



SPEKTROSKOPIA FOTOELEKTRONOWA PROMIENIOWANIA X

Anna Pająk

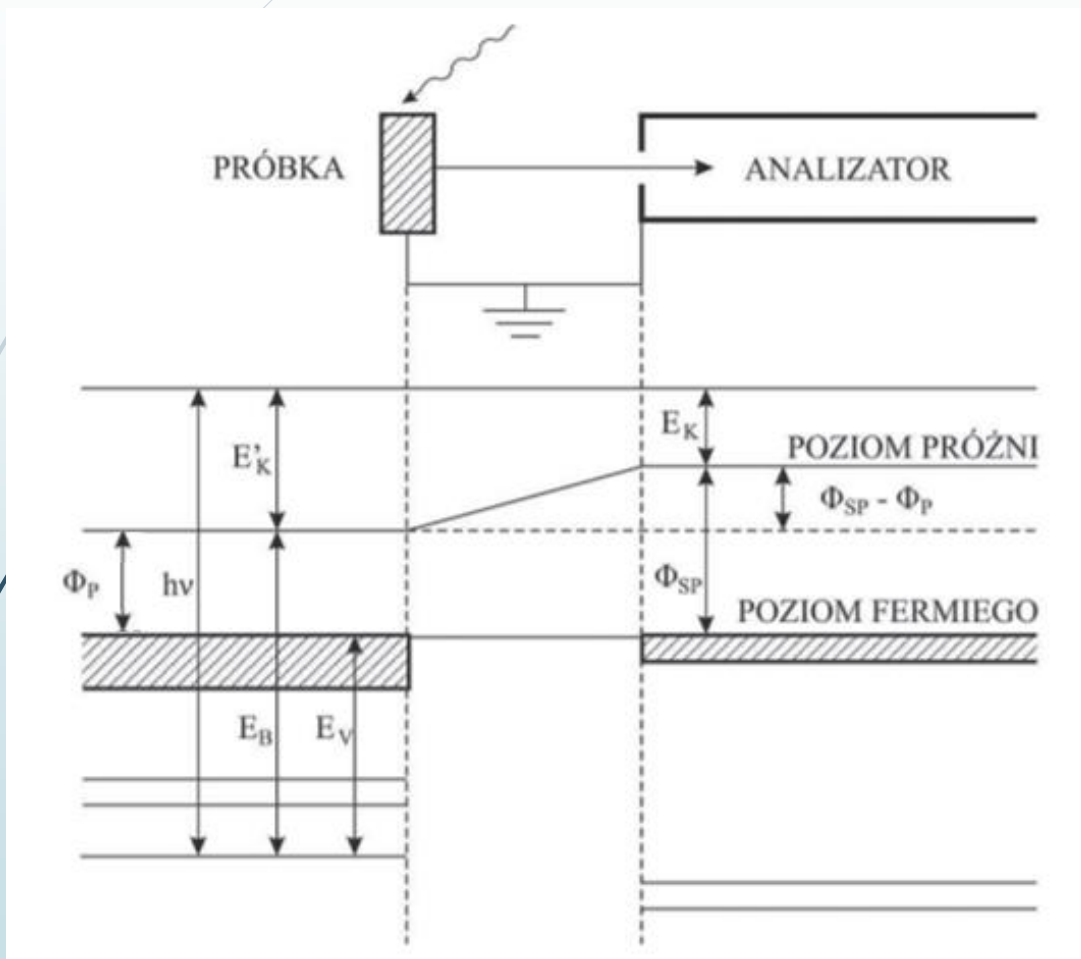
Katarzyna Franczuk



PLAN PREZENTACJI

- ▶ Podstawy fizyczne
- ▶ Aparatura
- ▶ Przygotowanie próbek
- ▶ Uzyskiwane wyniki
- ▶ Zastosowanie
- ▶ Ograniczenia metody

PODSTAWY FIZYCZNE



Schemat poziomów energetycznych w próbce i spektrometrze. [1]

$$h\nu = E'_k + E_B \quad (1)$$

$h\nu$ - energia padającego na próbkę fotonu

E'_k - energia kinetyczna wybitego elektronu

E_B - energia wiązania elektronu w rdzeniu atomowym mierzona względem poziomu próżni

$$E'_k = E_k + (\Phi_{SP} - \Phi_P) \quad (2)$$

Φ_{SP} - praca wyjścia elektronu z materiału, z którego wykonany jest spektrometr

Φ_P - praca wyjścia z próbki

$$E_B = E_V + \Phi_P \quad (3)$$

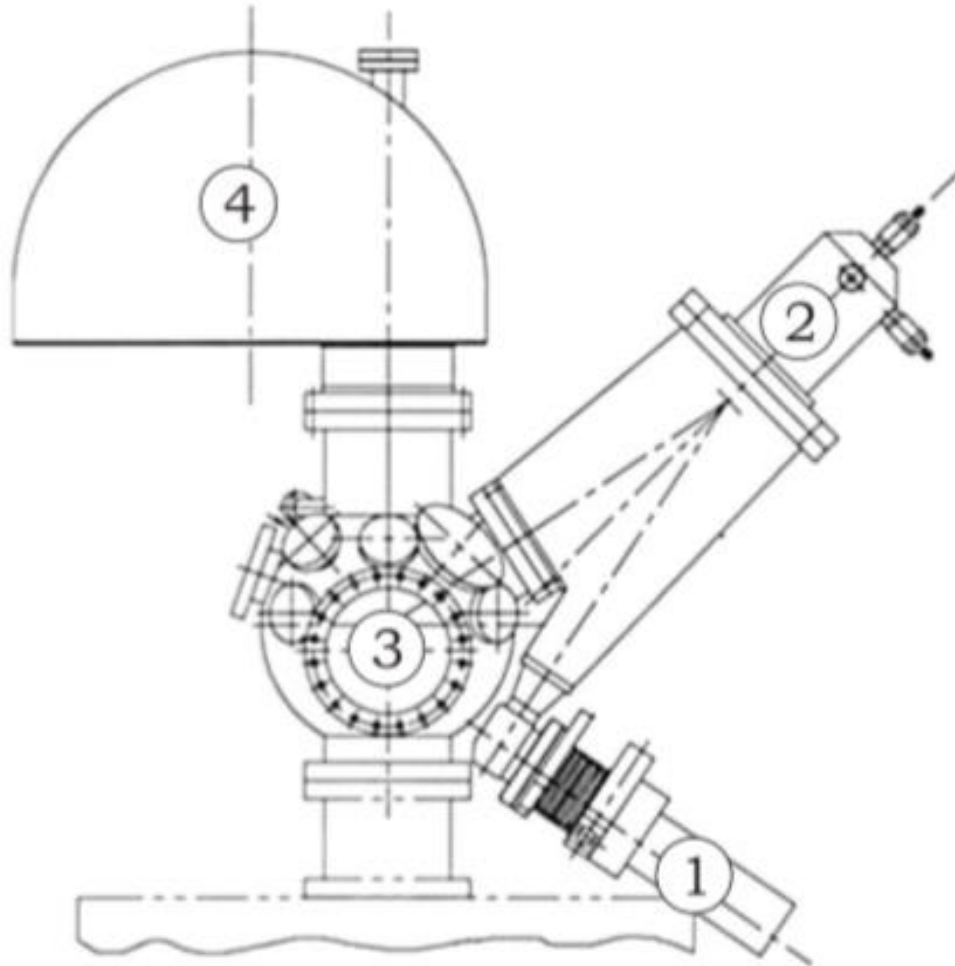
E_V = energia wiązania elektronu w rdzeniu atomowym mierzona względem poziomu Fermiego

(1),(2),(3)

⇓

$$E_V = h\nu - E_k - \Phi_{SP} \quad (4)$$

APARATURA

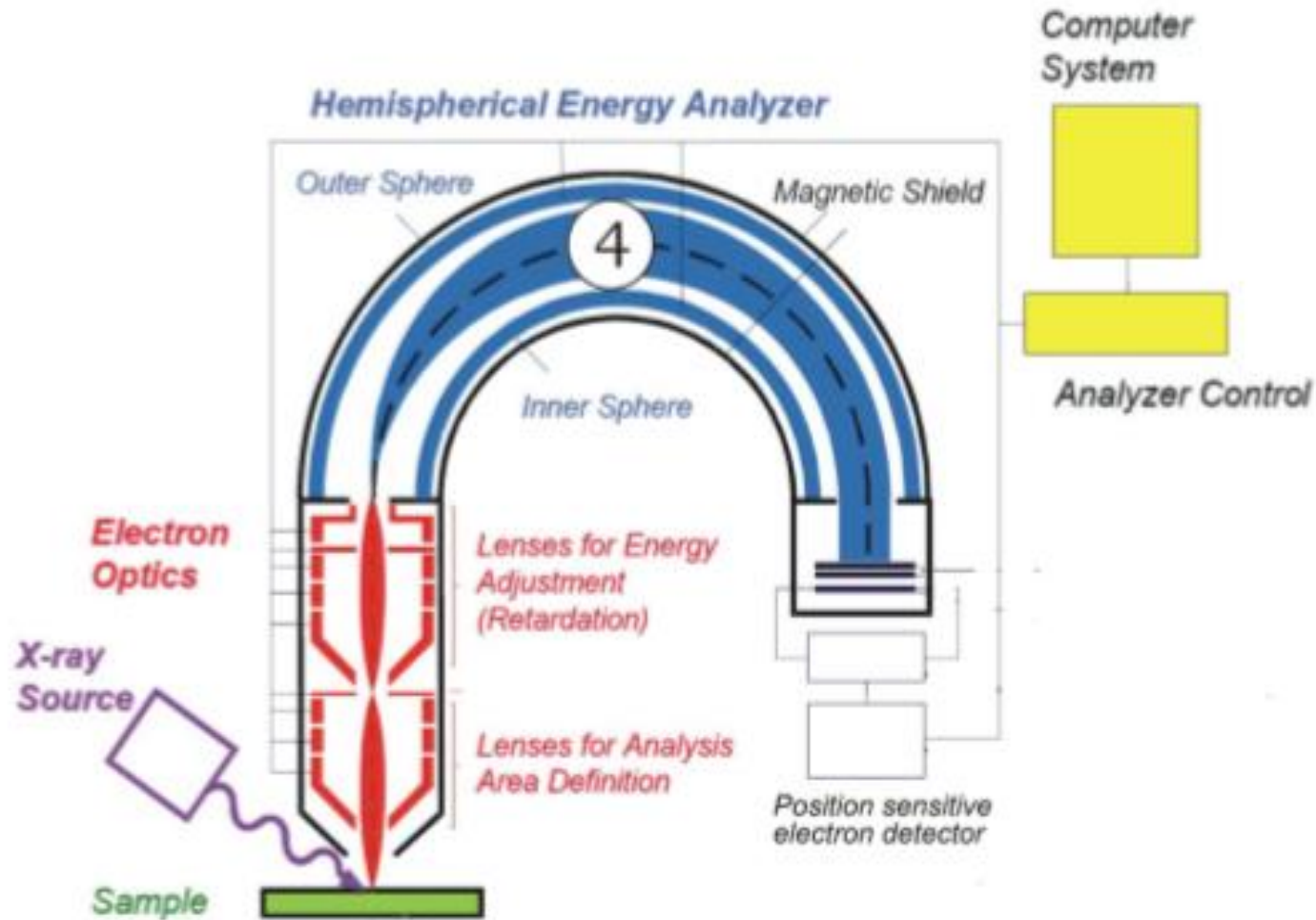


- We wnętrzu urządzenia jest próżnia rzędu 10^{-8} Pa.
- Strumień fotoelektronów musi być monochromatyczny, a jego intensywność powinna być rzędu 10^{10} - 10^{12} fotonów/s.
- Źródło promieniowania to zwykle lampa rentgenowska bez lub z monochromatorem., czasem promieniowanie synchrotronowe.

- (1) - Źródło promieniowania X
- (2) - Monochromator (kryształ kwarcowy)
- (3) - UHV chamber
- (4) - Analizator energii elektronów

Źródło: [2]

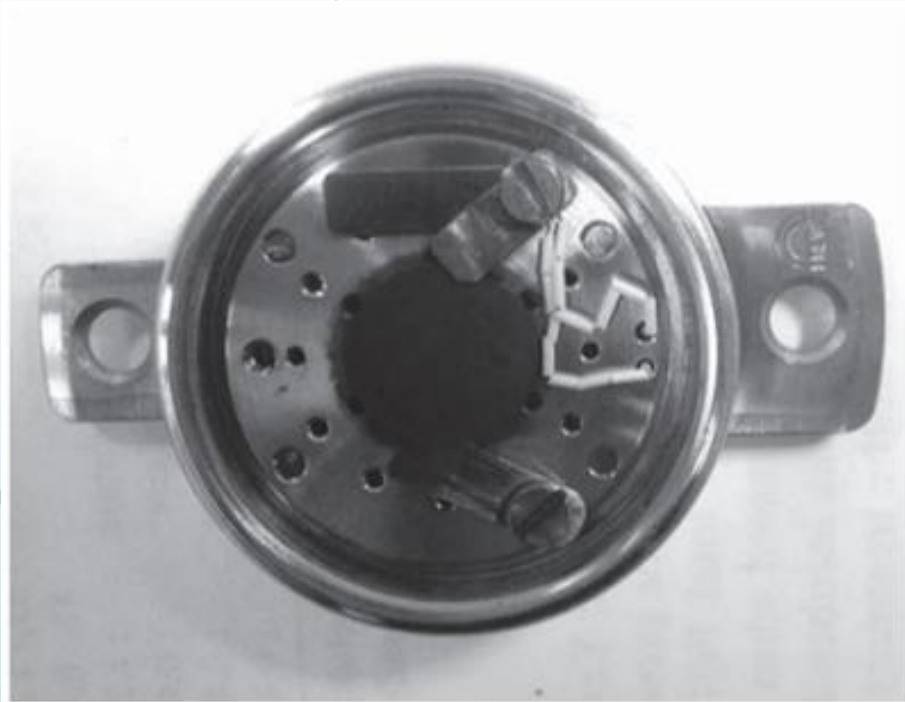
APARATURA



- Analizator energii elektronów określa rozkład ilości fotonów o konkretnych energiach kinetycznych.
- Układ detekcyjny jest złożony z kanalikowych powielaczy elektronowych oraz płytek mikrokanalikowych.

(4) Analizator energii elektronów
Źródło: [2]

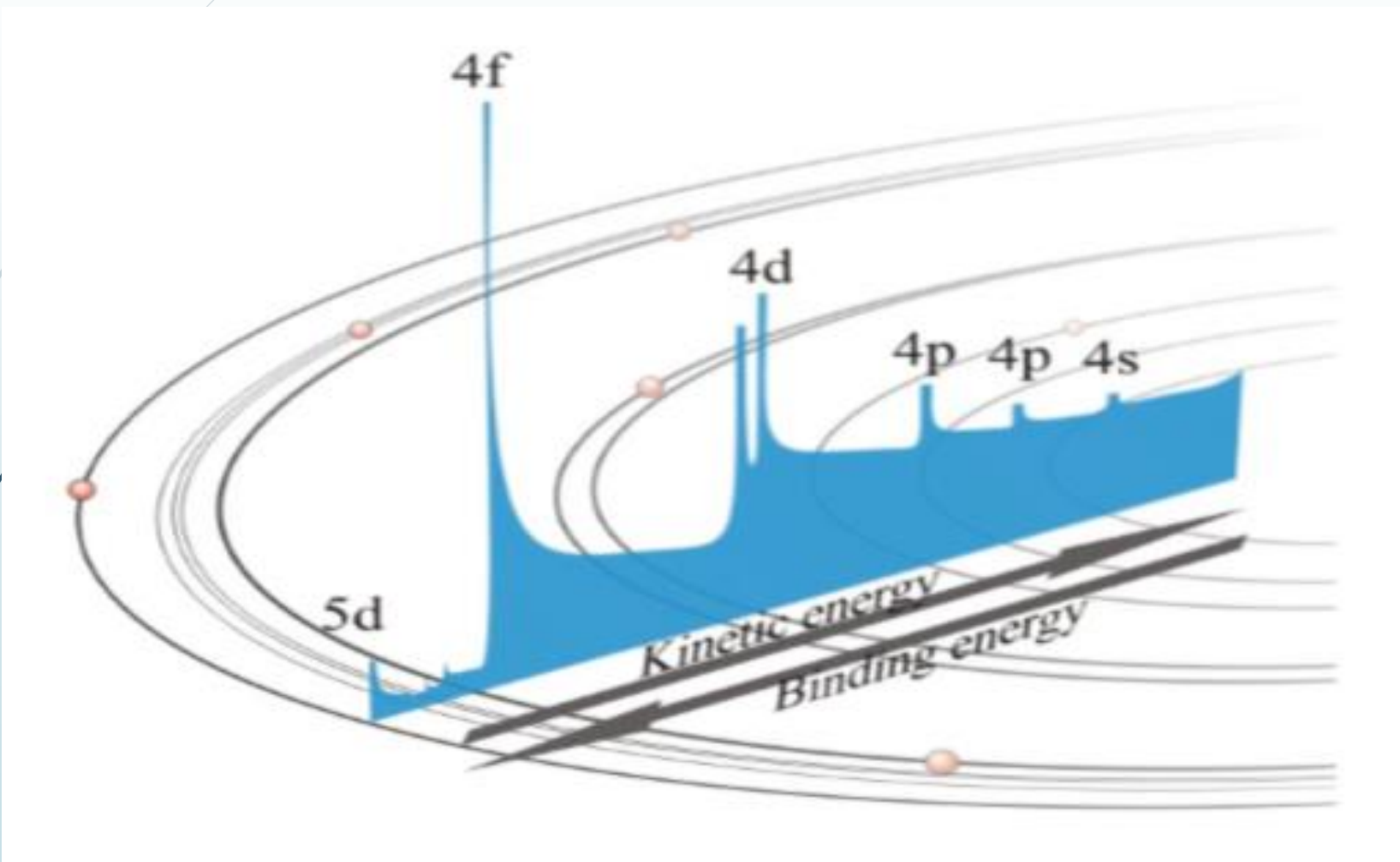
PRZYGOTOWANIE PRÓBEK



Próbka katalizatora proszkowego, sprasowana w formie pastylki, zamontowana na nośniku. Zdjęcie wykonane w Centrum Nanomateriałów Funkcjonalnych w Lublinie. [1]

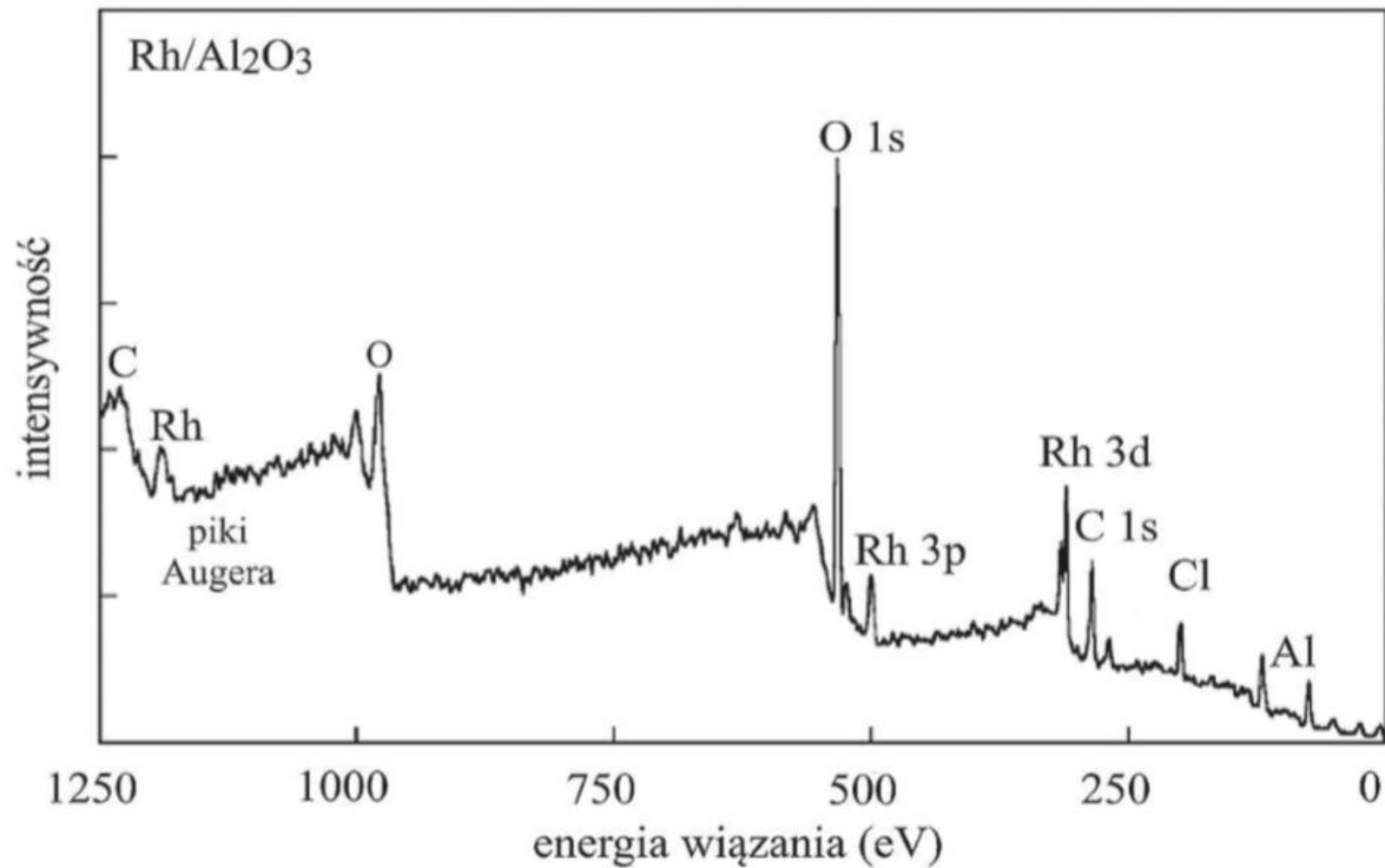
- ▶ Najczęściej badane: materiały lite, próbki proszkowe.
- ▶ Minimalne wymiary: od 4mm x 4mm do 20mm x 20mm i o grubości poniżej 5mm.
- ▶ Materiały lite – dodatkowe procesy czyszczenia.
- ▶ Próbki proszkowe – analiza na niezmodyfikowanej powierzchni.
- ▶ Próbki proszkowe – odpowiednie zabezpieczenie przed rozsypaniem (jeśli jest taka możliwość: sprasowanie proszku do postaci tabletki).

UZYSKIWANE WYNIKI



Schemat powstawania emisji promieniowania
Źródło: [2]

UZYSKIWANE WYNIKI



Przykładowe widmo XPS
Źródło: [1]

ZASTOSOWANIE

- Wyznaczenie:
 - struktury elektronowej atomów rdzenia,
 - składu chemicznego,
 - stanu chemicznego (stanu utlenienia metali, wiązań w polimerach, analiza białek).
- Detekcja i analiza ilościowa pierwiastków z czułością 0,1–1%at.
- Określenie defektów oraz składu powierzchniowego proszków, włókien oraz modyfikowanych materiałów polimerowych.
- Uzyskanie informacji dotyczącej grubości powłok jak również głębokościowej lokalizacji różnych pierwiastków.

OGRANICZENIA METODY

- Rzeczywisty zasięg metody wynosi tylko kilka nanometrów.
Zwiększenie głębokości analizy:
 - trawienie jonowe,
 - promieniowanie rentgenowskie o różnych energiach.
- Występowanie efektów termicznych - powierzchnie o słabej przewodności termicznej.
- Poddawana analizie powierzchnia jest duża – brak możliwości skupienia wiązki promieniowania rentgenowskiego.



BIBLIOGRAFIA



- ▶ [1] „Rentgenowska Spektroskopia Fotoelektronów”, Sylwia Turczynak, Zakład Technologii Chemicznej, Wydział Chemii, Uniwersytet Marii Curie-Skłodowskiej
- ▶ [2] „X-ray photoelectron spectroscopy”, Marko Franinović, Lubljana 2012