Техническое описание
фотоэлектронного спектрометра
Escalab 250Xi

РЦ «Физические методы исследования поверхности»

2014

Содержание

Общее описание **3**

Аналитическая камера **8**

Камера подготовки образцов **10**

Камера загрузки образцов **11**

Требования к образцам. Держатели образцов. **11**

Приложение A: основные схемы экспериментальной станции **16**

Приложение B: чертежи аналитической камеры **23**

Приложение C: чертежи камеры подготовки образцов **29**

Общее описание

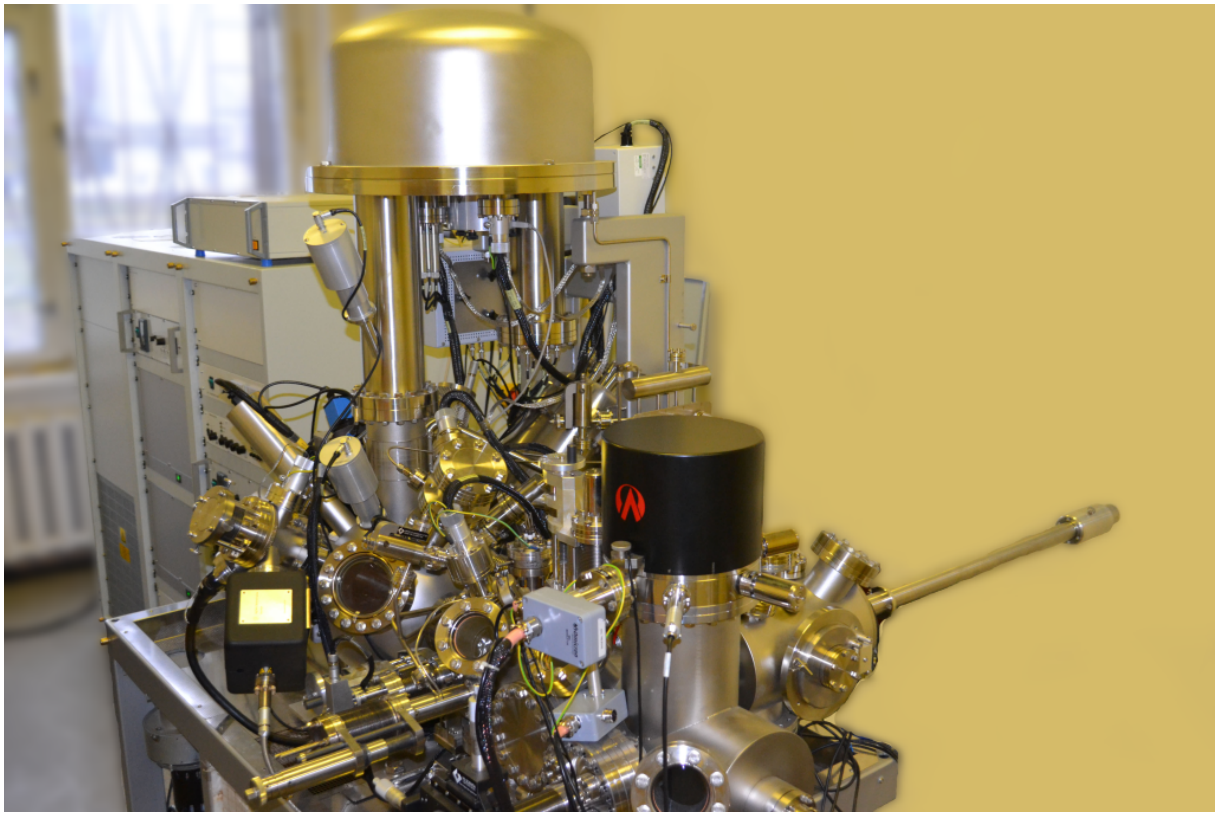


Рис. 1. Общий вид экспериментальной станции.

Экспериментальная станция Escalab 250Xi (см. рис. 1), разработанная фирмой Thermo Fisher Scientific[1], предназначена для проведения элементного и химического анализа поверхности образцов. В данном приборе реализованы следующие методы:

1. Рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия (РФЭС)[2] и микроскопия (элементное картирование) с пространственным разрешением[3]
2. Ультрафиолетовая фотоэлектронная спектроскопия (УФЭС)[4]
3. Оже-спектроскопия[5] и микроскопия с пространственным разрешением[6]
4. Сканирующая электронная микроскопия (СЭМ)[7]
5. Спектроскопия ионного рассеяния[8]

[1] см. http://www.thermoscientific.com/en/product/escalab-250xi-x-ray-photoelectron-spectrometer-xps-microprobe.html и http://xpssimplified.com/escalab_250xi.php

[2] X-ray photoelectron spectroscopy (XPS)

[3] X-Ray Photoelectron Imaging (XPi)

[4] Ultraviolet photoelectron spectroscopy (UPS)

[5] Auger electron spectroscopy (AES)

[6] Scanning Auger Electron Mapping (SAM)

[7] Scanning Electron Microscopy (SEM)

[8] Ion Scattering Spectroscopy (ISS)

6. Спектроскопия характеристических потерь энергии электронов[9]

7. Растровое ионное травление[10]

8. Дифракция медленных электронов (ДМЭ)[11]

9. Метод компенсации заряда для проведения измерений непроводящих образцов[12]

10. Прогрев образцов в контролируемой газовой среде[13]

Управление газовыми линиями, системами откачки и процессом измерения осуществляется в специализированном программном обеспечении Avantage[14] (см. рис. 2). Монтаж образцов осуществляется на стандартный набор держателей Thermo Fisher Scientific SKIT20 (см. раздел «Требования к образцам. Держатели образцов»).

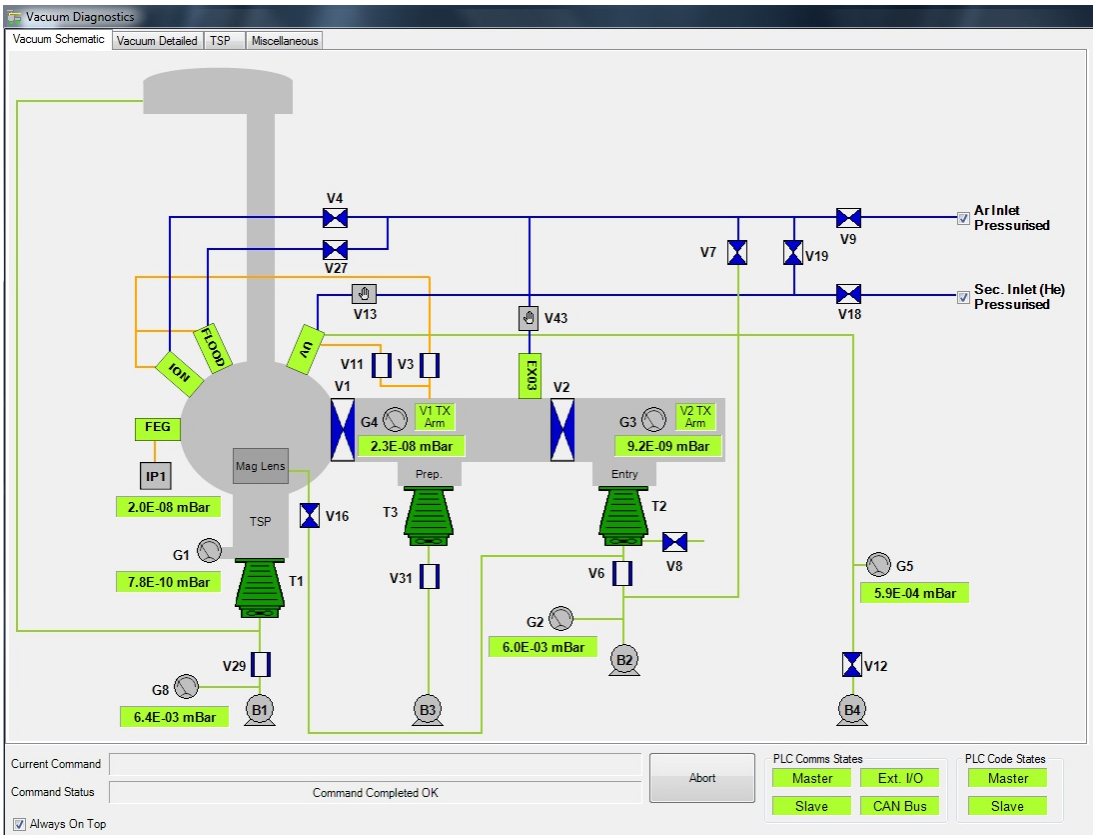


Рис. 2. Вид окна программы Avantage.

Возможные объекты исследований:

1. монокристаллические объекты

2. поликристаллические объекты

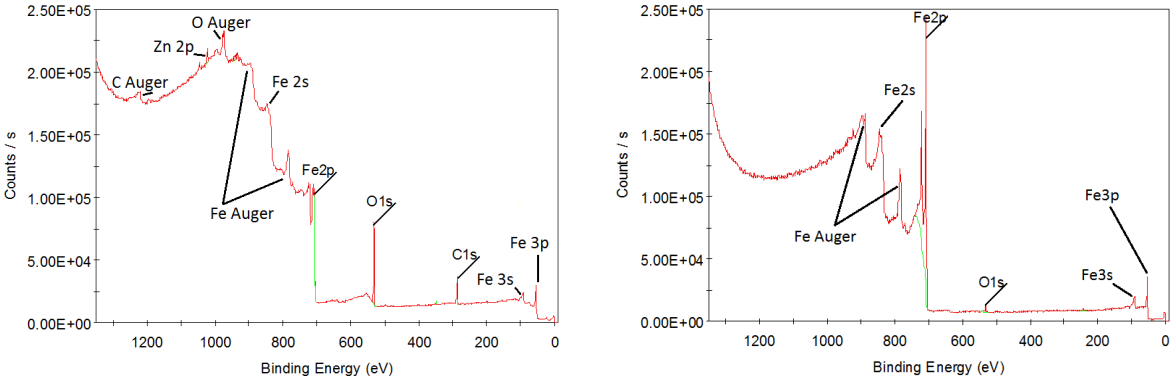
[9]Electron Energy Loss Spectroscopy (EELS)
[10]Raster ion etching
[11]Low-energy Electron Diffraction (LEED)
[12]Charge compensation system for insulating samples
[13]Sample heating in controlled gas environment
[14]см. http://xpssimplified.com/avantage_data_system.php

3. тонкие плёнки на подложке

4. порошки

Доступная для получения информация об объектах:

1. количественный химический состав



а б

Рис. 3. РФЭС спектр стали 09Г2С: а) до очистки, б) после очистки ионным травлением

Таблица 1. Определение химического состава стали 09Г2С

	Элементный состав образца			
	Исходное состояние		Состояние после очистки	
Элемент	**Энергия (эВ)**	**Атомная доля (%)**	**Энергия (эВ)**	**Атомная доля (%)**
Fe2p	707.01	1.91	707.45	92.22
O1s	531.28	67.89	531.19	7.78
C1s	285.87	30.20		

2. химические сдвиги остовных уровней

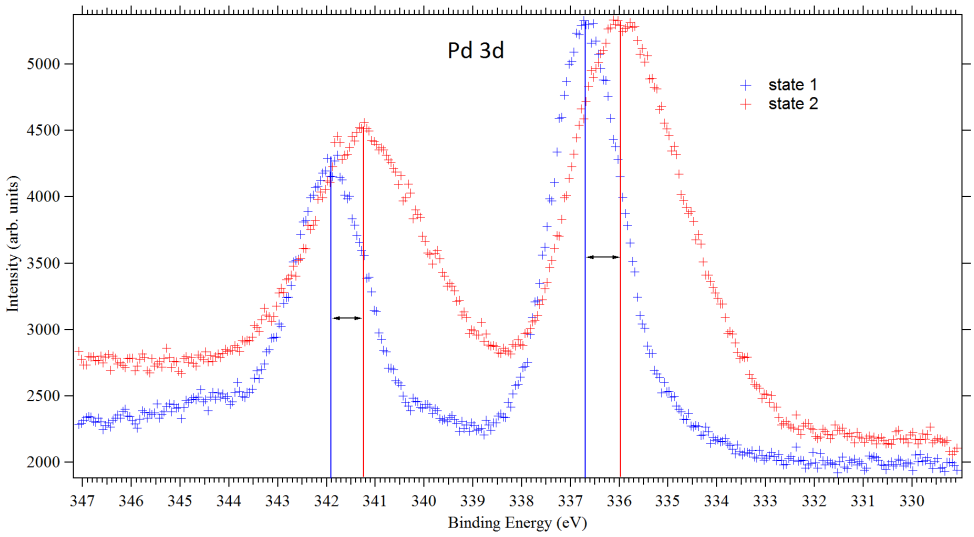
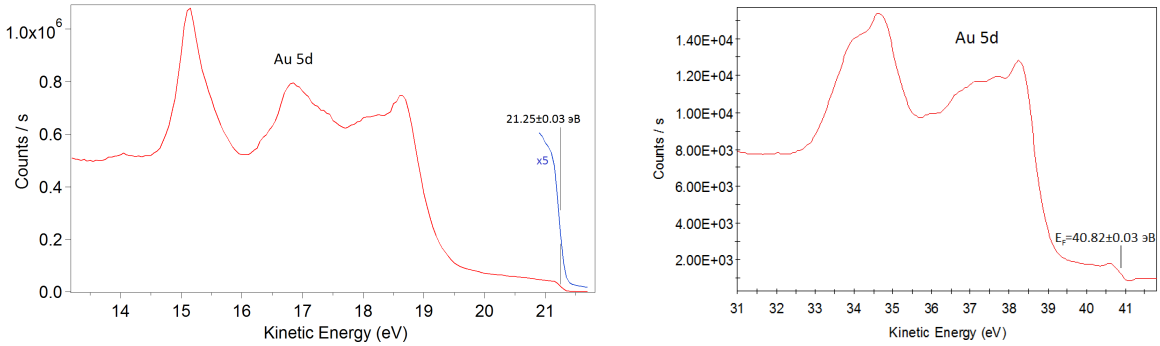


Рис. 4. Остовные уровни находящегося в разных состояниях палладия, сдвиг - 0.7 эВ.

3. электронная структура валентной зоны



а б

Рис. 5. Фотоэлектронный спектр валентной зоны поликристаллического золота: а) HeI (21.2 эВ), б) HeII (40.8 эВ)

4. распределение элементов по глубине в приповерхностной области

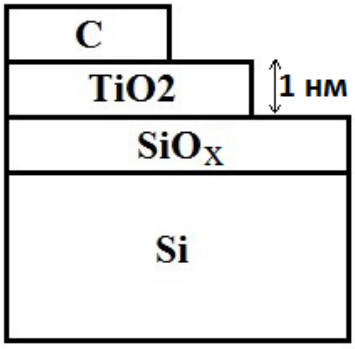


Рис. 6. Послойная схема TiO_2/Si. Данные о распределении элементов по глубине и значение толщины плёнки TiO_2 получены в результате анализа спектров, записанных под разными углами между нормалью к поверхности образца и направлением на анализатор

5. карта химических состояний элементов на поверхности

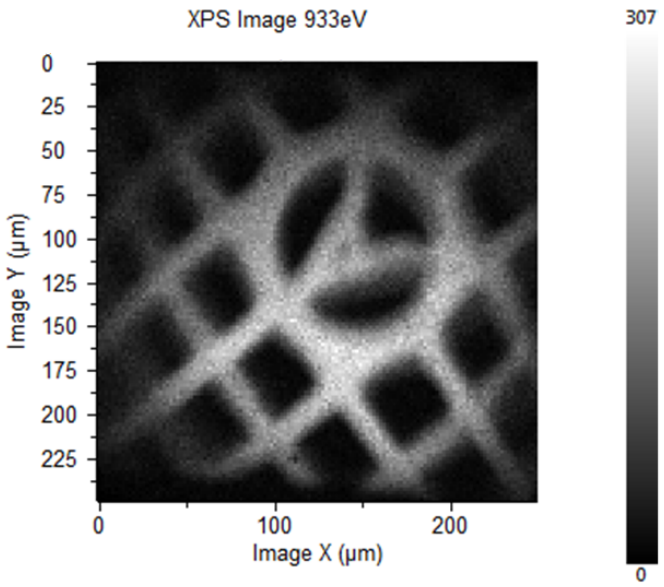


Рис. 7. Пространственная карта меди на поверхности тестового образца.

6. информация о кристаллографической структуре и ориентации поверхности

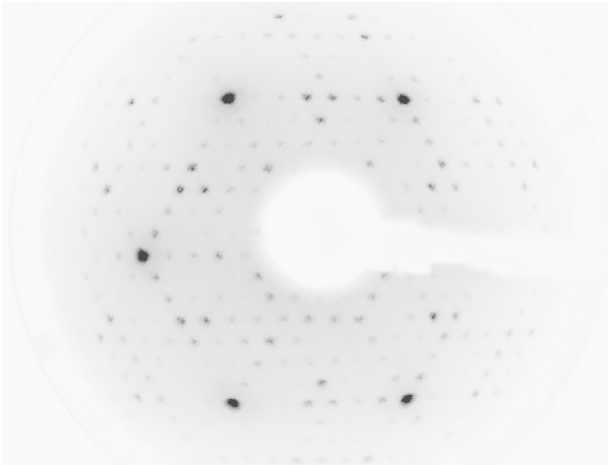


Рис. 8. Изображение ДМЭ Si(111)7×7. Энергия пучка - 50 эВ.

Аналитическая камера

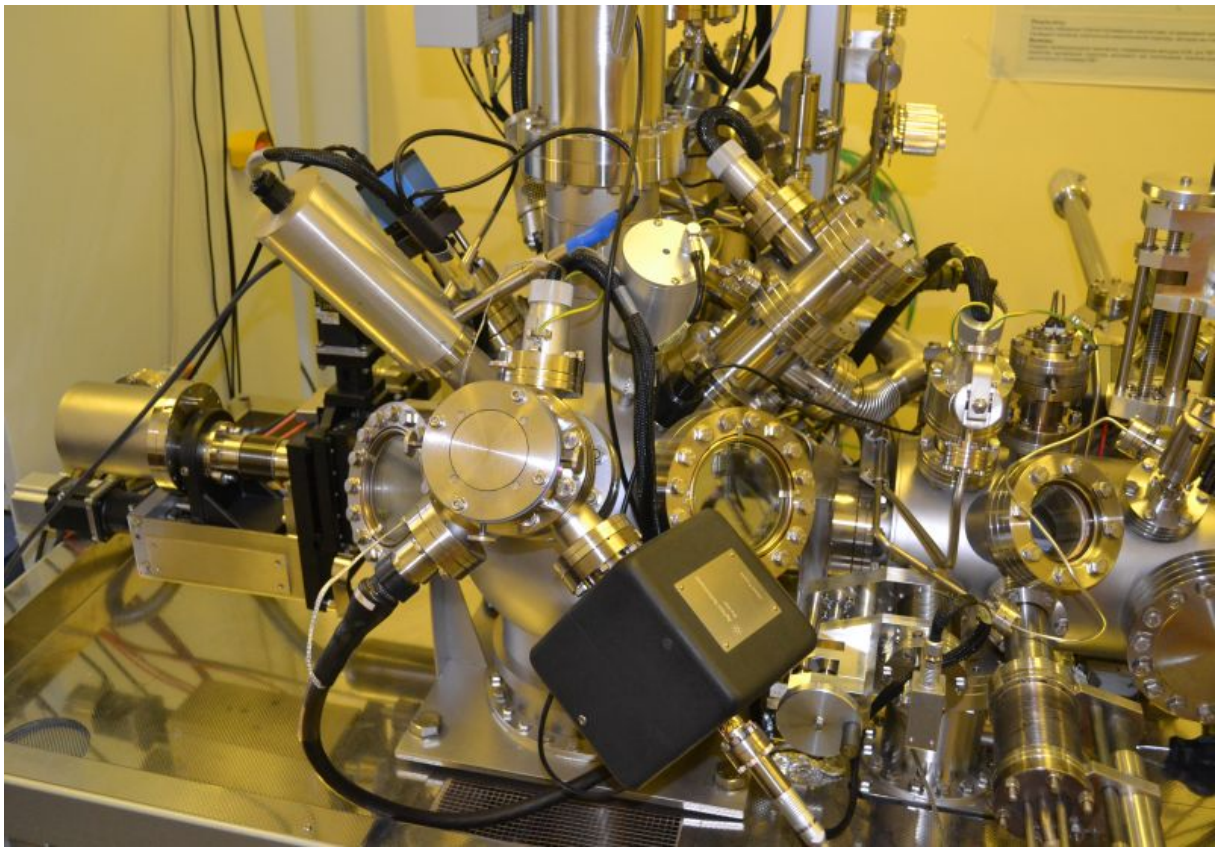


Рис. 9. Аналитическая камера.

Экспериментальная станция состоит из трёх камер, имеющих независимые системы откачки: аналитической камеры (см. рис. 9), камеры подготовки образцов (см. рис. 11) и камеры загрузки образцов (см. рис. 12). Базовое давление в аналитической камере - $1 \cdot 10^{-10}$ мбар.

В аналитической камере расположено следующее оборудование (см. рис. 10):

1. источник рентгеновского излучения Al-K_α (1486.6 эВ, с монохроматором), размер пятна на образце регулируется в пределах от 200 мкм до 900 мкм

2. ультрафиолетовый источник (HeI (21.2 эВ), HeII (40.8 эВ)) с дифференциальной откачкой для проведения исследований валентной зоны с угловым разрешением менее 1.5°[15]

3. система для визуализации изображений поверхности при помощи РФЭС с пространственным разрешением при сканировании не более 20 мкм, минимальная область анализа при спектроскопии в режиме параллельной визуализации не более 3 мкм

4. растровая ионная пушка EX06 (энергия ионов от 0.2 до 4 кэВ)

[15] см. http://www.datacompscientific.com/TVGS/UVL_AN31058_DS.pdf

5. встроенный во входные линзы анализатора электронный источник для нейтрализации положительного заряда и источник положительных ионов аргона для нейтрализации отрицательного заряда (обеспечение возможности иследования диэлектриков)

6. полусферический анализатор с двумя детекторами: мультиканальным детектором на основе канальных электронных умножителей широкого динамического диапазона и двумерным детектором на основе двойной микроканальной пластины и координатного детектора

7. система магнитных иммерсионных линз для увеличения чувствительности (интенсивности) с сохранением пространственного разрешения

8. растровая электронная пушка на эффекте полевой эмиссии FEG1000 с размером пятна пучка электронов менее 95 нм при токе 5 нА и энергии 10 кэВ[16], система регистрации вторичных электронов[17]

9. цифровая камера The Imaging Source DFK 41AF02[18]

10. 5-осевой манипулятор, позволяющий зафиксировать образец, запомнить несколько точек измерения и восстановить положение после переноса в камеру подготовки

11. система прогрева образцов на манипуляторе (до 1000 K)

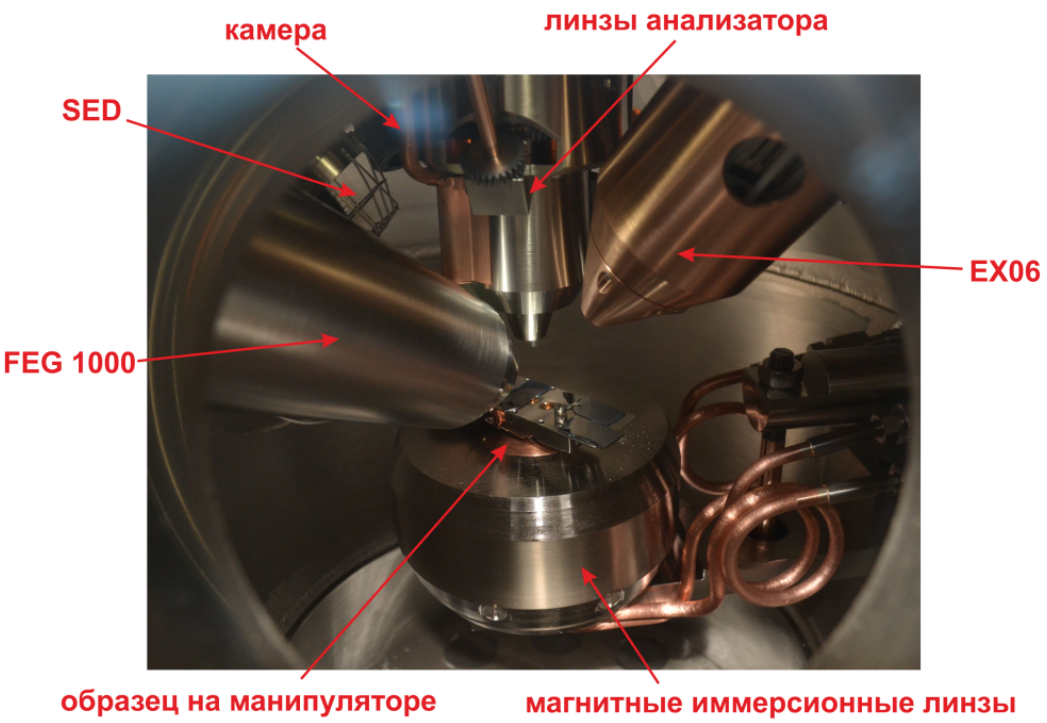


Рис. 10. Оборудование в аналитической камере.

[16] см. http://www.datacompscientific.com/TVGS/FEG1000_AN31059_DS.pdf
[17] Secondary Electron Detection (SED) system
[18] см. http://www.theimagingsource.com/en_US/products/cameras/firewire-ccd-color/dfk41af02/

Камера подготовки образцов

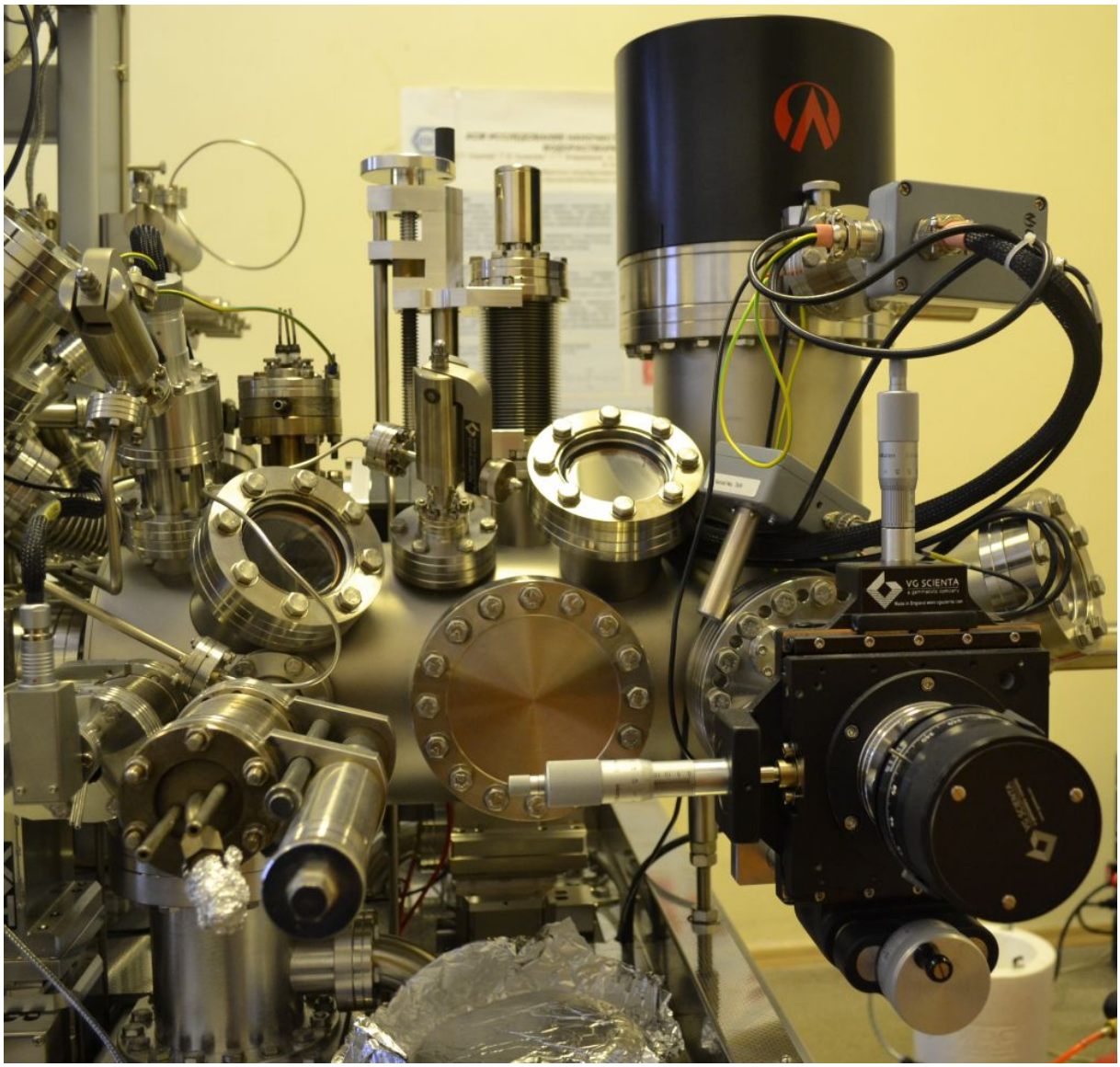


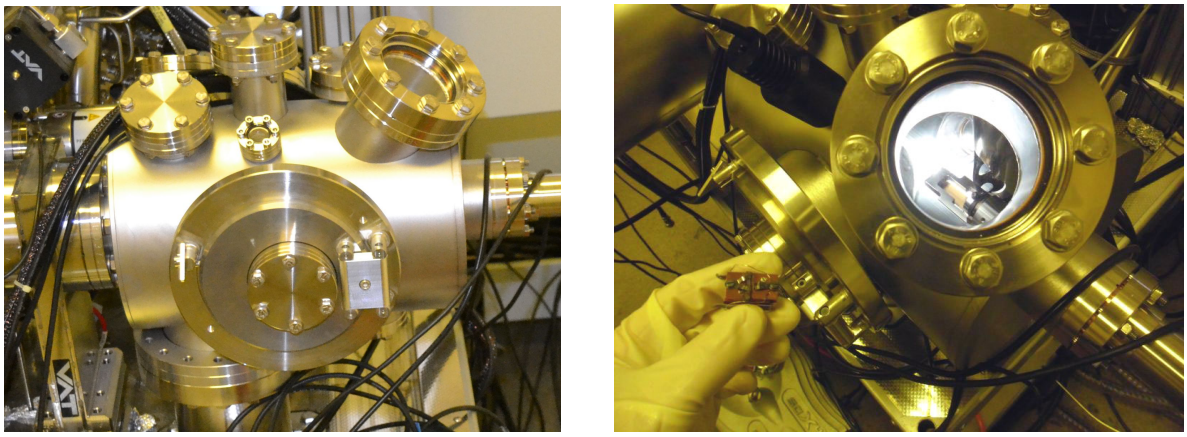
Рис. 11. Камера подготовки образцов.

В камере подготовки образцов расположено следующее оборудование:

1. ионная пушка EX03[19]
2. дифрактометр Omicron SPECTALEED со встроенным Оже-электронным спектрометром[20]
3. столик для прогрева образцов (до 1000 K)
4. система напуска газов (возможно проведение операций в газовой среде с давлением в пределах $1 \cdot 10^{-8}$ - $1 \cdot 10^{-5}$ мбар)
5. хранилище для размещения 3 держателей образцов

[19] см. http://www.datacompscientific.com/TVGS/EX03_AN31062DS.pdf
[20] см. http://www.omicron.de/en/products/spectaleed-/instrument-concept

Камера загрузки образцов



а б

Рис. 12. Камера загрузки образцов: а) общий вид, б) ввод держателя в камеру загрузки образцов

Камера загрузки образцов является частью системы, в которой происходит непосредственная загрузка образцов с атмосферы и их выгрузка после проведения измерений. Загрузка осуществляется через дверцу, закрывающуюся на витоновую прокладку (см. рис. 12б), за один цикл возможно вынуть из экспериментальной станции один держатель, находящийся на манипуляторе, предназначенном для переноса образцов из камеры загрузки в камеру подготовки, и установить на его место другой (либо его же после замены образцов). Камера загрузки образцов не прогревается после ввода образцов, но при этом система откачки позволяет получить давление около $1 \cdot 10^{-9}$ мбар.

Требования к образцам. Держатели образцов.

Монтаж образцов осуществляется на один из держателей, входящих в набор Thermo Fisher Scientific SKIT20.

Возможно измерение твердотельных образцов, не нарушающих сверхвысоковакуумные условия во время измерений. Допустимые длина и ширина образцов варьируются в зависимости от используемого держателя, максимальная допустимая высота при использовании стандартного держателя - 5 мм, держателя с возможностью нагрева образца - 3 мм. Допускается одновременное размещение нескольких образцов на одном держателе. При исследовании порошкообразных веществ они должны быть предварительно нанесены (вдавлены) пользователем на подходящую подложку, например, в мягкий металл (медь, золото) или на вакуумный скотч. Допускается прессовка порошков в таблетки. При размещении проводящих образцов на промежуточных подложках в качестве подложек следует также использовать проводящие материалы. Допускается измерение высушенных суспензий, нанесённых на твёрдую гладкую поверхность, например, на кремний. Подготовка образцов и подложек (обрезка, нанесение веществ, высушивание и т. д.) осуществляется пользователями, непосредственный монтаж на держатель - сотрудниками ресурсного центра.

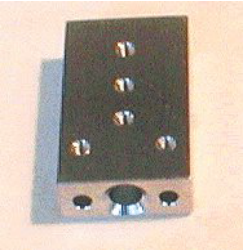


Рис. 13. Стандартный держатель.

Стандартные держатели представляют собой бруски размерами 25x14x6 мм (см. рис. 13). Образцы могут прикреплены как непосредственно к держателю с помощью болтов M2 или специального скотча, так и с помощью молибденовых удерживающих скоб, закреплённых на держателе с помощью болтов M2 (см. рис. 14). Большие образцы также могут быть закреплены с помощью серебряного эпоксидного двухкомпонентного клея или двустороннего проводящего вакуумного скотча (см. рис. 15).

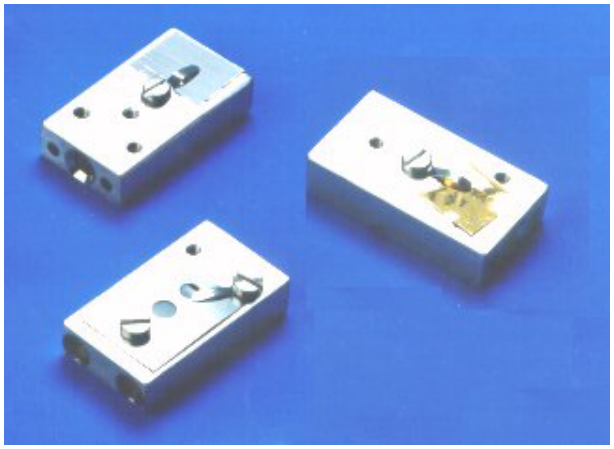


Рис. 14. Закрепление образцов на стандартных держателях с помощью удерживающих скоб.

Рис. 15. Закрепление образцов на стандартных держателях с помощью серебряного клея или специального скотча.

50-миллиметровый держатель состоит из пластины, сделанной из нержавеющей стали 26SWG, и имеющей размеры 50x20 мм, и бруска из нержавеющей стали (см. рис. 16). Образцы могут быть прикреплены с помощью клипс различных размеров (см. Рис 17) или специального скотча. Также для закрепления образцов могут быть

использованы болты и гайки M1.6 и удерживающие скобы: в пластине предусмотрены 8 соответствующих отверстий (см. рис. 18).

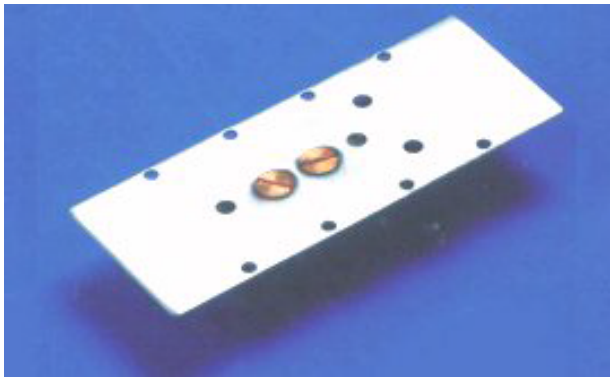


Рис. 16. 50-миллиметровый держатель.

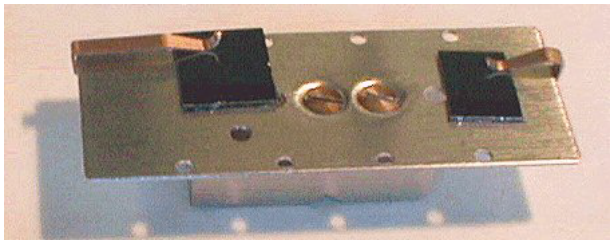
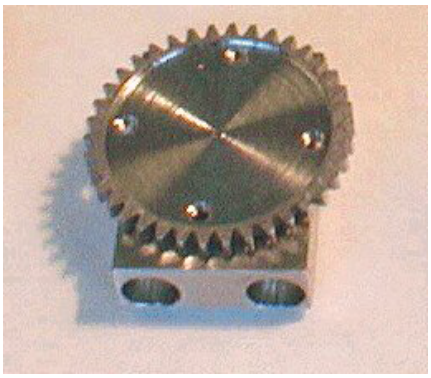


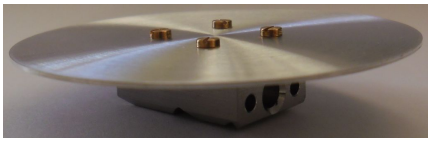
Рис. 17. Закрепление образцов на 50-миллиметровом держателей с помощью клипс.

Рис. 18. Закрепление образцов на 50-миллиметровом держателей с помощью удерживающих скоб.

Для некоторых материалов возможно улучшение разрешения по глубине, если образец вращается во время травления (уменьшение влияния топографии). Примерами таких материалов являются поликристаллические металлы на плоских подложках, например алюминий на кремнии. Вращение также может быть полезным для ионного профилирования неровных образцов для уменьшения области затенения ионного пучка. Экспериментальная станция Escalab 250Xi позволяет осуществлять вращение образца в ходе эксперимента с помощью 5-осевого манипулятора и специального держателя, состоящего из бруска-базы, шестерёнки и металлического диска (см. рис. 19).



а



б

Рис. 19. Держатель с азимутальным вращением: а до монтажа диска, б после монтажа диска

Специальный держатель (см. рис. 20) позволяет осуществлять нагрев образца до 600 К и охлаждение до 170 К. Для контроля температуры используется термопара.

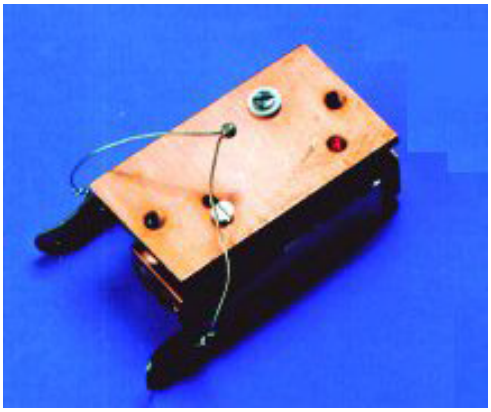


Рис. 20. Держатель для нагрева и охлаждения.

Держатель для интенсивного нагрева (см. рис. 21) позволяет осуществлять нагрев образца до 1000 К. Для контроля температуры используется термопара.

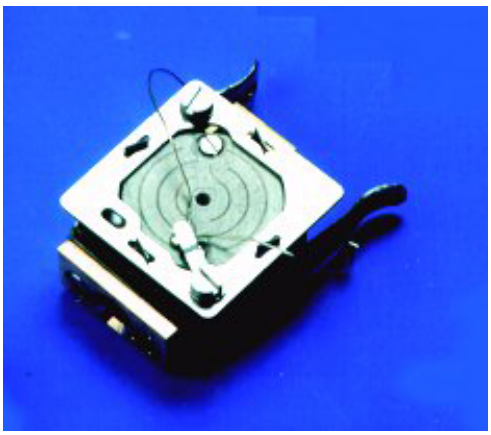


Рис. 21. Держатель для интенсивного нагрева.

Приложение А: основные схемы экспериментальной станции

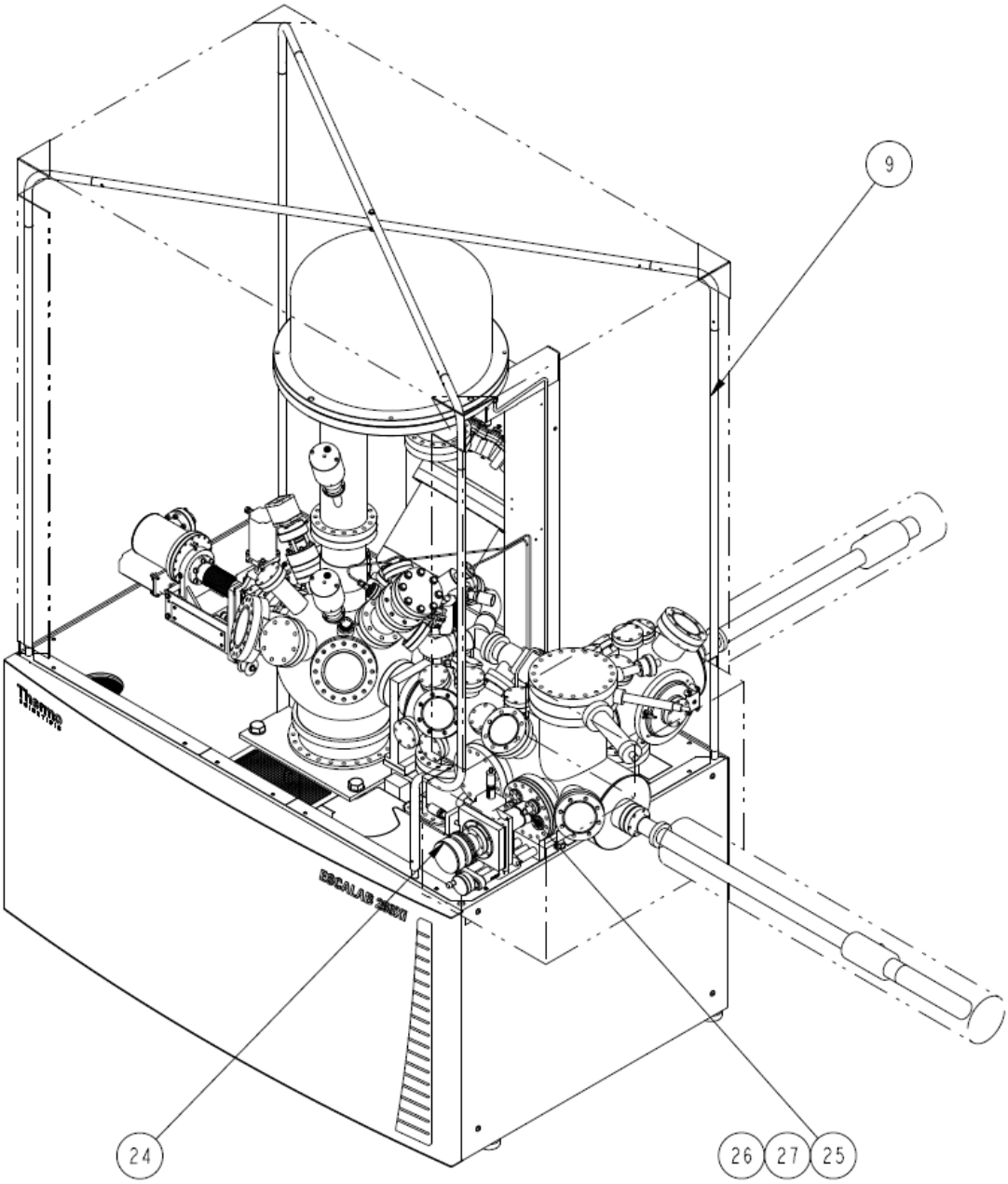


Рис. 22. Схема экспериментальной станции.

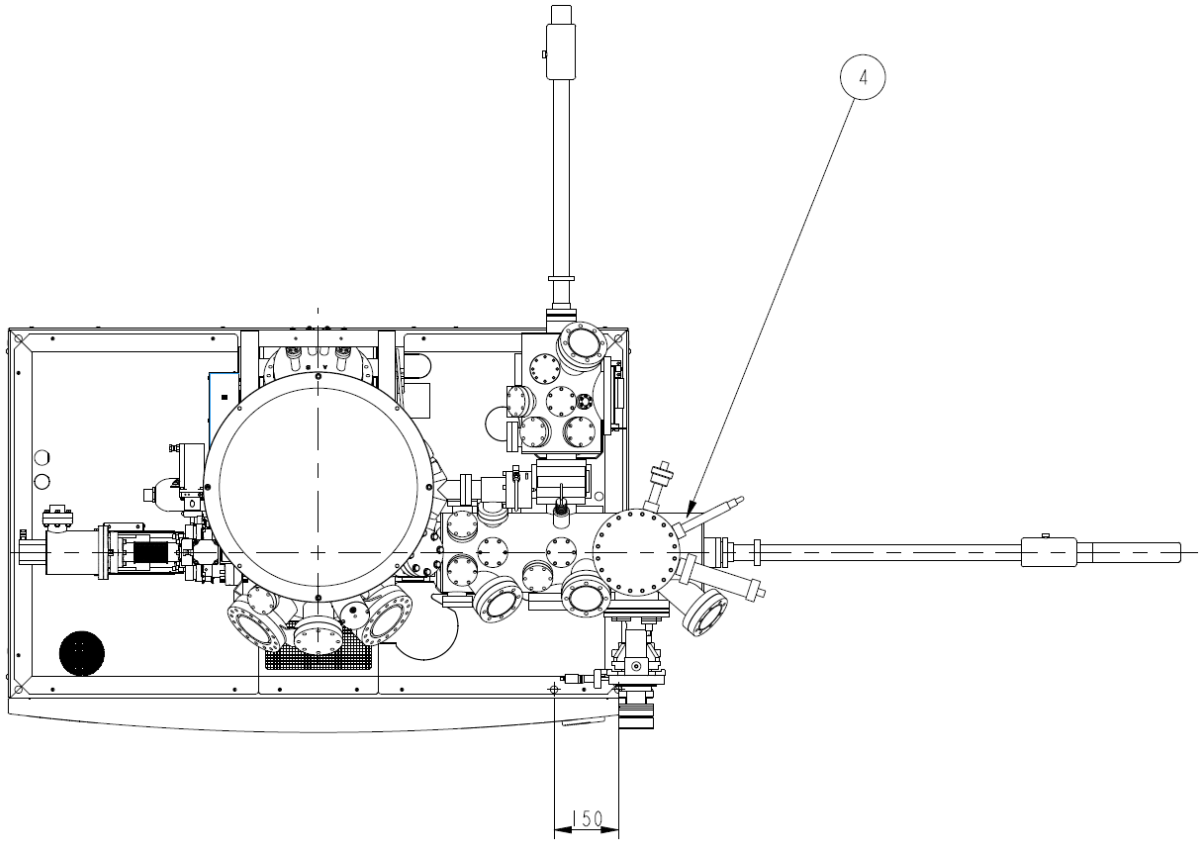


Рис. 23. Схема экспериментальной станции. Вид сверху. Слева - аналитическая камера, справа снизу - камера подготовки образцов, справа сверху - камера загрузки образцов.

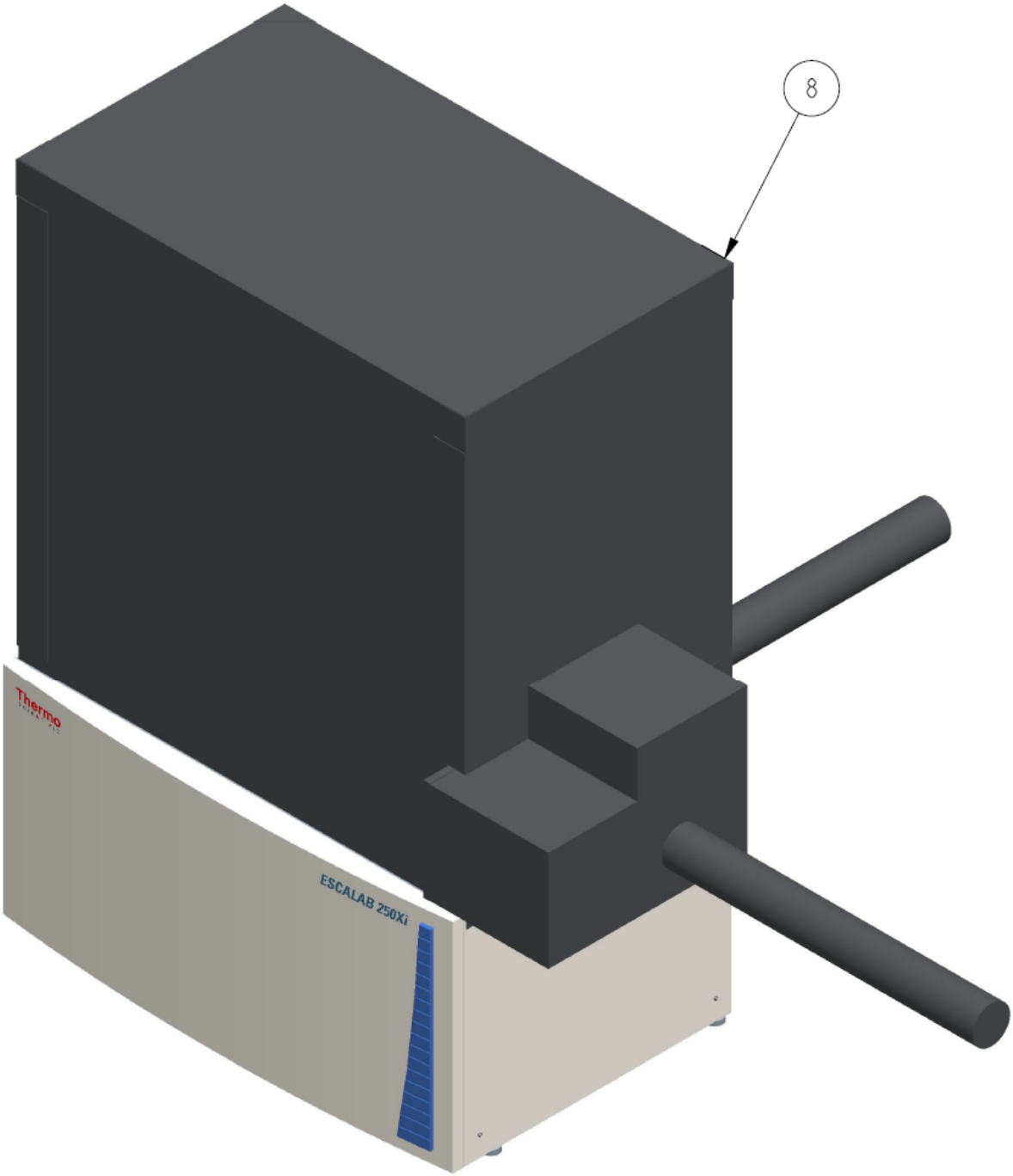


Рис. 24. Общий вид экспериментальной станции с установленным тентом для прогрева.

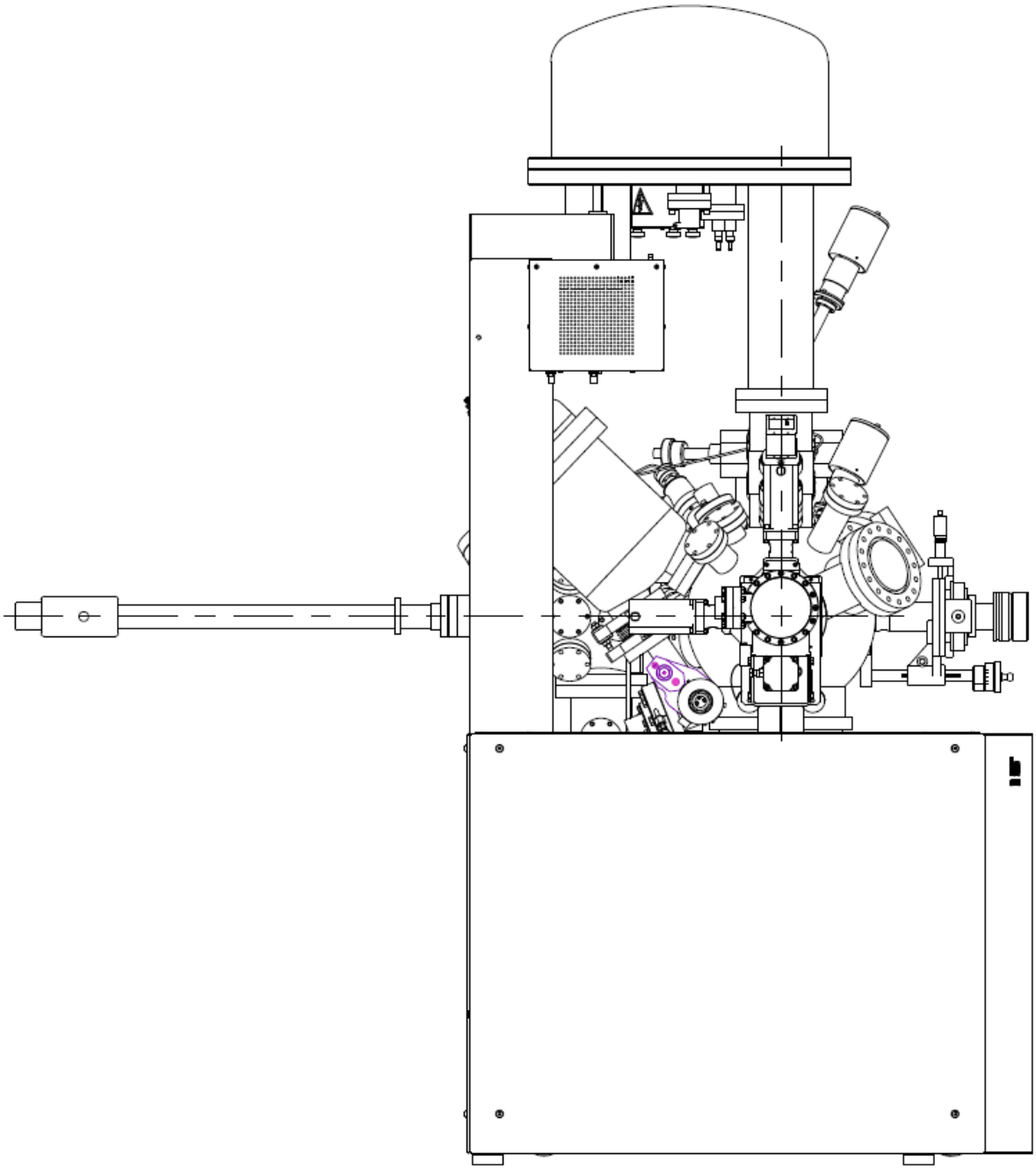


Рис. 25. Схема экспериментальной станции. Вид со стороны аналитической камеры.

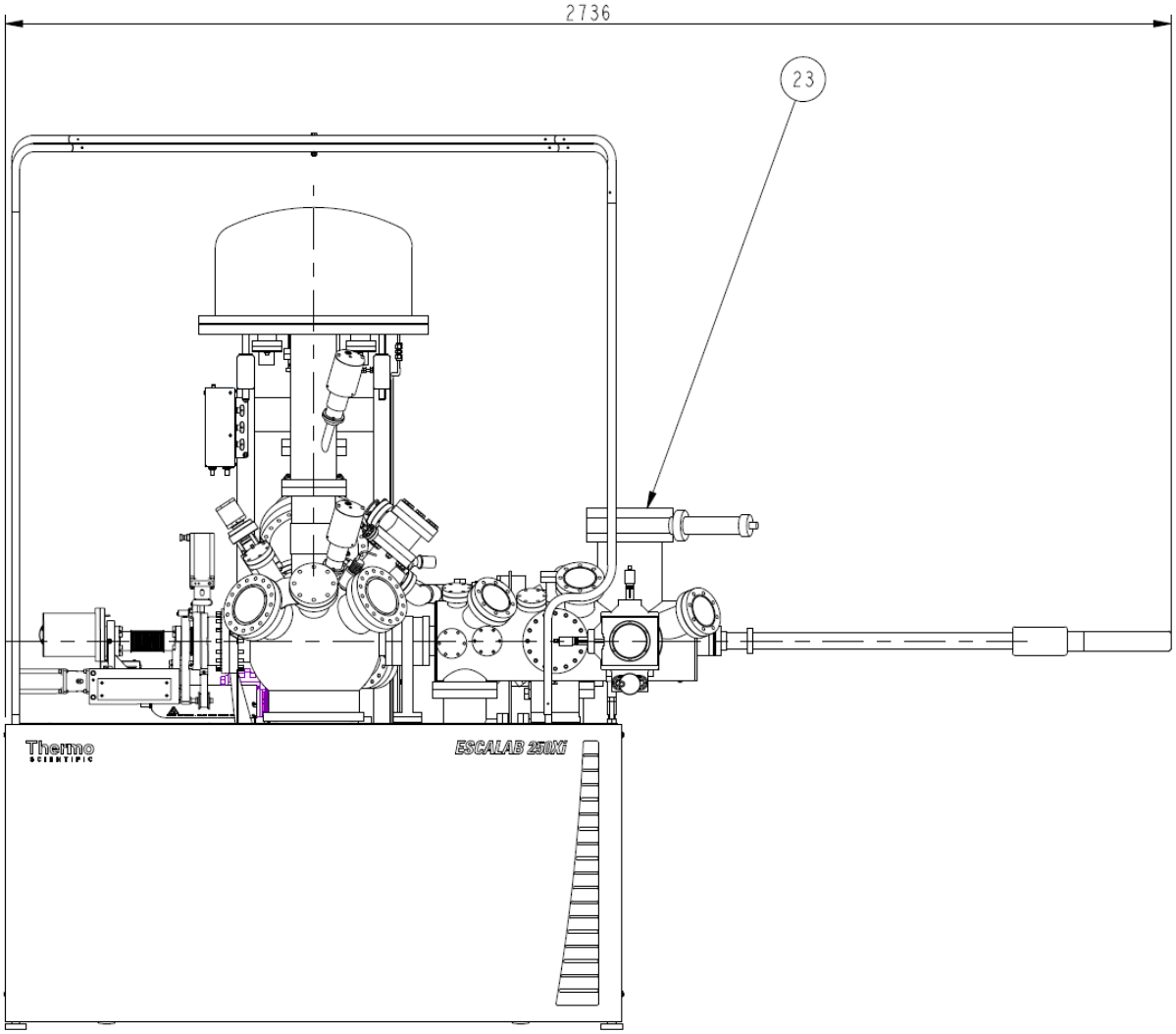


Рис. 26. Схема экспериментальной станции. Вид спереди. По центру - аналитическая камера, справа - камера подготовки образцов.

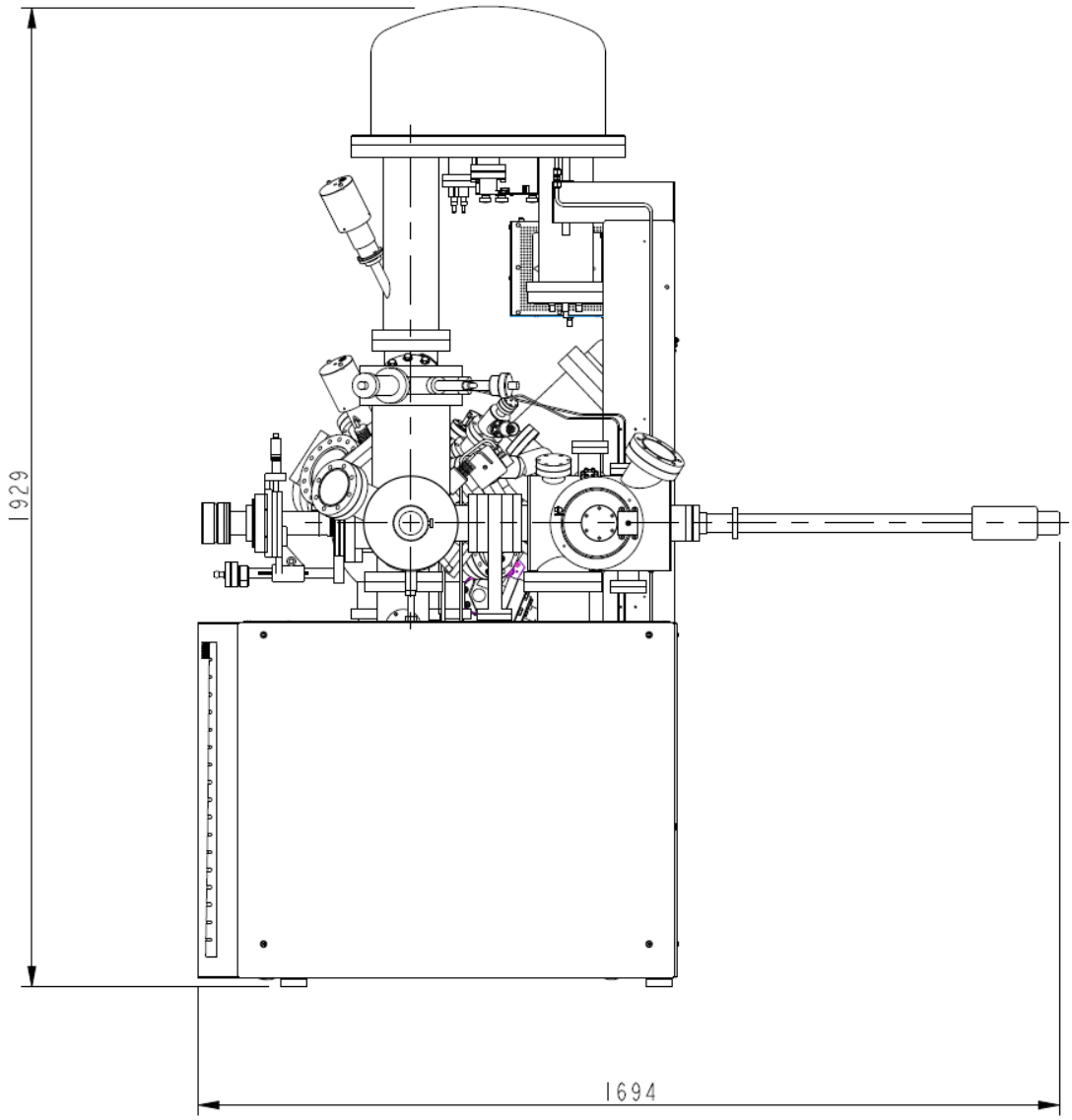


Рис. 27. Схема экспериментальной станции. Вид со стороны камеры подготовки образцов (вид справа). Слева - камера подготовки образцов, справа - камера загрузки образцов.

Таблица 2. Фланцы и оборудование экспериментальной станции Escalab 250Xi

№	Наименование
4	камера подготовки образцов
8	тент для прогрева установки
9	каркас для тента
23	дифрактометр Omicron SPECTALEED
24	площадка для держателя образца ZSHI[21] и приёмное устройство для образца XL09
25	коаксиальный вход
26	транслятор Miniax ZXYZ1015[22]
27	привод вращения RD2[23]

[21] см. https://www.vgscienta.com/_resources/File/Catalogue_Sections/Manipulation/Manipulation-SampleHolders.pdf

[22] см. http://www.vgscienta.com/_resources/File/Catalogue_Sections/Manipulation/Manipulation-Miniax.pdf

[23] см. http://www.vgscienta.com/_resources/File/Catalogue_Sections/VGScienta_Rotary_Drives.pdf

Приложение В: чертежи аналитической камеры

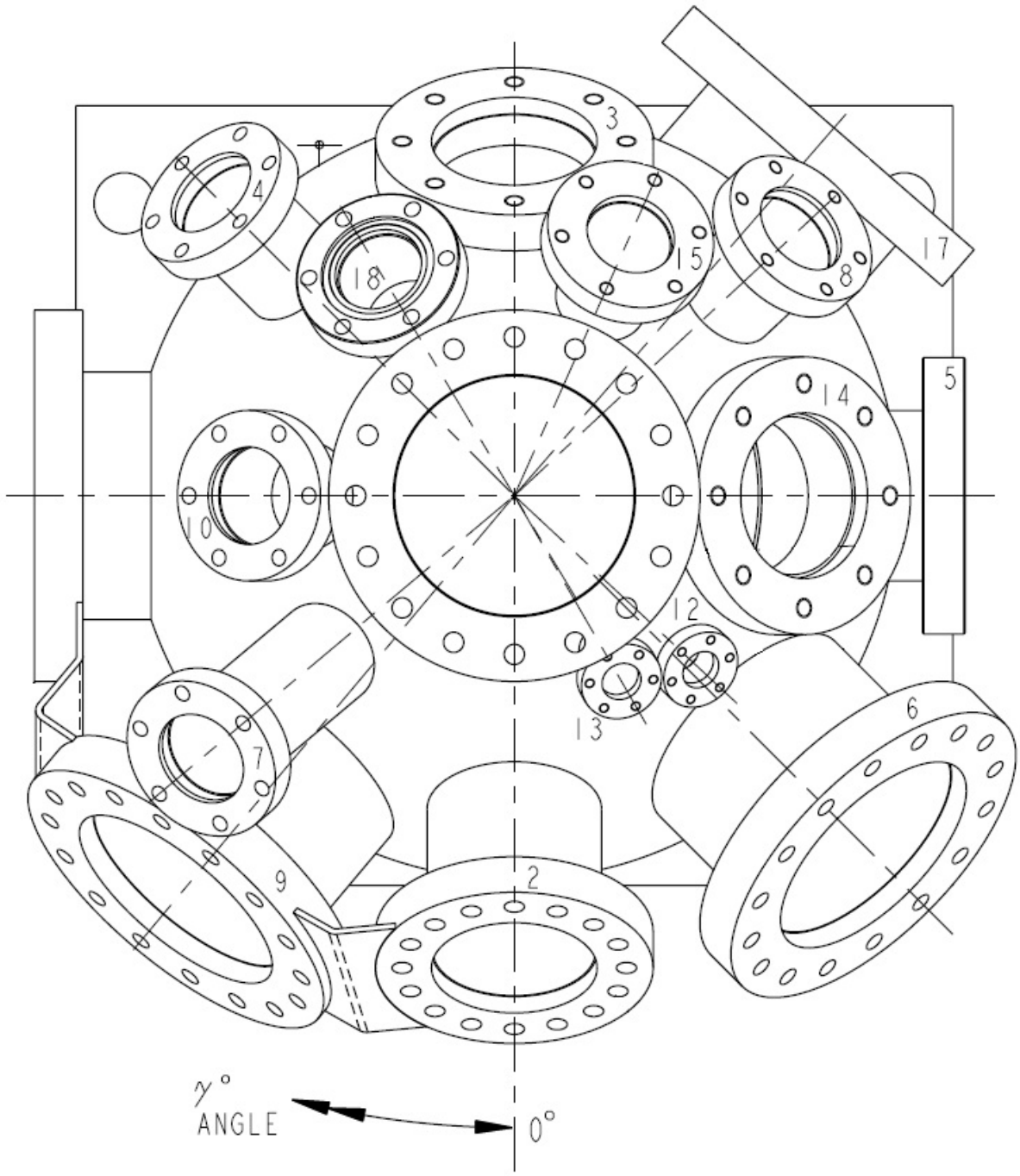


Рис. 28. Чертёж аналитической камеры. Вид сверху (камера подготовки образцов - справа).

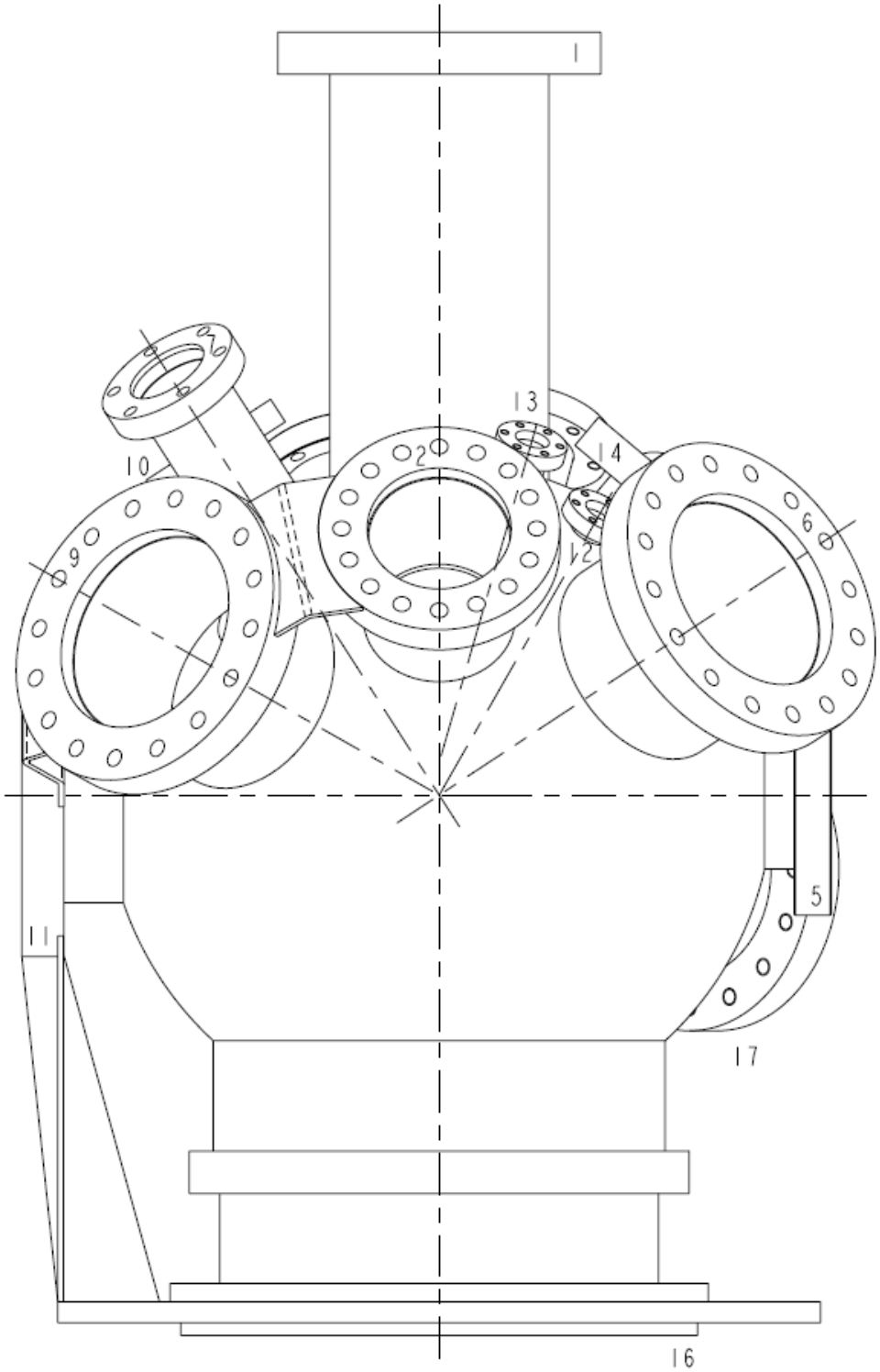


Рис. 29. Чертёж аналитической камеры. Вид спереди (камера подготовки образцов - справа).

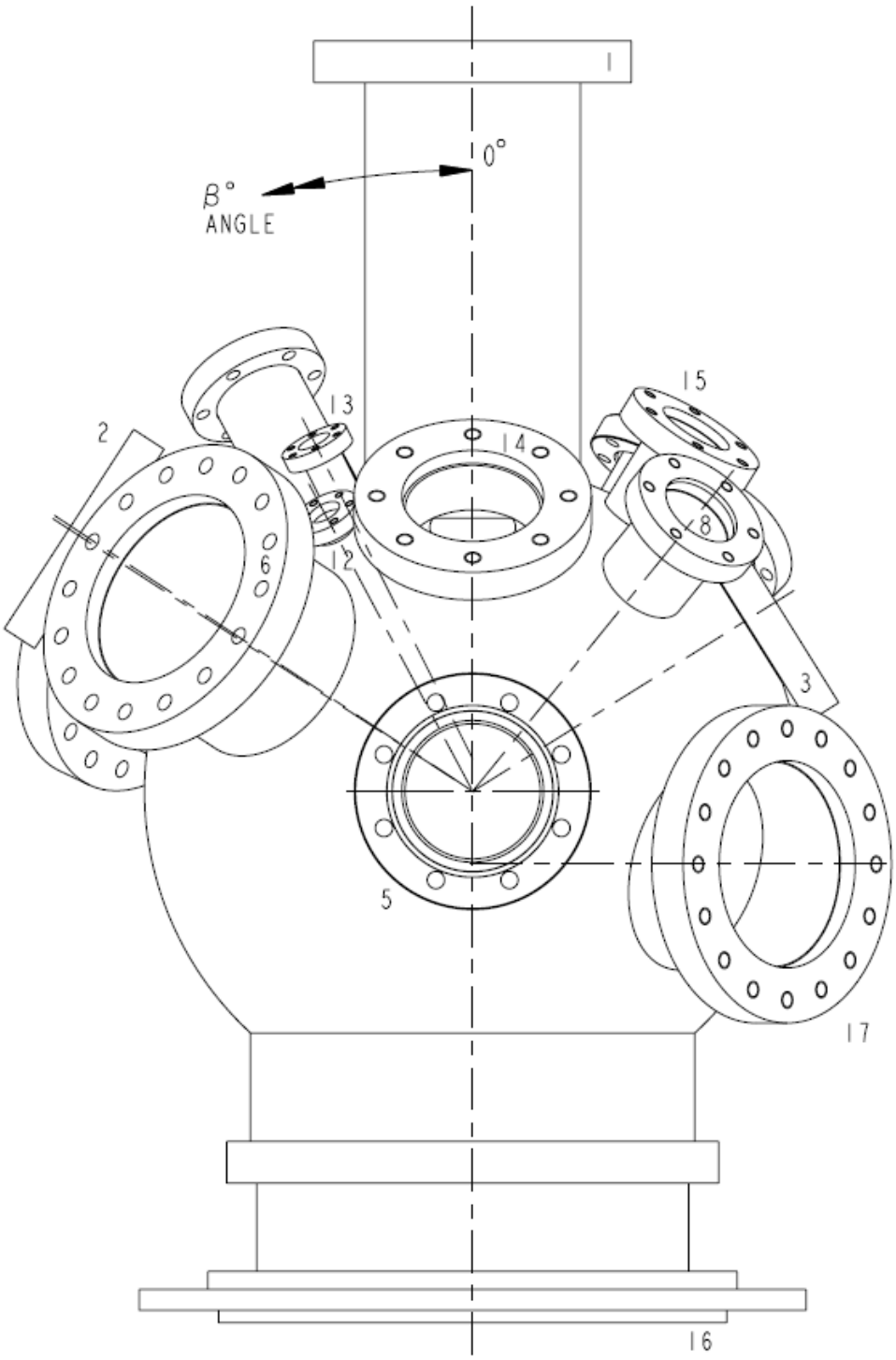


Рис. 30. Чертёж аналитической камеры. Вид со стороны камеры подготовки образцов (вид справа).

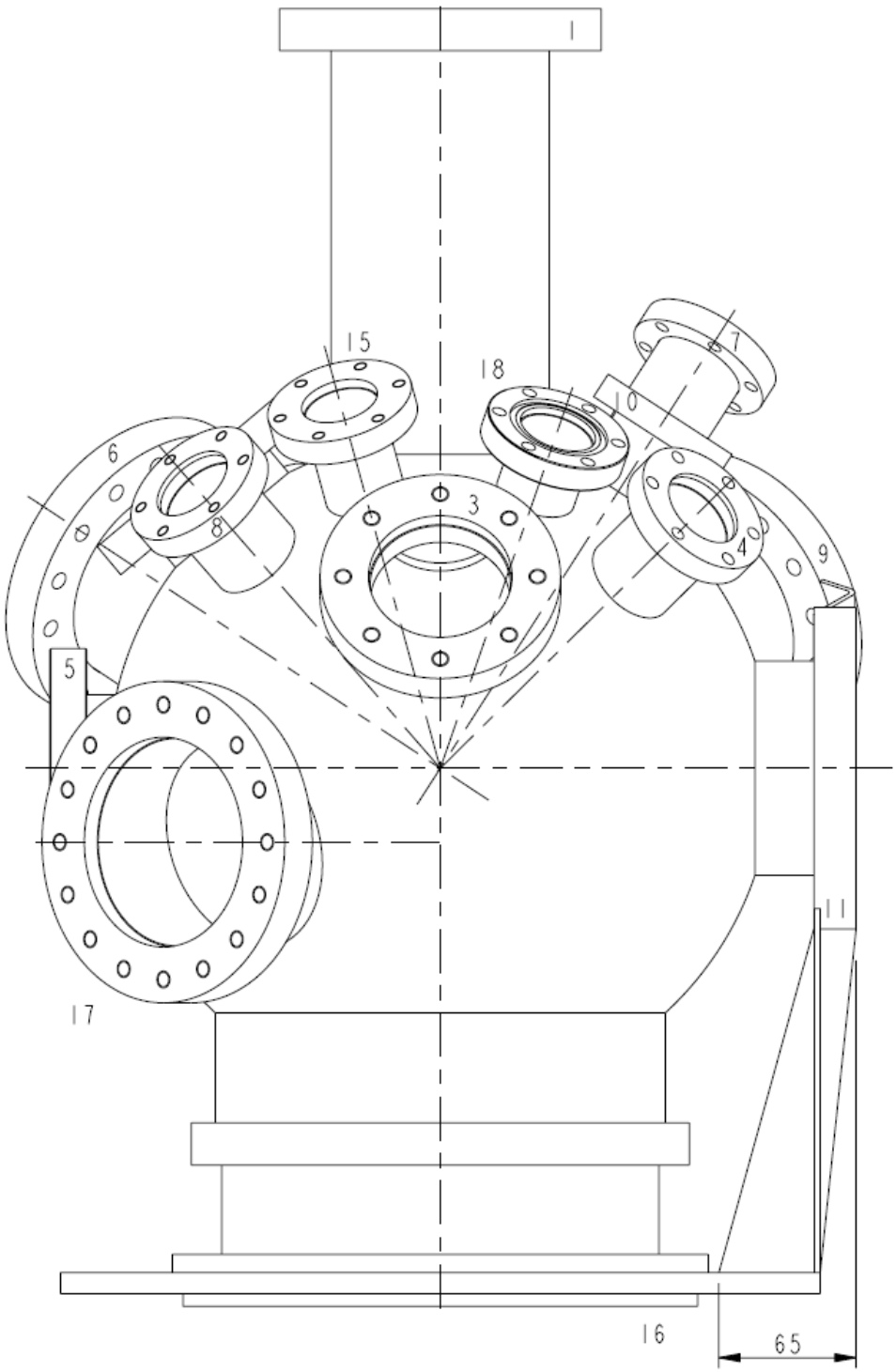


Рис. 31. Чертёж аналитической камеры. Вид сзади (камера подготовки образцов - слева).

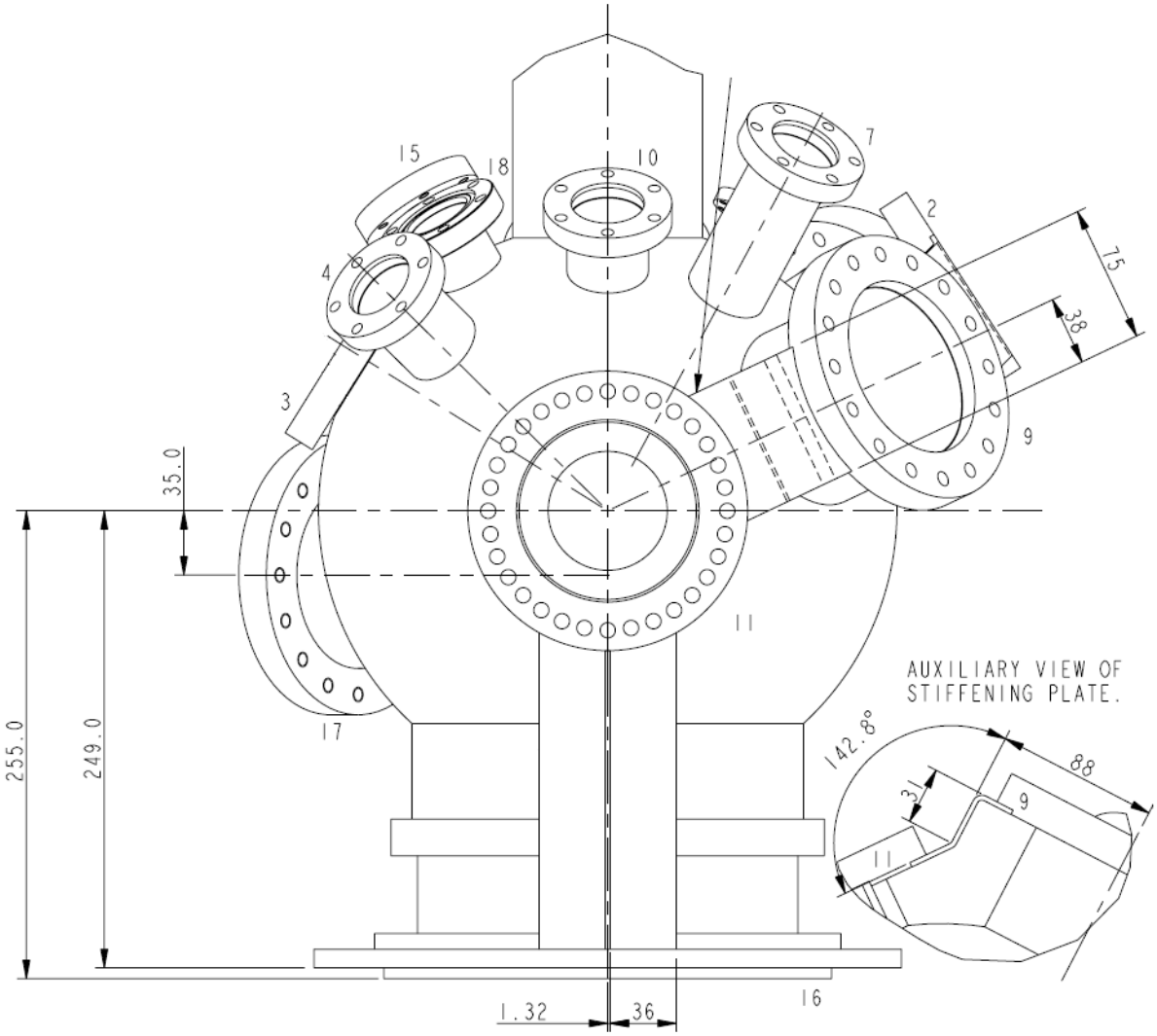


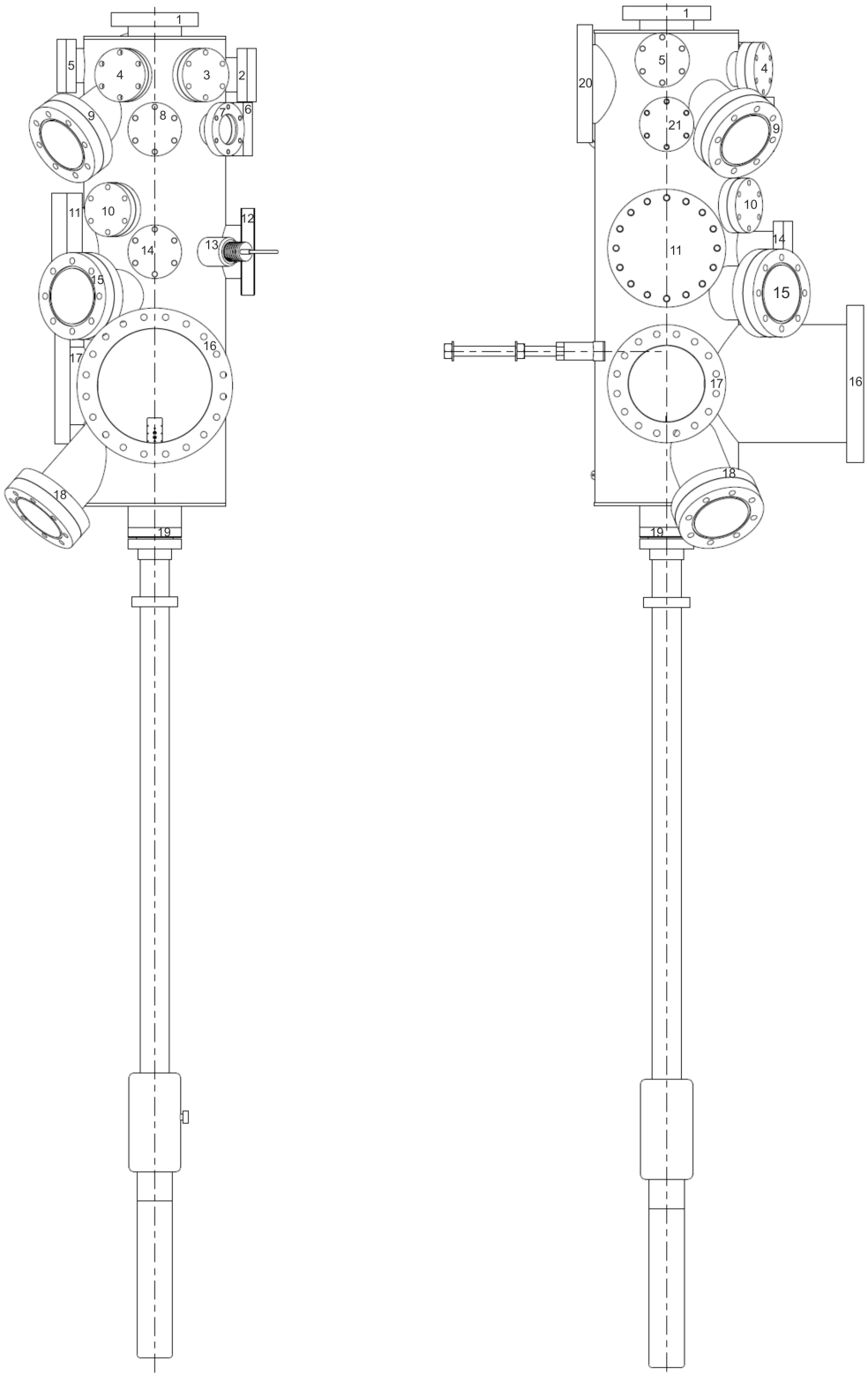
Рис. 32. Чертёж аналитической камеры. Вид слева.

Таблица 3. Фланцы и оборудование аналитической камеры

№	Размер трубы	фланец	угол β	угол γ	Предназначение
1	-	DN100	0	0	магнитные линзы
2	71.65mm OD x 2.5mm	DN63	57	0	растровая электронная пушка FEG1000
3	3/4" O/D x 16 SWG	DN63	58	180	монохроматор и источник рентгеновского излучения XR6
4	3/4" O/D x 16 SWG	DN35	55	135	вакуумный датчик
5	3/4" O/D x 2.5mm	DN63	90	270	камера подготовки образцов
6	O/D" O/D x 16 SWG	DN100	65	315	смотровой фланец
7	3/4" O/D x 16 SWG	DN35	40	50	сцинтиллятор
8	3/4" O/D x 16 SWG	DN35	50	227	потоковый источник
9	4" O/D x 16 SWG	DN100	70	40	смотровой фланец
10	3/4" O/D x 16	DN45	33	90	цифровая камера
11	4" O/D x 2.5mm	DN100	90	90	моторизованный манипулятор
12	3/4" O/D x 18 SWG	DN16	38	313	смотровой фланец для монтажа лампы
13	3/4" O/D x 18 SWG	DN16	30	330	шаговый двигатель апертуры (Field of View)[24]
14	3/4" O/D x 2.5mm	DN63	40	270	растровая ионная пушка EX06
15	1/2" O/D x 18 SWG	DN35	34	204	вводы питания электронного источника
16	8" I/D x 14 SWG	DN200	-	-	турбомолекулярный насос
17	4" O/D x 16 SWG	DN100	90	221	магнитные линзы
18	1/2" O/D x 18 SWG	DN35	34	149	ультрафиолетовый источник

[24] шаговый двигатель апертуры (Angle) расположен выше

Приложение C: чертежи камеры подготовки образцов



а б

Рис. 33. Камера подготовки образцов: а) вид сверху, б) вид сбоку

Таблица 4. Фланцы и оборудование камеры подготовки образцов

№	фланец	Предназначение
1	DN63	аналитическая камера
2	DN35	аксессуар для ионной пушки
3	DN35	запасной фланец
4	DN35	ионная пушка EX03
5	DN35	площадка для прогрева образца
6	DN35	датчик вакууметра
7	DN35	дифференциальная откачка
8	DN35	запасной фланец
9	DN63	смотровой фланец
10	DN35	газовая линия
11	DN63	запасной фланец
12	DN63	камера загрузки образцов
13	DN16	смотровой фланец для монтажа лампы
14	DN35	держатель площадки для размещения 3 образцов
15	DN63	смотровой фланец
16	DN150	дифрактометр Omicron SPECTALEED
17	DN63	xyz-манипулятор с держателем образца
18	DN63	смотровой фланец
19	DN35	манипулятор
20	DN100	система откачки
21	DN35	запасной фланец