



## Röntgen-Photoemissionsspektroskopie (XPS) Elementspezifische, chemische Analyse von Oberflächen

*In Produktionsverfahren und bei der Weiterentwicklung von Werkstoffen und Oberflächenbehandlungen spielt die chemische Zusammensetzung der Oberflächen von Werkstücken eine zentrale Rolle. Die im Bundesamt für Metrologie (METAS) entwickelte Röntgen-Photoemissionsspektroskopie-Anlage ermöglicht es, Oberflächen elementspezifisch zu analysieren und die chemische Zusammensetzung genau zu quantifizieren.*

Die Besonderheit der METAS-Anlage liegt darin, dass die Oberflächenqualität von Objekten bis 1 kg Masse und 100 mm Durchmesser bestimmt werden kann. Damit eröffnen sich der Forschung und Industrie neue Möglichkeiten bei der Prüfung und Weiterentwicklung von Werkstoffen und in der Qualitätskontrolle.

### Chemische Zusammensetzung von Adsorbatschichten

Die Röntgen-Photoemissionsspektroskopie ist eine sehr oberflächenempfindliche und elementspezifische Methode, mit der alle auf der Oberfläche eines Untersuchungsobjekts vorhandenen Elemente auch in kleinsten Mengen quantifiziert und ihre chemischen Bindungszustände nachgewiesen werden können. Weil Schichtdicken, Kontaminationen oder Oxidationszustände bestimmt werden können, lassen sich Herstellungsprozesse optimieren,

Beschichtungen verbessern oder Oberflächenbehandlungsmethoden weiterentwickeln.

Mit Röntgenstrahlen werden Elektronen aus der Oberfläche der Probe gelöst. Die Geschwindigkeit, mit der die Elektronen die Oberfläche verlassen, verrät, von welchen chemischen Elementen die Elektronen stammen. Aus der Geschwindigkeit und der Anzahl Elektronen können die beteiligten Elemente und ihre Konzentration sehr genau bestimmt werden.

### Beispiel Plasma-Reinigungsverfahren

Das METAS untersuchte für einen Kunden die Effizienz von H<sub>2</sub>- und O<sub>2</sub>-Niederdruckplasma-Reinigungen von Edelmetallen. Dabei wurden die Verschmutzungen identifiziert und die chemischen Bindungszustände ermittelt. Die unterschiedliche Wirkung der Reinigung auf die Kohlenwasserstoffe und Oxide konnte direkt aufgezeigt werden. Ebenfalls wurden Oxidation und Reduktion in Abhängigkeit der verwendeten Plasmagase beobachtet.

### Beispiel Werkstoffprüfung für Vakuum-Elektronenröhren

Eine weitere Anwendung war die Spurenanalyse von Vakuum-Komponenten für Elektronenröhren. Untersucht

### Spezifikationen der Röntgen-Photoemissionsspektroskopie-Anlage des METAS

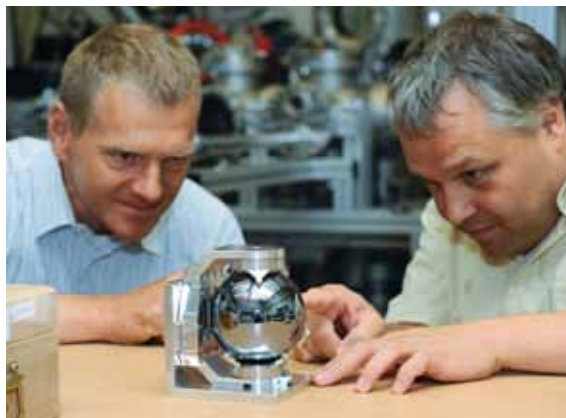
Probengrösse	<1 kg, <100 mm Durchmesser
Räumliche Auflösung (Durchmesser)	0.1 mm ... 1 mm
Analysertiefe	3 nm ... 10 nm
Information (Normal Mode)	elementspezifische Schichtdicke und Konzentration chemische Bindungszustände
Information (winkelaufgelöste XPS)	Tiefenprofil, Konzentrationsverteilung
Detektierbare Elemente	alle Elemente ≥ He
Röntgenquellen	Mg Kα @ 1253.6 eV, Auflösung 0.68 eV Al Kα @ 1486.6 eV, Auflösung 0.83 eV



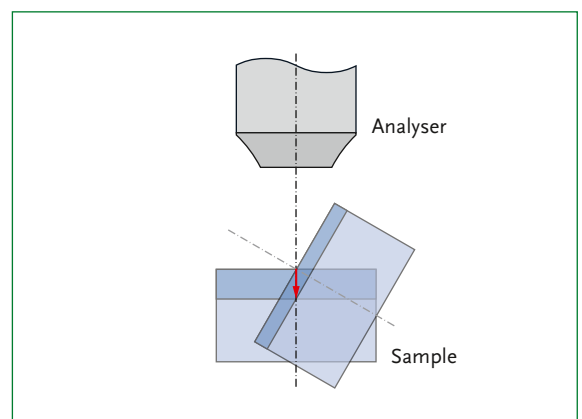
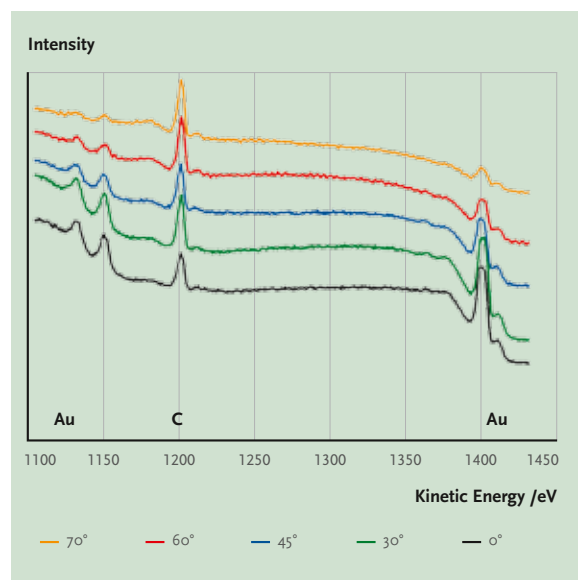
wurden die Reinheit der verwendeten Materialien und die Oberflächen nach verschiedenen Produktionsschritten. Mögliche Fehlerquellen, die zum Ausfall der Elektronenröhren geführt hatten, wurden gefunden bzw. konnten ausgeschlossen werden.

#### Beispiel Charakterisierung einer 1-kg-Silizium-Kugel

Für das Avogadro-Projekt zur Neudefinition der Masseneinheit *Kilogramm* wurde eine 1 kg-Silizium-Kugel nach verschiedenen Herstellungsprozessen im METAS untersucht. Dabei wurden die Schichtdicken und Tiefenprofile der Oxide  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Si}_2\text{O}_3$  und  $\text{SiO}$  gemessen. Kontaminationen mit Cu und Ni konnten identifiziert und in der Folge eliminiert werden.



Oberflächenanalyse einer Silizium-Kugel.



Spektren einer mit Kohlenstoff verschmutzten Goldprobe für Winkel von 0 bis 70 Grad. Bei den gekippten Proben werden Elektronen analysiert, die mehr und mehr parallel zur Oberfläche wandern; die Oberflächenempfindlichkeit nimmt in diesem Fall zu (siehe unteres Bild). Die Linie der Verschmutzungen der Oberfläche durch Kohlenstoff (C) wird mit zunehmendem Winkel deutlicher, währenddem die Linien des Golduntergrundes (Au) immer schwächer werden.