

# Röntgen-Photoelektronen-Spektroskopie (XPS)

Die Röntgen-Photoelektronen-Spektroskopie erlaubt als oberflächenanalytische Methode den Nachweis aller chemischen Elemente (außer Wasserstoff) ab einer Konzentration von ungefähr 1%, zugleich aber auch Aussagen über die chemische Umgebung, Bindung und Oxidationsstufe der untersuchten Elemente [1, 2].

Von großer Bedeutung ist die Methode zur Konstitutionsermittlung von Verbindungen in Oberflächen von Festkörpern, zur Bestimmung der Art und Dicke von Korrosionsschichten, zur Untersuchung von festen Katalysatoren, Passivierungserscheinungen, Adsorptionseffekten und Vorgängen bei der Oberflächenbehandlung.

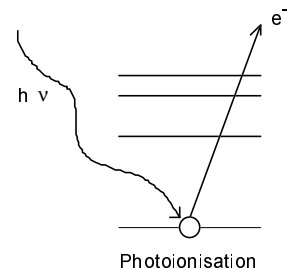
## 1 Elektronenanregung

Die beiden Arten der Photoelektronenspektroskopie unterscheiden sich in der Art der Strahlung, mit der Elektronen aus der Probe herausgelöst werden:

- Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS: x-ray (induced) photoelectron spectroscopy oder ursprünglich ESCA: electron spectroscopy for chemical analysis), die zumeist an Festkörpern angewandt wird,
- Ultraviolettphotoelektronenspektroskopie (UPS: ultraviolet photoelectron spectroscopy oder PES: photoelectron spectroscopy), auch an Gasen und Dämpfen,

von denen die erste im Rahmen dieser Abhandlung näher betrachtet werden soll.

Bestrahlt man Materie mit monochromatischer Röntgenstrahlung ausreichender Energie, so werden Elektronen aus bestimmten (meist inneren) Bahnen "herausgeschossen". Abbildung 1 gibt den *Photoionisation* genannten Vorgang schematisch wieder.



**Abb. 1:**

Photoionisation

Die kinetische Energie ( $E_{kin}$ ) dieser Primärelektronen ist in erster Näherung durch die Differenz der Energien der auslösenden Strahlung ( $h\nu$ ) mit der der Bindung der Elektronen ( $E_B$ ) gegeben, entsprechend Gl. (1)

$$E_{kin} = h\nu - E_B \quad (1).$$

Die Bindungsenergien der Elektronen sind elementcharakteristisch. Damit läßt sich der Elementnachweis immer eindeutig führen. Bei Koinzidenzen von Linien verschiedener Elemente können in der Regel genügend andere Photoelektronenlinien ausgewertet werden, die sich nicht überlagern.

Als chemische Verschiebung wird bei der XPS die Verschiebung der Bindungsenergien der Elektronen in Abhängigkeit von der chemischen Umgebung (Bindungszustand, Wertigkeit und Art der umgebenden Liganden usw.) bezeichnet. Die Bindungsenergie kann in einem Bereich bis zu etwa 10 eV variieren, je nach Größe der effektiven Kernladung, die das Elektron erfährt.

An die Photoionisation können sich folgende Prozesse anschließen:

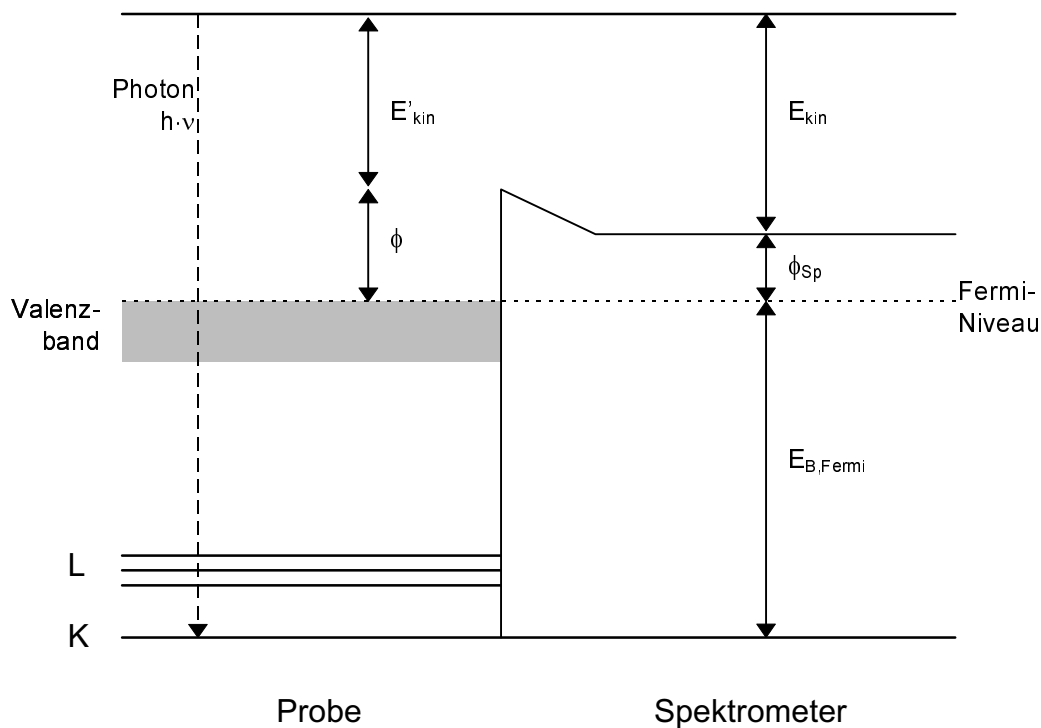
- Erzeugung eines Auger-Elektrons. Dieser Prozeß herrscht bei den leichteren Elementen vor. Die kinetische Energie der Augerelektronen ist **unabhängig** von der Energie der anregenden Strahlung. Folglich können sie (wenn sie nicht an ihrer charakteristischen Form erkannt werden können) durch Messung mit zwei verschiedenen Röntgenanregungsenergien von den Photoelektronenlinien eindeutig unterschieden werden.
- Emission charakteristischer Röntgenstrahlung, wobei vorwiegend bei den schwereren Elementen höhere Intensitäten auftreten.
- Autoionisation.

## 2 Bindungsenergie [2]

Befindet sich die zu untersuchende Probe in leitendem Kontakt mit dem Spektrometer, so haben beide das gleiche Fermi-Niveau. Um nun freie Elektronen der Geschwindigkeit 0 zu erhalten, muß zusätzlich zum Energiebetrag  $E_{B,Fermi}$  die Austrittsarbeit  $\phi_{Sp}$  des Spektrometers aufgebracht werden. Die kinetische Energie der emittierten Elektronen ergibt sich dann zu

$$E_{kin} = h\nu - E_{B,Fermi} - \phi_{Sp} \quad (2)$$

(s. a. Abb. 2).



**Abb. 2:** Schematisches Energiediagramm, Probe und Spektrometer sind leitend miteinander verbunden.  $E'_{kin}$  bezeichnet die kinetische Energie des aus der Probe „herausgeschossenen“ Elektrons.  $\phi$  beschreibt die Austrittsarbeit der Probe.  $E_{kin}$  ist die kinetische Energie des Elektrons, wie sie im Spektrometer gemessen wird (nach [3]).

Die Austrittsarbeit  $\phi_{Sp}$  des Spektrometers ist eine Konstante, die durch Messung einer Substanz mit bekannter Bindungsenergie  $E_{B,Fermi}$  bestimmt werden kann.

Bei nichtleitenden Proben tritt wegen des dauernden Elektronenverlusts eine Probenaufladung auf. Die emittierten Elektronen müssen dann das Aufladungspotential zusätzlich überwinden, so dass eine niedrigere kinetische Energie und damit verbunden eine scheinbar höhere Bindungsenergie resultiert. Um eine dadurch bedingte Verfälschung der Messwerte zu vermeiden, beschießt man entweder die Probe mit Elektronen, die die Aufladung aufheben, oder bestimmt die Größe der Aufladung durch Messung einer bekannten Bindungsenergie einer Vergleichssubstanz (z. B. Gold), die auf die Probe aufgebracht wurde.

Wird aus einem gegebenen Niveau ein Elektron entfernt, so ordnen sich die übrigen Elektronen im Sinne einer Stabilisierung des positiven Rumpfes um. Die Bindungsenergie des emittierten Elektrons ist daher um diese freiwerdende Stabilisierungsenergie, auch Relaxationsenergie genannt, verringert. Meistens wird die Relaxationsenergie vernachlässigt, d. h. man nimmt an, dass die nicht emittierten Elektronen in ihren Orbitalen "eingefroren" bleiben, und betrachtet die Bindungsenergie als negativen Eigenwert eines gegebenen Orbitals (KOOPMANS' THEOREM [4]). Der

Fehler, der dadurch entsteht, ist beträchtlich, jedoch kann angenommen werden, dass die Relaxationsenergie für ein gegebenes Orbital annähernd konstant ist, also wenig von der chemischen Umgebung abhängt [2].

## 3 Spektreninterpretation

### 3.1 Linienbreite [2,5]

Wenn die zu untersuchende Probe aus Atomen in verschiedenen chemischen Zuständen besteht, sind die Differenzen in den Bindungsenergien der Elektronen der verschiedenen Zustände zum Teil sehr gering. Um zu wissen, welche Linien im Spektrum noch getrennt werden können, benötigt man Informationen zur Linienbreite, die im wesentlichen von folgenden Faktoren abhängt:

- Natürliche Linienbreite der Röntgenquelle: Sie wächst mit steigender Ordnungszahl ( $Z$ ) des Antikathodenmaterials. Für die beiden wichtigsten Röntgenquellen beträgt sie 0,9 eV (Al- $K_{\alpha}$ -Strahlung) bzw. 0,8 eV (Mg- $K_{\alpha}$ -Strahlung).
- Natürliche Linienbreite der untersuchten Energieniveaus: Diese ist verknüpft mit der Lebensdauer des Endzustands gemäß der Heisenbergschen Unschärferelation  $\Delta E = h / 2\pi \Delta t$ . Die Lebensdauer der Elektronenlöcher nimmt mit zunehmender Bindungsenergie ab und hängt für innere Schalen hauptsächlich von der Auger-Übergangsrate ab. Meistens liegt diese natürliche Linienbreite im Bereich von einigen Zehntel eV. Gitterschwingungen oder Phononenanregung führen zu einer zusätzlichen Verbreiterung.
- Auflösungsvermögen des Spektrometers: Die Energieunschärfe des Spektrometers ist kleiner als 0,1 eV und kann gegenüber den anderen Faktoren vernachlässigt werden.
- Verbreiterung durch Energieverluste in der Probe: Durch inelastische Stöße der emittierten Elektronen mit der Probe erscheinen diese im Spektrum bei niedrigerer kinetischer Energie. Jedoch beeinflusst das Spektrum dieser gestreuten Elektronen (Plasmonen-Peaks, kontinuierlicher Untergrund) die Linienbreite nur geringfügig.
- Ungleichmäßige Aufladung der Probe: Dieser Beitrag ist wesentlich für Nichtleiter und ist meist größer als 1 eV.
- Verschiedene mögliche Energie-Endzustände: Diese werden beispielsweise durch Spin-Bahn-Kopplung, Multiplett-Aufspaltung, Elektronenanregung oder mehrfach angeregte elektronische Zustände hervorgerufen.

## 3.2 Linienarten im XPS-Spektrum [6, 7]

### 3.2.1 Photoelektronenlinien

Sie sind die intensivsten und schmalsten Linien im Spektrum und besitzen meistens relativ symmetrische Linienformen (Ausnahme: reine Metalle).

- Spin-Bahn-Kopplung:

Als Spin-Bahn-Kopplung bezeichnet man die magnetische Wechselwirkung zwischen dem magnetischen Spin-Moment und dem magnetischen Bahn-Moment eines Elektrons.

Für ein einzelnes Elektron ( $s = 1/2$ ) sind (für  $l > 0$ ) nach der Clebsch-Gordan-Reihe

$$j = l + s, l + s - 1, \dots, |l - s| \quad (3)$$

zwei energetisch unterschiedliche Zustände möglich ( $j = l + 1/2$  und  $j = l - 1/2$ ) und man erhält ein Peak-Dublett. Beim größeren  $j$ -Wert sind Spin und Bahndrehimpuls parallel. Dieser Zustand besitzt eine höhere Energie (also kleinere Bindungsenergie) als der Zustand mit antiparallelem Spin und Bahndrehimpuls. Der Abstand  $\Delta E_j$  zwischen beiden Zuständen ist proportional zur Spin-Bahn-Kopplungskonstante und wächst für eine gegebene Unterschale ( $n, l = \text{const}$ ) mit steigender Ordnungszahl  $Z$ . Bei konstantem  $n$  wächst der Abstand mit fallender Bahndrehimpulsquantenzahl  $l$  (z. B.  $\Delta E_j(3p) > \Delta E_j(3d)$ ). Die relativen Intensitäten der Peak-Dubletts erhält man aus dem Verhältnis ihrer Entartungen ( $2j+1$ ).

### 3.2.2 Auger-Linien

Sie treten als Liniengruppen auf. Die wichtigsten in der XPS beobachtbaren Linien sind die KLL, LMM, MNN und NOO Serien. Die Lage der Linien ist unabhängig von der Wahl der Röntgenanregungsenergie (*Frage: warum?*).

### 3.2.3 Röntgensatelliten

Nicht monochromatisierte Röntgenstrahlung enthält neben der charakteristischen Hauptlinie noch weitere kleinere Röntgenstrahlenkomponenten bei höherer Photonenenergie. Im Spektrum sind die Röntgensatelliten zu niedrigerer Bindungsenergie verschoben.

**Tab. 1:** Röntgensatelliten (für Al-Anode), Energien und Intensitäten

	$K_{\alpha 1,2}$	$K_{\alpha 3}$	$K_{\alpha 4}$	$K_{\alpha 5}$	$K_{\alpha 6}$	$K_{\beta}$
Abstand z. Hauptlinie / eV	0	9,8	11,8	20,1	23,4	69,7
relative Höhe	100	6,4	3,2	0,4	0,3	0,6

### 3.2.4 Röntgen-"Geister"-Linien (*ghost lines*)

Sie werden durch Verunreinigungen in der Röntgenanode, z. B. Mg in einer Al-Anode (oder umgekehrt), Cu vom Trägermaterial der Anode oder Oxidation der Anode hervorgerufen, seltener durch Röntgenstrahlung aus der untersuchten Probe (*Frage: warum?*).

**Tab. 2:** *Ghost lines* (für Al-Anode)

Strahlung	rel. Abstand zu den intensivsten Photoelektronenlinien / eV
O ( $K_{\alpha}$ )	961,7
Cu ( $K_{\alpha}$ )	556,9
Mg ( $K_{\alpha}$ )	233,0

### 3.2.5 Elektronenanregungslinien (meist *Shake-Up*-Linien)

Bei der Relaxation (Umordnung der Valenzelektronen bei Emission eines Photoelektrons) kann ein Elektron in ein höheres (unbesetztes) Niveau oberhalb der Fermikante angeregt werden. Die kinetische Energie des Photoelektrons wird dann um den zur Elektronenanregung nötigen Energiebetrag reduziert. Ein solcher Zweielektronenprozeß führt in der Regel zu einer diskreten Struktur (meist nur sichtbar als Peakschulter anstelle eines separaten Peaks) auf der höheren Bindungsenergieseite des Photoelektronenpeaks (*shake-up* Satellit).

Für aromatische Systeme findet man beispielsweise häufig einen *shake-up* Satelliten, der auf einen  $\pi$ - $\pi^*$ -Übergang zurückgeht.

Bei bestimmten Übergangsmetallen und Elementen der seltenen Erden mit ungepaarten Elektronen in der 3d bzw. 4f Schale erhält man oft intensive *shake-up* Satelliten.

Bsp.:  $\text{Cu}^+$  ( $3d^{10}$ ) erfährt keine Elektronenanregung (geschlossene Schale!), wohl aber  $\text{Cu}^{2+}$  ( $3d^9$ ). Die *shake-up* Linien können also nützlich sein, den chemischen Zustand eines Elements zu bestimmen.

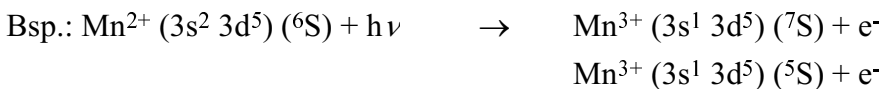
In einem festen Metall existiert eine Verteilung von unbesetzten Einelektronenniveaus über der Fermigrenze, die durch *shake-up*-ähnliche Prozesse erreichbar sind.

Daneben existieren:

- *Shake-Down*-Linien:  
Ähnliche Effekte, jedoch mit Verschiebung zu niedrigeren Bindungsenergien, sind zu erkennen, wenn Elektronen freie Energieniveaus unterhalb der Fermigrenze erreichen können.
- *Shake-Off*-Linien:  
Wenn Valenzelektronen nicht nur angeregt (*shake-up*) sondern völlig abgelöst werden, spricht man von einem *shake-off* Prozeß. Der Endzustand des Atoms hat dann zwei Elektronenleerstellen: eine in einer inneren Schale und eine im Valenzband.

### 3.2.6 Multipllett-Aufspaltung

Die Multipllett-Aufspaltung tritt bei Energieniveaus der inneren Schalen auf, wenn ungepaarte Elektronen in der Valenzschale vorhanden sind. Je nach Kopplung des in der inneren Schale zurückgelassenen ungepaarten Elektrons mit den anderen ungepaarten Elektronen in der Valenzschale kann ein Ion mit mehreren möglichen Endzustandskonfigurationen verschiedener Energien erzeugt werden.



Der  ${}^7\text{S}$ -Zustand (alle Spins parallel, d. h. maximale Spinmultiplizität) hat eine geringere Energie als der  ${}^5\text{S}$ -Zustand (s-Elektron antiparallel zu den d-Elektronen).

Werden andere als s-Niveaus ionisiert, so ist die Aufspaltung noch komplizierter, weil zusätzlich die Kopplung mit dem Bahndrehimpuls berücksichtigt werden muß. Die Multipllett-Aufspaltung ist am größten, wenn sich beide betroffenen Niveaus in der gleichen Schale (z. B. 3s, 3d oder 4s, 4f) befinden. Auch in organischen Radikalen tritt eine Multipllett-Aufspaltung auf, wenn das freie Elektron relativ lokalisiert ist.

### 3.2.7 Energieverlustlinien (*energy loss lines*)

Das Photoelektron kann mit anderen Elektronen in der Oberfläche wechselwirken, wobei es Energie verliert. Im Spektrum zeigt sich dieser Energieverlust häufig in einer zusätzlichen um 20-25 eV zu höherer Bindungsenergie verschobenen Linie.

### 3.2.8 Plasmonenverluste

In Metallen können Photoelektronen eine oder mehrere Moden der kollektiven Schwingungen der Leitungselektronen anregen (Plasmon = Gruppenschwingung von Leitungselektronen). Diese Schwingungen haben charakteristische Frequenzen und benötigen daher charakteristische Anregungsenergien. Im Spektrum wird eine Photoelektronenlinie (oder auch Augerlinie) sukzessiv in Intervallen zu höherer Bindungsenergie mit abnehmender Intensität gespiegelt, wenn eine solche charakteristische Frequenz durch Röntgeneinwirkung angeregt wird.

Man unterscheidet zwischen Plasmonen im Innern der Probe und in der Oberfläche (*bulk* und *surface* Plasmonen), wobei näherungsweise  $\omega_s \approx \omega_b / \sqrt{2}$  gilt.

Besonders ausgeprägt sind Plasmonenverluste für Metalle der Gruppen Ia und IIa.

### 3.2.9 Valenzlinien und -bänder

Diese Linien liegen im niederenergetischen Teil des Spektrums (0-20 eV) auf und sind meist von geringer Intensität. Die Bindungsenergien der Elektronen aus den Valenzorbitalen liegen oft sehr nah beieinander, so daß eine typische Bandstruktur entsteht.

Eine Methode die speziell die Valenzbänder und -orbitale untersucht ist die UPS.

## 3.3 Intensität und Quantifizierbarkeit [7]

Für eine bezüglich des Analysevolumens homogene Probe ist die Intensität gemessen als Zählrate für einen bestimmten Peak im Spektrum gegeben durch

$$I_i = n_i \sigma_i y_i \lambda_i f \theta A T \quad (4),$$

mit  $n_i$  = Anzahldichte der Atome des Elements [ $\text{m}^{-3}$ ]  
 $\sigma_i$  = photoelektrischer Wirkungsquerschnitt für das betreffende Atomorbital [ $\text{m}^2$ ]  
 $y_i$  = Effizienz, mit der im Photoelektronenprozeß Elektronen mit normaler Photoelektronenenergie erhalten werden  
 $\lambda_i$  = mittlere Austrittstiefe der Photoelektronen in der Probe [m]  
 $f$  = Röntgenstrahlflußdichte [Photonen/ $(\text{m}^2 \text{ s})$ ]  
 $\theta$  = Effizienzfaktor (abh. v. Winkel zw. eingestrahlem Photon u. detektiertem Elektron)  
 $A$  = untersuchte Probenfläche [ $\text{m}^2$ ]  
 $T$  = Transmission

Aus Gl. (4) erhält man durch Umstellung

$$n_i = \frac{I_i}{\sigma_i y_i \lambda_i f \theta A T} = \frac{I_i}{S_i} \quad (4.1).$$

Der Nenner in Gl. (4.1) wird als atomarer Sensitivitätsfaktor  $S_i$  bezeichnet. Betrachtet man die Linien zweier Elemente im Spektrum, so gilt

$$\frac{n_1}{n_2} = \frac{I_1/S_1}{I_2/S_2} \quad (4.2).$$



Es ist möglich, für jedes Spektrometer einen Satz von relativen Werten für  $S$ , sogenannte atomare Sensitivitätsfaktoren, zu erhalten. Die Werte von  $S$  können sowohl auf die Peakhöhe als auch auf die Peakfläche der betreffenden Linie nach Abzug eines geeigneten Untergrunds bezogen sein. Die Konzentration eines Elements  $x$  ( $c_x$ ) ist dann gegeben durch

$$c_x = \frac{n_x}{\sum n_i} = \frac{I_x/S_x}{\sum I_i/S_i} \quad (4.3).$$

Der Gebrauch von atomaren Sensitivitätsfaktoren liefert normalerweise semiquantitative Ergebnisse mit relativen Fehlern von 10 bis 20 %.

## 4 Wahl der Messbedingungen

### 4.1 Röntgenstrahlung [2]

Die Wahl der Röntgenstrahlung hängt hauptsächlich von der Bindungsenergie der Atomniveaus ab, die ionisiert werden sollen. Mit weicher Röntgenstrahlung von Anodenmaterial kleiner Ordnungszahl (Al oder Mg) können mit Ausnahme der innersten Elektronen auf Schalen von Elementen höherer Ordnungszahl alle gewünschten Energieniveaus untersucht werden.

Gegenüber harter Röntgenstrahlung ergeben sich folgende Vorteile:

- Die natürliche Linienbreite weicher Röntgenstrahlung ist kleiner als die von harter Röntgenstrahlung (z. B. für Al- $K_\alpha$  0,9 eV und für Cu- $K_\alpha$  2,5 eV).
- Die Energie der Photoelektronen ist niedriger. Bei konstantem Auflösungsvermögen  $\Delta E/E$  des Spektrometers ist der Spektrometerbeitrag zur Linienbreite geringer.
- Der Wirkungsquerschnitt nimmt mit wachsender Röntgenenergie ab. Obwohl die Austrittstiefe von Elektronen kleinerer Energie geringer ist, erhält man durch den größeren Wirkungsquerschnitt im allgemeinen eine höhere Elektronenintensität. Darüber hinaus ist das Signal/Rauschverhältnis bei Verwendung von weicher Röntgenstrahlung besser.

### 4.2 Austrittstiefe und Oberflächenverunreinigungen [2]

Obwohl die anregende Röntgenstrahlung tief in die zu untersuchende Probe eindringt, ist die Informationstiefe auf 10 bis 30 Å begrenzt.

Der einschränkende Faktor dafür ist die geringe Austrittstiefe  $\lambda_m$  der Photoelektronen. Für Photoelektronen aus tieferen Schichten ist die Wahrscheinlichkeit groß, in Stößen mit Atomen des Festkörpers Energie zu verlieren. Diese inelastisch gestreuten Elektronen bilden den Untergrund des Spektrums.

Da die Informationstiefe auf wenige Atomlagen begrenzt ist, muß die zu untersuchende Probe möglichst frei von Oberflächenverunreinigungen (z. B. Wasser oder Pumpenöl) sein, was nur im Bereich des Ultrahochvakuums (UHV) bei Drücken um  $10^{-10}$  mbar möglich ist.

Viele Substanzen bilden an der Atmosphäre Oberflächenschichten (Oxide) aus, die sich vom tieferliegenden Material in ihrer Zusammensetzung deutlich unterscheiden. Will man auch tiefere Schichten untersuchen, müssen die Oberflächenschichten abgetragen werden können. Dies geschieht häufig durch Ionen-Sputtern mit Hilfe einer Argon-Ionen-Kanone.

## 5 Apparatives

Das Gerät, an dem die Messungen durchgeführt werden, ist die *Axis Ultra* der Firma *Kratos Analytical Ltd.*

Um UHV-Bedingungen zu erzielen, wird die Anlage mit Hilfe einer Turbomolekularpumpe, der eine Vorpumpe (zweistufige Drehschieberpumpe) vorgeschaltet ist, evakuiert. Außerdem ist in der Analysechamber eine Ionengetterpumpe vorhanden. Zur Oberflächenreinigung der Proben kann eine Argon-Ionenkanone verwendet werden.

Es stehen folgende Röntgenquellen zur Verfügung:

- Al-K<sub>α</sub>-Strahlung (Energie 1486,6 eV)
- Mg-K<sub>α</sub>-Strahlung (Energie 1253,6 eV)
- monochromatisierte Al-K<sub>α</sub>-Strahlung für besonders hohe Energieauflösung, wobei verringerte Zählraten in Kauf genommen werden (Energie 1486,6 eV)

Die freigesetzten Elektronen werden auf den Eingangsspalt des Spektrometers gelenkt und im Analysator entsprechend ihrer Energien auf den Detektor fokussiert. Zur Analyse der Elektronenenergie dienen i. A. zwei Analysatortypen:

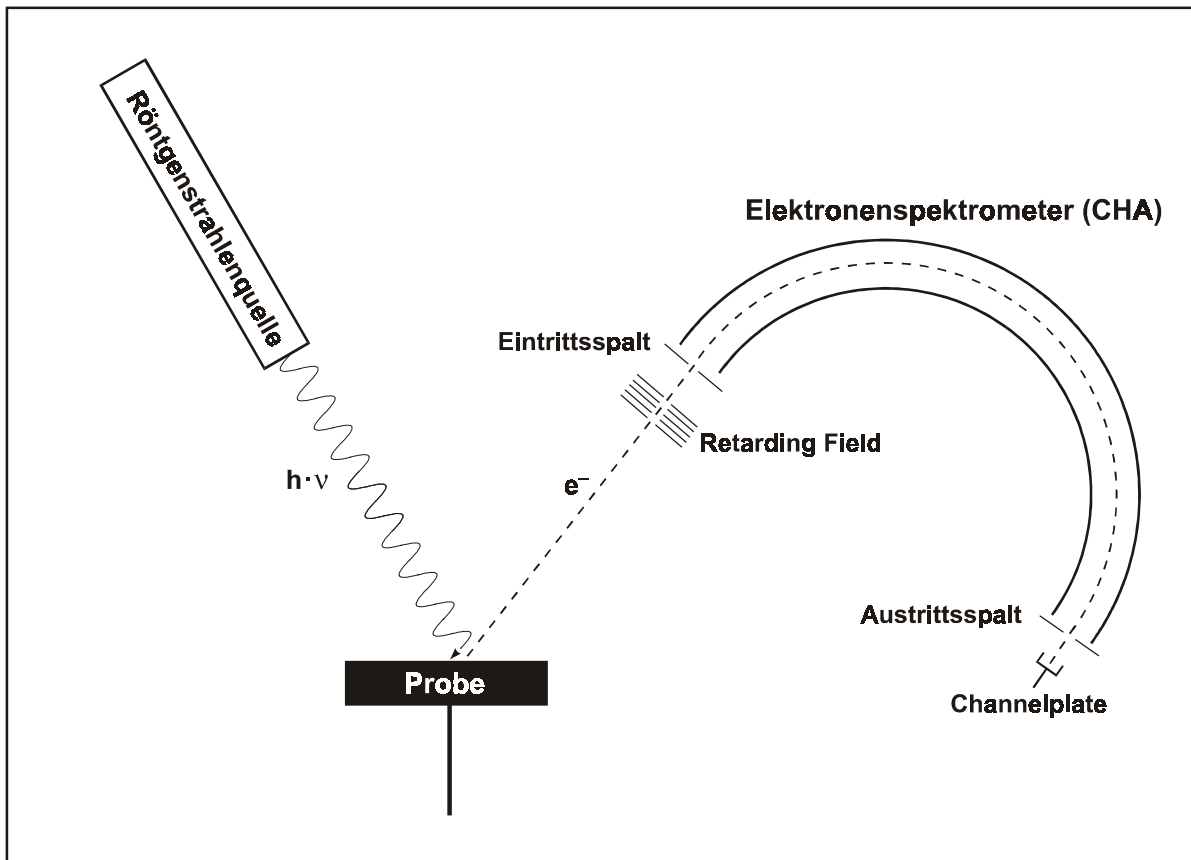
- Im Retarding Field Analyzer (RFA) werden die von der Probe emittierten Elektronen durch ein Gitter gelenkt, an dem ein definiertes Potential anliegt. Elektronen, deren kinetische Energie niedriger liegt, werden abgelenkt und erreichen nicht den dahinter liegenden Detektor. Durch Variation des Potentials wird ein energieaufgelöstes Spektrum erhalten.

Der Concentric Hemispherical Analyzer (CHA) (s. Abb. 3) besteht aus zwei konzentrisch angeordneten halbkugelförmigen Kondensatorplatten. In Abhängigkeit von der dort angelegten Spannung werden nur Elektronen einer bestimmten Energie den Halbkreis passieren; Elektronen anderer Energien werden so abgelenkt, daß sie nicht am Detektor auftreffen. Hier ist die Energieauflösung bei niedrigeren Elektronenenergien größer, da die relative Auflösung über einen großen Energiebereich konstant bleibt. Zur Verbesserung der Energieauflösung des CHA besteht die Möglichkeit, an dessen Eingang ein retarding field anzubringen, in welchem die Elektronen einen Teil ihrer Energie abgeben. Durch Variation der Spannung des retarding field vor dem Analysator werden bei konstanter Spannung am Kugelkondensator nur Elektronen bestimmter Energie durchgelassen.

- Der Spherical Mirror Analyzer (SMA) erlaubt die schnelle Aufnahme von zweidimensional orts aufgelösten Spektren (imaging).

Der Detektor besteht aus mehreren Channeltrons, die nach dem Prinzip des Sekundärelektronenvervielfachers (SEV) arbeiten.

Abbildung 3 zeigt die schematische Anordnung der Anlage.



**Abb. 3:** Schematischer Aufbau eines XPS-Spektrometers

Die Gerätesteuerung und die Bearbeitung der erhaltenen Meßdaten erfolgt rechnergestützt.

## 6 Aufgaben und Lernziele

### 6.1 Experimentelle Grundlagen

Im Praktikum sollen folgende experimentelle Grundlagen erarbeitet werden:

- Funktionsweise von Elektronen-Energie-Analysatoren (verschiedene Typen: CHA, RFA)
- Prinzip der Sekundärelektronenvervielfältigung (SEV, Channeltron, Channelplate)
- Funktionsweise von Röntgenquelle und Ionenkanone
- Erzeugung von Ultra-Hoch-Vakuum (UHV) und Druckmessung im UHV

### 6.2 Praktische Aufgabe

- Messung und Identifikation einer unbekanntes Metall-Legierung.

## 7 Literaturverzeichnis

- [1] R. Bock, „*Methoden der Analytischen Chemie*“, Bd. 2, Teil 2, Kap. 3.9.4, Verlag Chemie, Weinheim 1984.
- [2] Carlson, T. A., „*Photoelectron and Auger Spectroscopy*“, Plenum Press, New York 1955.
- [3] Siegbahn, K. et al., „*ESCA*“, *Nova Acta Regiae Soc. Sci. Upsaliensis*, Ser. IV, **20** (1967), Fig. II.5.
- [4] Koopmans, T., *Physica*, **1**, 104 (1934).
- [5] Fadley, S. F., „*Theoretical Aspects of X-ray Photoelectron Spectroscopy*“, in *Electron Emission Spectroscopy* (Hrsg.: Dekeyser, W., Fiermans, L., Vanderkelen, G., Vennik, J.), D. Reidel Publ. Comp., Dordrecht (NL), 1973.
- [6] Briggs, D., und Rivière, J. C., „*Spectral Interpretation*“ in: Briggs, D., und Seah, M. P. (Hrsg.), „*Practical Surface Analysis by Auger and X-ray Photoelectron Spectroscopy*“, John Wiley & Sons, Chichester, New York 1983.
- [7] Moulder, J. F., Stickle, W. F., Sobol, P. E., und Bomben, K. D., „*Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy*“, Perkin Elmer Corporation - Physical Electronics Division (USA), 1992.
- [8] Grasserbauer, M., Dudek, H.-J., Edel, M. F., *Angewandte Oberflächenanalyse*, Berlin 1985.
- [9] Ertl, G., Küppers, J., *Low Energy Electrons and Surface Chemistry*, Weinheim 1985.