

- 1 *Probenträger in Analysekammer, im Hintergrund Röntgenröhre mit Aluminiumfenster.*
- 2 *C1s-Spektren von Polymeren mit Kontaminationen von ca. 1 nm Dicke Polyethylen mit Teflon (rot) und Polypropylen mit Silicon(grün).*
- 3 *ESCA-Spektrum von Polyethylen-terephthalat.*

OBERFLÄCHENANALYSE MIT RÖNTGENPHOTOELEKTRONEN-SPEKTROSKOPIE (ESCA)

Was kann die Methode?

Ein Röntgenphotoelektronenspektrum liefert die quantitative Elementarzusammensetzung der Oberfläche für alle Elemente mit Ausnahme von Wasserstoff und Helium. Darüber hinaus werden Informationen über chemische Strukturen (Funktionalgruppen) aus den Bindungszuständen der Atome gewonnen. Es wird die Oberfläche bis zu einer variablen Tiefe von maximal etwa 10 Nanometern erfaßt. Die laterale Verteilung von Elementkonzentrationen oder von Bindungszuständen kann abgebildet werden (chemical state imaging). ESCA (oder XPS = x-ray photoelectron spectroscopy) ist eine einzigartige Methode, um chemische Informationen von der Oberfläche fester Körper zu erlangen, die es z.B. ermöglichen, Verunreinigungen von weniger als 1 nm Dicke zu identifizieren oder Hinweise für die Ursachen des Bruchs einer Klebstelle zu gewinnen.

Prinzip

Die zu untersuchende Probe wird Röntgenstrahlung $h\nu$ ausgesetzt. Dabei werden aus den Hüllen der Atome Elektronen herausgelöst. Die freigesetzten Elektronen werden nach ihrer Energie selektiert und ihre Anzahl gemessen. Die Spektren weisen auf den

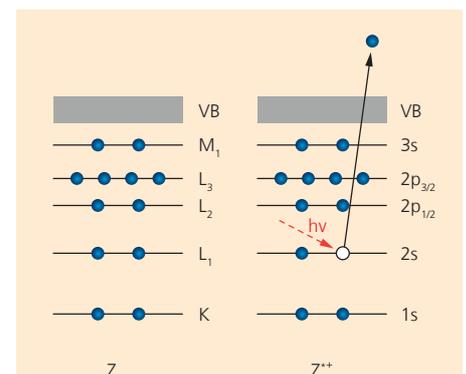


Abb. 1 Schematische Darstellung der Elektronenübergänge bei ESCA-Messungen.

Fraunhofer-Institut für Angewandte Polymerforschung IAP

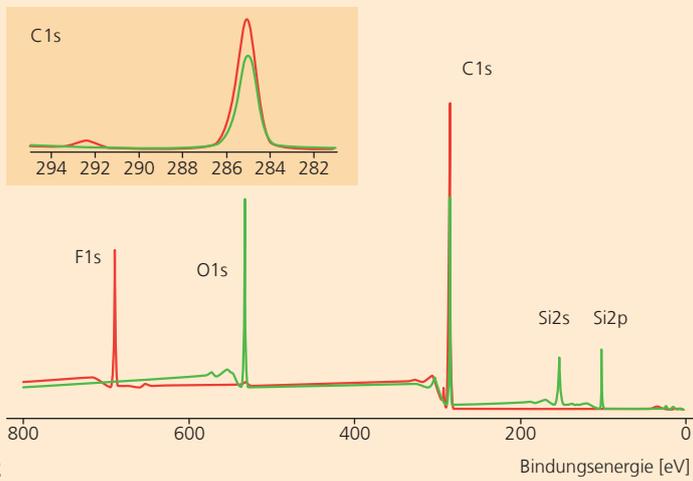
Wissenschaftspark Potsdam-Golm
Geiselbergstr. 69
14476 Potsdam

Ansprechpartner

Dr. Andreas Holländer

Telefon +49 331 568-1404
andreas.hollaender@iap.fraunhofer.de

www.iap.fraunhofer.com



2

Ursprung der Elektronen hin: C1s z.B. bedeutet, dass die detektierten Elektronen aus dem 1s Orbital des Kohlenstoffs stammen. Die freigesetzten Elektronen können feste Materie nur einige Nanometer durchlaufen, bevor sie absorbiert werden. Daraus ergibt sich die Oberflächenbezogenheit der Messung. Die Energie der freigesetzten Elektronen resultiert aus der Differenz zwischen der Energie der Röntgenstrahlung und der Bindungsenergie. Die Bindungsenergie der Elektronen charakterisiert ein Element und wird von der chemischen Umgebung der Atome (Bindungszustand) beeinflusst.

Gerät

ESCA Messungen werden im Hochvakuum durchgeführt. Als Röntgenquelle dient meist eine Röhre mit Aluminium- oder mit Magnesium- Anode, die Photonen mit einer Energie von 1486,6 eV bzw. 1253,7 eV aussendet. Ein Monochromator fokussiert die Strahlung der gewünschten Energie auf die Probe. Die freigesetzten Elektronen werden durch eine elektrostatische Optik von der Probe in einen hemisphärischen Energieanalysator geleitet. An seinem Ausgang befinden sich Channeltrons (Elektronenvervielfacher), die die Intensität des Elektronenstroms aufzeichnen. Für die Analyse isolierender Proben ist eine Einrichtung zur Kompensation, der durch die Abführung der Elektronen entstehende positive Ladung, nötig. Dafür wird ein Filament benutzt, welches die Oberfläche mit niederenergetischen Elektronen flutet. Ein hinter der Probe angebrachter Elektromagnet kann durch eine zusätzliche

Fokussierung der aus der Oberfläche austretenden Elektronen die Intensität des Meßsignals und damit die Empfindlichkeit deutlich erhöhen (Magnetlinse). Viele Oberflächen, insbesondere die von Metallen, besitzen durch die Lagerung an der Atmosphäre eine Adsorbatschicht aus Wasser, Kohlendioxid und Kohlenwasserstoffen. Um diese zu beseitigen und die eigentliche Materialoberfläche freizulegen, ist eine Argonionenkanone integriert. Durch die Einführung von Blenden in die elektrostatische Optik kann der Messfleck von etwa 0,2 mm² Größe bis auf einige 30 µm Durchmesser verkleinert werden. Das Gerät erlaubt die Abbildung des Ursprunges der Elektronen.

Anwendungen

Die Elementarzusammensetzung der Oberfläche zu erfassen, kann helfen, Kontaminationen zu identifizieren (siehe Abbildung 2).

Die Verteilung der Intensität der Emission von Elektronen einer bestimmten Bindungsenergie kann abgebildet werden. Die hoch aufgelösten Spektren der Bindungsenergie

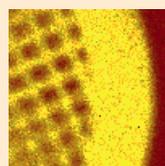
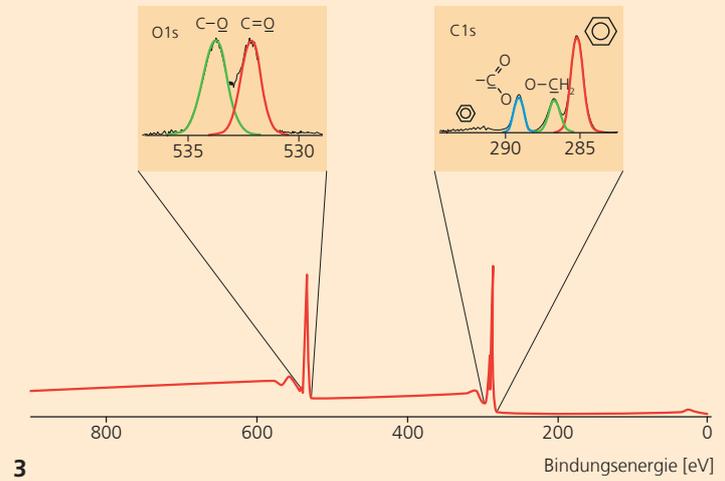


Abb. 2 Abbild eines Kupfergitters (300 mesh) auf einer Stahlunterlage mittels Chemical State Imaging des Cu_{2p}-Signals



3

gebereiche, die für bestimmte Elemente charakteristisch sind, liefert Informationen zu Bindungspartnern der Atome. Damit gelingt es häufig, Verbindungen zu identifizieren, wie das am Beispiel von Polyethylenterephthalat in der Abbildung gezeigt ist (siehe Abbildung 3).

Tiefenprofil

Elektronen mit einer Energie, wie sie bei ESCA-Messungen auftreten, können feste Materie etwa 10 nm durchdringen. Werden die Elektronen analysiert, die die Oberfläche in einem Winkel von 90° verlassen, wird eine maximale Analysentiefe erreicht. Werden Elektronen vermessen, die in einem Winkel von < 90° die Oberfläche verlassen, so ist deren Ursprungstiefe geringer. Somit kann durch Veränderung des Analysewinkels (take-off angle) ein Profil der Oberfläche erzeugt werden.

Kratos Axis165 im Fraunhofer-IAP

Röntgenquellen:

- monochromatisierte Al-Quelle
- Al/Mg-Dualanode-Röhre
- Magnetlinse

Größe des Meßfleckes:

- normal: 300 mm x 700 mm
- Microspot: 120 µm, 60 µm, 30 µm
- Abbildung mit Auflösung ca. 30 µm
- Analysewinkel variabel
- Nachweisgrenze der Elemente zwischen 0.02 at% bis 0.5 at%