

# Physikalische Analytik

- 1** Warum verwendet man in der physikalischen Analytik für quantitative Untersuchungen der Zusammensetzung von Festkörpern hauptsächlich Methoden, bei denen entweder die Innerschalenelektronen oder die Massen der Atomkerne untersucht werden?

(Massen der) Atomkerne und Innerschalenniveaus (siehe charakteristische Röntgenstrahlung...) sind charakteristisch für Atome/Elemente, so können diese identifiziert werden. Die Intensität der gemessenen Linien gibt Auskunft über die in der Probe enthaltene Menge des Elements. Elektronen aus dem Valenzband bestimmen die Eigenschaften des Festkörpers.

- 2** Welchen Wellenlängen (oder Energie-) bereich haben Röntgenstrahlen? Welche Wellenlängen wird man bevorzugt zur Untersuchung heranziehen, wenn man etwas über die elektronische Struktur von Festkörpern wissen will?

Röntgenstrahlen:  $10^{-8} - 10^{-11}\text{m}$  bzw.  $10^2 - 10^5\text{eV}$

elektronische Struktur von Festkörpern: Man braucht Energien, die ausreichen um die Atome zu ionisieren. Die mittlere Bindungsenergie von Valenzelektronen liegt im Bereich von einigen eV bis zu einigen keV. Das entspricht Wellenlängen zwischen  $10^{-7}$  und  $10^{-9}\text{m}$ .

- 3** Welche Wellenlängen müssen Teilchenwellen oder elektromagnetische Wellen haben, um für die Kristallgitterbestimmungen sinnvoll zu sein?

Die Wellenlänge sollte in der gleichen Größenordnung sein wie der Netzebenenabstand im Kristall, zirka  $10^{-10} - 10^{-9}\text{m}$ .

(Bragg'sches Gesetz:  $n\lambda = 2d \sin \theta$ )

- 4** Größenordnungen: Was ist der typische Abstand zwischen zwei Kernen in einem Festkörper? Was ist ein typischer Kernradius? Wie gross ist typischerweise ein Ionenradius?

Abstände im Festkörper: einige Angström ( $10^{-10}\text{m}$ ), Kernradius:  $10^{-15}\text{m}$ , Ionenradius: einige  $10^{-11}\text{m}$ .

- 5** Nennen Sie drei Anwendungsbereiche der Analytik für die industrielle Produktentwicklung

Chemie: Katalyse, Oxidation, organische Materialien, Kosmetik

Technik: Metallurgie, Fertigung, Korrosion, Verschleiß

Materie: Mikroelektronik, Papier, Glas, Textil

- 6** Warum werden für die Analytik des oberflächennahen Bereiches einer Probe (wenige Atomlagen) hauptsächlich Methoden eingesetzt bei denen geladene Teilchen verwendet werden, während für die Festkörperanalytik Röntgenstrahlen weitaus häufiger anwendung finden?

Geladene Teilchen haben eine starke Wechselwirkung (Coulomb-WW) mit der Probe, sie werden leicht abgelenkt oder absorbiert. Deshalb ist die Eindringtiefe von geladenen Teilchen auf ein paar Atomlagen beschränkt. Röntgenstrahlen haben eine größere Eindringtiefe. Man kann mit ihnen weiter in die Probe hineinschauen.

- 7** Nennen Sie einige typische Anforderungen an ein Festkörperanalyseverfahren

Gutes Auflösungsvermögen (laterale Auflösung, Tiefenauflösung), Information über chemische Zusammensetzung und Konzentration, geometrische Anordnung, Kristallstruktur, Rauigkeit, elektronische Struktur, chemischen Bindungszustand etc.

- 8** Was ist die mittlere freie Weglänge (mittlere Weglänge zwischen zwei aufeinanderfolgenden Stößen) für ein Teilchen welches sich bei Atmosphärendruck in Luft bewegt, wenn die Streuung dieses Teilchens an Molekülen in der Luft durch einen geschätzten Wirkungsquerschnitt von etwa  $1 \text{ nm}^2$  beschrieben wird? Wie gross ist die Mittlere freie Weglänge bei einem Druck von  $10^{-7} \text{ mbar}$ ? Um das wievielfache wird ein Teilchenstrahl bei den oben erwähnten Drücken abgeschwächt wenn er 10 cm zurücklegt?

Mittlere freie Weglänge:  $\lambda = \frac{1}{n\sigma}$ ,  $\sigma \approx 1 \text{ nm}^2 = 10^{-18} \text{ m}^2$

Atmosphärendruck:  $p \approx 10^3 \text{ mbar}$

$\Rightarrow$  Teilchendichte:  $n \approx 2,5 \cdot 10^{25} \text{ Moleküle/m}^3 \Rightarrow \lambda = 4 \cdot 10^{-8} \text{ m}$ ;

$p = 10^{-7} \text{ mbar} \Rightarrow n = 2,5 \cdot 10^{15} \text{ Moleküle/m}^3 \Rightarrow \lambda = 4 \cdot 10^2 \text{ m}$

Beer-Lambert Gesetz:  $I(x) = I_0 \cdot e^{-n\sigma x} = I_0 \cdot e^{-\frac{x}{\lambda}}$ ,  $x = 0, 1 \text{ m}$

$p = 10^3 \text{ mbar}$ :  $I(10)/I_0 \approx 0$

$p = 10^{-7} \text{ mbar}$  (Hochvakuum):  $I(10)/I_0 \approx 0,9998$

- 9** Die Mittlere inelastische freie Weglänge (d.h. mittlere Weglänge zwischen zwei aufeinanderfolgenden inelastischen Stößen) eines Elektrons mittlerer Energie ( 1 keV) in einem Festkörper beträgt in etwa 1 nm. Um das wievielfache wird ein 1-keV Elektronenstrahl abgeschwächt wenn er eine (!) Atomlage einer Oberflächenverunreinigung auf einer Probe durchquert?

Eine Atomlage entspricht zirka 0,2 nm.  $\Rightarrow x \approx \lambda/5 \Rightarrow I/I_0 \approx 0,8$

**10 Welcher ungefähre Druckbereich (in mbar) wird als (a) Grob- (b) Hoch- und (c) Ultrahoch-vakuum bezeichnet?**

Großvakuum:  $\leq 10^{-3}$ mbar, Hochvakuum:  $\leq 10^{-6}$ mbar, Ultrahochvakuum (UHV):  $\leq 10^{-9}$ mbar

**11 Weshalb muss ein UHV-(Vakuum)system auf über 100°C ausgeheizt werden?**

Durch das Ausheizen werden die Desorptions- und Diffusionsraten stark erhöht, was zu wesentlich kürzeren Pumpzeiten führt. Es wird so lange ausgeheizt, bis das 100-fache des erwarteten Enddruckes erreicht ist. Dann werden die Heizungen von Pumpe und Vakuumkammer abgeschaltet. Nach dem Abkühlen wird wahrscheinlich der gewünschte Enddruck erreicht.

**12 Erklären Sie das Prinzip einer Turbomolekularpumpe /Ionengetterpumpe /Sublimationspumpe /Diffusionspumpe.**

**Turbomolekularpumpe:** Anordnung aus Rotor- und Statorschaufeln; die Pumpwirkung beruht auf der Impulsübertragung von den schnell rotierenden Schaufeln (bis 60000 U/min) auf die zu pumpenden Gasmoleküle. Moleküle, die auf die Schaufeln treffen, werden dort absorbiert und verlassen nach einer gewissen Zeit die Schaufel wieder. Dabei addiert sich die Schaufelgeschwindigkeit zur thermischen Molekülgeschwindigkeit. Damit die durch die Schaufel übertragene Geschwindigkeitskomponente nicht durch Stöße mit anderen Molekülen verloren geht, muss in der Pumpe Molekularströmung herrschen, d.h. die mittlere freie Weglänge muss größer sein als der Schaufelabstand.

**Ionengetterpumpe:** Ionengetterpumpen funktionieren nur, wenn die Vakuumkammer bereits vorher durch eine andere Pumpe auf einen Druck unter zirka  $10^{-3}$ mbar ausgepumpt wurde. Dann kann ein wesentlich niedrigerer Druck erreicht werden, unter optimalen Voraussetzungen zirka  $10^{-12}$ mbar. Dazu werden die abzupumpenden Gasteilchen durch Elektronenstöße ionisiert und durch ein elektrisches Feld auf eine Oberfläche (Gettermaterial, normalerweise Titan) beschleunigt, wo sie implantiert und so dem Gasraum entzogen werden. Beim Auftreffen der Ionen auf die Oberfläche werden Elektronen freigesetzt, die weitere Restgaspartikel ionisieren können. Außerdem werden beim Auftreffen der Ionen auf die Titan-Oberfläche Atome aus der Oberfläche herausgeschlagen („Kathodenzerstäubung“). Dadurch wird immer wieder frisches Titan auf den gegenüberliegenden Elektroden abgelagert. Die Getter-Schicht wird permanent erneuert.

**Sublimationspumpe:** Gasmoleküle werden chemisch gebunden. Dazu wird ein dicker Draht aus Titan durch einen starken Strom (zirka 50A) bei über 1300°C zur Weißglut gebracht. Das Titan sublimiert dabei. Der Titan-Dampf

kondensiert nun an den kälteren Wänden der Pumpe und dort werden reaktive Gasteilchen in der Pumpe chemisch an das Titan gebunden.

**Diffusionspumpe:** Treibmittel mit extrem niedrigem Dampfdruck (Dampfdruck begrenzt den erreichbaren Enddruck) wird zum Sieden gebracht und erzeugt Dampfstrahlen. Gasmoleküle, die in einen Dampfstrahl gelangen, erhalten einen Impuls in Richtung des Dampfstrahles. Sie werden mitgerissen und dem zu pumpenden Volumen entzogen. Eine Pumpwirkung entsteht. Durch das Heizen des Treibmittels treten die Moleküle wieder aus.

### **13 Warum ist eine Ionengetterpumpe schlecht zum Pumpen von Edelgasen geeignet?**

Edelgase haben hohe Ionisationsenergien. Abgepumpte Edelgase können chemisch nicht gebunden werden und werden deshalb wieder frei gesetzt, wenn sie nicht so tief in die Titanwände geschossen werden, dass sie dort gefangen bleiben.

### **14 Warum ist im Allgemeinen die Pumpgeschwindigkeit von der Art des zu pumpenden Gases abhängig?**

Bei den mechanischen Pumpen (z.B. Diffusions- oder Turbomolekularpumpen) hängt die Pumpgeschwindigkeit von den Teilchenmassen des zu pumpenden Gases ab. Für gasbindende Vakuumpumpen gilt, dass die Pumpgeschwindigkeit von den Ionisationswirkungsquerschnitten oder der Reaktivität der Gasteilchen abhängt.

### **15 Erklären Sie das Prinzip einiger wichtiger Vakuummesszellen, z.B.: Pirani-Messzelle, Bayard-Alpert Ionisationsmanometer, Reibungsmanometer, Quadrupolmassenspektrometer.**

**Pirani-Messzelle:** Dieses Wärmeleitungsmanometer misst den Druck indirekt über die Teilchenanzahldichte. Die Druckmessung ist gasartabhängig. (Üblicherweise ist die Druckskala auf Stickstoff bezogen.) In der Pirani-Meßröhre wird der Zusammenhang zwischen der mit abnehmendem Druck geringer werdenden Teilchenanzahldichte und damit größer werdenden mittleren freien Weglänge eines Gases und seiner Wärmeleitfähigkeit genutzt. Dazu gibt ein stromdurchflossener Draht die in ihm erzeugte Wärme durch Strahlung und Wärmeleitung an das den Draht umgebende Gas ab.

**Bayard-Alpert Ionisationsmanometer:** Elektronen, die von einer Glühkathode auf eine Anode beschleunigt werden, ionisieren Gasteilchen, die am Ionenfänger gesammelt und als Strom gemessen werden. Die Ionisierungsrate und der Messstrom sind zum Restgasdruck proportional. Ionisationswirkungsquerschnitte und auch diese Druckmessung sind stark gasartabhängig.

**Reibungsmanometer:** Eine rotierende Hohlkugel wird in einem Magnet-

feld berührungslos gelagert, sie wird lediglich durch die Reibung mit dem Restgas abgebremst. Die Abbremsung ist proportional zum Druck. Das Reibungsmanometer funktioniert gasartunabhängig, weil der Gasdruck absolut gemessen wird.

**Quadrupolmassenspektrometer:** Das Restgas wird in einer Ionenquelle (durch Elektronenstöße) ionisiert und mit einer Gleichspannung in ein System aus 4 parallelen Stäben beschleunigt, an denen eine Wechselspannung anliegt. (Diagonal gegenüberliegende Stäbe sind auf gleichem Potential.) Die Ionen werden auf Spiralbahnen gezwungen, die vom Verhältnis Masse/Ladung abhängen. Es treffen immer nur Teilchen einer bestimmten Masse auf den Auffänger. Mit dem Quadrupolmassenspektrometer ist eine Partialdruckmessung bis  $\leq 10^{-14}$  mbar möglich.

**16 Beschreiben Sie eine Methode um eine undichte Stelle (ein Leck) in einem UHV-Vakuumsystem aufzuspüren.**

An der Außenseite der Vakuumkammer befindet sich Helium. Innen wird mit Hilfe eines Massenspektrometers nach Stellen mit erhöhter Heliumkonzentration gesucht. Dort wo der Partialdruck von Helium am größten ist befindet sich die undichte Stelle.

---

**17 Nennen Sie einige wichtige Kriterien für die Auswahl einer für ein gewisses Experiment benötigten Röntgenquelle. Vergleichen Sie die drei gebräuchlichsten Röntgenquellen bezüglich dieser Auswahlkriterien.**

Kriterien: Energie (Bereich, variabel/fix); Photonenfluss am Target; Energiebandbreite der Photonen; Polarisation; UHV Kompatibilität

Laser(?): stark kollimierter, polarisierter Photonenstrahl mit schmaler Bandbreite und hoher Intensität; relativ kleine Energie (3,6eV), schlecht geeignet für Analytik des Festkörpers

Gasentladungslampen(?): Kapillarentladung mit Gleichspannung oder Mikrowellen Versorgung; Linienbreite zirka 20meV; differentiell gepumpt; Energiebereich 10-40eV; Gasdruck in der Lampe zirka 1mbar

Synchrotronstrahlung: Frequenzbereich von Infrarot bis zum Röntgenbereich (kontinuierlich), deshalb immer Monochromator verwendet; entsteht, wenn schnelle Elektronen abgelenkt werden (Bremsstrahlung); starke Kollimierung in Richtung der momentanen Elektronenbahn; linear polarisiert in der Bahnebene; zirkular polarisiert im Bereich ober- und unterhalb der Bahnebene; Photonenstrahl ist gepulst; UHV-Bedingungen im Quellenbereich; hohe Intensität (Photonenfluss)

Röntgenröhre: evakuierte Röhre; Beschleunigung von Elektronen auf An-

ode; Bremsstrahlung (kontinuierlich) und charakteristische Röntgenstrahlung (diskret); Einsatz eines Monochromators  $\rightarrow$  Energiebandbreite  $\Delta E \approx 0,3\text{eV}$ ; Energiebereich von zirka  $1\text{keV}$  bis  $250\text{keV}$  (abhängig von der Energie der Elektronen); keine Polarisierung (?)

**18 Nennen Sie drei Arten der Elektronenemission welche für gängige Elektronenquellen Anwendung finden.**

Thermische Emission (Glühkathode), Photoemission, Feldemission

**19 Warum muss die Austrittsarbeit des Glühfadens einer Thermischen Elektronenquelle so gering wie möglich sein?**

Bei möglichst kleiner Austrittsarbeit bleibt die erforderliche Temperatur des Glühfadens möglichst gering. Je kleiner die Austrittsarbeit (entspricht betragsmäßig der Bindungsenergie eines Elektrons) ist, desto wahrscheinlicher ist das Tunneln des Elektrons durch den Potentialwall bei gleicher Temperatur (Energie).

**Für welche Art von Experimenten bietet ein gepulster Laser Vorteile, wenn mittels Photoemission eine Anode zur Elektronenemission gebracht wird?**

Wenn Informationen über Flugzeitspektroskopie gewonnen werden (Puls legt Startzeitpunkt fest.); außerdem wird Elektrode nicht so stark erhitzt.

**Was ist ein wichtiger Vorteil der hohen Brillianz einer Feldemissionsquelle für die hochauflösende Elektronenmikroskopie?**

Bessere Bildauflösung und besseres Signal-zu-Rausch-Verhältnis.

**20 Warum werden zur Probenreinigung in den meisten Fällen Edelgasen (im Gegensatz zu anderen Gasen) verwendet?**

Edelgase zeigen kein Bestreben sich mit anderen Atomen zu verbinden, sie lagern sich nicht an der Probenoberfläche an. Deshalb können hohe Drücke verwendet werden, ohne die Oberflächenkontamination zu verändern (beim Sputtern/Ionenzerstäuben).

**21 Beschreiben Sie das Prinzip einer Elektronstoßionisationsionenquelle / Duoplasmatronionenquelle/ Focussed Ion Beam Ionenquelle.**

**Elektronenstoßionisationsionenquelle:** Von einer Quelle (z.B. Glühkathode) werden Elektronen durch eine gasgefüllte Kammer beschleunigt. Dabei werden Hüllenelektronen von den Gasteilchen herausgeschlagen und positiv geladene Ionen entstehen. Die gebildeten Ionen werden durch eine Extraktionselektrode mit einer Spannung von wenigen Volt aus der Ionisationskammer abgesaugt und beschleunigt. Der Strahl wird noch mit elektrischen

Blenden fokussiert.

**Duoplasmatronionenquelle:** Erzeugung von wesentlich intensiveren Ionenströmen und auch mehrfach geladenen Ionen. Die Ionen werden hauptsächlich durch Elektronenstoßionisation im Plasma eines magnetisch komprimierten Niederdruckbogens erzeugt und können aus einer kleinen Lochblende extrahiert werden.

**Focussed Ion Beam Ionenquelle:** Flüssigmetall-Ionenquelle (LMIS), meistens wird Gallium verwendet. Gallium wird mit einer Wolfram-Nadel in Berührung gebracht, das erhitzte Gallium benetzt das Wolfram und strömt zu der Spitze der Nadel. Durch Oberflächenspannung und ein elektrisches Feld formt sich eine Spitze (zirka 2nm Radius), wo durch Feldemission Metallionen emittiert und beschleunigt und dann noch durch elektrostatische und magnetische Linsen fokussiert werden.

**22** Vergleichen Sie die Elektronenstoßionisationsionenquelle, Duoplasmatronionenquelle und Focussed Ion Beam Ionenquelle hinsichtlich der produzierten Stromdichte (Ionen/cm<sup>2</sup>/s) und erklären Sie den Unterschied anhand des Funktionsprinzips der jeweiligen Quelle. Hinweis: verwenden Sie das Theorem von Liouville aus der Teilchenoptik.

Elektronenstoßionisationsionenquelle: zirka 10<sup>0</sup>Ionen/cm<sup>2</sup>/s,  $\Delta E$ : zirka 1eV; geringe Ladungsträgerdichte bei großer Austrittsfläche

Duoplasmatronionenquelle: zirka 10<sup>1</sup>Ionen/cm<sup>2</sup>/s,  $\Delta E$ : zirka 10eV; Blende(!)

Focussed Ion Beam Ionenquelle: zirka 10<sup>4</sup>Ionen/cm<sup>2</sup>/s,  $\Delta E$ : zirka 10keV; extrem kleine Austrittsfläche

Satz von Liouville: Das von benachbarten Trajektorien im Phasenraum (6-dimensional: 3 Orts- und 3 Impulskoordinaten) eingeschlossene Volumen ist konstant. Daraus folgt, dass eine Verdichtung im Ortsraum mit einer Erhöhung der Impulsunschärfe und umgekehrt zusammenhängt. (Je größer  $\Delta E$ , desto größer die produzierte Stromdichte.)

**23** Teilchenoptik: welche Integrationsmethode wird oft verwendet um bei Kenntniss der elektrischen und magnetischen Felder die Bahn eines geladenen Teilchens aus der Bewegungsgleichung zu berechnen? Aus welchen Gleichungen kann man prinzipiell (bei bekannten Potentialen und Strömen, bzw der Magnetisation) für eine gegebene experimentelle Anordnung das elektrische bzw magnetische Feld bestimmen?

Bewegungsgleichung:  $m \frac{d\vec{v}}{dt} = q(\vec{E} + \vec{v} \times \vec{B})$  kann numerisch mit Hilfe des Runge-Kutta-Verfahrens (Einschrittverfahren 4. Ordnung zur näherungsweise Lösung von Anfangswertproblemen) integriert werden.

Elektrisches Feld:  $\vec{E} = -\nabla\phi$ ,  $\Delta\phi = -\frac{\rho}{\epsilon_0}$

Magnetisches Feld:  $\vec{B} = \mu_0(\vec{H} + \vec{M})$ ,  $\nabla \times \vec{H} = \vec{j}$

**24** Weshalb muss für eine Elektronenquelle die einen möglichst hohen Elektronenstrom in einen möglichst kleinen Bereich auf einer Probe fokussiert, der Elektronenemissionsprozess in der Quelle eine möglichst hohe Leuchtdichte haben?

Je größer die Leuchtdichte ist, desto mehr Elektronen werden aus der Quelle ausgesandt und desto größer ist die Elektronenstromdichte im gewünschten Energiebereich auf der Probe.

**25** Was versteht man unter der Energieauflösung eines Energieanalysators, bzw. der Massenauflösung eines Massenanalysators?

Die Energieauflösung ist der kleinste Abstand zweier Energien, bei dem deren beiden Peaks noch getrennt ausgewertet werden können, normiert auf die Energie:  $\Delta E/E_0$ . Dieser Abstand entspricht zirka der Halbwertsbreite jedes Peaks.

Die Massenauflösung ist  $dm/m$ , wobei  $dm$  den minimalen Massenunterschied bezeichnet, den zwei Ionen haben müssen, damit sie noch aufgelöst werden können. (Das Auflösungsvermögen ist das Verhältnis einer Masse  $m$  zum Massenunterschied der nächsten noch getrennt erscheinenden Masse,  $R = m/dm$ .)

**26** Was ist der Unterschied zwischen dem CAE (Constant Analyser Energy) und CRR (Constant Retard Ratio) Modus der Erfassung eines Spektrums mittels elektrostatischen Analysatoren?

Zwischen Probe und Analysator gibt es ein Linsensystem (zum Fokussieren und Abbremsen).

CAE Modus: Die Passenergie wird konstant gehalten. Das Linsensystem wird so verändert, dass die Energie der Elektronen vor dem Analysator variiert wird (Scannen des Retardierungspotentials)  $\Rightarrow \Delta E \propto E$

CRR Modus: Die Passenergie wird verändert und das Retard Ratio ist fixiert.  $\Delta E = const$ . (Die ankommenden Elektronen werden um einen konstanten Faktor abgebremst.)

**27** Beschreiben Sie das Prinzip eines Flugzeitanalysators. Welche Faktoren bestimmen die Energieauflösung? Was ist bezüglich Spektrenackquisition der große Vorteil eines Flugzeitanalysators über z.B. Elektrostatische Analysatoren? Worin besteht der wichtigste Nachteil?

Gepulste Quelle, Messung der Laufzeit der Teilchen bis zum Detektor  $\rightarrow$  Bestimmung der Geschwindigkeit (wenn Masse/Energie bekannt, dann Rück-



schluss auf Energie/Masse)

Pulsdauer und Zeitauflösung bestimmen Energieauflösung.

Vorteil: Alle Energien werden simultan gemessen. (Außerdem funktioniert die Flugzeitspektroskopie auch mit neutralen Teilchen.)

Nachteil: Für Elektronen schlecht geeignet, da die Zeitauflösung sehr hoch sein müsste; fast nur für Atome oder Ionen verwendet. Geringe Auflösung wegen der Zeit-, Raum- und Anfangsenergieverbreiterung.

**28 Welche Bahn beschreibt ein geladenes Teilchen im Sektormagnetfeld? Leiten Sie den Ausdruck für den Bahnradius bei bekanntem Feld, Energie usw. her.**

Sektormagnetfeld = homogenes Magnetfeld  $\Rightarrow$  Geladene Teilchen, die sich parallel zum/normal aufs Magnetfeld/irgendwas dazwischen bewegen, werden durch die Lorentzkraft nicht beeinflusst/auf Kreisbahnen/Spiralbahnen gezwungen. (Bahnradius:  $R = \frac{mv_{\perp}}{qB} = \frac{1}{B} \sqrt{\frac{2mU}{q}}$  mit Anfangsenergie  $\frac{mv_{\perp}^2}{2} = qU$ )

**29 Beschreiben Sie die Funktionsweise des Quadrupolmassenspektrometers.**

Elektrischer Quadrupol bestehend aus 4 zylindrischen, parallel angeordneten, elektrisch leitenden Stäben, an denen eine hochfrequente Wechselspannung überlagert von einer Gleichspannung anliegt (diagonal gegenüberliegende Stäbe auf gleichem Potential). Ionen werden fast parallel zu den Stäben eingeschossen und oszillieren quer zur (Stäbe-)Achse abhängig von einigen Parametern in einem stabilen (können passieren) oder instabilen (können nicht passieren) Zustand. Nur Ionen mit bestimmten Masse-zu-Ladungs-Verhältnissen können passieren und werden am Detektor gemessen.

**30 Wodurch kann man die Massenauflösung eines Quadrupolmassenspektrometers erhöhen?**

Vergrößerung der Frequenz der angelegten Wechselspannung bzw. längere Elektroden (Ionen führen dann mehr Oszillationen aus und deshalb werden auch solche ausgeschieden, die die Stabilitätsbedingungen nur knapp nicht erfüllen.)

Je größer die Gleichspannung im Vergleich zur Amplitude der Wechselspannung ist, desto höher ist die Auflösung.

**31 Was für Art von Spannung liegt an den Stäben eines Quadrupolmassenspektrometers an?**

Hochfrequente Wechselspannung mit überlagerter Gleichspannung (Gegenüberliegende Stäbe sind elektrisch miteinander verbunden.)

**32 Welche Arten von Elektrostatischen Analysatoren kennen Sie? Diskutieren Sie deren Funktionsprinzip, sowie deren Energieauflösung, Fokussierungsbedingungen etc.**

Verzögerungsgitter: hochtransparent, auf Potential  $U$ . Nur Teilchen mit einer Energie größer als  $eU$  können passieren und detektiert werden. (Das ist auf die Geschwindigkeitskomponente in Gitterrichtung bezogen; deshalb muss man noch durch verschiedene Blendenanordnungen dafür sorgen, dass die Teilchen in Richtung des Verzögerungsfeldes fliegen, um eine gute Auflösung zu erreichen.) Gemessen wird also das integrierte Energiespektrum.

Ablenkanalysatoren: basieren auf der energieabhängigen Ablenkung der Elektronen in statischen elektrischen Feldern.

*Parallelplattenanalysator*: 2 Metallplatten; in einer der Platten 2 Löcher zum Ein- und Austreten der Teilchen; zwischen den Platten liegt verzögerndes Potential an. Energie der detektierten Teilchen:  $E = \frac{qVl}{2d\sin(2\Theta)}$  ( $q \dots$  Ladung der Teilchen,  $V \dots$  Potentialdifferenz zwischen den Kondensatorplatten,  $l \dots$  Abstand zwischen den beiden Löchern,  $d \dots$  Abstand zwischen den Kondensatorplatten,  $\Theta \dots$  Einfallswinkel). Die Auflösung hängt von der Größe der Aus- und Eintrittslöcher und von der Winkelakzeptanz der Anordnung ab.  $\pi/4$ -Analysator:  $\Theta = \frac{\pi}{4}$ , dann  $E = \frac{qVl}{2d}$ ; es verschwindet die Abhängigkeit der Energie vom Winkel in erster Ordnung (Fokussierung in zweiter Ordnung); Energieauflösung:  $\frac{\Delta E}{E} = \frac{\Delta l_E}{l} + \frac{\Delta l_A}{l} + 2(\Delta\Theta_E)^2 + 2(\Delta\Theta_A)^2$ . Variation der Spannung verändert die Bahnkrümmung und damit die Energie der durchgelassenen Elektronen.

*Zylinderspiegelanalysator*: meist geerdeter innerer Zylinder mit ringförmigen Ein- und Austrittsöffnungen und äußerer koaxialer Zylinder mit variabler Gegenspannung; Prinzip ähnlich wie bei Parallelplattenanalysator; Passenergie:  $E = nqV$  ( $n \dots$  Parameter abhängig von der Konstruktion); fokussiert auch in zweiter Ordnung (Winkel und Energie); Energieauflösung:  $\Delta E/E = \text{const.}$  (Mit steigender Energie nimmt Auflösung ab; absoluter Wert hängt von der Größe des Ein- bzw. Austrittsschlitzes ab. Um eine gute Auflösung zu erreichen, müssen die Elektronen aus einer Punktquelle kommen.)

*127°-Analysator*: 2 konzentrische Zylinderschalensegmente, dazwischen Spannung  $V$ ; Passenergie  $E = \frac{qV}{2\ln\frac{r_a}{r_i}}$ ; Energieauflösung:  $\frac{\Delta E}{E} = \frac{x_1+x_2}{r} + \frac{4}{3}\alpha^2 + \beta^2$ , Auflösung wird vom Radius der Teilchenbahn und Ein- und Austrittsschlitz bestimmt; fokussiert nur in Ebene normal auf Zylinderachse

*180°-Kugelkondensator*: 2 konzentrische Halbkugelschalen, dazwischen Span-

nung  $V$ ; Passenergie  $E = \frac{qV}{\frac{r_a}{r_i} - \frac{r_i}{r_a}}$ ; Energieauflösung:  $\frac{\Delta E}{E} = \frac{x_1+x_2}{2r} + \alpha^2$ ; in 2 Dimensionen fokussierend

### 33 Welche Typen von Massenanalysatoren kommen in der Oberflächenanalytik häufig zur Anwendung?

Magnetisches Sektorfeld: Krümmungsradius von geladenen Teilchen im homogenen Magnetfeld ist abhängig von deren Masse.

Doppelfokussierung: Beim magnetischen Sektorfeld haben Teilchen mit unterschiedlicher kinetischer Energie  $eU$  aber gleichem Verhältnis  $e/m$  nicht die gleichen Krümmungsradien. Eine Kombination von magnetischen und elektrostatischen Feldern verhindert hier diese Verbreiterung der Massenpeaks.

Wienfilter: Elektrisches und magnetisches Feld stehen normal aufeinander. Nur Teilchen mit ganz bestimmter Geschwindigkeit können passieren. Ionen werden davor in einem elektrischen Feld beschleunigt, deshalb ist ihre Geschwindigkeit abhängig von ihrer Masse.

Quadrupolmassenspektrometer

Flugzeitanalysator: bei bekannter Energie über Messung der Laufzeit der Teilchen bis zum Detektor

### 34 Wie wird das B-Feld bei einem Wien-filter erzeugt?

durch einen Elektromagneten (stromdurchflossene Spule mit Eisenkern)

### 35 Welche Instrumente zur Detektion geladener Teilchen kennen Sie? Wie funktionieren diese, was sind die typischen Betriebsparameter (Spannung, Umgebungsdruck, etc.)

**Faraday-Auffänger**: Metallbecher wird in den Ionen-/Elektronenstrahl gebracht und auf konstantem Potential gehalten, dazu müssen die Ionen/Elektronen durch Elektronen neutralisiert werden, welche über einen angeschlossenen hochohmigen Widerstand (typisch  $10^9 - 10^{11}\Omega$ ) in den Faradaybecher zu- bzw. abfließen können. Spannungsabfall am Widerstand wird gemessen und ist Maß für Ionen-/Elektronenstrom. Geringe Nachweisempfindlichkeit: Messgrenze bei  $10^{-15}\text{A}$  ( $10^4$  Teilchen/s). Eine Verfälschung der Messung durch Sekundärelektronen (oder reflektierte Ionen/Elektronen) wird verhindert, wenn diese den Becher durch eine spezielle geometrische Form und durch auf negativem Potential liegende Suppressor-Elektroden nicht mehr verlassen können. Höchstmöglicher Druck:  $10^{-3}\text{mbar}$

**Sekundärelektronenvervielfacher (SEV)**: Teilchen lösen beim Auftreffen auf einer Elektrode (geringe Austrittsarbeit!) Sekundärelektronen aus, die auf eine weitere Elektrode beschleunigt werden und dort noch mehr

Sekundärelektronen erzeugen usw. (Elektronenlawine). Nach 8 – 12 Stufen (Durchlauf einer Hochspannung von zirka 2 kV) kommt es zu einer Verstärkung von zirka  $10^5 - 10^{10}$ . SEV sind für Nachweis von einzelnen Teilchen geeignet. Höchstmöglicher Druck:  $10^{-5}$  mbar

**Kanalelektronenvervielfacher (Channeltron):** kontinuierlicher SEV; Widerstandsschicht aus Bleioxid (kleine Austrittsarbeit!) an der Innenseite eines meist gekrümmten Glasröhrchens; Ein- und Ausgang metallisch beschichtet, dazwischen 2,5 kV angelegt → Stromverstärkungsfaktor von  $10^6$ ; höchstmöglicher Druck:  $10^{-5}$  mbar

**Mikrokanalplatte (Micro Channel Plate = MCP):** gleiches Prinzip wie bei Channeltron; Platte, die eine große Anzahl von dünnen Glasröhrchen enthält, mit einem positionssensitiven Detektor dahinter

**36 Welche Methoden gibt es, den Auftreffort eines Teilchens zu messen?**

- MCP mit Phosphorschirm (+Fiberoptik) und Lateraldiode: Fluoreszenzstrahlung von Photodioden detektiert, hohe Verluste(!)
- MCP und Lateraldiode: direkte Detektion der Elektronen mittels Lateraldioden
- MCP und Widerstandsanode: Elektronenstrom wird in einer homogenen Widerstandsschicht abhängig vom Auftreffort in mehrere Teilströme verzweigt.
- MCP und Wedge-and-Strip Anode: flächenartige Elektrode aus bis zu 4 voneinander elektrisch isolierten Teilen → Zweigströme, deren Verhältnis linear vom Auftreffort abhängt
- MCP und Delay Line Anode

**37 Erklären Sie das Prinzip der Delay Line Anode (DLA), welche oft in Kombination mit einer Micro Channel Plate (MCP) zur positionsaufgelösten Teilchendetektion verwendet wird.**

Eine Delay Line Anode besteht aus 2 Drähten, die parallel auf einen Rahmen gewickelt werden. Bei dieser spulenähnlichen Wicklung gehört folglich jeder zweite Draht zur gleichen Leitung (Lecherleitung). Treffen Elektronen auf einen Draht, so entsteht ein Ladungsüberschuss. Dieser fließt zu beiden Seiten hin ab und kann an beiden Enden der Leitung gemessen werden. Der zeitliche Unterschied zwischen den zwei Signalen hängt dabei direkt mit dem Auftreffpunkt zusammen. Damit kann man die getroffene Wicklung und den Ort in einer Dimension bestimmen. Legt man nun zwei Anoden  $90^\circ$  zueinander versetzt übereinander, so kann aus der Kombination der Signale ein zweidimensionaler Ort bestimmt werden.

### 38 Was wissen Sie über AES?

Auger-Elektronen-Spektroskopie (AES) wird überwiegend dazu eingesetzt, die atomare Zusammensetzung von Oberflächen zu bestimmen. Dabei wird die Probe mit Elektronen ( $E_{KIN} \approx 10$  keV) bestrahlt, wodurch Elektronen aus den inneren Schichten herausgeschlagen werden. Die so entstandenen Lücken werden durch Elektronen aus höher gelegenen Schichten gefüllt. Die überschüssige Energie wird dann entweder in Form von Röntgenstrahlung oder durch Emission eines zweiten Elektrons, dem Auger-Elektron, abgegeben. (Die Dipol-Auswahlregeln müssen nicht erfüllt sein!) Nachdem die kinetische Energie des Auger-Elektrons nur von den elektronischen Niveaus, die an dem Auger-Prozess beteiligt sind, und nicht von der Energie der eingestrahlteten Elektronen abhängt, kann ein Auger-Elektron durch die Messung seiner kinetischen Energie einem bestimmten Element zugeordnet werden, was eine Analyse der Oberflächenzusammensetzung ermöglicht.

### 39 Wie bestimmt sich die kinetische Energie eines Augerelektrons?

Aus der Energieerhaltung: Die kinetische Energie des Auger-Elektrons ist  $E(ABC) = E(A) - E(B) - E'(C) - U(ABC)$ ; mit  $E(A)$  ... Bindungsenergie des Innerschalenelektrons im Zustand  $A$ ;  $E(B)$  ... Energie des Elektrons, welches anschließend den Übergang vom Zustand  $B$  in den Zustand  $A$  vollzieht;  $E'(C)$  ... ursprüngliche Bindungsenergie des Auger-Elektrons mit einer zusätzlichen Energiekorrektur wegen dem fehlenden Elektron im Zustand  $B$ ;  $U(ABC)$  ... berücksichtigt die Coulomb-Abstoßung der beiden Löcher im Endzustand des Prozesses.

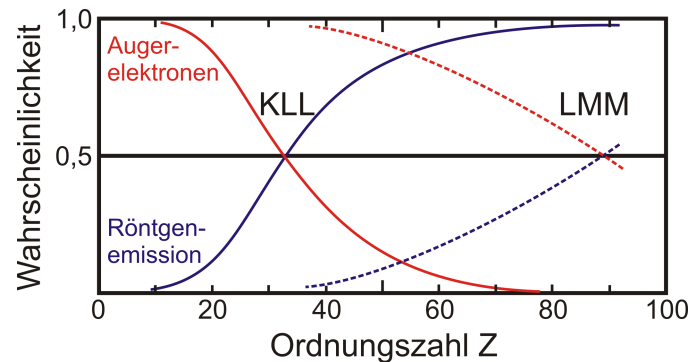
### 40 Was sind die zum Augerprozess konkurrierende Prozesse?

Wenn ein äußeres Hüllenelektron auf das innere Loch fällt, kann die freiwerdende Energie auch in Form von elektromagnetischer Strahlung ( $\hat{=}$  charakteristische Röntgenstrahlung) abgegeben werden.

### 41 Wovon hängt es im wesentlichen ab, ob ein Augerelektron bzw. ein Röntgenphoton emittiert wird?

Die Wahrscheinlichkeit der Erzeugung von Auger-Elektronen  $W_a$  ist abhängig von der Ordnungszahl des angeregten Atoms. Mit steigender Ordnungszahl sinkt diese Wahrscheinlichkeit, im gleichen Maße steigt die Wahrscheinlichkeit der Erzeugung von Röntgenstrahlung  $W_x$ .

Halbempirische Formel:  $\frac{W_x}{W_a} = (-a + bZ - cZ^3)^4$ , mit  $a = 0.064$ ,  $b = 0.034$  und  $c = 1.03 \times 10^{-6}$ ; außerdem gilt:  $W_x + W_a = 1$



**42 Welche Primärenergien verwendet man für AES? Warum?**

Man braucht Energien von zirka 10 keV, um Elektronen aus den innersten Schalen herausstoßen zu können. Der Ionisationswirkungsquerschnitt hat beim 3- bis 5-fachen der Bindungsenergie ein Maximum und ist für Energien kleiner der Bindungsenergie Null.

**43 Was ist die typische mittlere freie Weglänge von Augerelektronen? Und von den Primärelektronen?**

Die Art und die Wahrscheinlichkeit einer Wechselwirkung zwischen Elektronen und einem Festkörper hängen stark von der Energie der Elektronen ab. Deshalb ist auch die freie Weglänge abhängig von ihrer Energie. Auger-Elektronen haben eine Energie zwischen 50 und 3000 eV, das führt zu einer inelastischen freien Weglänge zwischen 2 und 10 Monolagen, was zwischen 0.4 und 2 nm entspricht. Für Primärelektronen mit einer Energie von zirka 10 keV ist die mittlere inelastische freie Weglänge ungefähr 20 Monolagen bzw. 4 nm.

**44 Wovon hängt die Intensität des Augerpeaks in einem Elektronenspektrum ab?**

Intensität eines Augerpeaks:  $I_A = \int_0^\infty I(z) dz = \int_0^\infty I_0 e^{-\frac{s(z)}{\lambda}} dz = \int_0^\infty I_0 e^{-\frac{z}{\lambda \cos \theta}} dz = I_0 \lambda \cos \theta \propto Q_i W_a \lambda \cos \theta$  wobei  $Q_i$  ... Ionisationswahrscheinlichkeit (abhängig von der Energie der Primärelektronen und von der Ionisationsenergie);  $W_a$  ... Wahrscheinlichkeit für die Emission eines Auger-Elektrons (und nicht Röntgenstrahlung);  $\lambda$  ... mittlere freie Weglänge in der Probe (abhängig von der Energie);  $\theta$  ... Emissionswinkel (zwischen Detektorachse  $\hat{z}$  und dem Pfad des Auger-Elektrons  $s = z / \cos \theta$ ).

**45 Wovon hängt der Elektronenstoßionisationswirkungsquerschnitt ab? Bei ungefähr welcher Energie erreicht er seinen maximalen Wert?**

Der Elektronenstoßionisationswirkungsquerschnitt  $Q_i$  hängt stark von der Bindungsenergie des herauszustoßenden Elektrons  $E_i$  und der Energie des Primärelektrons  $E_p$  ab. Seinen maximalen Wert (zirka  $250/E_i [\text{\AA}^2]$  mit  $E_i$  in eV) erreicht er für Energien  $E_p$  von ungefähr 3 bis 5 mal der Bindungsenergie  $E_i$ . Bei Verwendung von Primärelektronen mit hoher Energie fällt der Ionisationswirkungsquerschnitt sehr schnell ab, jedoch verbessert sich das Verhältnis Signal zu Untergrund im Emissionsspektrum. (Für Energien kleiner  $E_i$  ist der WQ gleich Null.)

**46 Was ist die Informationstiefe bei AES?**

Die Informationstiefe hängt von der mittleren freien Weglänge  $\lambda(E)$  der Auger-Elektronen ab. 63% aller Auger-Elektronen kommen aus Tiefen  $\leq \lambda(E)$  und 95% aus den Tiefen  $\leq \lambda(E)$ . Wenn  $\lambda(E)$  der Informationstiefe entspricht, dann liegt diese je nach der Energie der Auger-Elektronen zwischen 2 und 10 Monolagen also zwischen 0,4 und 2 nm.

**47 Wie kann man mit AES ein Tiefenprofil eines Elements in einer Probe erstellen?**

- Vergleich von verschiedenenenergetischen Augerpeaks von ein und demselben Element (Ausnutzung der Energieabhängigkeit der mittleren freien Weglänge)
- Variation des Emissionswinkels der Auger-Elektronen (Einfallswinkel muss dabei aber konstant bleiben, sonst ändert sich der Beitrag der zurückgestreuten Elektronen.)
- Variation des Einfallswinkels (aber Interpretation komplizierter als bei Variation des Emissionswinkels)
- Sputter-Profilung: Oberfläche durch Ionenbeschuss abgetragen, gleichzeitig Augerspektrum gemessen (Problem: preferentielles Zerstäuben wegen unterschiedlicher Zerstäuberausbeuten)
- Kugelschliff: Kugelkalotte wird ausgeschliffen und dann ortsabbildende Raster-Auger-Spektroskopie

**48 Welche Elemente sind mit AES warum nicht messbar?**

Nachdem es mindestens 3 Elektronen in der Schale geben muss, damit der Auger-Effekt auftreten kann, sind Wasserstoff und Helium nicht mit AES messbar. Außerdem ist diese Methode auf eher leichtere Elemente beschränkt, weil mit steigender Ordnungszahl die Wahrscheinlichkeit für die

Erzeugung eines Auger-Elektrons sinkt und für die Emission von Röntgenstrahlung steigt.

**49** Wie groß sind die Bindungsenergien von Elektronen aus der K, L, bzw. M-Schale eines Atoms?

Zirka 10 eV (Wasserstoff) bis  $10^5$  eV (K-Schale von Uran). Die Bindungsenergie hängt stark von der Kernladungszahl ab, je größer  $Z$  desto größer ist  $E_B$ . Elektronen in der K-Schale haben die größten Bindungsenergien. Je weiter außen das Elektron ist, desto kleiner ist seine Bindungsenergie.

**50** Was ist die typische kinetische Energie eines Augerelektrons?

Ungefähr zwischen 50 und 3000 eV.

**51** Warum ist AES oberflächenempfindlich?

Die Auger-Elektronen-Spektroskopie ist auf Grund der geringen Reichweite von Elektronen im relevanten Energiebereich (zirka 50 bis 3000 eV) eine sehr oberflächenspezifische Methode. Die erfasste Materialschicht umfasst typischerweise nur die obersten 10 Atomlagen.

**52** Wie groß ist die Ortsauflösung bei der Scanning Auger Mikroskopie? Wodurch wird diese letztendlich limitiert?

Die laterale Auflösung, die durch Rückstreuung limitiert wird, ist zirka 10 nm (entspricht Durchmesser des fokussierten Elektronenstrahls).

**53** Wie kann man am einfachsten die Oberflächenkonzentration eines Elements mittels AES quantitativ bestimmen? Wie am genauesten?

- Vergleich der gemessenen Peak-zu-Peak-Höhen mit denen von Standards bekannter Zusammensetzung (Konstante Versuchsbedingungen sind Voraussetzung!), Ungenauigkeiten wegen etwaiger Matrixeffekte.
- Verwendung von Matrix-unabhängigen relativen Sensitivitätsfaktoren, Atomkonzentration  $c_i$  eines Elements  $i$  bei Anwesenheit anderer Elemente  $j$ :  $c_i = \frac{I_i/S_i}{\sum_j I_j/S_j}$  mit  $I_j$  ... gemessene Auger-Intensitäten,  $S_j$  ... relative Empfindlichkeiten  $\rightarrow$  müssen unter gleichen experimentellen Bedingungen gemessen werden; größere Genauigkeit nur mit Standards, die in der selben Anlage, unter gleichen Bedingungen und mit einer ähnlichen Probenzusammensetzung gemessen werden.



#### **54** Wie groß ist die natürliche Linienbreite eines Augerübergangs?

Die natürliche Linienbreite eines Augerübergangs ergibt sich aus der Lebensdauer des ionisierten Zustandes ( $\approx 10^{-16}$ s). Diese ist (nach Heisenberg) indirekt proportional zur Linienbreite (2-10 eV). Bei tiefer liegenden Löchern, die ja eine kürzere Lebensdauer haben, kann die Linienbreite noch größer werden.

---

#### **55** Wie groß ist die Wellenlänge von Photonen mit einer Energie von 1 keV?

Mit  $E = \frac{hc}{\lambda}$  folgt  $\lambda = 1,24$  nm.

#### **56** Was für Teilchen detektiert man bei XPS? Wie entstehen diese?

XPS (= X-Ray Photoelectron Spectroscopy): Röntgenstrahlung auf Probe  $\rightarrow$  äußerer Photoeffekt (Elektronen absorbieren Röntgenquanten und können durch die so gewonnene Energie die Probe verlassen)  $\rightarrow$  Photoelektronen werden detektiert.

#### **57** Welche Photonenenergien benützt man typischerweise für XPS?

Verwendung von charakteristischer Röntgenstrahlung im Bereich zwischen 1 und 2 keV bzw. in den letzten 20 Jahren hat sich die Verwendung von Synchrotronstrahlung auf Grund ihrer nahezu unbegrenzten Durchstimmbarkeit der Photonenenergie (von einigen eV bis zu 20 keV) immer mehr durchgesetzt. Allgemein gilt, das die Energie eines Röntgenquants größer sein muss als die Energie, die nötig ist, damit das Photoelektron die Probe verlassen kann.

#### **58** Wie groß ist die kinetische Energie eines emittierten Photoelektrons?

Kinetische Energie des Photoelektrons:  $E_{KIN} = h\nu - E_B - \phi_S$  mit  $E_B$  ... Bindungsenergie des Elektrons an das Atom in der Probe,  $\phi_S$  ... Austrittsarbeit von der Probe. Im Allgemeinen liegt die kinetische Energie zwischen 50 und 1000 eV.

#### **59** Wie groß ist die mittlere freie Weglänge von Photoelektronen? Wovon hängt diese ab?

Die mittlere freie Weglänge  $\lambda(E) = 1/n\sigma(E)$  ( $n$  ... Teilchendichte,  $\sigma(E)$  ... Wirkungsquerschnitt) hängt im Wesentlichen von der Elektronenenergie

$E$  ab. Für Energien zwischen 50 und 1000 eV liegt  $\lambda$  zwischen 2 und 8 Monolagen bzw. zwischen 0,4 und 1,5 nm.

**60** Wie groß sind die Austrittsarbeiten von Metallen typischerweise?

Im Bereich von 1 bis 6 eV.

**61** Wie hängt die Bindungsenergie eines Elektrons bei XPS von der gemessenen kinetischen Energie ab?

$E_B = h\nu - E_{KIN} - \phi_{spec}$  mit  $\phi_{spec}$  ... Austrittsarbeit vom Spektrometer;  $E_B$  ist unabhängig von der Austrittsarbeit von der Probe  $\phi_S$ !

**62** Wie kann man Anhand eines XPS Spektrums feststellen, welche Elemente sich in einer Probe befinden?

Jedes Element hat charakteristische Bindungsenergien und bei gegebener Energie der Röntgenstrahlung und gegebener Austrittsarbeit vom Spektrometer auch charakteristische kinetische Energien. Somit bestimmt die Peakposition (Energie des Peaks) im gemessenen Spektrum das Element und die Intensität (Fläche) des Peaks die Konzentration des Elements in der Probenoberfläche.

**63** Wie kann man quantitativ die Oberflächenzusammensetzung einer Probe mit XPS bestimmen?

Siehe nächste Frage!

**64** Was für Methoden zur quantitativen Oberflächenanalyse mittels XPS kennen Sie? Welche ist am einfachsten? Welche am genauesten?

- Gemessener Photoelektronenstrom  $I_{i,x}$  des Elements  $i$  vom Niveau  $x$ :  $I_{i,x} = I_0 N_i A \sigma_{i,x}(\gamma, h\nu) \cos \theta_{i,x} \lambda_{i,x} T$  mit  $I_0$  ... Intensität des Röntgenstrahls,  $N_i$  ... Dichte der Atome  $i$  im Analysevolumen,  $A$  ... Photoelektronenemissionsfläche im Analysator,  $\sigma_{i,x}(\gamma, h\nu)$  ... Photoionisationswirkungsquerschnitt des Niveaus  $x$ ,  $\gamma$  ... Winkel zwischen der einfallenden Röntgenstrahlung und der Emission der Photoelektronen,  $\theta_{i,x}$  ... Emissionswinkel,  $\lambda_{i,x}$  ... mittlere freie Weglänge der Photoelektronen,  $T$  ... Analysatoreffizienz. Methode selten verwendet, weil meistens nicht alle notwendigen Werte in ausreichender Qualität zur Verfügung stehen.
- Empirische Methode mit Empfindlichkeitsfaktoren  $S_i = I_0 A \sigma_i(\gamma, h\nu) \cos \theta_i \lambda_i T$  (empirisch bestimmt, in Tabelle nachschauen) für einen bestimmten

Photoemissionsprozess im Element  $i \Rightarrow$  Konzentrationen  $c_i = \frac{I_i/S_i}{\sum_j I_j/S_j}$ ;  
 Intensität  $I$  entspricht der Fläche unter der entsprechenden Linie in der Energieverteilung. Um die Genauigkeit zu erhöhen, subtrahiert man den Untergrund (ziemlich aufwendig), bevor man die Fläche unter den Peaks durch Integration bestimmt.

**65** Wie groß ist die Wahrscheinlichkeit für ein Elektron, das mit einer bestimmten Energie in einer gewissen Tiefe in Richtung des Detektors emittiert wird, diesen auch zu erreichen?

$I = I_0 e^{-\frac{s(z)}{\lambda}} = I_0 e^{-\frac{z}{\lambda \cos \theta}} \Rightarrow$  Wahrscheinlichkeit, dass das Photoelektron aus der Probe austritt, ist  $e^{-\frac{z}{\lambda \cos \theta}}$  mit  $z \dots$  Tiefe,  $\lambda(E) \dots$  mittlere freie Weglänge,  $\theta \dots$  Emissionswinkel.

**66** Wie kann man für eine Oxidschicht aus einer XPS-Messung des Oxidpeaks und des Substratpeaks die Oxidschichtdicke bestimmen?

Indem man den Winkel variiert, unter dem man das Spektrum betrachtet, weil  $I_i(\theta) \propto \int_0^\infty c_i(z) e^{-\frac{z}{\lambda \cos \theta}} dz$ . Für

$$c_{ox}(z) = \begin{cases} 1, & 0 < z < d \\ 0, & z > d \end{cases} \quad \text{und} \quad c_{sub}(z) = \begin{cases} 0, & 0 < z < d \\ 1, & z > d \end{cases}$$

folgt  $I_{ox} = I_{ox}^\infty \left[ 1 - e^{-\frac{d}{\lambda \cos \theta}} \right]$  und  $I_{sub} = I_{sub}^\infty \left[ 1 - e^{-\frac{d}{\lambda \cos \theta}} \right]$ , wobei  $I^\infty$  das (separat zu messende) Signal einer unendlich dicken Probe darstellt.

$$R = \frac{I_{ox}}{I_{sub}} = R^\infty \left[ e^{\frac{d}{\lambda \cos \theta}} - 1 \right] \Rightarrow d = \lambda \cos \theta \ln \left( 1 + \frac{R}{R^\infty} \right)$$

(Annahme:  $\lambda_{ox} \approx \lambda_{sub}$ )

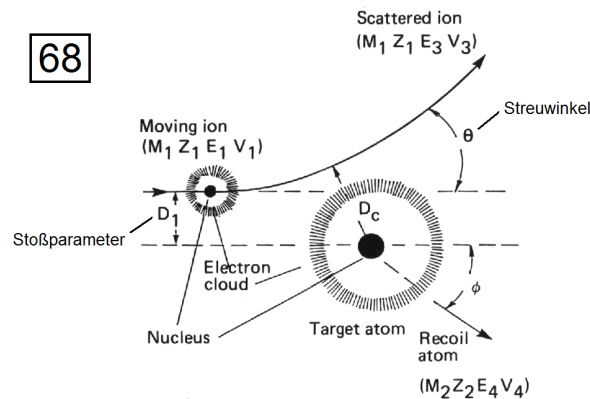
**67** Vergleichen Sie die Ionen-Oberflächenwechselwirkung zwischen 1 keV und 1 MeV He. Wie kann man diese qualitativ als Abhängigkeit von der Geschwindigkeit verstehen?

Im keV-Bereich kommt es zu elastischen (Teilchengeschwindigkeiten kleiner als die Orbitalgeschwindigkeiten der Elektronen) und inelastischen (nähester Abstand erreicht die Größenordnung von den Atomradien  $\rightarrow$  Emission von Photonen und Elektronen) Stößen mit den Atomen. LEIS (Low Energy Ion Scattering): Eindringtiefe von ein paar Atomlagen, Oberflächenstreuung. Im MeV-Bereich treten elastische (nähester Abstand im Bereich der Kernradien) und inelastische (Kernreaktionen) Stöße mit den Kernen auf. Bei den

elastischen Wechselwirkungen fällt der Wirkungsquerschnitt für hohe Energien und kleine Massen schnell ab, was zur Kernstreuung führt. RBS (Rutherford Backscattering Spectrometry): Eindringtiefe von mehreren tausend Atomlagen, zerstörungsfreie Oberflächenwechselwirkung → für Festkörper- bzw. Dünnschichtanalytik geeignet.

Je größer die Anfangsgeschwindigkeit der Ionen ist, desto näher können sich die Stoßpartner kommen (Abstoßung!), was die Art der Wechselwirkung bestimmt.

**68 Definitionen: Stoßparameter, Streuwinkel, gestreutes Ion, Recoil Ion.**



**69 Welche Phänomene treten beim Beschuss einer Festkörperoberfläche mit einem langsamen ( $E \approx \text{keV}$ ) Ion auf. Wie können diese positiv genutzt werden, welche sind eher von Nachteil?**

Relativ große Wirkungsquerschnitte → starke Wechselwirkung im oberflächennahen Bereich der Probe:

- Implantation der Ionen (in der Analytik störend, in der Werkstofftechnik nützlich z.B. bei der Dotation von Halbleitern)
- Ionenstrahl-Mischen: Vermischung einiger Atomlagen (limitiert die Tiefenauflösung, aber nützlich für die Erzeugung von instabilen Verbindungen an Festkörpern)
- Strahlungsschäden im Gitter (schlecht für Analytik, aber gut für Amorphisierung von kristallinen Strukturen)
- Zerstäuben (Sputtering): aus dem Festkörper austretende Atome werden vermessen; zerstört die Probe (erlaubt die Vermessung von Tiefenprofilen - Achtung: verändert auch die Zusammensetzung von mehrkomponentigen Proben; kann auch zur Präparation und Säuberung von Proben verwendet werden)

- Oberflächenstreuung (Analyse der Energie der reflektierten Ionen)

**70 Welche Arten von Teilchen verlassen eine Probe beim Sputtern? Was bestimmt, ob ein Sekundärteilchen beim Ionenbeschuss neutral oder geladen ist?**

Atome, Moleküle, Ionen und Ionencluster, auch Elektronen und Photonen. Ob ein Sekundärteilchen geladen ist, hängt von der Energie der einfallenden Ionen, vom Ionisationswirkungsquerschnitt und von der Rekombinationsrate ab. Entscheidend sind auch die Tiefe aus der das Sekundärteilchen kommt und Oberflächenkräfte. Wenn die Probe mit Sauerstoff/Alkaliatomen bedeckt ist, steigt/sinkt der Ionenanteil stark. (Nachdem die entstehenden Teilchen überwiegend neutral sind, werden sie in unmittelbarer Nähe der Probenoberfläche z.B. von einem energiereichen Laserstrahl photoionisiert und dann in einem Massenspektrometer analysiert.)

**71 Abschätzung: Gegeben seien Ionenstrom und Sputteryield. Wie lange muss man sputtern, um n Atomlagen abzutragen?**

Ionenstrom  $I_J$  (...Anzahl der einfallenden Ionen pro Sekunde; konstant), Sputteryield  $Y_s$  (...Anzahl der gesputterten Teilchen pro einfallendem Ion, typischerweise 0.1 bis 10),  $N$  (...Anzahl der Teilchen pro Atomlage),  $t$  (...benötigte Zeit)

$$nN = \int_0^t dt' I_J Y_s = I_J Y_s t \quad \Rightarrow \quad t = \frac{nN}{I_J Y_s}$$

**72 Was bedeutet das Akronym SIMS? Warum werden fast ausschließlich Sekundärionen verwendet anstatt der (häufiger auftretenden) Neutralteilchen?**

SIMS bedeutet Sekundärionen-Massenspektrometrie. Geladene Teilchen kann man leichter kontrollieren und detektieren. Da sie mit magnetischen (und elektrischen) Feldern wechselwirken, kann man für die Bestimmung ihrer Masse Massenanalysatoren verwenden, die auf der Ablenkung von geladenen Teilchen in magnetischen Feldern beruhen. (Für neutrale Teilchen müsste ihre Geschwindigkeit schon bekannt sein, damit man über die Messung der Laufzeit (Flugzeitanalysator) ihre Masse bestimmen kann, andernfalls müssen sie zuerst ionisiert werden.)

**73 Wofür kann man SIMS verwenden? Wofür ist diese Methode besonders gut geeignet? Welche Nachteile hat sie?**

Für Oberflächen-Analyse, also die Bestimmung der Element-Zusammensetzung in Oberflächenschichten; 2- und 3-dimensionale Analytik möglich (simultanes Sputtering mit einem zweiten Ionenstrahl mit großen Ionenmassen). Prinzipiell sind alle Elemente detektierbar. Besonders gut für die Detektion von Elementen mit großer Ionisierungswahrscheinlichkeit und für die Spurenelementanalyse geeignet. Nachteile: schlechte Quantifizierbarkeit beim Fehlen von Vergleichsproben, Veränderung der Probe, nur ein kleiner Anteil der Sekundärteilchen sind Ionen.

**74 Wie hoch ist die Nachweisempfindlichkeit bei SIMS? Durch welche Maßnahmen kann man diese möglichst erhöhen?**

Die Nachweisempfindlichkeit liegt im ppm- bis ppb-Bereich, abhängig von der Ionisierungswahrscheinlichkeit. Durch die Verwendung eines Flugzeit-Analysators kann diese noch erhöht werden, da man für jeden eingehenden Ionenpuls das gesamte Massenspektrum detektieren kann.

**75 Wie groß ist die Massenauflösung in SIMS? Warum ist eine hohe Massenauflösung wichtig? Welche Zeitauflösung der Ionenpulse braucht man, um eine geeignete Massenauflösung in SIMS zu erreichen?**

Massenauflösung in SIMS: 1/100 bis 1/1000. Eine hohe Massenauflösung erlaubt die Identifikation von Elementen durch die Analyse von Clustern. Zeitauflösung eines Flugzeit-Analysators:

$$m = \frac{2E}{v^2} = 2E \left( \frac{t}{l} \right)^2 \Rightarrow dm = \frac{4E}{l^2} t dt \Rightarrow \frac{\Delta m}{m} = \frac{2\Delta t}{t}$$

Das heißt, für eine Massenauflösung von 1% ( $\Delta m/m = 0,01$ ) müsste die Zeitauflösung 0,5% bzw.  $\Delta t = 0,005 l/v$  sein.

**76 Wie kann man eine 3-D Auflösung in SIMS erzielen? Wie groß ist die laterale/Tiefenauflösung mit heutigen Instrumenten?**

Mit einem fokussierten Strahl, der die Probe abrästert, kann man eine laterale Auflösung von  $\Delta x$  zwischen 50 und 100 nm erreichen. Eine 3-D Auflösung bekommt man durch simultanes Sputtering mit einem zweiten Ionenstrahl mit großen Ionenmassen. Die Tiefenauflösung ist im Bereich von wenigen Nanometern.

**77 Welche Elemente kann man mit SIMS bestimmen? Welche haben eine hohe/niedrige Nachweisgrenze und wovon hängt diese ab?**

Mit SIMS kann man alle Elemente bestimmen. Elemente mit einer hohen Ionisierungswahrscheinlichkeit (z.B. Alkalimetalle) sind extrem leicht zu detektieren und haben daher eine sehr niedrige Nachweisgrenze. Für Elemente mit niedriger Ionisierungswahrscheinlichkeit (z.B. Edelgase) gilt genau das Gegenteil.

**78 Was ist bei der Quantifizierung von SIMS Messungen zu beachten?**

Mit Quantifizierung ist die Bestimmung der absoluten Atomkonzentrationen aller in der Probe enthaltenen Elemente aus den Sekundärionenpeakhöhen gemeint. Dazu ist immer ein Referenzspektrum notwendig.

**79 Welche Ionenenergie und Ionenarten verwendet man typischerweise? Warum?**

Zirka 10 keV. Typische Ionenarten:  $O_2^+$ ,  $O^-$  (für hohen Ertrag an positiv geladenen Ionen),  $Cs^+$  (für Tiefenprofile und für die Erzeugung negativ geladener Sekundärionen),  $Ar^+$ ,  $Bi^+$  (für hohe laterale Auflösung).

**80 LEIS: Wie funktioniert diese Methode? Welche Ionen werden hauptsächlich verwendet? Warum ist die Methode sehr oberflächenempfindlich? Was muss man bei Verwendung dieser Methode beachten?**

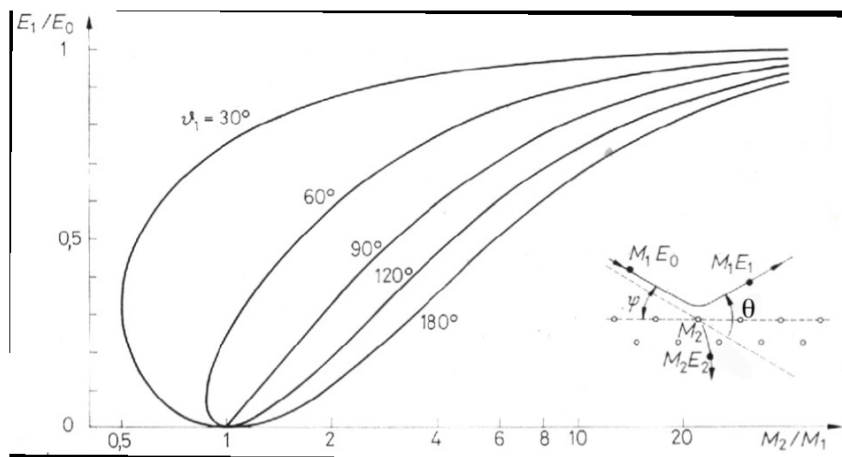
LEIS (= Low Energy Ion Scattering/Ionenstreuungsspektroskopie) beruht auf der Analyse von Ionen, die von der Oberfläche zurückgestreut werden. Ein Strahl einfach geladener Ionen (meist Edelgasionen, weil diese nicht adsorbieren und somit die Zusammensetzung der Oberfläche nicht ändern) mit definierter Energie (zwischen 0,1 und 10 keV) wird auf die Oberfläche gerichtet. Die Ionen stoßen nahezu elastisch mit den Atomen aus dem Festkörper. Man kann die gebundenen Atome in guter Näherung als frei (WW mit Nachbaratomen viel langsamer als der Stoß) und ruhend (thermische Bewegung vernachlässigbar) ansehen → klassischer Zweierstoß. Aus der kinetischen Energie und der Richtung der rückgestreuten Ionen kann die Masse des Streupartners an der Oberfläche bestimmt werden → chemische Analyse der Oberfläche.

Neutralisationswahrscheinlichkeit der gestreuten Edelgasionen ist sehr hoch, sie überleben im Normalfall nicht mehr als einen Stoß → extrem hohe Oberflächensensitivität.

Achtung! Die Neutralisationswahrscheinlichkeit ist abhängig vom Streupartner, also ist der Zusammenhang zwischen der Intensität des rückgestreuten

Ionenstrahls und der Anzahl der Steupartner also Atome eines Elements in der Oberfläche nicht direkt gegeben.

**81 Analyse der  $E_1/E_0$  vs.  $m_1/m_2$  Kurven: Nachweis von Probenatomen mit  $m_2 < m_1$ , Massenauflösung in Abhängigkeit der Energie, des Streuwinkels, etc.**



Für elastische Stöße gelten Energie- und Impulserhaltung. Daraus folgt die Energie des Ions (mit Masse  $m_1$ ) nach dem Stoß mit einem Atom der Masse  $m_2$ :

$$E_1 = E_0 \left[ \frac{m_1^2}{(m_1 + m_2)^2} - \left( \cos \theta \pm \sqrt{\frac{m_2^2}{m_1^2} - \sin^2 \theta} \right)^2 \right]$$

Bei der Streuung an schweren Atomen ( $m_2 \gg m_1$ ) tritt nur ein geringer Energieverlust auf. Für  $m_2 < m_1$  ist ein Nachweis nur bei kleinen Streuwinkeln ( $< 90^\circ$ ) möglich, da ein leichtes Target den Impuls eines schweren Projektils nur geringfügig ändern kann. Die Massenauflösung wird bei ähnlichen Massen von Ion und Probenatom am größten. Ebenso wird bei größerem Streuwinkel der Energieverlust und damit auch das Auflösungsvermögen größer.

**82 Welche (nützlichen und lästigen) Konsequenzen hat die hohe Neutralisationswahrscheinlichkeit von niederenergetischen He Ionen für LEIS?**

Edelgasionen überleben einen Stoß nur mit geringer Wahrscheinlichkeit als Ionen → geringe Intensität der gestreuten Ionen.

Detektiert werden nur Ionen, die maximal einmal stoßen. Deshalb ist diese



Methode extrem oberflächenempfindlich. (Das Signal kommt nur aus der Oberfläche der Probe.)

**83 RBS: Was ist nuclear stopping power und electronic stopping power?**

Nuclear stopping power: Energieverlust durch elastische Streuung am Kern.  
Electronic stopping power: nahezu kontinuierlicher Energieverlust eines hochenergetischen Ions durch die vielen Anregungen bei Kleinwinkel-Kernstreuungsprozessen im Festkörper (ähnlich zu Reibung).

**84 Analyse eines repräsentativen RBS Spektrums (Schichtdicke, intermixing, leichte/schwere Elemente)**

- Peakposition: bestimmt durch die Masse des Target-Atoms (je schwerer desto weniger Energieverlust)
- Peakhöhe: Intensität des Signals (proportional zur Flächendichte)
- Peakbreite: abhängig von der Probendicke
- Peakform: verwaschenes Rechteck (Kante bei höherer/tieferer Energie von Rückstreuung an der Schicht-Oberseite/Unterseite)

---

**85 Was unterscheidet "raster probes" grundsätzlich von anderen oberflächenspektroskopischen Methoden?**

Die Oberfläche wird hier nicht mit irgendeinem Teilchenstrahl beschossen. Rastersondenmikroskopie (SPM - Scanning Probe Microscopy) beruht auf der Wechselwirkung (z.B. Tunnelstrom, atomare Kräfte) einer kleinen Sonde (im Idealfall Spitze mit einem Atom an der Spitze) mit der Probe für die Abbildung der Probe. Das führt zu einer besseren lateralen Auflösung der Probe: Nanometerskala bis einzelne Atome.

**86 Erklären Sie die Funktionsweise eines STM (Scanning Tunneling Microscope = Rastertunnelmikroskop). Warum kann man mit einem STM auf einer Oberfläche prinzipiell atomare Auflösung erzielen? Welche technischen Gegebenheiten müssen dafür gegeben sein?**

Elektrische leitende Probe und elektrisch leitende Spitze im Abstand von ein paar nm; Anlegen einer kleinen Spannung führt zu Tunnelstrom; konstanter Tunnelstrom beim Abrastern wird durch Piezoelement garantiert ODER konstante Höhe der Spitze und Messung des Tunnelstroms → Höhenprofil der Oberfläche → Darstellung der (elektronischen Struktur der) Probenoberfläche.

Man kann atomare Auflösung erzielen, weil der Tunnelstrom idealerweise nur zu einem einzigen Atom an der Spitze tunnelt, was nur funktioniert, wenn die Spitze der Sonde wirklich aus einem einzigen Atom besteht.

**87** Wodurch ist der Tunnelstrom in einem STM bestimmt? Welche Informationen kann man daher über die Probe bekommen? (Was bestimmt den Kontrast in einem STM-Bild?)

Tunnelstrom ist proportional zur Transmission:  $\psi(z) \propto e^{-\kappa z}$   
 $\Rightarrow I \propto T \propto |\psi(d)|^2 \propto e^{-2\kappa d}$  mit  $\kappa = \sqrt{2mE_a/\hbar^2}$ ,  $E_a \dots$  Austrittsarbeit (abhängig von der angelegten Spannung) und  $d \dots$  Abstand zwischen Spitze und Probe. Man bekommt also Informationen über die Austrittsarbeit bzw. die elektronische Struktur der Oberfläche. Der Kontrast eines STM-Bildes ist durch die Variation in der Zustandsdichte bestimmt.

**88** Was bestimmt die Tunnelbarriere in einer STM Messung? Wie groß ist sie typischerweise? Wie kann man sie messen?

Die Tunnelbarriere wird durch die Austrittsarbeit bestimmt, sie liegt typischerweise bei 2 bis 5 eV und kann durch die Messung des Tunnelstromes  $I$  bei konstanter Tunnelspannung und Variation des Abstandes  $d$  bestimmt werden.

**89** Was misst man mit einem STM?

Das Feedback-Signal ist der Tunnelstrom (bzw. der Abstand), welcher von  $d$  (bzw.  $I$ ) und von den Zustandsdichten an Spitze und Probe abhängt. Man misst mit einem STM also die Faltung der elektronischen mit der geometrischen Struktur von Spitze und Probe.

**90** Welche typischen Abstände, Spannungen, Ströme herrschen beim STM?

$d \approx 0,5 \text{ nm}$ ,  $V_{\text{tunnel}} \approx \pm 1 \text{ mV}$  bis  $\pm 5 \text{ V}$ ,  $I_{\text{tunnel}} \approx 0,01$  bis  $10 \text{ nA}$

**91** Wie erzielt man die Grob- und Feinbewegung der Probe und Spitze beim STM?

Grobbewegung: Einsatz eines Inchworm-Motors, welcher in seiner einfachsten Form 3 piezoelektrische Aktuatoren verwendet

Feinbewegung: Spitze ist in einer Piezo-Tube ( $d \sim 1 \text{ nm/V}$  Bewegung) eingespannt.

**92 Was bestimmt die Auflösung im STM? In x und y Richtung? In z-Richtung? Die Genauigkeit, mit der man ein Geometrie eines Objekt auf einer Oberfläche ausmessen kann?**

Laterale Auflösung hängt vom Krümmungsradius der Spitze ab (zirka 0,5 nm). Die Ungenauigkeit des Tunnelstromes ist ungefähr 1 bis 2 % und führt damit zu einem Fehler in der Tiefenauflösung von  $\approx 1$  pm.

**93 Was kann man mit Scanning Tunneling Spectroscopy messen?**

- Spitze an einer Stelle über der Probe platzieren, Ableitung des Tunnelstroms nach der angelegten Spannung messen  $\rightarrow$  elektronische Struktur der Probe (z.B. Bandlücken)
- Spitze an einer Stelle über der Probe platzieren, Abstand variieren und Tunnelstrom messen  $\rightarrow$  Messung der lokalen Austrittsarbeit

**94 Zeigen Sie, wie man mit STS die lokale Austrittsarbeit bestimmen kann.**

$$I \propto e^{-2\kappa z} = e^{-\sqrt{8mE_a/\hbar^2} z} \Rightarrow E_a = \frac{\hbar^2}{8m} \left( \frac{d \ln I}{dz} \right)^2$$

Tunnelstrom messen und dabei Abstand variieren, Tunnelspannung konstant halten  $\rightarrow$  Austrittsarbeit

**95 Wie kann man mit einem STM magnetische Eigenschaften messen?**

Mit einem Spin-Polarized STM (SP-STM): In einem ferromagnetischen Material sind Spin-Up und -Down Zustände energetisch separiert  $\rightarrow$  Spin-abhängiges Tunneln zwischen einer ferromagnetischen Spitze und Probenbereichen mit unterschiedlicher Spin-Orientierung.

**96 Interpretation von STM Bildern: Größe eines Objekts, Höhe einer Insel, Tip Artefakte, Konvolution von elektronischen und geometrischen Effekten**

Größe eines Objekts: Objekte auf der Oberfläche werden größer dargestellt, als sie eigentlich sind.

Höhe einer Insel: Die gemessene Höhe entspricht nicht der physikalischen Höhe, wenn die elektronische Struktur der Insel und der Probe sehr verschieden sind.

Tip Artefakte: Probenoberfläche muss flach sein (Bei einer groben Oberfläche gibt es Tunnel-Kontakte mit verschiedenen Stellen der Probe zur gleichen Zeit  $\rightarrow$  Messung nicht aussagekräftig!), Spitze darf nicht stumpf sein (sonst misst man die Eigenschaften der Spitze und nicht der Probe).

**97 Erklären Sie die Funktionsweise eines AFM (Atomic Force Microscope).**

AFM (Raster-Kraft-Mikroskop): Örtlich veränderliche Kraft zwischen Spitze (z.B. Siliziumspitze, am Ende eines dünnen Hebels) und Probe (muss nicht leitend sein) wird gemessen. Die Auslenkung in x- und y-Richtung wird gesteuert (Probe mit Piezoelementen bewegt → Abrastern), die in z-Richtung z.B. mit einem am Hebel reflektierten Laserstrahl gemessen. Verschiedene Methoden → verschiedene Abstände zwischen Probe und Spitze: in Kontakt, beinahe in Kontakt oder Spitze oszilliert über Probe.

**98 Wann wird eher ein STM benutzt? Wann ist AFM die besseren Methode?**

STM hat eine bessere Auflösung, allerdings funktioniert diese Methode nur für leitende Proben. Daher kann für nichtleitende Proben nur AFM verwendet werden.

**99 Warum rastert man beim AFM meistens die Probe und beim STM meistens die Spitze?**

Beim AFM ist die Kraftänderung auf Grund einer Veränderung des Abstands zwischen Probe und Spitze nicht groß genug, um sie eindeutig von Störungen des Auslegers oder Veränderungen der Vibrationsfrequenz unterscheiden zu können. Außerdem müsste bei der Detektion der Bewegung des Auslegers mit einem Laser, dieser mitbewegt werden, wodurch eine weitere Quelle für mechanische Störungen entstünde.

Beim STM hängt der Tunnelstrom exponentiell vom Abstand ab und ist daher stabiler gegen Störungen beim Rastern.

**100 Kräfte in welcher Größenordnung spielen beim AFM typischerweise eine Rolle? Warum gerade diese Größenordnung?**

Kräfte im Bereich von  $10^{-9}$  bis  $10^{-11}$ N, Kräfte von chemischen Bindungen sind auch in dieser Größenordnung.

**101 Welche Arten von Kräften spielen eine Rolle?**

- Kurzreichweitige Abstoßung

- Kurzreichweitige chemische Bindungskräfte
- Langreichweitige van-der-Waals Kräfte
- Langreichweitige elektrostatische Kräfte
- Magnetische Kräfte
- Reibung
- Wechselwirkungen in Flüssigkeiten: hydrophile/hydrophobe Kräfte
- Kapillareffekt (in feuchter Luft)

**102** Warum ist die Auflösung eines STM's oft besser als die eines AFM's?

Bei AFM ist die Spitze nicht so dünn und die gemessene Kraft ist weniger empfindlich auf Abstandsänderungen als der Tunnelstrom bei STM (exponentielles Verhalten).

**103** In welcher Größenordnung muss die Federkonstante eines geeigneten AFM Cantilevers liegen? Wie wird diese erreicht?

$k \approx 0,01 - 10$  N/m wird durch Mikrolithographie und spezielle Beschichtungen erreicht.

**104** Welche Detektoren für die Bewegung des Cantilevers gibt es? Welche Vorteile/Nachteile haben diese?

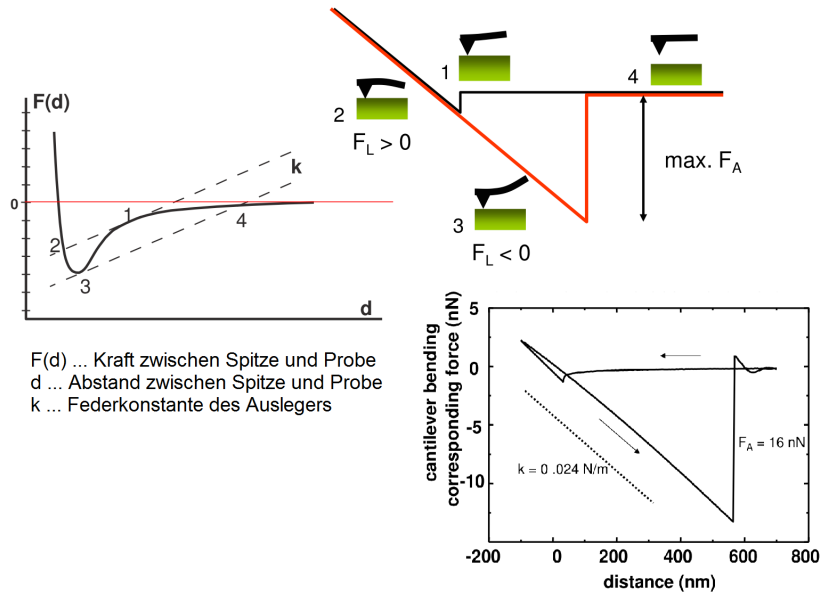
- Elektronentunneln (schwer zu realisieren, empfindlich auf Zustand der Oberfläche, thermischer Drift): unpraktisch
- Ablenkung eines Laserstrahls (starke Vergrößerung der Auflösung der Bewegung, sowohl Torsion als auch topologische Information verfügbar, einfach zu realisieren): gebräuchlichste Methode
- Interferometrie: auch gebräuchlich
- Kapazitätsmessung
- Piezowiderstand (UHV tauglich)
- Piezoelektrizität (UHV tauglich)

**105** Zeichnen/analysieren/erklären Sie eine typische F vs. d Kurve (ideal, real, mit/ohne Wechselwirkung zwischen Spitze und Probe)

Siehe Abbildung! Rechts oben: ideal, Kraft zwischen Ausleger und Probe; rechts unten: real, Kraft zwischen Ausleger und Probe.

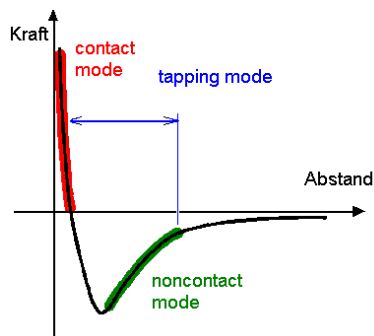
Ohne Wechselwirkung zwischen Spitze und Probe und bei Kontakt unendlich harte Wand: Kraft zwischen Spitze und Probe Null für  $d > 0$  und Unendlich

## Force vs. distance curves



für  $d < 0$ ; Kraft zwischen Ausleger und Probe Null für  $d > 0$  und linear steigend für  $d < 0$ .

### 106 Was macht den Kontrast beim non-contact oder dynamical AFM aus?



In diesem Modus befindet man sich im Bereich der attraktiven van-der-Waals Kräfte bei einem Proben-Spitzen-Abstand von zirka 10 bis 100 nm. Kräfte klein, also statische Verbiegung des Auslegers nicht mehr messbar. Ausleger wird zu einer Schwingung nahe der Resonanzfrequenz angeregt. Unebenheit in der Probe → Ausleger rutscht in anderen Bereich des Potentials → Resonanzverschiebung → Phasenverschiebung zwischen Antrieb

und Schwingung und Verringerung der Schwingungsamplitude  $\rightarrow$  Nachregeln. Messung der Änderung der Amplitude des Auslegers bestimmt den Kontrast.

**107 Erklären Sie Frictional Force Microscopy. Wie erkennt man stick-slip? Wie kann man aus einer stick-slip Kurve die dissipative Energie erkennen?**

Die Spitze wird in Kontakt mit der Probe gebracht und die lateralen (seitlichen) Kräfte werden aufgezeichnet, während die Spitze über die Probe gleitet. Wenn eine Reibungskraft auf die Spitze wirkt, führt dies zur Torsion des Auslegers, was z.B. über die Ablenkung eines Laserstrahls ausgelesen werden kann.

Bei der stick-slip Bewegung wird die Probe so langsam gescannt, dass die Spitze an einem Ort haften bleibt (stick). Dabei steigt die Federkraft an. Überschreitet die Federkraft die Haftreibungskraft, so beginnt die Spitze zu gleiten (slip). Die Feder entspannt sich wieder und die Federkraft nimmt ab. Ebenso nimmt die Geschwindigkeit ab und die Spitze kommt wieder zum Stillstand. So entsteht ein sägezahnartiger Verlauf der Reibungskraft.

Die Fläche unter der Kurve der Kraft über dem Ort aufgetragen ergibt die verrichtete Reibungsarbeit und somit die dissipative Energie.

**108 Was misst man mit einem MFM?**

Magnetkraftmikroskopie (MFM - Magnetic Force Microscopy) dient zur Untersuchung der lokalen Magnetstärke in der Probe. MFM misst den Feldgradienten des Magnetfeldes, indem die Änderung der Kraft zwischen dem Moment der Spitze und dem Streufeld der Probe gemessen wird.

$$\vec{F}_{mag} = (\vec{m}_{tip} \cdot \nabla) \vec{B}_{sample}$$

---

**109 Wie kann man annäherungsweise die Streckschwingungsfrequenz eines 2-atomigen Moleküls berechnen?**

$$dE_{pot} = -F dx = kx dx \quad \Rightarrow \quad \mu \ddot{x} + kx = 0 \quad \Rightarrow \quad \nu = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{\mu}}$$

**110 Wann ist eine Schwingungsmode 'infrarot-aktiv'?**

Wenn die Schwingungsmode die Resonanzbedingung  $h\nu = \Delta E$  für eine Frequenz  $\nu$  im infraroten Spektralbereich erfüllt. Außerdem muss das Molekül

entweder ein veränderliches oder induzierbares Dipolmoment aufweisen.

**111** Warum sind OH Schwingungsbanden in IR Spektren oft sehr breit?

Auf Grund der Valenzschwingung (Streckschwingung) der über Wasserstoffbrückenbindung verbundenen OH.

**112** Wieviele Normalschwingungen hat ein N-atomiges Molekül mindestens?

Jedes Molekül mit N Atomen hat  $3N$  Freiheitsgrade. Lineare/nicht-lineare Moleküle haben 3 Translations- und  $2/3$  Rotations-Freiheitsgrade. Daraus folgt für die Anzahl der Schwingungsfreiheitsgrade:

- Lineares Molekül:  $3N - 5$  (z.B. HCN)
- Nicht-lineares Molekül:  $3N - 6$  (z.B. H<sub>2</sub>O)

---

**113** In welchem Energiebereich liegt die Röntgenstrahlung und welche Wechselwirkungen zwischen Photonen und Materie sind in diesem Bereich dominant? Welche Wechselwirkung ist im Bereich kleiner 50 keV dominant?

Röntgenstrahlung:  $10^2$  bis  $10^5$ eV

Wechselwirkungen: Photoeffekt, elastische Streuung (Thomson Streuung, kohärente Streuung), inelastische Streuung (Compton Streuung, inkohärente Streuung)

Im Bereich kleiner 50 keV ist die Ionisation dominant (single/multi photon ionization).

**114** Welches Gesetz beschreibt die Schwächung von Röntgenstrahlung durch Materie, wie lautet es und was bedeuten die einzelnen Größen ?

Beer-Lambert'sches Gesetz:  $I(z) = I_0 e^{-\mu z}$

$I(z)$  ... Intensität des Strahls nach dem Durchdringen einer Materieschicht mit der Dicke  $z$ ,  $I_0$  ... anfängliche Intensität des Strahls,  $\mu$  ... linearer Absorptionskoeffizient.



**115** Was versteht man unter Wirkungsquerschnitt? Was ist seine Einheit? Wie ist der Zusammenhang zwischen Wirkungsquerschnitt und Absorptionskoeffizient? Wie setzt sich der Absorptionskoeffizient einer Probe, die aus mehreren Elementen besteht, zusammen?

Der Wirkungsquerschnitt ist ein Maß für die Wahrscheinlichkeit einer bestimmten Wechselwirkung eines einfallenden Teilchens mit den Teilchen einer Probe (Target)

$$\sigma = \frac{\text{Zahl der wechselwirkenden Teilchen pro Sekunde}}{\text{Zahl der auf } 1 \text{ cm}^2 \text{ einfallenden Teilchen pro Sekunde}}.$$

Er stellt die scheinbare Fläche dar, die die Targetteilchen einem ankommenden Teilchen bieten. Deshalb hat er auch die Einheit einer Fläche:

$$[\sigma] = 1 \text{ barn} = 10^{-24} \text{ cm}^2.$$

Linearer Absorptionskoeffizient  $[\mu] = \text{cm}^{-1}$ :  $\mu = \sigma_a \frac{L}{A}$  mit  $\sigma_a \dots$  WQ pro Atom [barn/Atom],  $L \dots$  Loschmidtzahl,  $A \dots$  Atomgewicht [Anzahl der Atome].

Probe besteht aus  $n$  Komponenten:  $\mu_{ges} = \sum_{i=1}^n W_i \mu_i$  mit  $W_i \dots$  Gewichtsanteil der  $i$ -ten Komponente.

**116** Was versteht man unter Eindringtiefe und Informationstiefe und in welchem Bereich liegen diese bei Röntgenstrahlen?

Eindringtiefe: Strahlungsintensität ist dort auf  $1/e$ -faches abgefallen ( $d_{pen} = 1/\mu(E)$ ); für 17 keV (einfallender Strahl): zirka  $800 \mu\text{m}$

Informationstiefe:  $1/e$ -faches der Fluoreszenzstrahlung kann noch aus der Probe austreten; für 17 keV: zirka 40 bis  $600 \mu\text{m}$  (materialabhängig!)

**117** Was versteht man unter Photoeffekt? Wie heißt der konkurrierende Prozess? In welchem Z Bereich ist dieser dominant? Welche Besonderheit weist der photoelektrische Absorptionskoeffizient auf?

Photoeffekt: Photon wird von einem Hüllenelektron absorbiert (Photonenenergie größer als Bindungsenergie des Elektrons)  $\rightarrow$  Aussendung des Elektrons (Photoelektron).

Konkurrierender Prozess: Compton-Prozess (im MeV-Bereich auch Paarbildung), wird bei geringen  $Z$  dominant.

Photoelektrischer Absorptionskoeffizient hat Absorptionskanten. (Wird die Energie kleiner als die Bindungsenergie einer Elektronenschale  $\rightarrow$  Elektronen aus dieser Schale tragen nicht mehr zur Absorption bei  $\rightarrow$  abrupter Abfall des Absorptionskoeffizienten.)

**118** Wie hängt der Photoelektrische Massenabsorptionskoeffizient von der Energie der anregenden Strahlung und der Ordnungszahl ab?

Bragg-Pierce Gesetz: Photoelektrischer Massenabsorptionskoeffizient:

$$\tau_{mass} = \frac{CZ^4}{AE^3}$$

(C ist nur zwischen den Kanten konstant.)

**119** Was versteht man unter Fluoreszenzausbeute? Wie hängt diese von der Ordnungszahl ab?

Die Fluoreszenzausbeute  $\omega_s$  gibt die Wahrscheinlichkeit an, dass beim Wiederbestehen eines Loches in der  $s$ -Schale durch ein Elektron aus einer höheren Schale ein Photon (charakteristische Röntgenstrahlung) emittiert wird.

$$\omega_s = \frac{\text{Anzahl, der emittierten } s\text{-Röntgenquanten}}{\text{Anzahl der anfänglichen Löcher in der } s\text{-Schale}}$$

Siehe Frage 41!

**120** Wie beschreibt man die Wechselwirkung von Photonen mit einem einzelnen Elektron?

Mit dem Thomson Gesetz:  $\frac{d\sigma}{d\Omega} = \frac{r_0^2}{2} (1 + \cos^2 \theta)$  wobei  $r_0$  ... klassischer Elektronenradius und  $\theta$  ... Streuwinkel.

**121** Welches sind die dominanten Größen im differentiellen elastischen Streuwirkungsquerschnitt?

Differentieller Streuwirkungsquerschnitt für elastische (= Rayleigh-) Streuung:

$$\frac{d\sigma_{el}(\theta, E)}{d\Omega} = \frac{r_0^2}{2} (1 + \cos^2 \theta) |F(x, Z)|^2$$

mit  $r_0$  ... Teilchenradius,  $(1 + \cos^2 \theta)$  ... Polarisationsfaktor,  $x = \frac{\sin \frac{\theta}{2}}{\lambda}$ ,  $\lambda$  ... Wellenlänge der Photonen und  $F(x, Z)$  ... Atomformfaktor.

**122** Wovon hängt die Energie der gestreuten Strahlung bei inkohärenter Streuung ab?

Compton-Streuung: Energie der gestreuten Strahlung

$$E' = \frac{E}{1 + \frac{E}{m_0 c^2} (1 - \cos \theta)}$$

hängt von der Energie der einfallenden Strahlung  $E$ , der Ruheenergie des Elektrons  $m_0 c^2$  und vom Streuwinkels  $\theta$  ab.

**123 Welche Röntgenquellen kennen Sie?**

Röntgenröhre, radioaktive Quellen, Synchrotronstrahlung, Gasentladungslampen, Freie Elektronen Laser, Laser Plasma Röntgenquellen

**124 Wie funktioniert eine Röntgenröhre?**

Evakuierte Röhre: Elektronen aus Glühkathode durch Hochspannung auf Anode beschleunigt, WW mit der Anode → Abbremsung → Bremsstrahlung und charakteristische Röntgenstrahlung erzeugt, die die Röhre durch ein Fenster verlassen können.

**125 Wie hoch ist der Anteil der Leistung, der in Röntgenstrahlung umgewandelt wird?**

1 bis 2%.

**126 Wie kann man die Kühlung einer Röntgenröhre verbessern und damit die Leistung erhöhen?**

Durch eine rotierende Anode (Drehanode). Durch die Drehung wird die Wärme aus dem Brennfleck auf dem Tellerrand verteilt, was zu einer längeren Lebenszeit der Anode führt und eine größere Strahlintensität ermöglicht.

**127 Welche Spektren emittiert eine Röntgenröhre?**

Bremsspektrum (kontinuierlich) und charakteristisches Spektrum (diskret).

**128 Wie entsteht Bremsstrahlung?**

Durch die Ablenkung der Elektronen im Coulombpotential der (meist Wolfram) Kerne (oder der Elektronen). (Bremsstrahlung ist die elektromagnetische Strahlung, die entsteht, wenn ein geladenes Teilchen beschleunigt wird.)

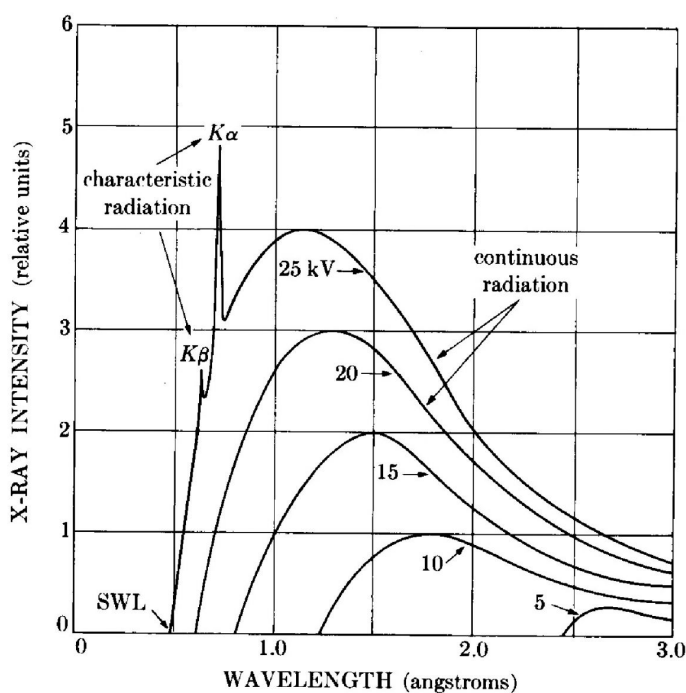
**129 Wodurch ist die Maximalenergie des Bremsspektrums gegeben?**

Durch die angelegte Beschleunigungsspannung. Die maximale Energie des Bremsspektrums ist durch die Energie der Elektronen  $eU$  gegeben. Die Elektronen können nicht mehr Energie verlieren, als sie haben. ( $\lambda_{min} = \frac{hc}{E_{max}} = \frac{hc}{eU}$ )

**130** Wie wird die Spektralverteilung der Bremsstrahlung durch die angelegte Spannung beeinflusst?

Eine größere Beschleunigungsspannung bewirkt

- mehr Bremsstrahlung (Fläche unter der Kurve nimmt zu.)
- Maximum der emittierten Intensität verschiebt sich zu kleineren Wellenlängen.
- größere maximale Energie der Bremsstrahlung



**131** Wie entsteht das charakteristische Röntgenspektrum?

Elektron aus einer inneren Schale wird herausgeschlagen, äußeres Hüllenelektron rückt nach und gibt die dadurch gewonnene Energie in Form eines Röntgenquants (= charakteristische Röntgenstrahlung) ab.

**132** Welche Linien der K-Serie, welche der L-Serie kennen Sie?

Die Auswahlregeln für Dipol-Übergänge müssen erfüllt sein:  $\Delta l = \pm 1$  und  $\Delta j = \pm 1$  oder 0.

Die K-Serie setzt sich aus allen Übergängen zusammen, die als unteren Zustand  $1S_{1/2}$  haben:

- $K_\alpha$ :  $2P_{1/2} \rightarrow 1S_{1/2}$  und  $2P_{3/2} \rightarrow 1S_{1/2}$
- $K_\beta$ :  $3P_{1/2} \rightarrow 1S_{1/2}$  und  $3P_{3/2} \rightarrow 1S_{1/2}$
- $K_\gamma$ :  $4P_{1/2} \rightarrow 1S_{1/2}$  und  $4P_{3/2} \rightarrow 1S_{1/2}$
- usw.

Die L-Serie setzt sich aus allen Übergängen zusammen, bei denen ein Elektron in ein Loch in der L-Schale (also  $2S_{1/2}$ ,  $2P_{1/2}$  oder  $2P_{3/2}$ ) fällt:

- $L_\alpha$ :  $3P_{1/2} \rightarrow 2S_{1/2}$ ,  $3P_{3/2} \rightarrow 2S_{1/2}$ ;  $3S_{1/2} \rightarrow 2P_{1/2}$ ,  $3D_{3/2} \rightarrow 2P_{1/2}$ ;  $3S_{1/2} \rightarrow 2P_{3/2}$ ,  $3D_{3/2} \rightarrow 2P_{3/2}$ ,  $3D_{5/2} \rightarrow 2P_{3/2}$
- $L_\beta$ :  $4P_{1/2} \rightarrow 2S_{1/2}$ ,  $4P_{3/2} \rightarrow 2S_{1/2}$ ;  $4S_{1/2} \rightarrow 2P_{1/2}$ ,  $4D_{3/2} \rightarrow 2P_{1/2}$ ;  $4S_{1/2} \rightarrow 2P_{3/2}$ ,  $4D_{3/2} \rightarrow 2P_{3/2}$ ,  $4D_{5/2} \rightarrow 2P_{3/2}$
- usw.

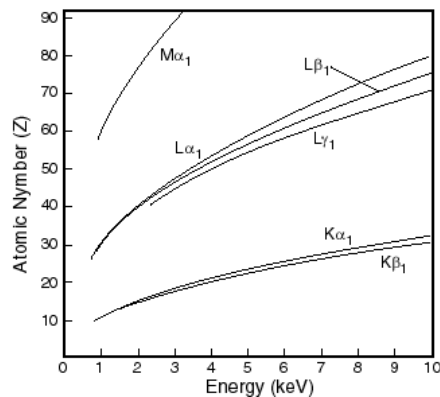
### 133 Wie lauten die Auswahlregeln für Dipolstrahlung?

$$\Delta l = \pm 1, \quad \Delta j \in \{-1, 0, +1\}, \quad \Delta m \in \{-1, 0, +1\} \quad (\Delta n \neq 0)$$

### 134 Was besagt das Moseley'sche Gesetz?

$$\frac{1}{\lambda} = \frac{\Delta E}{hc} = k(bS)(Z - \sigma(bS))^2$$

$k(bS)$  ... Konstante abhängig von den beteiligten Schalen,  $\sigma(bS)$  ... mittlere Abschirmzahlen für die Elektronen in den am Übergang beteiligten Schalen. Das Gesetz von Moseley besagt, dass  $\lambda^{-1/2}$  linear mit der Ordnungszahl  $Z$  wächst.



### 135 Wie entsteht Synchrotron Strahlung und welche Eigenschaften hat sie?

Durch die Ablenkung von geladenen relativistischen Teilchen (Elektronen, Positronen) in einem Magnetfeld.

- Gebündelt tangential zur Bewegungsrichtung der Teilchen ausgesandt, geringe Divergenz des Strahls
- hohe Strahlungsintensität
- sehr breites, kontinuierliches Spektrum vom Infraroten bis tief in den Bereich der Röntgenstrahlung
- Strahlung ist polarisiert (in der Ebene des Synchrotrons linear, darunter und darüber mehr oder weniger stark elliptisch)
- abhängig von der Qualität des Elektronenstrahls sehr hohe Brillanz
- gut definierte Pulsdauer
- kohärent

### 136 Wie sieht die Abstrahlcharakteristik von Synchrotronstrahlung aus?

Im Ruhesystem des Teilchens erfolgt die Abstrahlung auf Grund der Beschleunigung nach der Charakteristik eines Hertz'schen Dipols. Die Lorentztransformation in das Laborsystem bewirkt eine scharfe Bündelung der Abstrahlung in die Bewegungsrichtung.

### 137 Was versteht man unter Brilliance, Brighthness und flux?

Brillanz:  $\frac{\text{Photonen}}{\text{s} \cdot \text{mrad}^2 \cdot \text{mm}^2 \cdot 0,1\% \frac{\Delta E}{E}}$

Zahl der Photonen pro Fläche, Raumwinkel und Zeit innerhalb eines schmalen Energiebereiches

Helligkeit:  $\frac{\text{Photonen}}{\text{s} \cdot \text{mrad}^2 \cdot 0,1\% \frac{\Delta E}{E}}$

Zahl der Photonen pro Raumwinkel und Zeit innerhalb eines schmalen Energiebereiches

Spektraler Fluss:  $\frac{\text{Photonen}}{\text{s} \cdot 0,1\% \frac{\Delta E}{E}}$

Zahl der Photonen pro Zeit innerhalb eines schmalen Energiebereiches

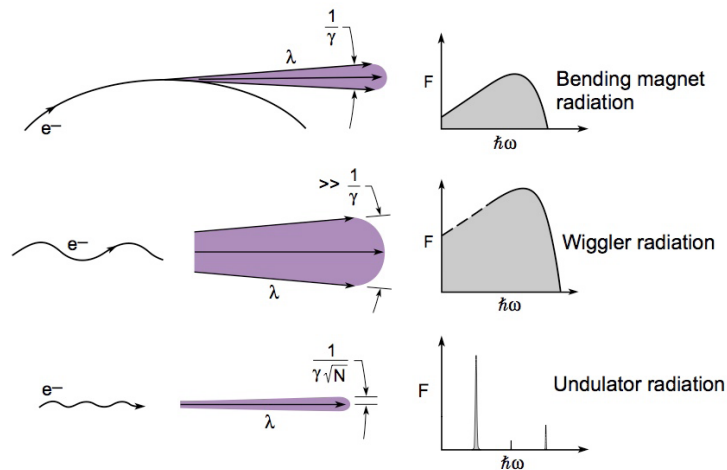
### 138 Was sind insertion devices und welche Unterscheidungen kennen Sie?

ID sind Bauelemente, die das Spektrum zu höheren Energien erweitern als in den Ablenkungsmagneten ausgesandt würde. Es gibt wavelenght shifter, Wiggler und Undulatoren.

In einem Undulator durchlaufen die Elektronen ein schnell in der Polarität wechselndes Magnetfeld, das von zahlreichen kompakten, hintereinander angeordneten Permanentmagneten erzeugt wird. Die Periodizität dieser Bewegung verstärkt durch konstruktive Interferenz bestimmte Wellenlängen der ausgesandten Strahlung und löscht andere ebenfalls durch Interferenz aus. Wiggler funktionieren nach demselben Prinzip wie ein Undulator, allerdings

mit geringerer Periodizität des Magnetfelds, so dass keine Interferenzen entstehen und das natürliche Frequenzspektrum der Synchrotronstrahlung erhalten bleibt.

**139** Wie sieht die Spektralverteilung eines Wigners, eines Undulators und eines Ablenkmagneten aus?



Spektrale Brillianz  $F$ : Ablenkmagnet - kontinuierliches Spektrum; Wiggler - kontinuierliches Spektrum wegen inkohärenter Überlagerung; Undulator - Linienspektrum wegen kohärenter Überlagerung

**140** Was ist ein Free electron Laser? In welcher Größenordnung liegt die Peak Brilliance eines XFEL?

Eine Strahlungsquelle, die Synchrotronstrahlung mit sehr hoher Brillianz erzeugt. Die Peak Brilliance beträgt etwa  $5 \cdot 10^{33}$  Photonen/(s · mrad<sup>2</sup> · mm<sup>2</sup> · 0,1%  $\frac{\Delta E}{E}$ ). Ein relativistischer Elektronenstrahl wechselwirkt mit den Feldern von einem transversalen periodischen Magneten (Undulator) und von einer elektronmagnetischen Welle, um kohärente monochromatische Strahlung zu erzeugen.

**141** Was versteht man unter dem SASE Prinzip?

Self-Amplified Spontaneous Emission: Elektronen fliegen durch Undulator → rasanter Slalomkurs → jedes Elektron sendet Röntgenblitze aus, die schneller sind als die auf einer oszillierenden Bahn fliegenden Elektronen → Röntgenblitze überholen Elektronen vor ihnen → WW beim Vorbeifliegen → einige Elektronen werden beschleunigt, andere abgebremst → Elektronen ordnen sich nach und nach zu dünnen Scheibchen an. Am Ende des

Undulators strahlen sämtliche Elektronen in einer Scheibe im Gleichtakt. Es entstehen extrem kurze und intensive Röntgenblitze mit den Eigenschaften von Laserlicht.

**142** Wodurch ist der Grenzwinkel der Totalreflexion für Röntgenstrahlen gegeben?

$$\theta_c = \sqrt{2\delta} 28,8 \frac{1}{E} \sqrt{\frac{Z\rho}{A}}$$

Komplexer Brechungsindex  $n = \sqrt{\varepsilon} = 1 - \delta - i\beta$

**143** Welche Röntgenoptiken kennen Sie?

Tiefpass-Filter, Kristalle, Absorptionsfilter, Totalreflexionsspiegel, synthetische Multilayer, fokussierende optische Elemente

**reflektierend:** Spiegeloptiken (Kirkpatrick-Baez Spiegel, Bragg-Spiegel, Vielschichtspiegel, Wolter-Teleskope, . . . ), Kapillaroptiken (Polykapillaroptiken, Monokapillaren)

**beugend:** Fresnel-Zonenplatten, Photonensiebe, Monochromatoren

**brechend:** Brechende Linsen (rotationssymmetrische und prismatische Linsen)

**absorbierend:** Filter, Fenster, Blenden (Spalte, Lochkamas)

**144** Wie unterscheidet sich ein Kristallmonochromator von einem Multilayer Monochromator?

Kristallmonochromator: Durch Beugung an einem Kristall (Bragg-Gesetz) wird eine bestimmte Wellenlänge ausgewählt.

Multilayer Monochromator: Abwechselnde Schichten mit hohem  $Z$  und niedrigem  $Z$ -Wert führen zu einer periodischen Modulation der Elektronendichte. Die Bandbreite ist hier wesentlich größer als bei einem Kristallmonochromator.

**145** Welche fokussierenden Röntgenoptiken kennen Sie?

Elliptischer (einfach-gebogener) Spiegel, Ellipsoidaler (doppelt-gebogener) Spiegel, Kirkpatrick-Baez Systeme (2 einfach-gebogene Spiegel), Einzel-Kapillare, Mehrfach-Kapillare, Zusammengesetzte Brechungslinsen (CRL)



**146 Welche Methoden der Röntgenfluoreszenzanalyse haben Sie kennengelernt und wodurch unterscheiden sich diese?**

Prinzipielle Unterscheidung zwischen wellenlängendispersiver (WDXRS) und energiedispersiver (EDXRS) Detektion. EDXRF:

- Standard XRF
- Totalreflexionsröntgenfluoreszenzanalyse (TXRF): wie Standard XRF nur Einfallswinkel kleiner als kritischer Winkel der Totalreflexion → Röntgenstrahlen werden totalreflektiert und dringen kaum in die Probe ein → Beitrag der gestreuten einfallenden Strahlung minimiert → Nachweisgrenzen von Spurenelementkonzentrationen bis in den ng/g-Bereich.  
Mit Synchrotronstrahlung: SR-XRF
- Grazing Incidence XRF (GI-XRF) misst die Winkelabhängigkeit der Fluoreszenzintensität, die durch Interferenz des einfallenden und reflektierten Strahls entsteht. Sie ermöglicht die Bestimmung der Dicke von ultradünnen Schichten sowie Tiefenprofilanalyse von Implantationen in Si-Wafern.
- Mikro-XRF ( $\mu$ -XRF) ermöglicht eine ortsauflösende Analyse von Elementverteilungen in zwei oder drei Dimensionen im Mikrometer-Bereich durch den Einsatz von fokussierenden Röntgenoptiken.  
Mit Synchrotronstrahlung: SR- $\mu$ -XRF
- Bei der Röntgenabsorptionsspektroskopie (XAS) wird der Röntgenabsorptionskoeffizient (bzw. dessen Kanten) vermessen. Dadurch können dank Synchrotronstrahlung Informationen über den chemischen Zustand eines Elements gewonnen werden.

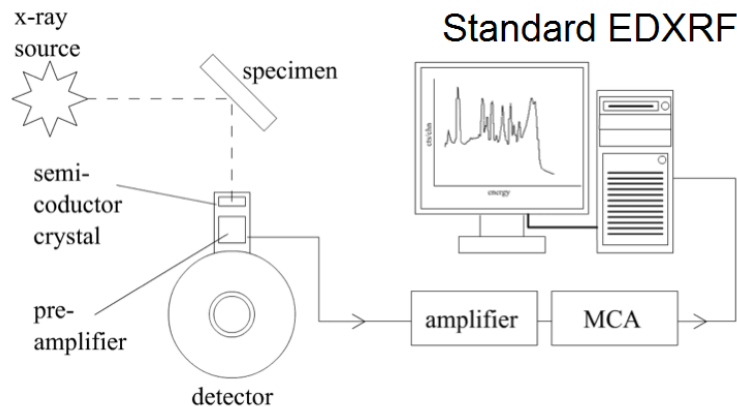
**147 welche Arten der wellenlängendispersiven spektrometer unterscheidet man?**

Sequentiell: Änderung des Einfallswinkels und des Detektionswinkels für jede Wellenlänge

Simultan: Feste Kanäle für jedes Element, welche üblicherweise unter einem bestimmten Winkel zu einer gegebenen Wellenlänge angebracht sind (besseres Detektionslimit: simultane Bestimmung von bis zu 24 Elementen)

**148 Aus welchen Komponenten setzt sich ein energiedispersives Röntgenspektrometer zusammen?**

Röntgenquelle, Modifikationselemente des Röntgenspektrums, Probe, Halbleiterdetektor.



**149** Vergleichen Sie EDXRS und WDXRS, welche Vor- und Nachteile hat die jeweilige Methode?

**EDXRS-Vorteile:** Simultaneous multielement; Gleichzeitiges qualitatives und quantitatives Bestimmen von verschiedenen chemischen Elementen; Detektion in einem größeren Raumwinkel möglich; geringe Leistungsröhren möglich; flexibles System und spezielle Techniken; geringe Kosten

**EDXRS-Nachteile:** gestreute Strahlung von der Probe und dem Probenträger führt zu einem hohen Hintergrund im Spektrum; limitierte maximale Zählrate; schlechtere Energieauflösung; Linien können überlappen; verringerte Detektionseffizienz bei niedrigen Energien

**WDXRS-Vorteile:** hohe Zählrate und daher gute Statistik; präzise Quantifikation; ausgezeichnete Energieauflösung; geringerer Hintergrund im Spektrum

**WDXRS-Nachteile:** kleiner Raumwinkel; Sequential multielement; Probe muss präpariert werden; höhere Kosten; nicht flexibel; in höheren Ordnungen können Linien überlappen; Wahl des Analysekrystals

**150** Welche Methoden der "Spectral Modification" der anregenden Strahlung zur Senkung des spektralen Hintergrunds bei EDXRF kennen Sie?

Filter, sekundäre Signalplatte, Polarisatoren, Abtrennung des Hochenergieanteils, Monochromator, fokussierende optische Elemente

**151** Wovon hängt die Intensität der Fluoreszenzstrahlung ab? Beschreiben Sie kurz die Größen.

$$I_{E_i,fl}(z) = \int_0^z dz' I_{E_0} \cdot A \cdot B \cdot C \cdot \frac{\Omega_{Det}}{4\pi} \cdot \varepsilon_{Det, E_i, fl}$$

$I_{E_0}$  ... Intensität der einfallenden Strahlung mit Photonenenergie  $E_0$   
 $A$  ... Dämpfung der einfallenden Strahlung  
 $B$  ... Fluoreszenzausbeute  
 $C$  ... Dämpfung beim Verlassen der Probe  
 $\Omega_{Det}$  ... effektiver Raumwinkel des Detektors  
 $\varepsilon_{Det, E_{i, fl}}$  ... Effizienz des Detektors bei der Photonenenergie  $E_{i, fl}$   
 $I_{E_{i, fl}}(z)$  ... Intensität der messbaren Fluoreszenzstrahlung des Elements  $i$  mit der Photonenenergie  $E_{i, fl}$  aus einer Probenschicht der Dicke  $z$ , auch abhängig von geometrischen Gegebenheiten (Abstand zwischen Röntgenröhre und Probe, Einfallswinkel und bestrahlte Fläche)

**152** wo liegen die Probleme der Quantifizierung in der XRF und welche Spezialfälle erlauben eine Lösung?

Die Kalibrierung ist nur für eine spezielle Probenmatrix verwendbar. Die Annahme einer Probe mit unendlicher Dicke oder eine Quantifizierung in der Dünnfilm-Näherung erlauben eine Lösung.

**153** Welche Anwendungsmöglichkeiten der XRF haben Sie kennengelernt?

Analyse von Wasser, Erde, Körperflüssigkeiten, Gewebeproben, Öl, Chemikalien, Mineralien, Erzen, Gemälden, Drogen ... (Probe auf Verunreinigungen untersuchen)

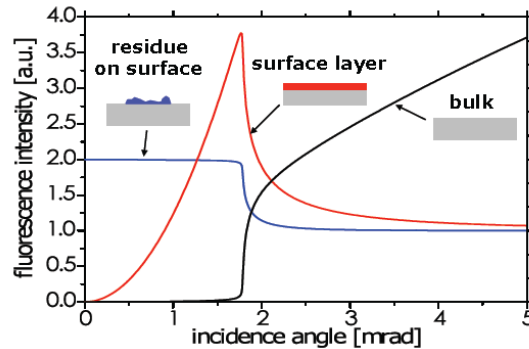
**154** Was versteht man unter TXRF, was sind die Vorteile der Methode und was kann man damit messen?

Totalreflexionsröntgenfluoreszenzanalyse (siehe auch Frage 146)  
 Vorteile: Reduktion des Hintergrunds im Spektrum; verdoppelte Fluoreszenzintensität; Detektor nahe an der Probe → großer Raumwinkel vom Detektor aufgenommen; geringe Detektionsgrenze (pg-Bereich mit Röntgenröhren und fg-Bereich mit Synchrotronstrahlung) und damit geringerer Massenanteil notwendig; winkelabhängiges Fluoreszenzsignal enthält Informationen zum Typ der Probe  
 Anwendungen siehe Frage 153!

**155** Welche Art von Proben sind besonders für TXRF Messungen geeignet.

Es sind nur ganz kleine Probenmassen und kurze Messdauern notwendig.

- 156** Wie unterscheiden sich die winkelabhängigen Fluoreszenzsignale von einer Probe auf der Oberfläche, in oberflächennahen Bereichen und tiefer unter der Oberfläche?



Je steiler die Röntgenstrahlung einfällt (größerer Einfallswinkel), desto weiter dringt die Strahlung in die Probe ein und von umso tiefer kommen auch Informationen aus der Probe.

- 157** Was versteht man unter GIXRF und welche Informationen kann man damit bekommen?

Grazing Incidence XRF (siehe Frage 146)

Mit GIXRF können zerstörungsfrei Oberflächenverunreinigungen, dünne Oberflächenschichten und Strukturen aus mehreren Schichten untersucht werden.

- 158** Was versteht man unter 2D imaging und welche Methoden haben Sie kennengelernt

Abrastern einer Schnittfläche mit fokussiertem Röntgenstrahl und Zusammenfügen mehrerer Messungen zu einem 2D Bild.

Methoden: XRF,  $\mu$ -XRF, konventionelle Radiographie (SIMS, LEIS)

- 159** Was versteht man unter Phasenkontrast-imaging und welche Informationen bekommt man damit?

Bei Bestrahlung einer Probe mit inkohärenter Strahlung wird hinterher die transmittierte Intensität ermittelt und man erhält Informationen über die Absorption in der Probe. Verwendet man hingegen kohärente Strahlung, enthält das Bild auch Informationen über die Phasen und es lässt sich der (komplexe) Brechungsindex der Probe rekonstruieren.

**160** Welche 3D imaging Methoden kennen Sie, wie unterscheiden Sie sich?

$\mu$ -XRF: Ortsauflösende Analyse von Elementverteilungen in 2 oder 3 Dimensionen, wobei eine Fokussierung durch Röntgenoptiken erreicht wird.

Fluoreszenztomographie: Durch Änderung des Winkels zwischen einzelnen Messungen erhält man viele projektive Radiogramme, welche sich über Rekonstruktionsalgorithmen zu einem 3D Bild unrechnen lassen.

Confocal XRF: Keine speziellen Rekonstruktions-Algorithmen notwendig, da die detektierte Strahlung nur aus einem gewissen Bereich aufgenommen wird (Ortsinformation festgelegt).

**161** Mit welcher 3D Methode kann man dickere Proben messen?

Mit Confocal XRF.

**162** Was sind die Vorteile der Konfokalen Mikroanalyse?

Auch dickere Proben möglich, einfachere Probenpräparation; keine Algorithmen zur Rekonstruktion notwendig.

**163** Welche Methoden der Absorptionsspektroskopie kennen Sie und welche Informationen kann man mit welcher Methode bekommen?

XAS (X-Ray Absorption Spectroscopy): Der Absorptionskoeffizient  $\mu$  wird durch Messungen der Intensität bestimmt (Beer-Lambert Gesetz).

XAFS (X-Ray Absorption Fine Structure): Bestimmung der Energieabhängigkeit vom Absorptionskoeffizienten  $\mu(E)$ .

XANES (X-Ray Absorption Near Edge Structure): Informationen von unterhalb bis 50 - 100 eV oberhalb der Kante vom Absorptionskoeffizienten  $\mu(E)$  → Auskunft über unbesetzte Elektronenzustände und somit über die chemische Zusammensetzung der Probe.

EXAFS (Extended X-Ray Absorption Fine Structure): Informationen ab 50 - 100 eV oberhalb der Kante vom Absorptionskoeffizienten  $\mu(E)$  → Auskunft über die Bindungszustände in der Probe.

**164** Welche instrumentellen Voraussetzungen braucht man, um XAS betreiben zu können? Welches Messsignal kann man verwenden?

(XAFS?) Man braucht eine Quelle von Röntgenstrahlung mit veränderlicher Energie mit einer gegebenen Intensität, z.B. Synchrotronstrahlung eines Elektronenspeicherrings, die monochromatisiert wird und einen energiedispersiven Detektor, mit dem man  $I(E)$  bestimmen kann.

**165** Welche röntgenanalytische Methode verwenden Sie, wenn Sie den Bindungszustand eines Elements in einer Probe bestimmen wollen.

XAFS: XANES (oder EXAFS)

**166** Wodurch wird die Efficiency eines Halbleiterdetektors im niedere-energetischen und im hochenergetischen Bereich bestimmt?

Im niedereenergetischen Bereich wird die Effizienz hauptsächlich von der Dicke des Be-Fensters bestimmt, aber auch von der Dicke der Kontaktschicht und der Totschicht beeinflusst.

Im hochenergetischen Bereich wird die Effizienz durch die Dicke des Kristalls bestimmt (je dicker desto besser).

**167** Welche Energie benötigt man, um in einem Si Kristall ein Elektron Loch Paar zu erzeugen?

Durchschnittlich 3,8 eV.

**168** Warum nimmt man Be als Eintrittsfenster eines Detektors?

Wegen der Durchlässigkeit für Röntgenstrahlen, insbesondere für die weichen (niedereenergetischen) Anteile.

**169** Wie ist ungefähr die Energieauflösung eines SiLi Detektors bei 5.9 keV?

Zirka 0,1%.

**170** Wie sieht die Calibration curve bei Dünnschichtnäherung aus und welche Vorteile hat diese?

Dünnschichtnäherung:  $d \rightarrow 0$

$\Rightarrow$  linearer Zusammenhang zwischen Konzentration und Fluoreszenz-Intensität

Kalibrationskurve: Intensität aufgetragen über Konzentration

Vorteil: Von der Intensität kann unmittelbar auf die Konzentration geschlossen werden.

Sensitivitätsfaktor (cps/Probenmasse):  $S^i := \frac{I^i}{c^i m}$  hängt nur von fundamentalen Parametern und den Messbedingungen ab  $\rightarrow$  (während eines Experiments) als konstant angenommen.

**171** Was versteht man unter einem internen Standard und wozu verwendet man ihn?

Interner Standard  $I^S$  ... Fluoreszenz-Intensität eines Standard-Elements  
⇒ Relative Sensitivitätsfaktoren (cps):  $S_{rel}^i = \frac{I^i}{I^S}$  (gültig für gleiche Konzentrationen von Element  $i$  und Standard-Element) ... Parameter - einmal bestimmen und immer verwenden.

**172** Wie bestimmt man die Konzentration eines Elements  $i$  in einer Probe, bei der Dünnschichtnäherung gilt und die mit einem internen Standard versehen ist?

$$c^i = \frac{I^i}{I^S} \cdot \frac{1}{S_{rel}^i} \cdot c^S$$

$I^i$  und  $I^S$  ... gemessene Fluoreszenz-Intensitäten von Element  $i$  und Standard-Element

$S_{rel}^i (= \frac{S^i}{S^S})$  ... relativer Sensitivitätsfaktor für Element  $i$ , bereits bestimmter Parameter

$c^S$  ... Konzentration des Standard-Elements.

**173** Sie messen für Cu 80 cps, für Ga den internen Standard 100 cps. Die Konzentration von Ga ist 10 ppm, der relative Sensitivity factor von Cu/Ga beträgt 0.8. Wie hoch ist die Cu Konzentration in der Probe?

$$c^{Cu} = \frac{I^{Cu}}{I^{S=Ga}} \cdot \frac{1}{S_{rel}^{Cu}} \cdot c^{S=Ga} = \frac{80}{100} \frac{1}{0,8} 10 \text{ ppm} = 10 \text{ ppm}$$

---

**174** Was versteht man unter Atomformfaktor und was unter Strukturfaktor?

Atomformfaktor  $f(\vec{Q})$ : Fouriertransformierte der Elektronendichte  $\rho$  (Verteilung der Elektronen):  $f(\vec{Q}) = \int d^3r \rho(\vec{r}) e^{i\vec{Q} \cdot \vec{r}}$  mit  $\vec{Q} := \vec{k}' - \vec{k}$  (... Streuvektor)  
Der Atomformfaktor beschreibt das Streuvermögen eines Atoms für einen bestimmten Streuwinkel bei einer bestimmten Wellenlänge.

Strukturfaktor  $F(\phi)$ : phasengerechte Aufsummation aller Atomformfaktoren einer Basis:  $F(\phi) = \sum_i f_i \cos \phi_i$  mit  $\phi$  ... Phasenverschiebung. Die Basis ist die kleinste Gruppe von Atomen, aus der sich die Struktur durch Translation aufbauen lässt. Der Strukturfaktor ist daher ein Maß für das Streuvermögen einer Kristallbasis.

**175 Welche Informationen kann man von einem Diffraktionsbild bekommen?**

- mittlerer Abstand zwischen den Netzebenen (Abstandverteilungsfunktion)
- Orientierung eines Einkristalls
- Kristallstruktur eines (unbekannten) Materials (Fingerprint)
- Messung der Größe, Form und internen Spannung von kleinen kristallinen Regionen → Orientierungsverteilungsfunktion (Textur)
- Phasenbestimmung von Mehrphasensystemen

**176 Welche Methoden der Röntgendiffraktion kennen Sie? Wie werden Sie charakterisiert?**

**Laue-Methode:** Polychromatische Strahlung; fixer Winkel; Einkristall

**Drehkristallmethode:** Netzebenen konstant (Rotation um eine Gitterebene); Einkristall; monochromatische Strahlung; variabler Winkel; Bestimmung der Form und Größe der Einheitszelle

**Pulverdiffraktometrie:** polykristallin (Pulver); monochromatische Strahlung; variabler Winkel; Bestimmung der Gitterparameter

**177 Was versteht man unter der Laue Methode, welche Anordnungen gibt es und was kann man damit bestimmen, welche Spektralverteilung der Strahlung verwendet man?**

Polychromatische Strahlung auf Einkristall → Gebeugte Strahlen formen Anordnungen von Punkten, die auf Kurven liegen. Bragg-Winkel ist fix. Es lässt sich die Orientierung des Einkristalls ermitteln. 2 Anordnungen:

- Rückstreumethode: Film zwischen Quelle und Kristall (Rückgestreute Strahlen werden detektiert)
- Transmissionsmethode: Film hinter dem Kristall (Transmittierte Strahlung wird detektiert.)

**178 Welche Methode verwenden Sie, um einen Einkristall zu orientieren?**

Die Laue-Methode.

**179 Was versteht man unter der Drehkristallmethode?**

Ein Einkristall wird drehbar entlang einer Achse normal zu einem monochromatischen Röntgenstrahl, der auf den Kristall gerichtet ist, montiert.



Die gebeugten Strahlen werden an einem zylindrisch um den Kristall platzierten Film detektiert. Es lässt sich die Größe und Form der Einheitszelle, also die Anordnung der Atome in der Zelle bestimmen.

### **180 Was versteht man unter Pulverdiffraktometrie?**

Monochromatischer Röntgenstrahl wird auf polykristalline oder pulverisierte Probe geschickt. Rotation nicht notwendig, weil im Pulver immer einige Kristalle eine Orientierung aufweisen, die die Bragg-Bedingung erfüllen. Diese Methode wird zum Bestimmen von Gitterparametern verwendet.

### **181 Welche Verfahren der Pulverdiffraktometrie kennen Sie?**

Debye-Scherrer-Geometrie: fixer Bragg-Winkel, ringförmiger Film um die Probe

Bragg-Brentano-Geometrie: Probenormale halbiert Winkel zwischen Primär- und Streustrahlrichtung (Detektor rotiert mit doppelter Winkelgeschwindigkeit wie die Probe)

### **182 Wie funktioniert eine Debye Kamera und was kann man damit bestimmen?**

Pulverförmige Probe wird in der Mitte eines ringförmigen Films mit zwei gegenüberliegenden Löchern angebracht. Monochromatischer Röntgenstrahl wird durch ein Loch auf die Probe geschickt und tritt durch das gegenüberliegende Loch wieder aus. Die Kegel der gebeugten Strahlen werden am Film detektiert, wodurch die Diffraktionswinkel und relativen Intensitäten gemessen werden können.

### **183 Welche Information bekommt man aus dem Streuwinkel und welche aus der Intensität der Linien?**

Streuwinkel → Information über das Gitter

Intensitäten → Information über die Basis

### **184 Anwendungen der Röntgendiffraktometrie**

- Unterscheidung zwischen kristallinen und amorphen Materialien
- Bestimmung der Struktur von kristallinen Materialien
- Bestimmung der Elektronenverteilung in den Atomen und über die Einheitszelle
- Bestimmung der Orientierung von Einkristallen (Laue Methode)
- Bestimmung der Struktur von vielkörnigen Materialien
- Messung von Rissen, kleinen Korngrößen etc.

**185 Was versteht man unter Röntgenkristallographie ?**

Bestimmung der Kristallstruktur durch Analysieren des Beugungsmusters

**186 Was versteht man unter Proteinkristallographie und welche Probleme sind dabei zu lösen?**

Kristallisation von Proteinen, dann 3D Struktur mit Hilfe von Röntgendiffraktion bestimmen.

Phasenproblem: Experimentell messen kann man in der Regel nur die Reflex-Intensitäten, aber zu jedem gestreuten Röntgenstrahl gehört auch eine Phase. Um ein 3D Modell mittels Fourier-Transformation berechnen zu können, benötigt man beide Informationen: Intensitäten (Amplituden) und Phasen. Deshalb muss man die Phasen auf anderem Wege ermitteln.

**187 Was versteht man unter Röntgenkleinwinkelstreuung und was kann man damit bestimmen?**

SAXS (Small Angle X-Ray Scattering): Monochromatische Röntgenstrahlen werden unter kleinen Streuwinkeln  $\theta < 5^\circ$  auf die Probe geschickt. Durch diffus elastische Streuung erhält man Informationen über

- Inhomogenitäten in Materialien mit charakteristischer Länge von 1 - 100 nm.
- Inhomogenitäten der Elektronendichte.
- Größe und Form der Partikel, sowie über die Wechselwirkung zwischen diesen, z.B. in Legierungen, Gläsern, Colloiden, Proteinen, Polymeren.

---

**188 Was ist der Unterschied zwischen Akkreditierung und Zertifizierung?**

Akkreditierung: Prozess, in dem eine autorisierte Organisation die formale Anerkennung vergibt, dass eine Organisation oder eine Person die Kompetenz besitzt, bestimmten Tätigkeiten nachzukommen.

Zertifizierung: Prozess, in dem ein Dritter die schriftliche Versicherung gibt, dass ein Produkt, Prozess oder Service die spezifizierten Voraussetzungen erfüllt.

Zertifizierung unterscheidet sich von der Akkreditierung in dem Punkt, dass bei der Zertifizierung die technische Kompetenz nicht ausdrücklich behandelt wird.

**189 Was versteht man unter Quality assurance (QA) und was beinhaltet diese?**

QA beschreibt umfassende Maßnahmen, die von einem Labor angewandt werden, um die Qualität der Tätigkeit zu gewährleisten. Sie beinhalten:

- Qualitätsmanagementsystem
- geeignete Laborausstattung
- Ausgebildetes, geschultes und erfahrenes Personal
- Schulungsverfahren und Aufzeichnungen
- entsprechend gewartete und kalibrierte Geräte
- Verfahren zur Qualitätskontrolle
- dokumentierte und validierte Methoden
- Rückverfolgbarkeit und Messunsicherheit
- Überprüfungs- und Aufzeichnungsverfahren
- präventive und korrigierende Maßnahmen
- Befähigungstest
- interne Überprüfung und Nachprüfung

**190 Was versteht man unter Quality Control (QC)?**

QC bezeichnet die ausgeführten Methoden und Aktivitäten, die benutzt werden, um die Qualitätskriterien zu erfüllen.

**191 Was versteht man unter Method Validation (Methodenvalidierung)?**

Den Prozess der Verifizierung, dass eine Methode zum Zweck passt, also geeignet zur Lösung eines bestimmten analytischen Problems ist.

**192 Was umfaßt die Methodenvalidierung?**

Die analytischen Voraussetzungen werden definiert und es wird geprüft, ob die Funktionsfähigkeiten der gewählten Methode mit der benötigten Anwendung übereinstimmen. Hierbei werden implizit auch die Funktionsfähigkeiten dieser Methode ausgewertet und beurteilt.

- Unsicherheit der Ergebnisse
- Detektionslimit
- Selektivität (Effekte der möglichen Einflüsse innerhalb der Probe)
- Linearität
- Wiederholbarkeit (Änderungen über kurze Zeiträume in einem Labor)

- Reproduzierbarkeit (Änderungen im Vergleich mit anderen Labors, Ringverteilung von Daten)
- Sensibilität gegenüber Einflüssen der Matrix/des Probenträgers

### **193 Welche Parameter erfaßt man in der Methodvalidierung?**

Trueness, Precision, Selektivität, Detektionslimit, Reichweite, Robustheit

### **194 Was versteht man unter Accuracy, Trueness und Precision?**

**Accuracy** ist die Kombination aus trueness und precision und drückt die Nähe des Resultats zum wahren Wert aus.

**Trueness** einer Methode ist ein Ausdruck dafür, wie nahe der Mittelwert einer Gruppe von Resultaten (mit dieser Methode erzielt) am wahren Wert ist. Sie wird normalerweise durch den Bias (systematische Messabweichung) ausgedrückt.

**Precision** ist ein Maß dafür, wie nah die Resultate zu einander sind, und wird meistens in Form der Standardabweichung ausgedrückt, um damit die Schwankungsbreite der Resultate zu beschreiben (statistischer Fehler).

### **195 Wie bestimmt man die Accuracy?**

Durch Bestimmung der Trueness und Precision, wobei die Bestimmung der Trueness durch Analyse einer zertifizierten Referenzprobe (CRM) erfolgt.

### **196 Was versteht man unter proficiency testing (Befähigungstest)?**

Eine Studie, in der mehrere Labore einen oder mehrere Teile von homogenen, stabilen Proben unter dokumentierten Bedingungen messen. Die Ergebnisse werden hierbei in einem einzelnen Dokument zusammengefasst.

### **197 Reproducibility und Repeatability**

Reproducibility (Reproduzierbarkeit): Die Möglichkeit eine Messung mit dem gleichen Messverfahren, Bedienungspersonal, Messsystem, Betriebszustand und am gleichen Ort an dem gleichen oder ähnlichen Objekten innerhalb einer kurzen Zeit zu wiederholen.

Repeatability (Wiederholbarkeit): Die Möglichkeit eine Messung mit unterschiedlichen Messsystemen, mit anderem Bedienungspersonal und an verschiedenen Orten an dem gleichen oder ähnlichen Objekten zu wiederholen.

**198 Was versteht man unter Nachweisgrenze, wie ist sie definiert?**

Geringster gemessener Bestandteil einer Substanz, von dem es möglich ist die Anwesenheit dieses Stoffes mit angemessener statistischer Sicherheit abzuleiten. In der Praxis muss sich das Messergebnis zumindest mit der dreifachen Standardabweichung vom Mittelwert der Messungen (mind. 20), bei denen die Substanz nicht vorhanden war (Nullmessung), unterscheiden.

**199 Was versteht man unter Limit of quantification und wie ist dieses definiert?**

Die geringste Konzentration einer Substanz, die mit einem akzeptablen Wert von wiederholbarer precision und trueness festgestellt werden kann. Der Bestandteil ist also gleich oder größer als der geringste Konzentrationspunkt auf der Kalibrierungskurve. Meist wird verwendet, dass sich das Messergebnis zumindest mit der zehnfachen Standardabweichung vom Mittelwert der Nullmessungen unterscheiden.

**200 Was versteht man unter Working range?**

Der Bereich der Konzentration einer Substanz oder eines Eigenschaftswerts, über die eine quantitative Methode angewandt werden kann. Am unteren Ende wird der Arbeitsbereich durch die Nachweisgrenze begrenzt, am oberen durch unterschiedliche Effekte, die vom Ansprechverhalten des Systems abhängen.

**201 Was ist der Unterschied zwischen Uncertainties (Meßunsicherheit) und error (Fehler)?**

Die Messunsicherheit charakterisiert die Streuung der Werte, die vernünftigerweise der Messgröße zugeordnet werden können, während der Fehler die Differenz zwischen dem gemessenen Wert und dem wahren Wert einer Messgröße ist.

**202 Wie bestimmt man die Uncertainty?**

Messgröße exakt festlegen → Quellen der Messunsicherheit identifizieren → einzelne Komponenten der Messunsicherheit quantitativ bestimmen/abschätzen → zusammengesetzte Messunsicherheit berechnen (Fehlerfortpflanzung)

**203 Was versteht man unter Spurenelementanalyse?**

Die Analyse von Spurenelementen (durchschnittliche Konzentration von weniger als 100 Teilen per Million Atome (ppma) oder weniger als 100  $\mu\text{g/g}$ ) und damit das Erreichen von sehr kleinen Nachweisgrenzen.