Die BESSY Fluoreszenzkammer

1 Allgemeines

Ansprechpartner:			
		BESSY	Humboldt-Universität
Rüdiger Mitdank	Tel.:	+49-(0)30-82004-198	+49-(0)30-2093-7756
	Fax:	+49-(0)30-82004-149	+49-(0)30-2093-7729
	E-Mail:	mitdank@exp.bessy.de	mitdank@physik.hu-berlin.de
Ralph Müller	Tel.:	+49-(0)30-82004-198	+49-(0)30-2093-7767
	Fax:	+49-(0)30-82004-149	+49-(0)30-2093-7729
	E-Mail:	rmueller@exp.bessy.de	ralph.mueller@physik.hu-berlin.de
Mathias Schneider	Tel.:	+49-(0)30-82004-198	+49-(0)30-2093-7744
	Fax:	+49-(0)30-82004-149	+49-(0)30-2093-7729
	E-Mail:	mschneider@exp.bessy.de	matthias.schneider@physik.hu-berlin.de

Typische Experimente

Röntgenabsorptionsexperimente (EXAFS, NEXAFS etc.)

Allgemeine Informationen

Die Fluoreszenzkammer ist eine verhältnismäßig einfache Einheit für Röntgenabsorptionsexperimente an Festkörpern, Oberflächen und Grenzschichten mittels eines Halbleiterröntgendetektors. Die Ultrahochvakuum-Kammer wird durch eine Turbomolekularpumpe (240 l/s) und einen Titansublimator gepumpt. Der Basisdruck liegt gewöhnlich bei $5 \cdot 10^{-9}$ $mbar$.

Röntgendetektor

Ein hochreiner Germanium-Detektor ist 90° bezüglich der einfallenden Synchrotonstrahlung angebracht. Entsprechend den Platzverhältnissen an der genutzten Beamline ist auch der Betrieb unter einem Winkel von 45° bezüglich der einfallenden Synchrotonstrahlung möglich. Der Abstand zwischen Probe und Detektor kann von 5 mm bis 140 mm variiert werden. Die beste Energieauflösung ist 85 eV bei 290 eV (C 1s) und 110 eV bei 1740 eV (Si 1s). Der Detektor ist besonders gut geeignet für die Untersuchung von dicken und vergrabenen Schichten.

I_0-Detektor

Ein Goldnetz (80% Transmission) nimmt die einfallende Synchrotronstrahlung über die erzeugten Photoelektronen auf. I_0 wird zur Normierung der gemessenen Absorptionsdaten benötigt.

Electron-Yield-Detektor

Mit dem Electron-Yield-Detektor werden Total Yield-Messungen bei Röntgenabsorptionsexperimente ermöglicht. Er ist 45° bezüglich der einfallenden Synchrotonstrahlung angebracht. Sein Arbeitsabstand beträgt 100 mm.

Manipulator

Der Manipulator läßt sich in seinen Freiheitsgraden in folgenden Bereichen bewegen: x, y: ± 15 mm; z: 300 mm; Θ: 0...360°. Er besitzt sowohl für Raumtemperaturbedingungen als auch für gekühlte Messungen (Kryostat für fl. Stickstoff) eine Probenschublade, in die über ein Probentransfermechanismus unter UHV-Bedingungen (siehe weiter unten) Proben in Meßposition gebracht werden können.

Probenvorbereitung

Bei Bedarf steht in der Kammer eine Sputter-Kanone (5..10 kV Ar-Ionen) zur Verfügung. Ansonsten können die Proben im Chemielabor von BESSY vorbereitet werden.

Rechnersteuerung

Hardware: IBM-AT kompatibler Rechner (386)
PCA-II-Einsteckkarte für den Ge-Detektor
Software: PCA-II-Programm für Pulshöhenanalyse

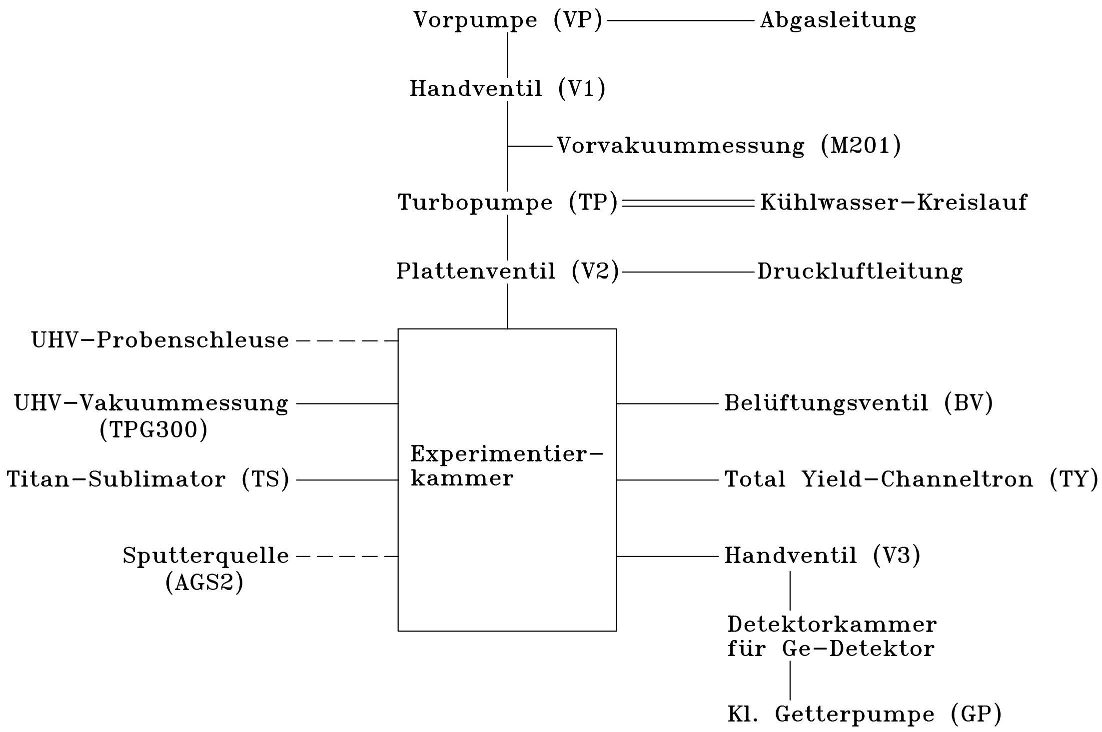
Allgemeines zur Arbeit am Meßplatz

Am Meßplatz sollten auch im eigenen Interesse Sauberkeit und Ordnung gewahrt werden. Des weiteren sollte der Arbeitsschutz nicht vernachlässigt werden (Strahlenschutz und Einhaltung der Vakuumbestimmungen).

2 Anpumpen und Belüften der Fluoreszenzkammer

Anpumpen

1. Vakuumverbindungen herstellen:



2. Medien (Druckluft, Kühlwasser, Abgasleitung, Netz) anschließen.
3. Ventile BV, V1 und Ventil zur Probenschleuse schließen. V2 öffnen.
4. Pumpstand (Vorpumpe VP und Turbopumpe TP) einschalten (Rechte Taste am Netzteil).
5. Handventil V1 öffnen. Meßgerät M201 einschalten.
6. Nach $t = 5$ *min* wird Stufe 2 und nach $t = 13$ *min* Stufe 6 am Netzteil erreicht.
7. Ab $p < 2 \times 10^{-5}$ *mbar* UHV-Meßröhre TPG300 einschalten.

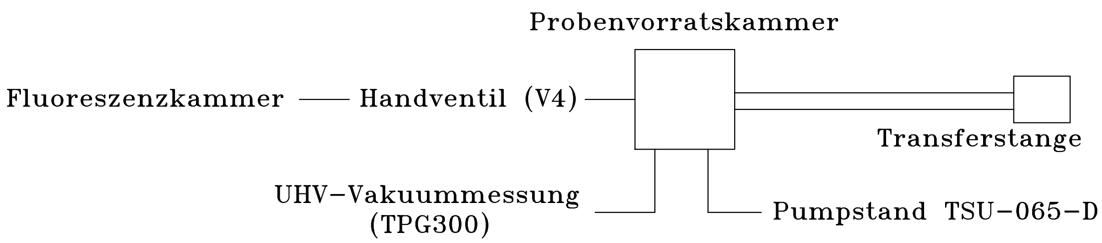
Belüften

1. Ventile zur Beamline und zur Probenschleuse schließen.
2. Ge-Detektor vollständig aus der Experimentkammer fahren. Handventil V3 schließen.

3. Total Yield-Detektor spannungsfrei machen (battery box, NIM-Rahmen).
4. I_0-Meßgerät (MV40) aus.
5. Belüftung mit flüssigem Stickstoff durch das Belüftungsventil (BV):
   - BV langsam öffnen bis $p_{TPG300} = 10^{-4}\ mbar$.
   - Handventil V1 schließen.
   - Pumpstand (VP und TP) abschalten.
   - UHV-Meßgerät TPG300 abschalten.
   - BV weiter öffnen, bei stärkeren Abtourgeräuschen der Turbopumpe BV wieder etwas schließen.
   - Nach Stillstand der Turbopumpe BV vollständig öffnen.
   - Vorvakuummeßgerät M201 abschalten.
6. Die Kammer ist belüftet, wenn der Manipulatorfaltenbalg locker hängt.

3 Verwendung der Probenschleuse

Die Probenschleuse ist standardmäßig an die Fluoreszenzkammer angebaut. Sie ist über das Handventil V4 mit der Fluoreszenzkammer verbunden. Die nachfolgende Skizze verdeutlicht ihren Aufbau.



Belüftung der Schleuse

1. Das Handventil zur Fluoreszenzkammer muß geschlossen sein.
2. Zur Belüftung wird flüßiger Stickstoff verwendet.
3. Die UHV-Meßröhre (TPG300) ausschalten.
4. Die Belüftung geschieht über das automatische Belüftungsventil an der Turbomolekularpumpe.
5. Der Pumpstand TSU-065-D wird ausgeschaltet. Die Schleuse belüftet automatisch.

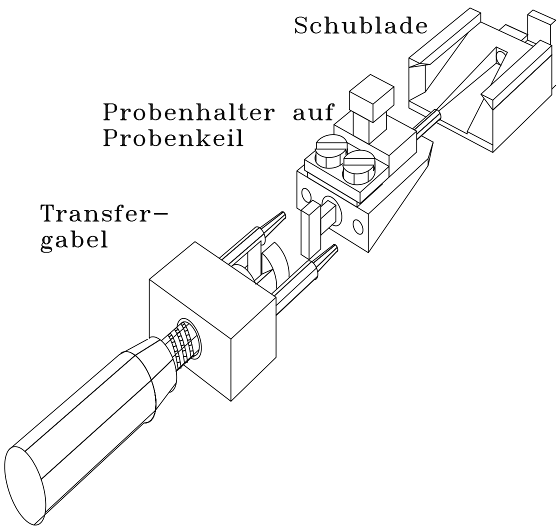
Jetzt kann die Schleuse am z-Hub geöffnet werden, um die Drehdurchführung inklusive Probenvorrat herauszunehmen. Die Proben können entnommen werden und durch neue ersetzt werden.

Anpumpen der Schleuse

1. Pumpstand TSU-065-D starten. Nach 3 bis 5 min ist die Turbomolekularpumpe hochgelaufen.
2. Die UHV-Meßröhre (TPG300) einschalten.
3. Das Handventil V4 kann geöffnet werden, wenn der Druckunterschied zwischen Fluoreszenzkammer und Probenschleuse ungefähr Faktor 10 beträgt. Das bedeutet nach Öffnung des Ventils einen Druckanstieg um den Faktor 2 in der Fluoreszenzkammer.

Transferieren von Proben

Die Komponenten des Transfersystems sind der nachfolgenden Zeichnung zu entnehmen. Zum Transfer der Proben fädelt man die Gabelspitzen des Transferkopfes in die dafür vorgesehenen Bohrungen im Probenkeil. Man schiebt den Trans-



ferkopf so weit vor – gegebenenfalls durch leichtes Drehen desselben – bis die Schraube des Probenkeils in der Verriegelungsposition des Transferkopfes ist. Danach wird durch Drehen gegen den Uhrzeigersinn der Probenkeil aus der Schublade herausgeschraubt. Dabei muß die Schraube des Probenkeils unbedingt verriegeln! Danach kann der Keil aus der Schublade herausgezogen werden.

Um den Keil in die Schublade einzuschrauben, fährt man gerade in die Schublade bis zum Anschlag hinein. Durch Drehen gegen den Uhrzeigersinn wird der Keil festgeschraubt und gleichzeitig entriegelt. Anschließend kann der Transferkopf zurückgezogen werden.

WICHTIG:
Nie transferieren, wenn der Probenkeil nicht im Transferkopf verriegelt ist.
Nie das Handventil V4 (zwischen Schleuse und Experimentierkammer) schließen, wenn die Transferstange nicht komplett zurückgezogen ist.
Nie eine Probe mit Gewalt festschrauben.

4 Der Germanium-Fluoreszenzdetektor

Normaldruck:
$5 \cdot 10^{-9}$ *mbar* in der Detektorkammer (= 2 μA an der kl. Getterpumpe)
Detektorkühlung:
Verwendung von flüssigem Stickstoff (7 *l*-Gefäß). **Eine Füllung ist ausreichend für ca. 6 Tage, d.h., zweimal wöchentlich auffüllen**. Ohne zusätzliche Kühlung kann das Vakuum durch die kleine Getterpumpe nicht gehalten werden. Ist die Detektorelektronik an, dann wird der N_2-Melder im Einschub TX1236 bei halbleeren Dewargefäß aktiviert (akustische und visuelle Warnung).

In Meßposition bringen

1. Ventil zur Beamline schließen.
2. Handrad des Ventils zwischen Detektor- und Experimentierkammer V3 entgegengesetzt zum Uhrzeigersinn drehen, bis der rote Stift vollständig (ca. 5 *mm*) aus dem Griff herausragt.
3. Detektor durch gleichmäßiges Drehen der Kurbel entgegengesetzt zum Uhrzeigersinn in die Experimentierkammer fahren.
4. Markieren der Position für die naheste Distanz zum Probenmanipulator (durch ein Sichtfenster beobachten). Der Faltenbalg darf bis auf 8 *cm* zusammengedrückt werden.
5. Experimentierkammer abdunkeln, alle Lichtquellen löschen (Glühfäden von Meßröhren, Titansublimator, ...).

6. Detektorelektronik (NIM-Rahmen) einschalten (siehe weiter unten).

Beenden der Messungen

1. Ventil zur Beamline schließen.
2. Detektorelektronik (NIM-Rahmen) abschalten.
3. Detektor mit der Kurbel im Uhrzeigersinn drehend (Pfeilrichtung →) bis auf den hinteren Anschlag gleichmäßig aus der Experimentierkammer fahren.
4. Handrad des Ventils zwischen Detektor- und Experimentierkammer gleichmäßig im Uhrzeigersinn drehen, bis der rote Stift vollständig in Griff verschwunden ist und man beim Drehen einen fester werdenden Anschlag spürt.

Detektorelektronik

Wenn Licht in die Experimentierkammer gelangt (Nullte Ordnung, Glühfäden von Meßgeräten, Titansublimator, Beleuchtung des Probenraums für Justierzwecke, ...), dann muß die Detektorelektronik abgeschaltet werden!

1. PC einschalten. Programm `pca.bat` oder `pcaklm.bat` starten.
2. <u>Elektronische Verbindungen</u>
   - Detektorkabel mit Pulse-Prozessor TX1255 (im NIM-Rahmen)
   - Pulse-Prozessor mit Spannungs-Modul TX1236 (im NIM-Rahmen)
   - Pulse-Prozessor FD mit Rate-Meter INPUT (im NIM-Rahmen)
   - Pulse-Prozessor INPUT mit TC245 Signal-IN (im NIM-Rahmen)
   - Pulse-Prozessor OUTPUT oder TC245 UNI-OUT mit PCA-Karte INPUT (im PC, rechts).
3. NIM-Rahmen ein.
4. Nach ca. 15 *min* sollte die Einlaufphase der Elektronik beendet und der Detektor meßbereit sein.
   Dunkelzählraten am TX1255:
   - high count rate: 100 cps (→ Rate-Meter) mit fast disk korrigieren.
   - low count rate: 200 cps mit slow disk korrigieren.

Standard-Verstärkereinstellungen

Pulse-Prozessor TX1255:	Gain 4
Tennelec TC245:	Gain grob 500, fein 13
	PUR - OFF
	PA-RESET

<u>Linearitätsbereiche der Verstärker</u>
(Totale Zählrate am Rate-Meter messen!)

- Pulse-Prozessor TX1255
  (keine Verschiebung der Energieeichung)

low count rate :	bis 2500 cps
medium count rate:	bis 5000 cps
high count rate :	bis 7000 cps

- TC 245 (peaking time)
  (Energieeichung verschiebt sich etwas mit der peaking time.)
  24 μsec: bis 3000 cps
  12 μsec: bis 7000 cps
  3 μsec: bis 20000 cps

Mit dem Abstand des Detektors zur Probe kann die Intensität geregelt werden.

PCA-II Einsteckkarte

Mit der PCA-Karte erfolgen die Pulshöhenanalyse der durch die Verstärker geformten Peaks, die graphische Darstellung, die Energiekalibrierung, die Auswahl von zu untersuchenden Spektrenbereichen (Fenster setzen) und Ausgabe von TTL-Signalen an die Ausgänge. Die Speicherung von Pulshöhenspektren ist möglich (ASCII Spaltenformat und internes Binärformat).

- Standardeinstellungen:

MODE	PHA (Pulshöhenanalyse)
Memory Group	E1 (x-Achse: 1024 Speicherplätze)
Conversion Gain	2048 (10 V INput = Speicher 2048)
Display	1024 (x-Achse: 1024 Bildpunkte)

- Fenster setzen und Ausgänge:
  1. SCA
     - Akzeptanzbereich der Einsteckkarte
     - Mit Drehpotentiometer (U, L hinten an der Karte) einstellen
  2. LTB
     - Mit der Software ROI (region of interest) auswählen (F9, F10, Del, Alt-R)

- Wichtige Tasten:

F1	Messung ein (on) - Messung aus (off)
F2	Löschen blockieren - nicht blockieren
Strg-F2	Spektrum löschen
Alt-..	Aktivierung der Menüleiste (.. = 1. Buchstabe)
$\leftarrow, \rightarrow$	Kursor auf x-Achse (=Energie) bewegen.
$\uparrow, \downarrow$	Skalierung der y-Achse (linear .. logarithmisch)
Rechte Maustaste	Umschalten von Menüleiste auf Kursorbewegung
Linke Maustaste	Ausführung der Operationen

  Weitere Informationen und Hilfen in der PCA-II-Beschreibung

Detektor De-Icing

Durch die ständige Kühlung des Detektors entsteht auf diesem ein dünner Eisfilm. Der Eisfilm verursacht eine stärkere Absorption der zu messenden Röntgenstrahlung. Werden Energien oberhalb der Sauerstoff K-Kante analysiert, dann wird im Film zusätzlich O-K_α-Strahlung emittiert, was zu weiteren Intensitätsverfälschungen führt (hoher O-Peak bei 525 eV, stärkere Absorption bei den anderen Linien). deshalb sollte der Detektor vor jeder Meßzeit „enteist“ werden. Dazu wird ein „de-icing-controller“ verwendet, der den Detektorkopf zyklisch und reguliert erwärmt. Der Druck steigt dabei kurzzeitig bis auf 10^{-5} $mbar$. Deshalb darf diese Prozedur nicht in der Detektorkammer durchgeführt werden.

1. Detektor in die Experimentierkammer fahren (Das Ventil zur Beamline muß geschlossen sein.).
2. Den LN-Sensor vom Vorverstärker trennen ($\rightarrow$ LN_2-Alarmmeldung am Spannungsmodul TX1236 aktiviert!).
3. De-Icer Box am Vorverstärker anschließen.
4. Detektorelektronik (NIM-Rahmen) einschalten (Spannungsversorgung für De-Icer). „Complete“ leuchtet grün.
5. „De-icing“ drücken $\longrightarrow$ rote Lampe leuchtet, Heizzyklus beginnt.

6. Der Heizzyklus ist nach einer Stunde beendet. „Complete“ leuchtet wieder grün.
7. De-Icer Box vom Vorverstärker trennen und LN_2-Fühler wieder anschließen.
8. Nach ca. 30 *min* Beginn der Messungen.

5 Total Yield-Messungen

Anschlußplan: