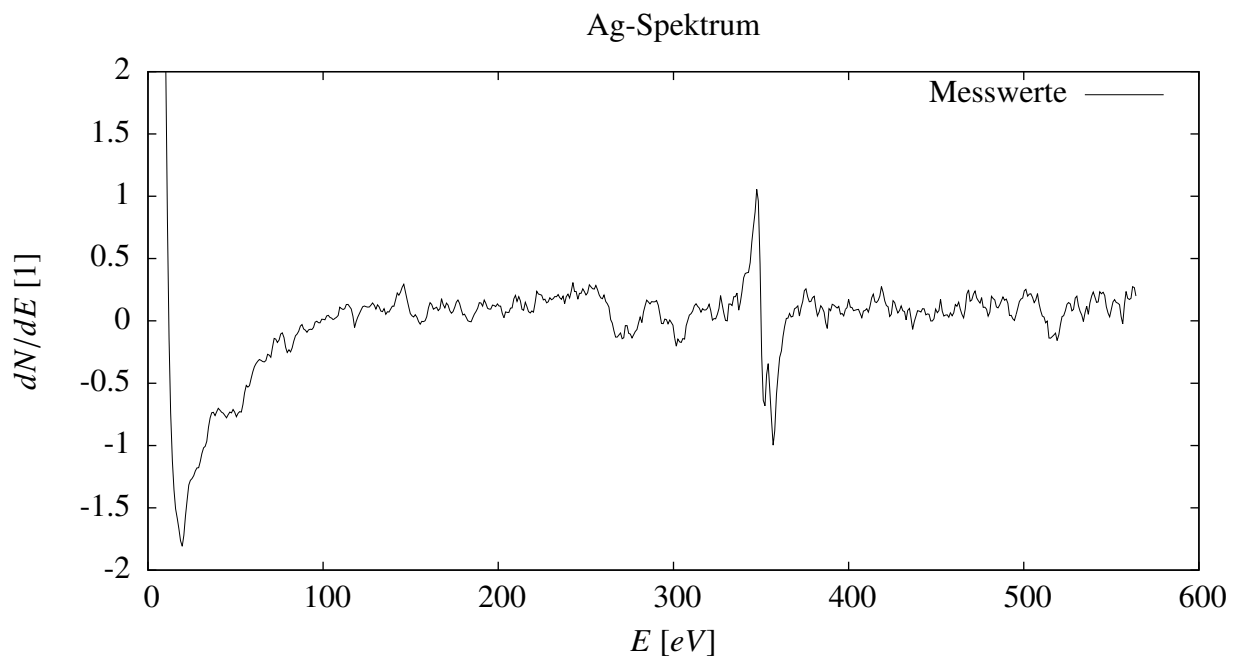


Abbildung 10: Parameter: Modulationsspannung 2V, AQ 120s, Empfindlichkeit 1mV, Zeitkonstante 300ms, Phase 12°

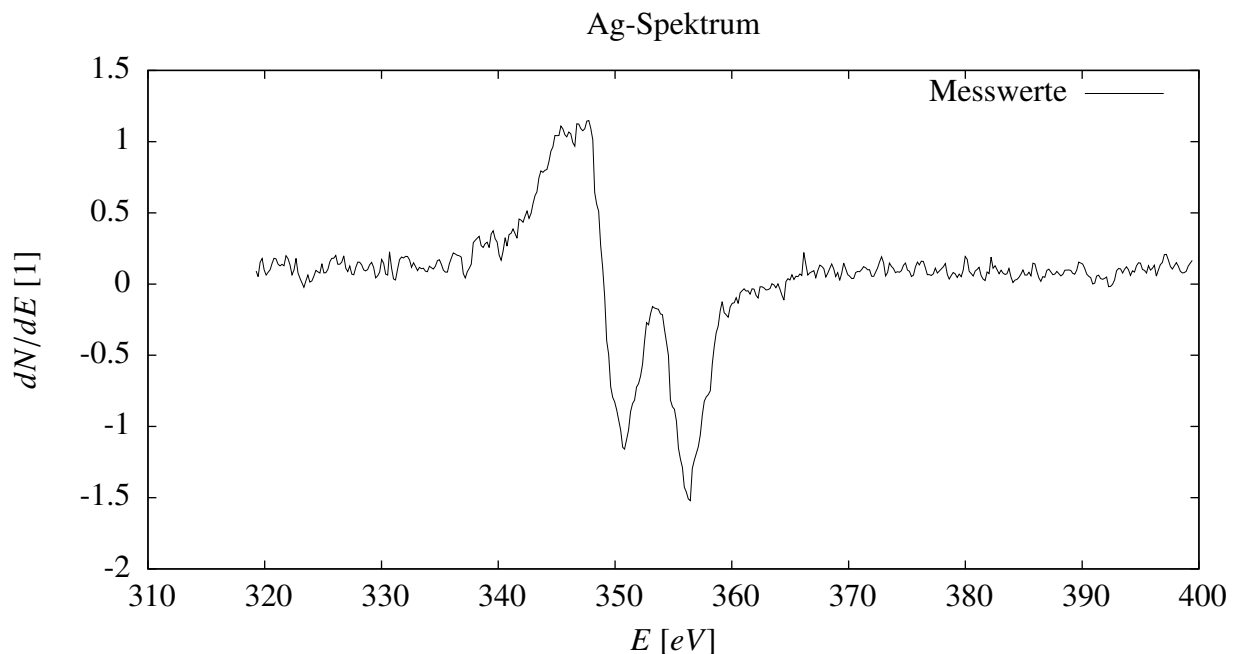


Abbildung 11: Parameter: Modulationsspannung 2V, AQ 120s, Empfindlichkeit 1mV, Zeitkonstante 300ms, Phase 12°

Zu sehen ist das Auger-Elektronen-Spektrum von Silber (Ag) in differentieller Form in einem CMA-Spannungsbereich von 0 bis 350 V. Und damit in einem Energiebereich von 0 bis 570 eV (Geome-

triefaktor $K = 1,624$ siehe unten). Gut zu erkennen ist der charakteristische Doppelpeak. Die beiden Minima sind im vergrößertem Ausschnitt abzulesen:

Dabei konnten im verwendeten Messprogramm folgende Werte abgelesen werden:

- $U_{min}^{(1)} = 216.0V$
- $U_{min}^{(2)} = 219.4V$

Der Geometriefaktor K wurde anhand dieser beiden Peaks und den zugehörigen Tabellenwerten 351eV bzw. 356eV bestimmt (dem Katalog am Versuchsplatz entnommen):

- $K_1 = \frac{351}{216.0} = 1.625$
- $K_2 = \frac{356}{219.4} = 1.623$

$$\Rightarrow \bar{K} = 1.624$$

Alle weiteren Auger-Spektren wurden mit diesem Geometriefaktor skaliert. Im Folgenden soll nun der Einfluss der verschiedenen Messparameter betrachtet werden.

4.2.1 Modulationsspannung

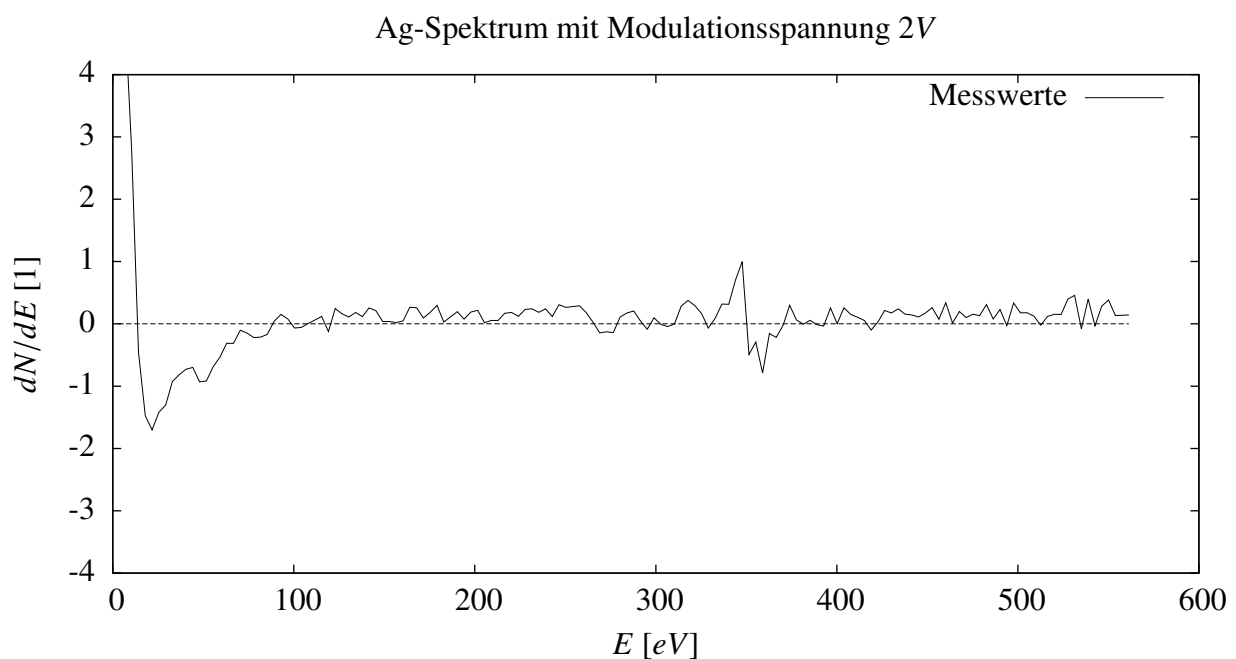


Abbildung 12: Parameter: AQ 30s, Empfindlichkeit 1mV, Zeitkonstante 100ms, Phase 0°

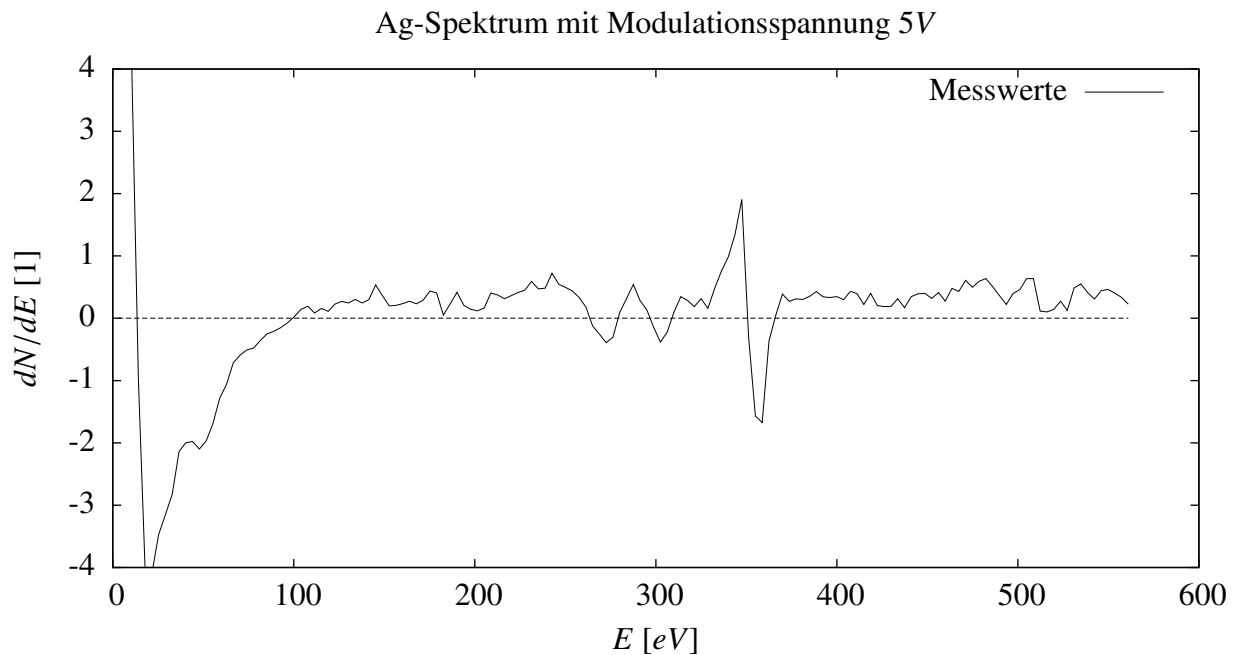


Abbildung 13: Parameter: AQ 30s, Empfindlichkeit 1mV, Zeitkonstante 100ms, Phase 0°

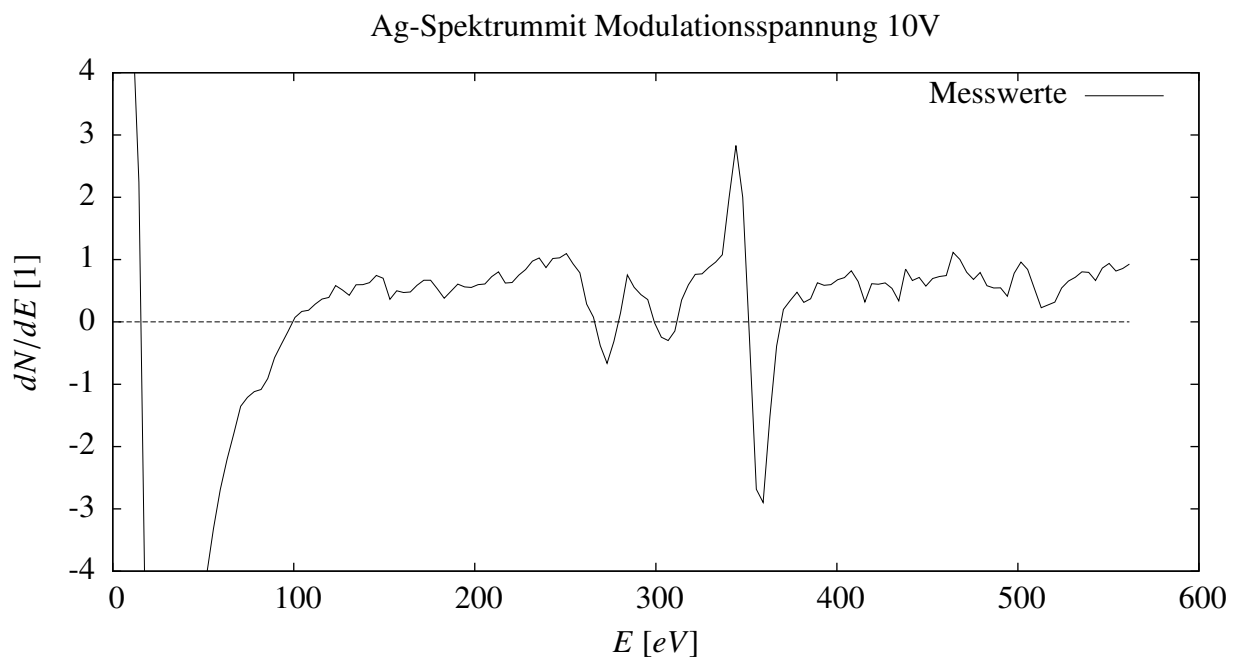


Abbildung 14: Parameter: AQ 30s, Empfindlichkeit 1mV, Zeitkonstante 100ms, Phase 0°

Betrachtet man Peak-Höhe und Rauschen so fällt auf, dass die Silberpeaks bei 5V doppelt so hoch sind (bei gleicher Empfindlichkeit, Skalierung etc.), wie bei 2V. Dagegen hat das Rauschen nur minimal bis nicht zugenommen hat. Allerdings zeigt sich auf vielen Bildern mit 10V Modulation, dass das Rauschen zwar nicht unbedingt an Intensität zunimmt, aber die Kurven im Allgemeinen nach oben verschoben ist. Auf jeden Fall lässt sich durch höhere Modulationsspannung ein besseres Signal/Rausch-Verhältnis erhalten. Damit verstärken sich die Extrema, wobei jedoch zu beachten ist,

dass keine Peak Abstände unterhalb der Modulationsspannung mehr aufgelöst werden können, da über diese hinweg gemittelt wird. Die Kurve wird also glatter.

4.2.2 Zeitkonstante

Die Zeitkonstante stellt ein Maß dafür da, über wie viele Samples das Signal gemittelt wird. Die folgenden Spektren veranschaulichen dieses Verhalten:

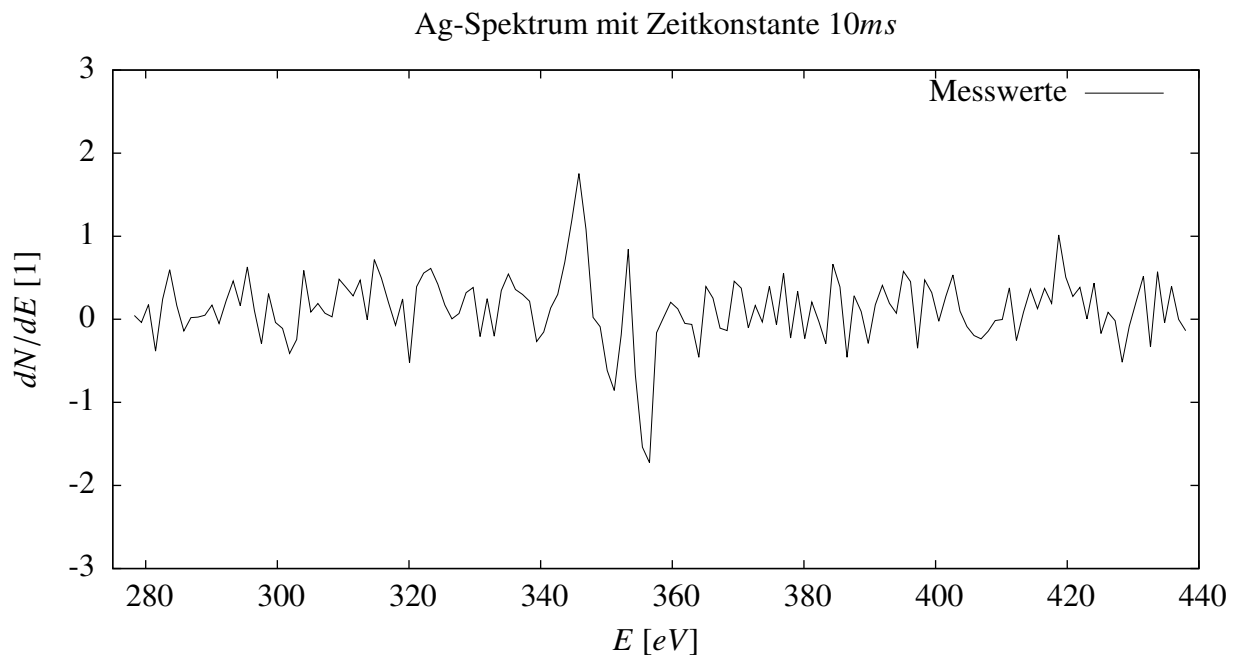


Abbildung 15: Parameter: Modulationsspannung 2V, AQ 30s, Empfindlichkeit 1mV, Phase 0°

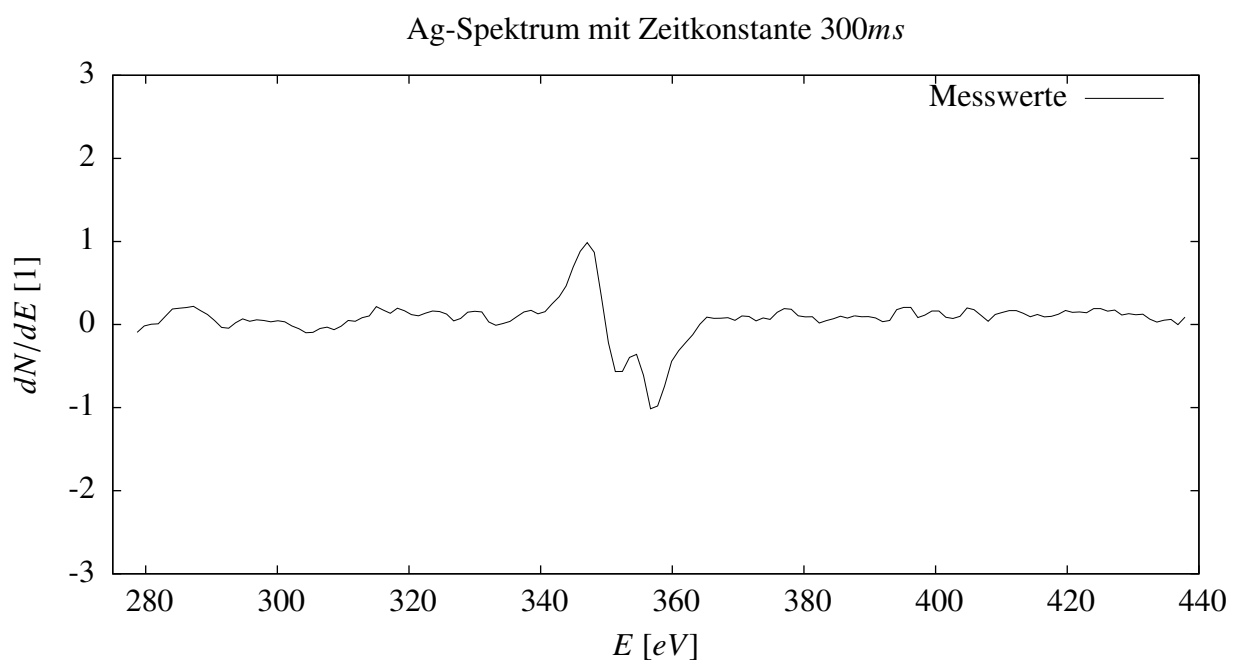


Abbildung 16: Parameter: Modulationsspannung 2V, AQ 30s, Empfindlichkeit 1mV, Phase 0°

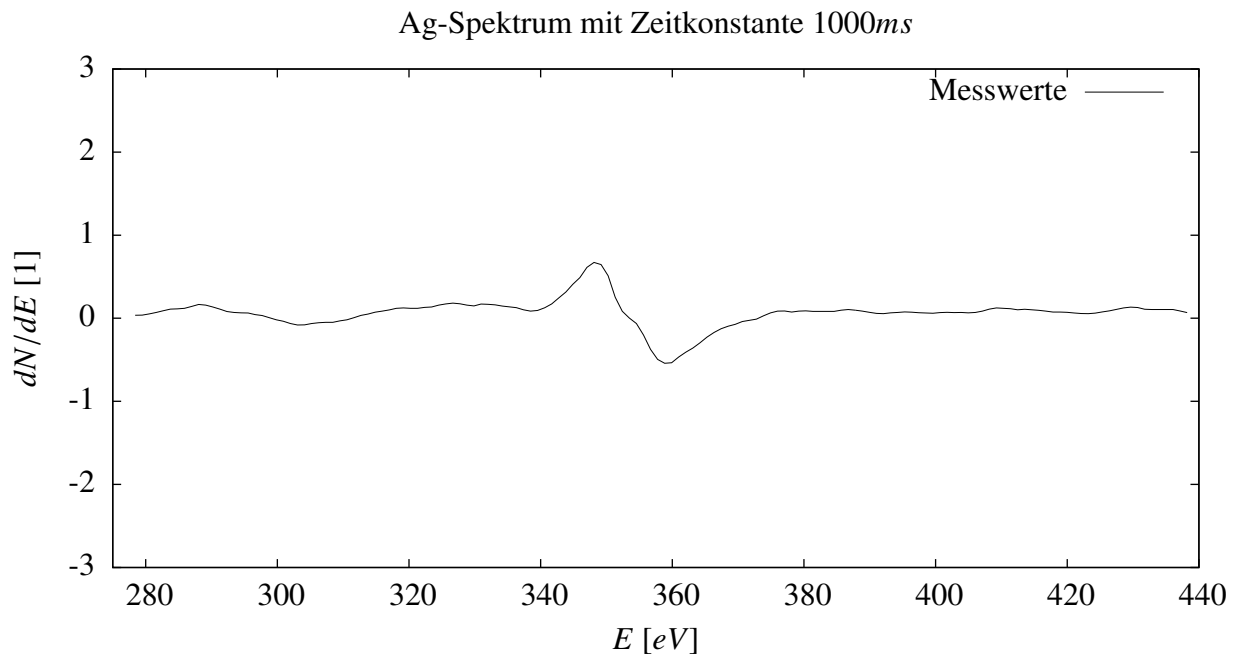


Abbildung 17: Parameter: Modulationsspannung 2V, AQ 30s, Empfindlichkeit 1mV, Phase 0°

Es ist nun erkennbar, dass durch die zeitliche Mittelung ein besseres Signal-Rausch-Verhältnis erlangt werden kann. Wählt man die Zeitkonstante jedoch zu groß, so wird das Auflösungsvermögen drastisch verringert. Eine einfache Rechnung zeigt, über wie viel Elektronenvolt gemittelt wird:

$$\Delta E = \frac{\Delta U_{CMA} \cdot K \cdot \text{Zeitkonstante}}{\text{Aquisitiontime}}$$

Spannungsbereich und Aquisitiontime wurden bei den drei Aufnahmen nicht verändert.

$$\frac{\Delta U_{CMA} \cdot K}{\text{Aquisitiontime}} = \frac{200V \cdot 1.624}{30s} \approx 10.8 \frac{V}{s}$$

- $10.8Vs^{-1} \cdot 10ms = 108mV$
- $10.8Vs^{-1} \cdot 300ms = 3.25V$
- $10.8Vs^{-1} \cdot 1000ms = 10.8V$

Demnach ist es auch plausibel, dass der Doppelpeak bei 10 und 300ms Zeitkonstante noch zu erkennen war, wogegen er bei 1000ms verschwimmt.

4.2.3 Phase

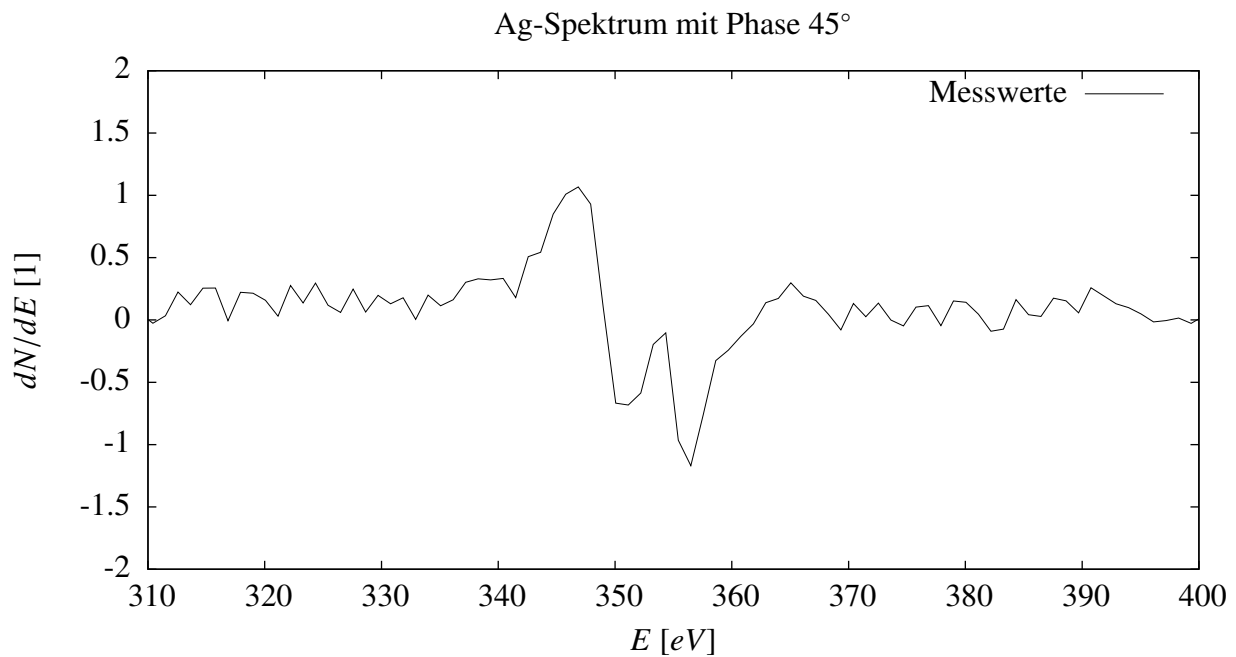


Abbildung 18: Parameter: Modulationsspannung 2V, AQ 30s, Empfindlichkeit 1mV, Zeitkonstante 100ms

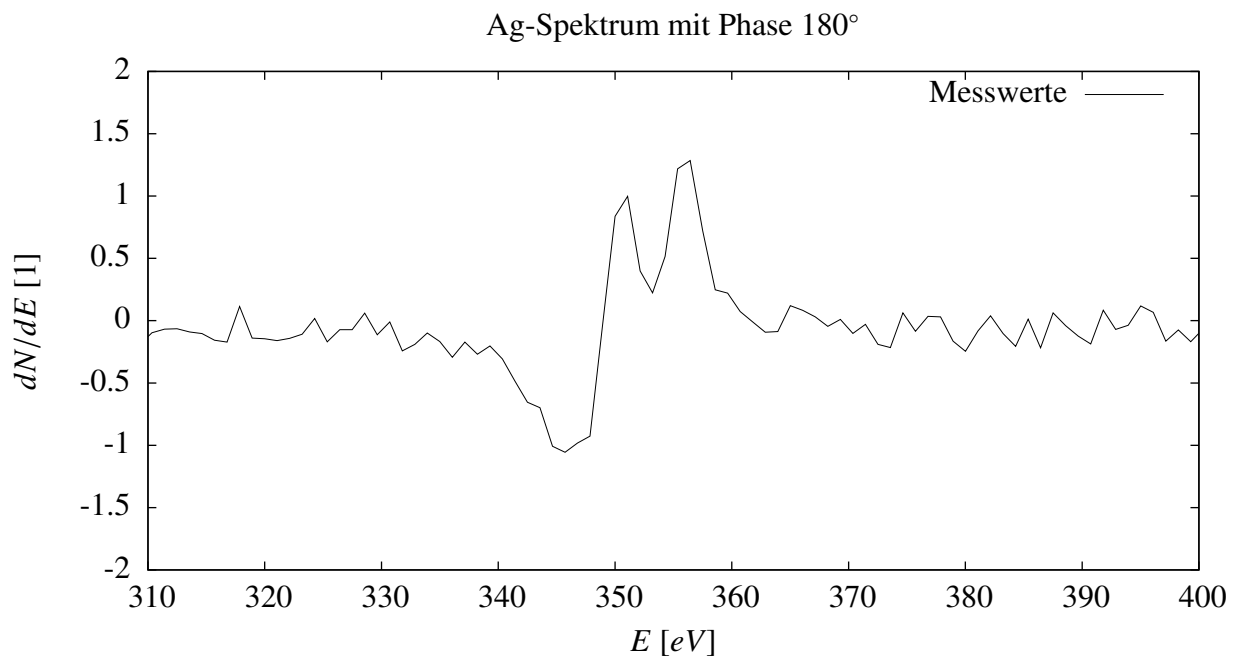


Abbildung 19: Parameter: Modulationsspannung 2V, AQ 30s, Empfindlichkeit 1mV, Zeitkonstante 100ms

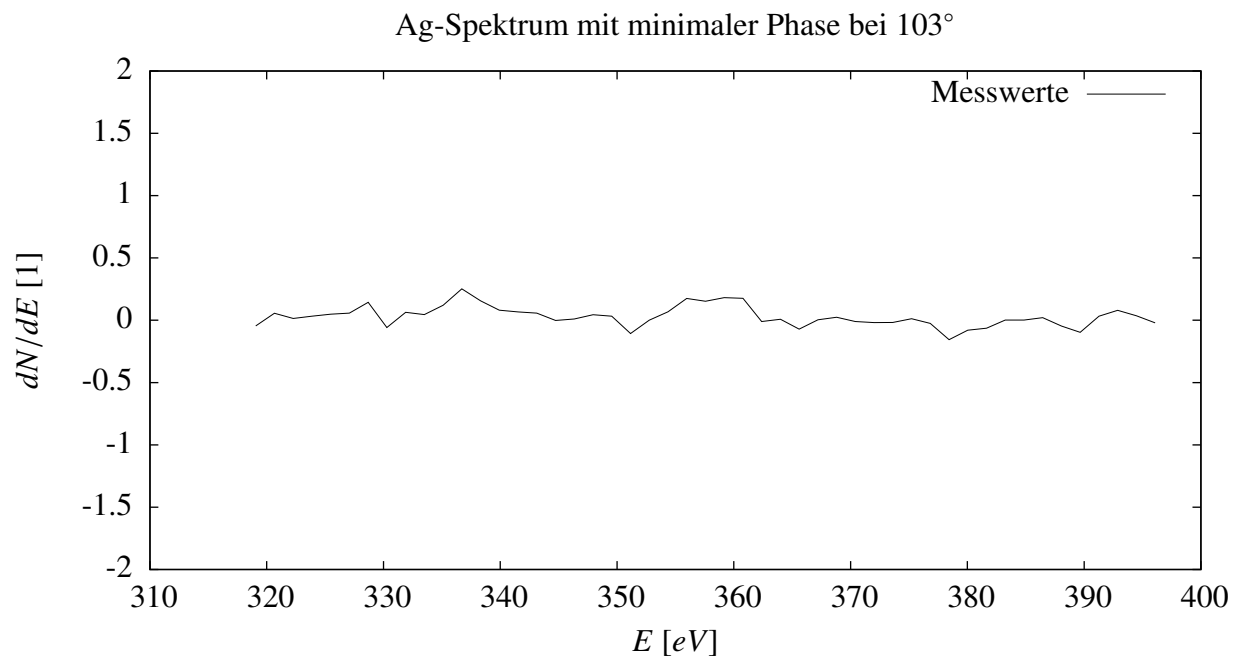


Abbildung 20: Parameter: Modulationsspannung 5V, AQ 10s, Empfindlichkeit 1mV, Zeitkonstante 300ms

Die Phasenverschiebung des Referenzsignals hat maßgeblich Einfluss auf die Amplitude des Signals, jedoch nicht oder kaum auf die Lage der Peaks. Wie vermutet kehren sich bei einer Verschiebung in der Nähe von 180° Minima und Maxima um. Wenn man sich überlegt, wie zwei Sinusfunktionen im Demodulator multipliziert werden, so ergeben sie ohne Phasenverschiebung eine stets positive \sin^2 -Funktion, mit einer Verschiebung von 180° jedoch eine stets negative $-\sin^2$ Funktion. Diese Überlegung macht den Vorzeichenwechsel plausibel. Bei 103° verschwand das Signal nahezu ganz. Folglich muss der Phasenwinkel des maximalen Signals 90° darunter liegen. Damit gilt also:

$$\varphi_{max} = 13^\circ$$

Alle folgenden Spektren wurden mit einer Phasenverschiebung von 12° aufgenommen.

4.3 Analyse der Proben

4.3.1 Probenhalter

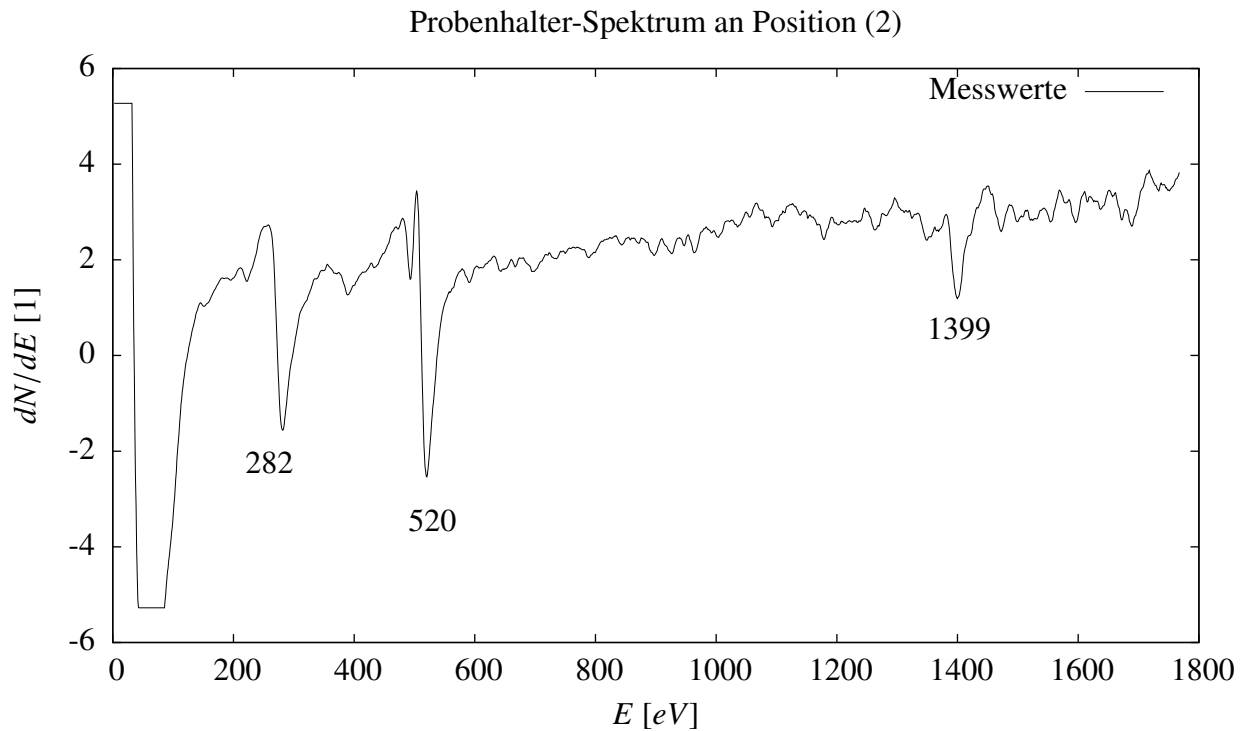


Abbildung 21: Parameter: Modulationsspannung 10V, AQ 6min, Empfindlichkeit 0.1mV, Zeitkonstante 3s, Phase 12°

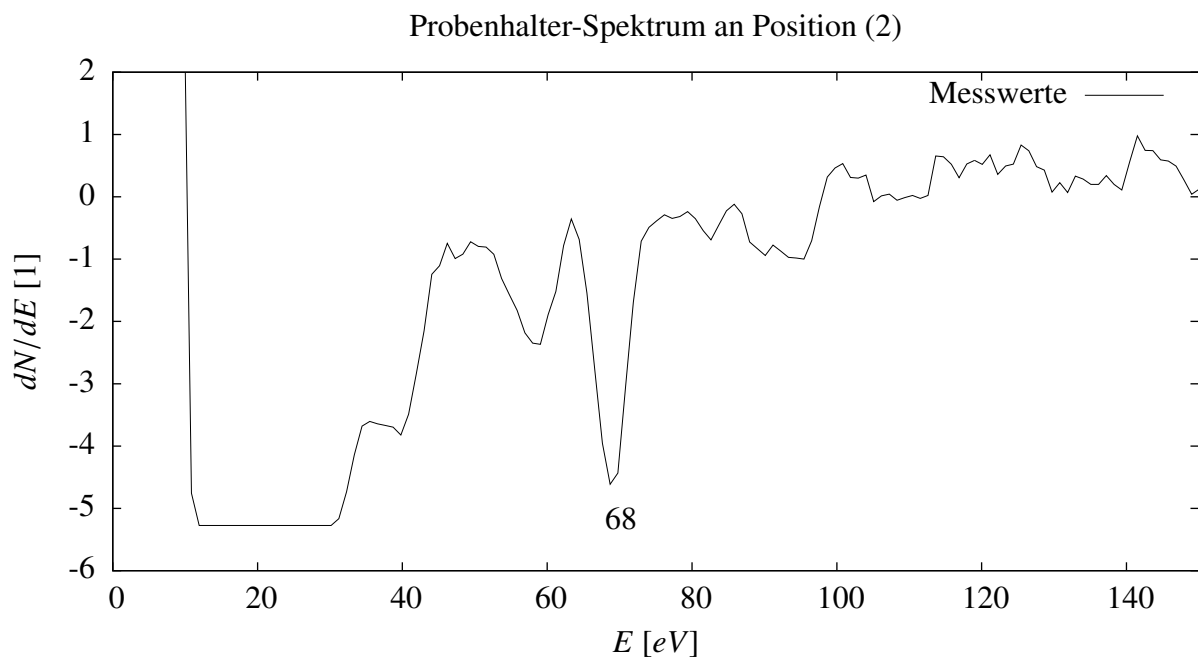


Abbildung 22: Parameter: Modulationsspannung 5V, AQ 60s, Empfindlichkeit 0.3mV, Zeitkonstante 300ms, Phase 12°

Das erste Spektrum des Probenhalters zeigt drei ausgeprägte Minima. Diese wurden durch ein selbst-geschriebenes Programm ermittelt, wobei die jeweiligen Ergebnisse unterhalb der jeweiligen Peaks im Spektrum eingetragen wurden. Um auch den übersteuerten niederenergetischen Bereich zu vermessen wurde ein weiteres Spektrum mit geringerer Empfindlichkeit gemessen.

Auch hier wurde der markanteste Peak markiert. Durch Vergleiche mit bereits vorhandenen Spektren aus [1] (siehe Anhang), konnten folgende Elemente mit den jeweiligen Peak-Peak-Intensitäten nachgewiesen werden:

Kohlenstoff (C): 4.29 bei 282eV (chemische Verschiebung des Energieniveaus)

Sauerstoff (O): 5.97 bei 520eV (chemische Verschiebung des Energieniveaus)

Aluminium (Al): 1.76 bei 1399eV

Aluminium (Al): 4.32 bei 68eV (nicht mit den anderen Werten vergleichbar)

Berechnung der relativen Konzentrationen am Beispiel von Kohlenstoff (relative Empfindlichkeitsfaktoren aus [2] entnommen):

$$\begin{aligned}c(C) &= \frac{I(C)/S(C)}{I(C)/S(C) + I(O)/S(O) + I(Al)/S(Al)} \\&= \frac{4.29/0.14}{4.29/0.14 + 5.97/0.40 + 4.32/0.19} \\&= 0.55\end{aligned}$$

Analog folgt für alle gefundenen Elemente:

- $c(C) = 0.55$
- $c(O) = 0.27$
- $c(Al) = 0.17$

Das Verhältnis von Aluminium zu Sauerstoff beträgt in etwa 2:3. Daraus lässt sich schließen, dass Aluminium und Sauerstoff in der Verbindung Al_2O_3 (Aluminiumoxid) an der Oberfläche vorkommen. Dies bestätigt, dass es sich bei dem Probenhalter um einen Großteil Aluminium handelt, da dieses an der Oberfläche immer eine Oxidschicht ausbildet. Aufgrund der chemischen Verschiebung des Kohlenstoff-Peaks ist zu erwarten, dass auch Kohlenstoff an der Oberfläche nur in gebundener Form vorliegt. Das hohe Vorkommen von Kohlenstoff deutet hier auf diverse Verunreinigungen des Probenhalters hin.

4.3.2 Probe 3

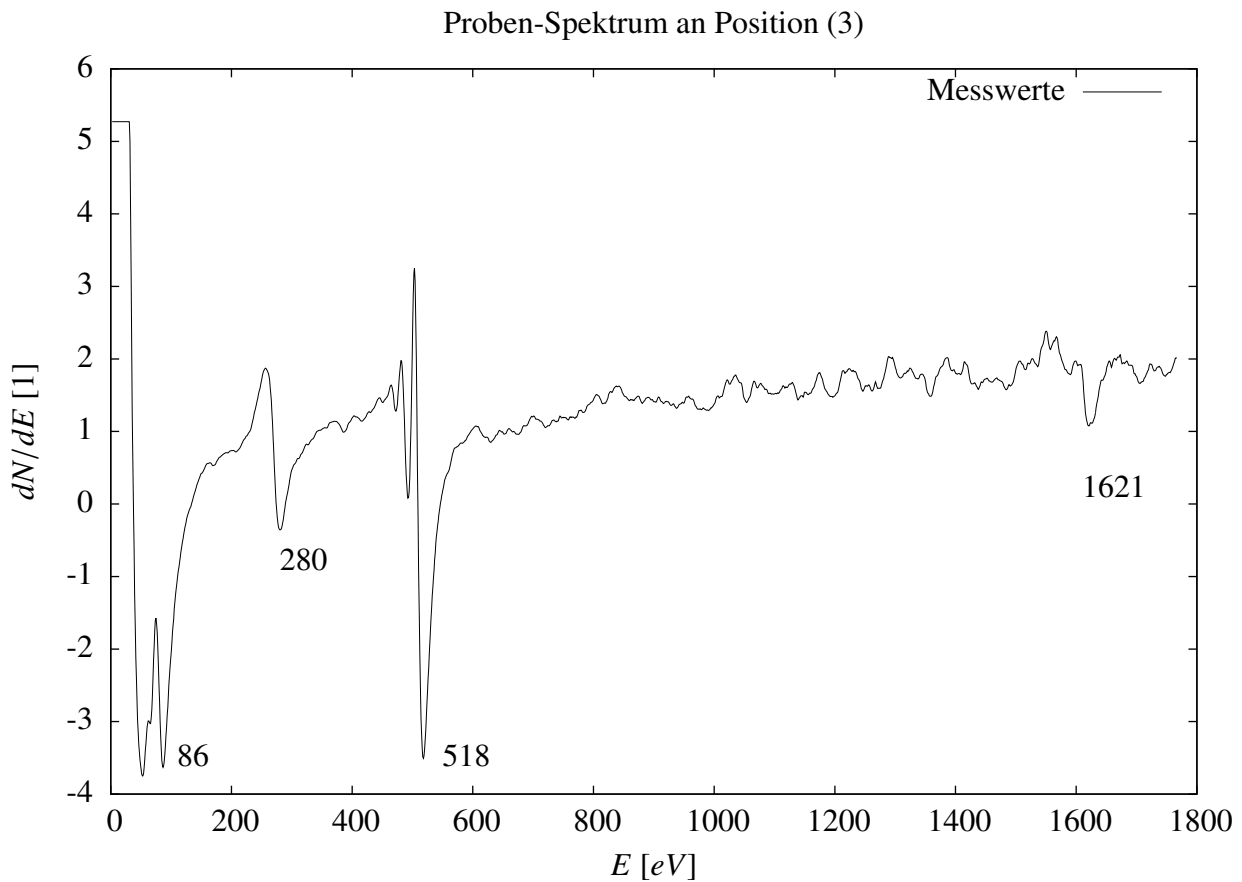


Abbildung 23: Parameter: Modulationsspannung 5V, AQ 6min, Empfindlichkeit 0.3mV, Zeitkonstante 3s, Phase 12°

Kohlenstoff (C): 2.23 bei 280eV (chemische Verschiebung des Energieniveaus)

Sauerstoff (O): 6.76 bei 518eV (chemische Verschiebung des Energieniveaus)

Silizium (Si): 0.90 bei 1621eV

Silizium (Si): 2.06 bei 86eV

Es folgt:

- $c(C) = 0.44$
- $c(O) = 0.47$
- $c(Si) = 0.09$

Der Glanz der Probe auf dem fotografierten Bild und das Auftreten von Silizium und Sauerstoff könnten eine Zusammensetzung ähnlich von Glas (SiO_2) vermuten lassen. Jedoch zeigen die relativen Konzentrationen damit keine Übereinstimmung. Grundsätzlich kann die Probe durch Sauer- und Kohlenstoff auch stark verunreinigt sein. Des Weiteren gibt es die Möglichkeit, dass im nicht-aufgenommenen Bereich andere Peaks liegen, welche zusätzliche Aussagen über die Stoffzusammensetzung geben würden (maximaler Span: 2000V). Es ist uns nicht möglich anhand des gegebenen Spektrums weitere Aussagen über die Oberfläche der Probe zu treffen.

4.4 Einfluss des Elektronenstrahls auf die Probe

Folgendes Probenstrombild wurde vor der Messung eines Auger-Spektrums über Probe 3 aufgenommen:

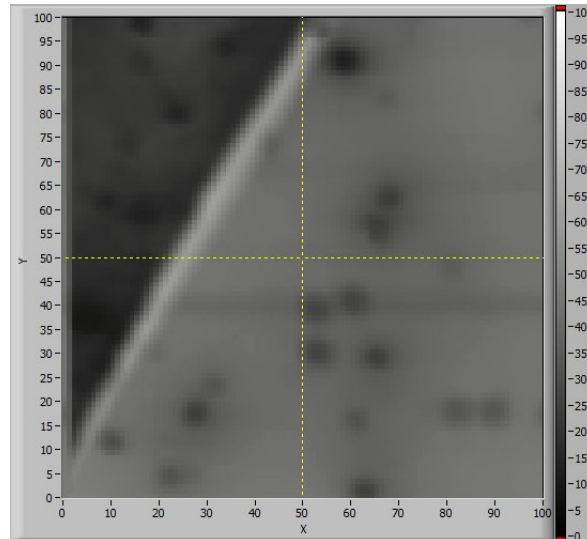


Abbildung 24: Probenstrombild der Probe 3 vor der Aufnahme eines Auger-Spektrums

Durch eine weitere Aufnahme eines Probenstrombilds nach der Messung war nun deutlich, dass der Elektronenstrahl die Oberfläche leicht verändert.

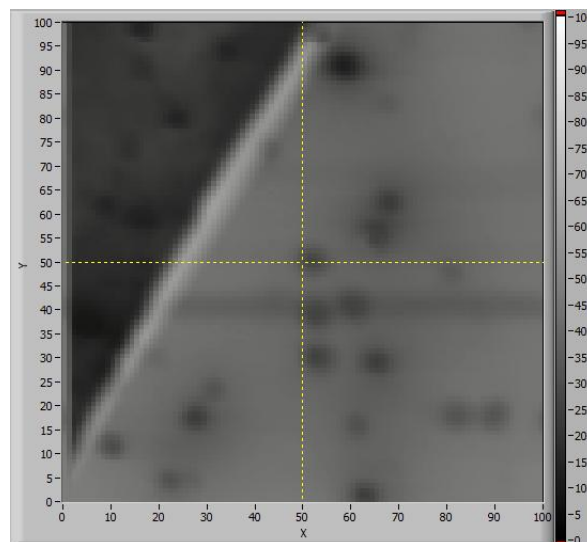
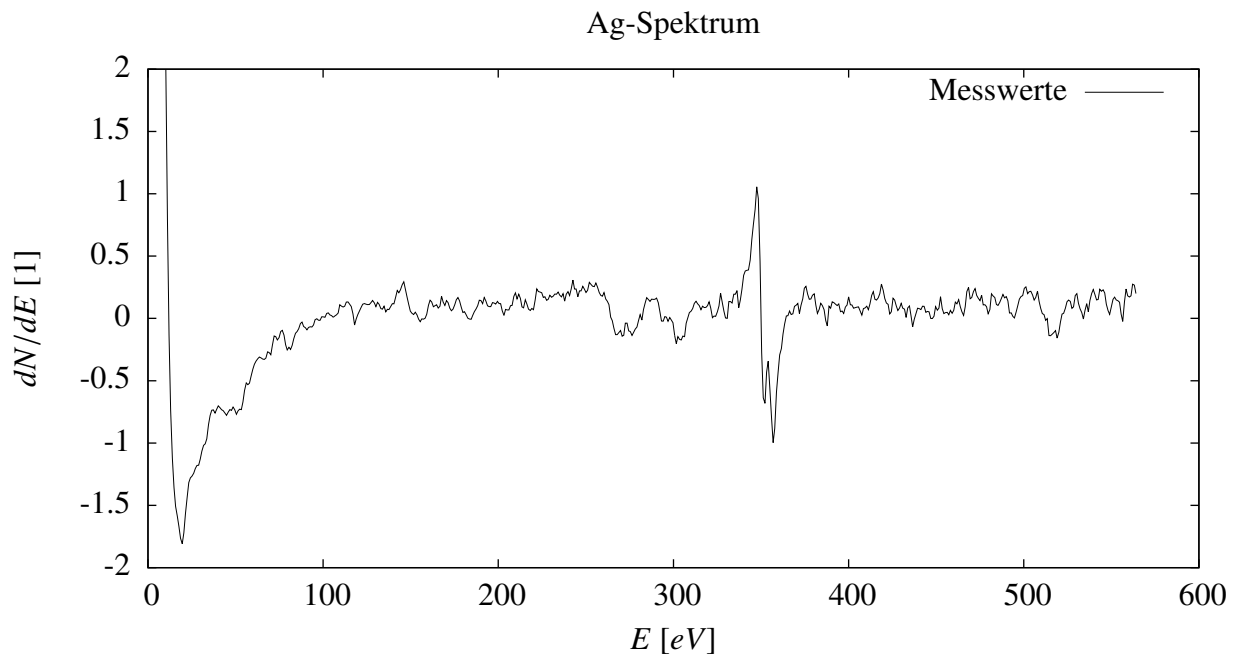


Abbildung 25: Probenstrombild der Probe 3 nach der Aufnahme des Auger-Spektrums

Die dunkle Verfärbung bedeutet hierbei einen geringeren Probenstrom an der bestrahlten Stelle. Es fließen also nicht so viele Elektronen an dieser Stelle ab, wie vorher. Sie müssen aus diesem Grund stärker reflektiert werden. Dies deutet daraufhin, dass an der untersuchten Stelle das Material glatter geworden ist (bzw. von einer dünnen Verunreinigungsschicht befreit worden ist).

4.5 Sputtering

Zum Vergleich bereits oben gezeigtes Silber-Spektrum vor dem Ionenätzen:



Nach dem Sputtering:

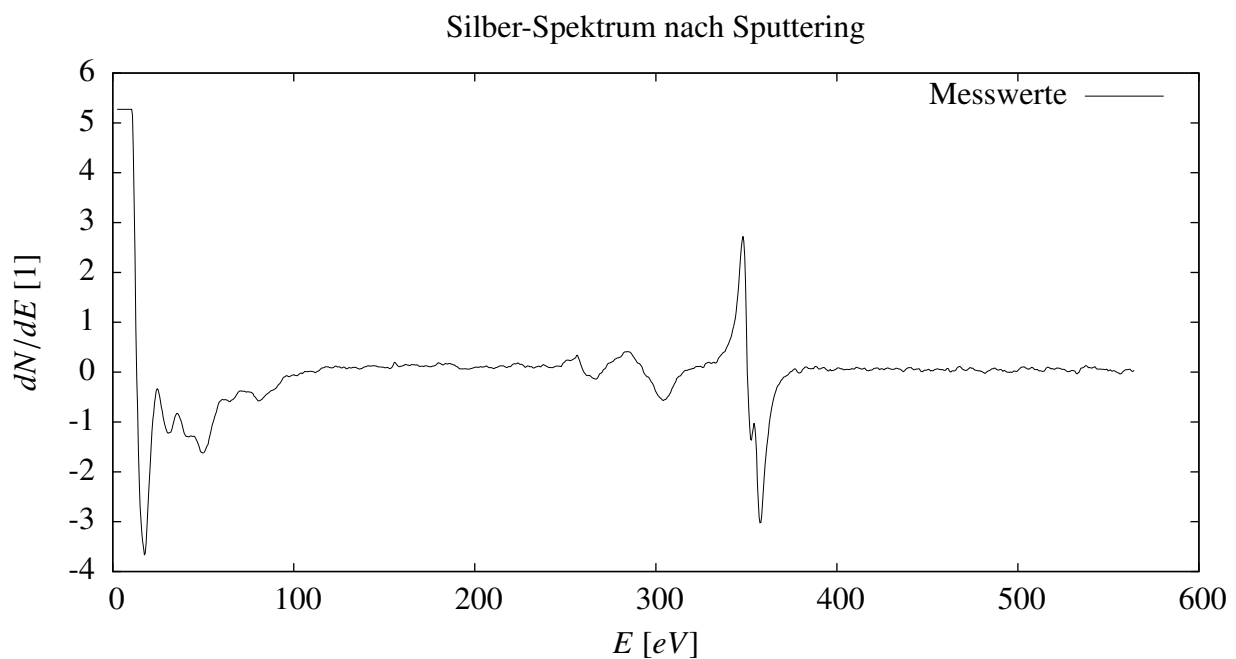


Abbildung 26: Parameter: Modulationsspannung 2V, AQ 4min, Empfindlichkeit 1mV, Zeitkonstante 1s, Phase 12°

Die stark geglättete Kurve zeigt, dass durch das Ionenätzen viele Verunreinigungen und Spurenelemente von der Oberfläche entfernt werden konnten, sodass außer den charakteristischen Silberpeaks kaum noch andere Signale auftreten.

5 Zusammenfassung

Im Versuch sollten sich intensiv mit den Möglichkeiten und Anforderungen der Auger-Elektronen-Spektroskopie auseinandergesetzt werden. Es zeigte sich, dass die AES ein sehr empfindliches und auch aufwendiges Verfahren zur Oberflächenanalyse darstellt, dass bei langer Messzeit, optimalen Parametern und hoher Sauberkeit der Probe auch sehr kleine Konzentrationen von Elementen auf der Oberfläche nachweisen kann. Die erwarteten Peaks von Silber, Sauerstoff, Kohlenstoff und Aluminium stimmten alle in geringen Toleranzbereichen mit den Tabellenwerten überein. Abweichungen ergaben sich vor allem in der Form und erwarteten Intensität der Peaks. So zeigte Sauerstoff oft eine größere Asymmetrie auf, während sie bei Kohlenstoff fehlte. Auch der Doppelausschlag bei Silber zeigte in der Mitte nicht die erwartete Intensität. Dennoch muss man sagen, dass im qualitativen Bereich gute Analysen der jeweiligen Proben vorgenommen werden konnten. Die qualitative Analyse war aufgrund der oft von einer auf die nächste Messung wechselnden Intensitäten und unklaren Peak Abgrenzungen eher schwierig und uneindeutig. Hierfür sind längere Messungen und größere Probenströme notwendig. Überraschend war das hohe Vorkommen von Kohlenstoff auf fast jeder Probe. Aus diesem Grund halten wir Sputtern vor jeder genaueren Spektroskopie für notwendig.

Literatur

- [1] Handbook of auger electron spectroscopy.
- [2] H. J. Mathieu. Auger electron spectroscopy. 2009.
- [3] Schöter/Sojka/Kämmer. Auger-elektronen-spektroskopie (aes).

Anhang

Vergleichsspektren aus [1]

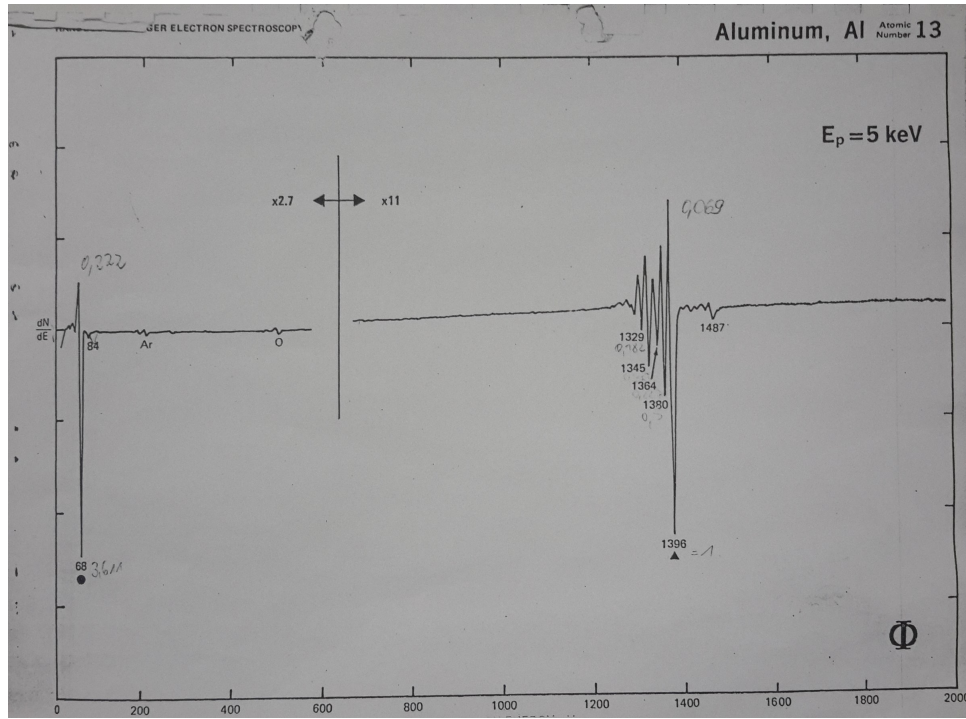


Abbildung 27: Aluminium-Spektrum

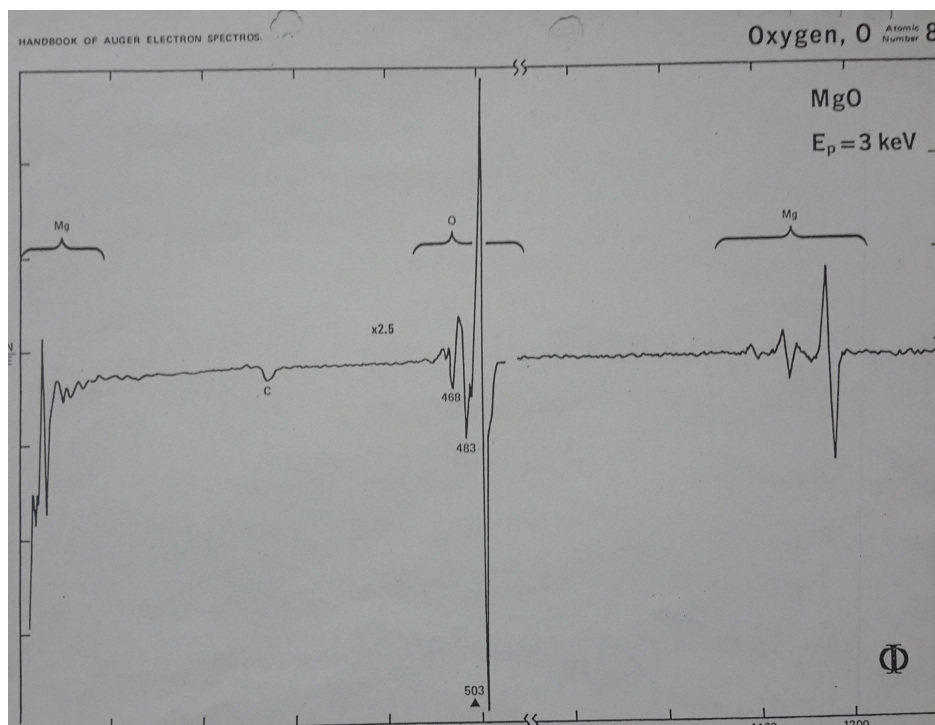


Abbildung 28: Sauerstoff-Spektrum

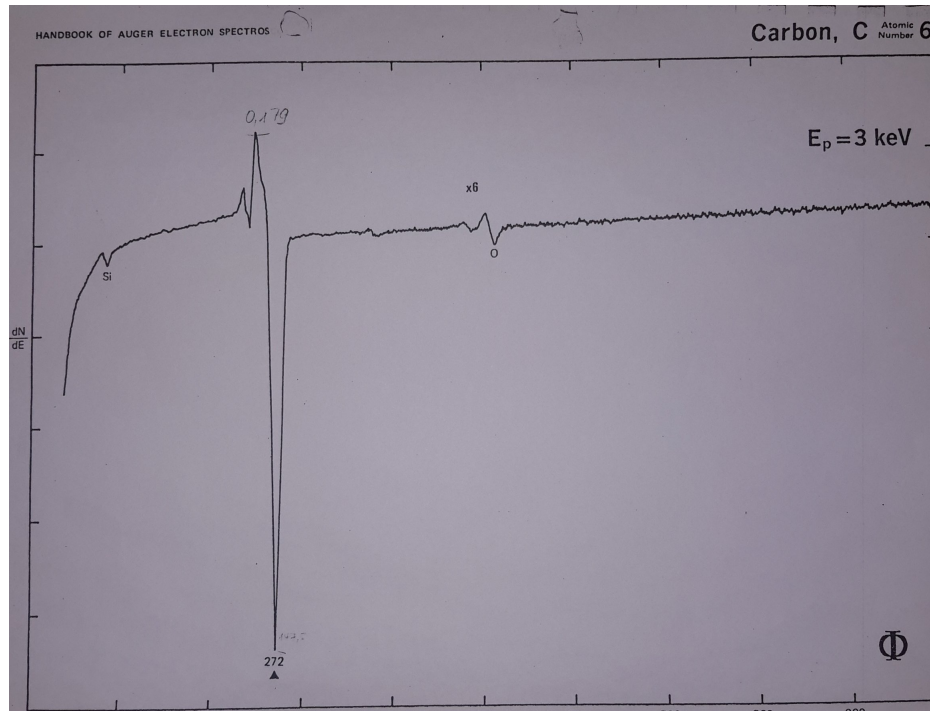


Abbildung 29: Kohlenstoff-Spektrum

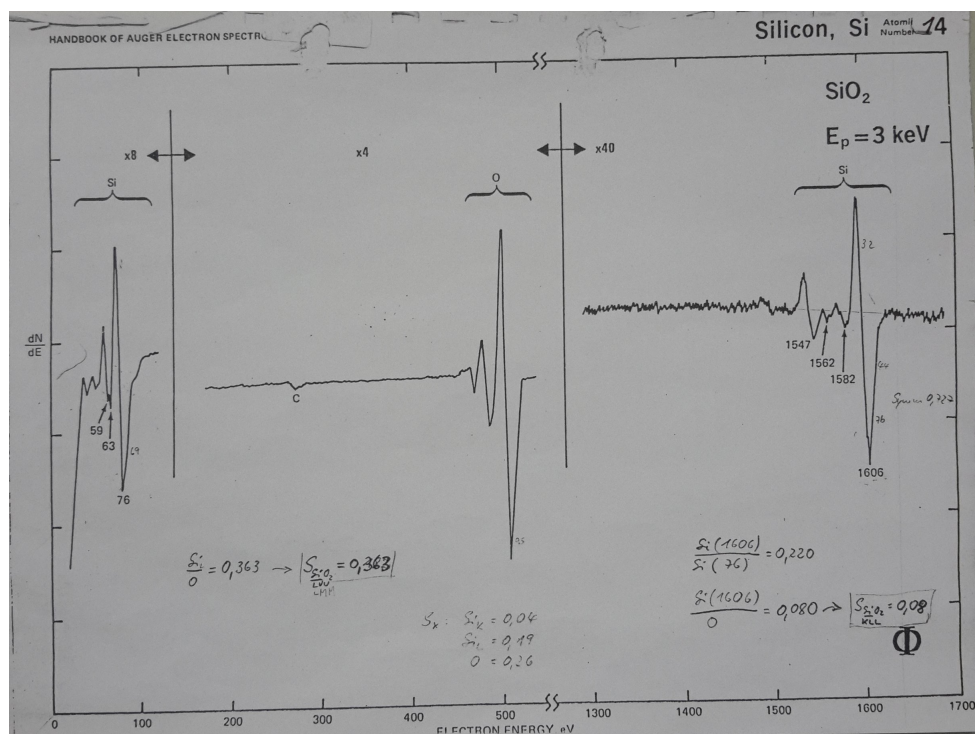


Abbildung 30: Silizium-Spektrum

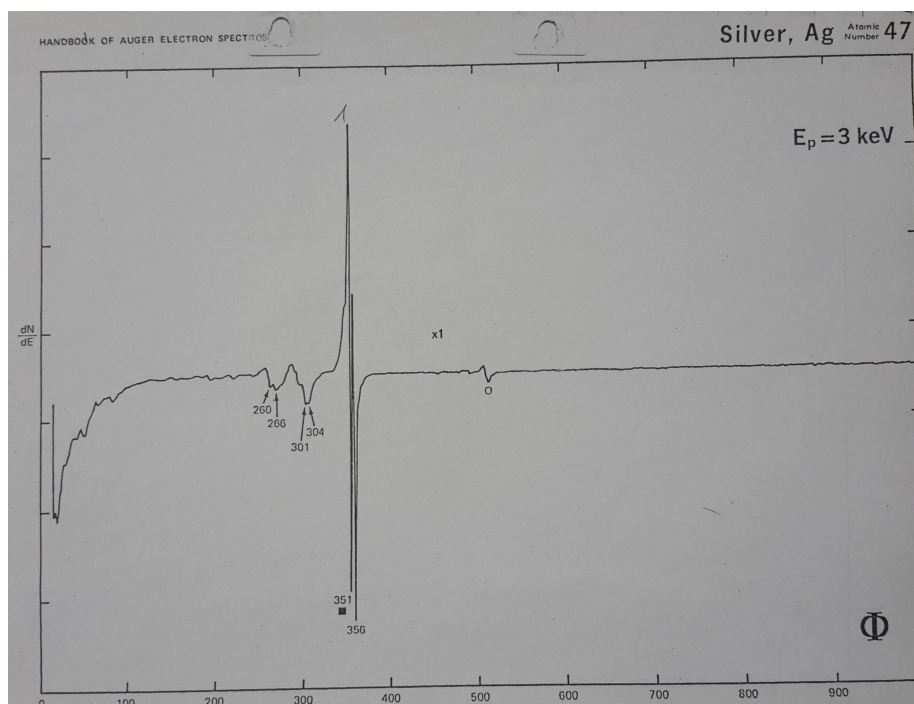


Abbildung 31: Silber-Spektrum