

Analýza povrchu (Název příspěvku)

Autor

Pracoviště

Instituce

(Souhrn) Cílem příspěvku je seznámení s dynamicky se rozvíjející oblastí metod analýz povrchu. Jedná se stále o poněkud výlučnou oblast, ale informace o stavu povrchu na úrovni 10-9m nabývají v řadě oblastí na významu. V příspěvku je podán přehled těch metod analýz povrchu, které jsou v současnosti používány na relativně rutinní bázi a jsou shrnuty jejich možnosti. Spektrometry umožňující měření metodou fotoelektronové spektrometrie a/nebo spektrometrie Augerových elektronů, ač je jejich pořizovací cena stále značná, jsou v ČR k dispozici. Detailněji je charakterizováno zařízení ESCA Probe P dostupné na VŠCHT Praha. Je uveden příklad řešení problému z praxe.

Úvod (Nadpis hlavní)

(Text) Analýza prvkového, kvalitativního i kvantitativního složení povrchu je v současnosti oborem využívajícím řadu experimentálních technik. Komerčně jsou „běžně“ dostupné a frekventovaně užívané spektrometry analyzující energii elektronů a iontů emitovaných z povrchu studovaných materiálů. Tento příspěvek je zaměřen na využití analýzy povrchu při řešení korozních problémů, výběr byl proto zúžen na metody spektrometrie fotoelektronů a elektronů Augerových.

Studie využívající uvedené techniky se v oblasti koroze objevily zhruba v polovině sedmdesátých let minulého století. Pokud bychom udělali analýzu výskytu publikací pomocí služby SciFinder (on-line verze databáze Chemical Abstracts), pak dojdeme na základě jednoduchých dotazů k následujícím výsledkům:

193 odkazů na téma „koroze + XPS“ (fotoelektronová spektroskopie)

283 odkazů na téma „pasivita + XPS“

514 odkazů na téma „koroze + AES“ (spektroskopie Augerových elektronů)

439 odkazů na téma „pasivita + AES“

Povrch, vakuum (Nadpis hlavní)

Asi nejběžnějšími a nejsnáze dostupnými metodami užívanými v současnosti pro analýzu materiálů jsou spektrometrie RTG záření. Informace o prvkovém složení vzorku je např. v případě EDS (RTG záření vyvolané primárním svazkem elektronového mikroskopu), získána z objemu materiálu daného zhruba průměrem svazku elektronů a hloubkou $1 \cdot 10^{-6}$ m. Při analýze povrchu je zpracováván signál dávající informaci o několika nejvrchnějších atomárních vrstvách vzorku, tj. z hloubky o 3 řády menší než v případě RTG mikrosondy.

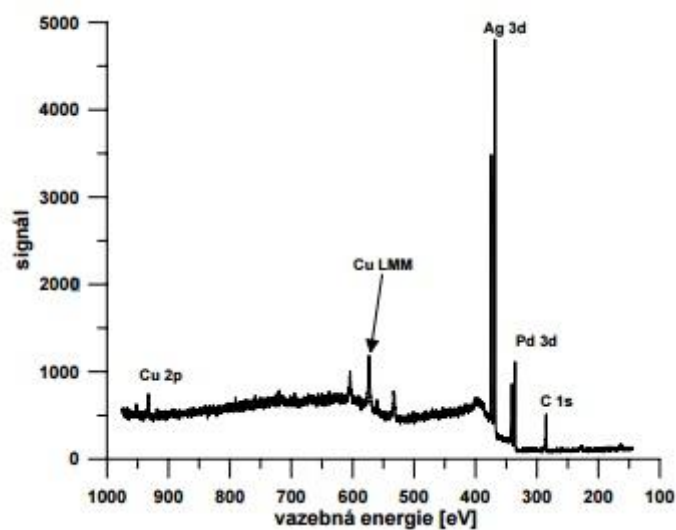
Principy (Nadpis hlavní)

XPS (Nadpis dílci)

Metoda fotoelektronové spektroskopie je založena na fotoelektrickém jevu [1,2], tj. emisi elektronů z materiálu terče při jeho excitaci fotony dostatečné energie. Pro analytické účely začal být jev využíván v šedesátých letech minulého století na základě vývoje realizovaného K. Siegbahnem a jeho pracovní skupinou na univerzitě v Uppsale [3]. Základní schéma je uvedeno na obrázku 1.

AES (Nadpis dílci)

Fyzikální princip této metody je poněkud komplikovanější a je schematicky uveden na obrázku 2. Spektrometrie je založena na pozorováních P. Augera, která uskutečnil v rámci doktorské práce na Sorboně [4]. Terč je vystaven toku elektronů energie 3 - 30 keV. Interakcí dojde k excitaci elektronu některé z vnitřních hladin (např. K). Vzniklá vakance je zaplněna elektronem z vyšší energetické hladiny (např. L) a uvolněná energie je předána dalšímu elektronu (opět např. z hladiny L). Výsledkem je emise tohoto tzv. KLL Augerova elektronu, jehož energie zjevně nezávisí na energii excitačního svazku elektronů. Augerovy elektrony většinou vytvářejí relativně nevýrazné píky (ve srovnání s píky fotoelektronů), proto bývala spektra derivována.



Spektrum slitiny PdAgCu (Text k obrázku)

Kvantifikace a určování vazebných posunů (Nadpis hlavní)

Intenzita signálu je v obou metodách úměrná množství atomů emitujících elektrony dané energie na povrchu vzorku. Koncentraci složky na povrchu lze formálně vyjádřit vztahem:

$$c_x = \frac{\frac{I_x}{S_x}}{\sum \frac{I_i}{S_i}}$$

kde I_x je intenzita signálu a S_x experimentálně dostupný citlivostní faktor x -té komponenty.

Závěr (Nadpis hlavní)

Metody analýzy povrchu doplňují soubor technik, které jsou k dispozici pro hodnocení stavu materiálů. Aplikace uvedených spektroskopí je přesto poněkud specifická a k využití by mělo dojít po zralé úvaze a konzultaci s „osobou poučenou“.

Literatura (Nadpis hlavní)

1. H. Hertz, Ann. Physik 31,983 (1887) (Literatura text)

2. A. Einstein, Ann. Physik 17,132 (1905); 1921 Nobelova cena za fyziku
3. K. Siegbahn, et. al., Nova Acta Regiae Soc. Sci., Ser. IV, Vol. 20 (1967); 1981 Nobelova cena za fyziku
4. P. Auger, J. Phys. Radium Ann. Phys. 6, 205 (1925)