



Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

PATENT A5

11

643 686

21 Gesuchsnummer: 9353/79

22 Anmeldungsdatum: 18.10.1979

30 Priorität(en): 30.11.1978 DE 2851743

24 Patent erteilt: 15.06.1984

45 Patentschrift
veröffentlicht: 15.06.1984

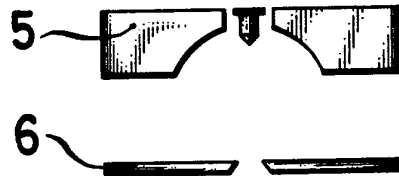
73 Inhaber:
Kernforschungsanlage Jülich Gesellschaft mit
beschränkter Haftung, Jülich (DE)

72 Erfinder:
Harald Ibach, Aachen (DE)

74 Vertreter:
Patentanwälte Dr.-Ing. Hans A. Troesch und
Dipl.-Ing. Jacques J. Troesch, Zürich

54 Elektronenstossspektrometer.

57 Es ist ein Elektronenstossspektrometer zu schaffen, der neben einer möglichst hohen Absolutauflösung einen möglichst hohen verfügbaren monochromatischen Strom aufweist. Die Höhe dieses Stromes wird grundsätzlich durch Raumladungseffekte im Monochromator begrenzt. Theoretische Abschätzungen unter Berücksichtigung der durch die Raumladung verursachten Bildfehler ergeben Ströme, die in der Praxis nur zu etwa 20 % erreicht werden. Bei bekannten Elektronenstossspektrometern werden als Eingangsblende längliche Schlitze von ca. 4 mm Höhe verwendet. Bei Verwendung von Kugelkondensatoren als energiedispersive Elemente und kreisrunden Eingangsblenden liegen die tatsächlich erzielten Ströme noch wesentlich (bis zu 2 Grössenordnungen) darunter. Es wurde nun gefunden, dass eine wesentliche Verbesserung bei Elektronenstossspektrometern dadurch erreicht werden kann, dass die Aufladung der Eingangsblende - und zwar durch Erwärmung derselben - herabgesetzt wird. Demgemäss wird die gestellte Aufgabe dadurch gelöst, dass die Eingangsblende (6) durch eine indirekte Beheizungseinrichtung beheizt wird, die so ausgebildet ist, dass die mit dem Heizstrom verknüpften Magnetfelder den Elektronenstrom nicht beeinflussen.



PATENTANSPRÜCHE

1. Elektronenstossspektrometer mit einer Kathode, die Elektronen emittiert, welche auf den Spalt einer Eingangsblende eines energiedispersiven Elements zur Monochromatisierung fokussiert werden, mit einer Abdeckung zur Abschirmung des Magnetfelds des Kathodenstroms, mit einem Elektronenlinsensystem, durch welches die monochromatischen Elektronen auf eine Probe abgebildet werden und mit einem Energieanalysator, der die von der Probe reflektierten Elektronen bezüglich ihrer Energie analysiert, dadurch gekennzeichnet, dass die Eingangsblende (6) durch eine indirekte Beheizungseinrichtung beheizt wird, die so ausgebildet ist, dass die mit dem Heizstrom verknüpften Magnetfelder den Elektronenstrom nicht beeinflussen.

2. Elektronenstossspektrometer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die indirekte Beheizungseinrichtung aus der Heizung der Kathode (1) besteht, deren thermische Abstrahlung über das für die reine Elektronenemission erforderliche Mass erhöht wird.

3. Elektronenstossspektrometer nach Anspruch 1 oder 2, gekennzeichnet durch eine indirekte Beheizungseinrichtung mittels der Heizung der Kathode (1), bei der die Spitze einer mit Reflektor (5) und einem Graphitträger (3) versehenen LaB_6 -Kathode (1, 2) mehr als etwa 1 mm vom Träger (3) entfernt ist und der Reflektorschlitze geometrisch der Breite des Graphitträgers entspricht und vorzugsweise über die vertikale Gesamtlänge des Reflektors reicht.

Die Erfindung bezieht sich auf ein Elektronenstossspektrometer gemäss dem Oberbegriff des Patentanspruchs 1.

Elektronenstossspektrometer werden zur Analyse von Gasen und Festkörperoberflächen verwendet, wobei die relevante Information in der Form charakteristischer Energieverluste enthalten ist. In neuerer Zeit ist die Anwendung zur Untersuchung von Schwingungsspektren von Adsorbaten und damit der Einsatz in der Katalysatorforschung von besonderem Interesse.

Eine typische Ausführungsform eines Elektronenstossspektrometers ist in Figur 3 dargestellt. Die von einer Kathode emittierten Elektronen werden auf den Eingangsspalt eines energiedispersiven Elementes (Zylinderkondensator in Figur 3) fokussiert. Das energiedispersive Element dient dabei als Monochromator. Nach Monochromatisierung werden die Elektronen auf die Probe fokussiert, von dieser reflektiert und in einer dem Monochromator ähnlichen Anordnung bezüglich ihrer Energie analysiert.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Elektronenstossspektrometer anzugeben, das neben einer möglichst hohen Absolutauflösung einen möglichst hohen verfügbaren monochromatischen Strom aufweist. Die Höhe dieses Stromes wird grundsätzlich durch Raumladungseffekte im Monochromator begrenzt. Theoretische Abschätzungen unter Berücksichtigung der durch die Raumladung verursachten Bildfehler ergeben Ströme, die in der Praxis nur zu etwa 20% erreicht werden. Dieser Wert bezieht sich auf das in Figur 3 dargestellte Elektronenstossspektrometer, bei dem als Eingangsblende längliche Schlitze von circa 4 mm Höhe verwendet werden. Bei Verwendung von Kugelkondensatoren als energiedispersive Elemente und kreisrunden Eingangsblenden liegen die tatsächlich erzielten Ströme noch wesentlich (bis zu 2 Grössenordnungen) darunter. Die Ursache für diese Abweichungen war bislang unbekannt.

Es wurde nun gefunden, dass eine wesentliche Verbesserung bei Elektronenstossspektrometern dadurch erreicht werden kann, dass die Aufladung der Eingangsblende – und zwar

durch Erwärmung derselben – herabgesetzt wird. Demgemäss wird die gestellte Aufgabe durch ein im Patentanspruch 1 angegebenes Elektronenstossspektrometer gelöst.

Versuche haben ergeben, dass eine Beaufschlagung einer Metalloberfläche mit Elektronen zu einer Aufladung der Metalloberflächen selbst unter Bedingungen des Ultrahochvakuums führt. Als Folge davon ist das für die Elektronenbahnen massgebliche Potential der in Elektronenstossspektrometern verwendeten Metallelektroden gegenüber dem von aussen angelegten Potential um einige $\frac{1}{10}$ eV reduziert. Es ist zu erwarten, dass sich dieser Effekt besonders stark an der Eingangsblende des Monochromators bemerkbar macht, da diese mit dem vollen Kathodenstrom beaufschlagt wird. Zur Erzielung einer grossen Auflösung müssen die energiedispersiven Elemente bei Elektronenenergien von etwa 1 eV betrieben werden. Eine Reduktion des wirksamen Potentials in der Eingangsblende um einige $\frac{1}{10}$ eV hat deshalb erheblichen Einfluss auf die in der Nähe der Eingangsblende entstehende Raumladung und damit letztlich auf den verfügbaren monochromatischen Strom.

Die einfachste und wirksamste Methode zur Verhinderung solcher Aufladungen besteht darin, die Temperatur zu erhöhen. Die konstruktiven Mittel zur Erzielung einer solchen Temperaturerhöhung unterliegen jedoch Beschränkungen: Das Anbringen einer einfachen elektrischen Zusatzheizung an der Eingangsblende selbst scheidet aus, da die mit dem Heizstrom verknüpften Magnetfelder den Betrieb des Spektrometers unmöglich machen würden. Gemäss der Erfindung erfolgt die Beheizung daher indirekt, insbesondere unter Ausnutzung der für die Heizung der Kathode verwendeten Jouleschen Wärme zur Heizung der Eingangsblende. Das heisst, die Heizleistung und Wärmeabstrahlungsgeometrie einer beliebig gearteten Kathode werden derart gewählt, dass die thermische Abstrahlung zur Eingangsblende hin erhöht ist, wobei allerdings dafür zu sorgen ist, dass die durch den Kathodenstrom erzeugten Magnetfelder ohne Einfluss auf den Elektronenstrom sind oder aber (zum Beispiel durch die Verwendung einer μ -Metallabdeckung) wie üblich abgeschirmt werden.

In spezieller Ausgestaltung der Erfindung kann eine wirksame Erhöhung der Temperatur der Eingangsblende bei den bekannten LaB_6 -Kathoden mit Graphitträger dadurch erreicht werden, dass:

1. die Entfernung zwischen der Kathodenspitze und dem Träger grösser als ~ 1 mm gemacht und dadurch die im Kathodensystem umgesetzte Wärme erhöht wird und

2. durch die im Anspruch 3 angegebenen konstruktiven Massnahmen am Reflektor, die bewirken, dass ein möglichst grosser Teil der abgestrahlten Wärme zur Eingangsblende gelangt.

Nachfolgend wird die Erfindung an Hand eines Ausführungsbeispiels unter Bezugnahme auf die angefügten Zeichnungen näher erläutert, es zeigen schematisch:

Fig. 1 eine Elektrodenanordnung;

Fig. 2a und 2b eine Zuordnung von Elektrode, Reflektor und Blende und

Fig. 3 eine Elektronenstossspektrometeranordnung.

Zur Erzielung eines hohen Richtstrahlwertes können in Elektronenstossspektrometern, wie in Figur 1 gezeigt ist, LaB_6 -Kathoden dienen. Diese bestehen üblicherweise aus einem LaB_6 -Stab (1), der sich am Ende zu einer feinen Spitze (2) verjüngt und auf einem Graphitträger (3) (mit Keramikhalter 4) montiert ist, der durch Stromdurchgang geheizt wird. Üblicherweise wählt man den Abstand d zwischen der Spitze des LaB_6 -Stabes und dem Graphitträger zu etwa 1 mm. Erhöht man diesen Abstand, so muss zur Erzielung des gleichen Elektronenstromes wesentlich mehr Heizleistung im Graphitträger umgesetzt werden. Durch Erhöhung des

Abstandes auf etwa 2 mm steigt die erforderliche Heizleistung auf circa 10 Watt.

Bei bekannten Elektronenspektrometern wird in den Reflektor (5) (siehe Figur 2), der auch als Magnetabschirmung wirkt, ein etwa kreisrundes Loch von 2-3 mm Durchmesser geschnitten und durch dieses die Kathodenspitze (2) geführt. Bei dieser Anordnung verbleibt die Strahlungswärme des Graphitträgers (3) also im Raum hinter dem Reflektor (5). Durch Aufschneiden des Reflektors in seiner ganzen vertikalen Länge, mindestens aber in der Länge des Graphitträgers, kann die Heizleistung zur Beheizung der Eingangsblende (6) wirksam genutzt werden. Nachteilige Effekte auf den Feldli-

nienverlauf sind dabei kaum zu erwarten, da die Feldlinien in der Nähe der Kathodenspitze (2) von einer solchen Öffnung nur geringfügig beeinflusst werden.

Versuche mit den angegebenen konstruktiven Massnahmen haben gezeigt, dass der Strom – bezogen auf 6 meV Auflösung – in der Tat von 1×10^{-10} A auf 6×10^{-10} A, das heisst um einen Faktor 6, gesteigert werden konnte. Diese Steigerung bedeutet in der Messpraxis eine Verkürzung der Messzeit um den gleichen Faktor beziehungsweise eine Erhöhung des Signal-Rauschverhältnisses um den Faktor 2,5 bei gleicher Messzeit.

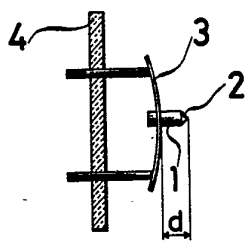


FIG. 1

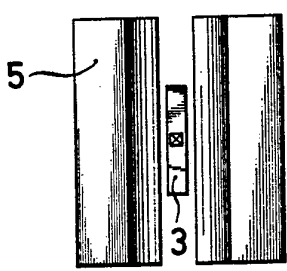


FIG. 2a

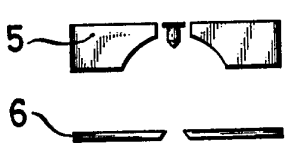


FIG. 2b

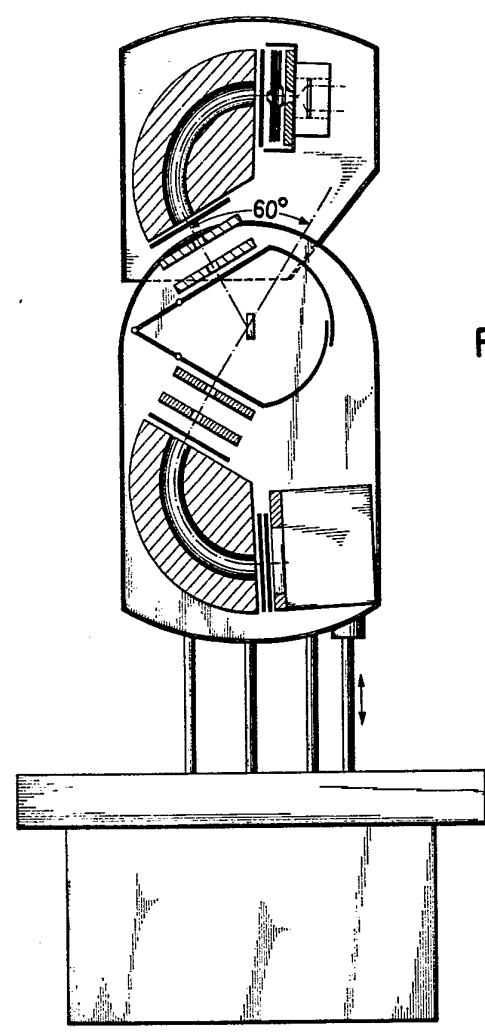


FIG. 3