

Chemische Oberflächenanalyse mit XPS

Flecken auf der Probe? Wie sauber ist die Probenoberfläche? Warum löst sich die Beschichtung immer wieder ab? War die Plasmabehandlung wirksam? Diese und ähnliche Fragestellungen können mit der Röntgen-Photoelektronenspektroskopie beantwortet werden. Mit dieser Analysenmethode kann die chemische Zusammensetzung der Oberfläche bestimmt werden.

Bei der Röntgen-Photoelektronenspektroskopie, kurz XPS (engl: X-ray photoelectron spectroscopy), wird der photoelektrische Effekt ausgenutzt (Abbildung 1): Elektronen werden mit Röntgenstrahlen so stark angeregt, dass sie ihr Atom und die Probe verlassen. Die Energie der freigesetzten Elektronen wird gemessen und daraus die Bindungsenergie der Elektronen berechnet. Dies erlaubt, die Elemente und deren Bindungszustände in den obersten 5-10 nm der Probe quantitativ zu bestimmen.

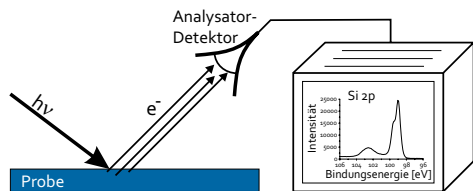


Abbildung 1: Funktionsweise eines XPS-Spektrometers.

Chemische Zusammensetzung der Oberfläche

Bei einer XPS-Analyse werden anhand der Übersichtsspektren die Elemente an der Oberfläche identifiziert (Abbildung 2). Im dargestellten Beispiel von Polyethylenterephthalat (PET) sind Sauerstoff und Kohlenstoff vorhanden.

Um eine genauere Information über die vorhandenen Elemente zu erhalten, werden hochaufgelöste Detailspektren aufgenommen (Abbildung 2 rechts oben). Da die chemische Umgebung die Bindungsenergien der Elektronen beeinflusst, können durch ein Peakfitting des

Detailspektrums Informationen über die Bindungszustände erhalten werden. So können beispielsweise Sulfide von Sulfaten oder metallisches Titan von Titanoxid unterschieden werden. Im abgebildeten Kohlenstoffspektrum sind vier verschiedene Peaks vorhanden: Ein Hauptpeak vom aromatischen Ring (blau) sowie zwei kleinere Peaks von Kohlenstoff gebunden an ein Sauerstoffatom (grün) und von Kohlenstoff in C(=O)-O Gruppen (rot). Zusätzlich ist ein Satellit vorhanden (hellblau), verursacht von den aromatischen Ringen.

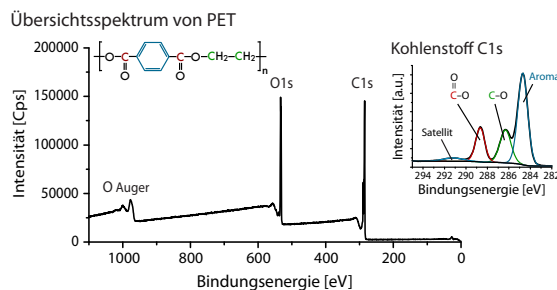


Abbildung 2: Chemische Struktur, Übersichts- und Detailspektren von Polyethylenterephthalat (PET).

Imaging-XPS

Unterschiede in der Verteilung der Elemente auf der Oberfläche können mit Imaging-XPS abgebildet werden. Dabei wird der Herkunftsort der freigesetzten Elektronen dank einem speziellen Analysator-Detektor-System registriert, so dass Spektren in jedem Punkt einer Fläche rekonstruiert werden können. In Abbildung 3 sind ein Lichtmikroskopiebild und zwei entsprechende XPS-Bilder einer Laserbeschriftung auf einem passivierten Implantatstahl abgebildet. Die Eisen/Chrom-Verteilung (Mitte) zeigt, dass auf der Beschriftung wesentlich mehr Eisen vorhanden war als auf der unbeschrifteten Stelle. Das Eisen auf der Laserbeschriftung war praktisch vollständig oxidiert, wie aus der rechten Abbildung ersichtlich ist.

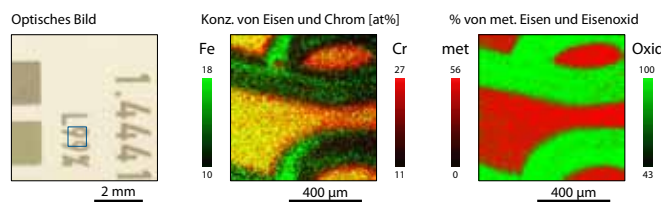


Abbildung 3: Lichtmikroskopiebild einer Laserbeschriftung auf einem passivierten Implantatstahl (links). In einem Ausschnitt (blauer Rahmen) wurde mit imaging-XPS die Elementverteilung von Eisen und Chrom (Mitte) sowie der Anteil von metallischem und oxidiertem Eisen bestimmt (rechts).

Newsletter Nr. 4

Unser XPS Gerät:
Kratos Axis Nova

Detektion:

Alle Elemente ausser Wasserstoff und Helium.
Detektionsgrenze ca. 0.1 at%, was etwa 1 ng/cm² auf der Oberfläche entspricht.

Optionen:

- **Winkelaufgelöst:**
Kippen der Proben zur Bestimmung der Tiefenverteilung in den obersten 10 nm.
- **Tiefenprofil:**
Sputtern der Probe mit Argonionen zur Bestimmung der Tiefenverteilung zwischen 10 nm und 1 µm.
- **Imaging XPS:**
Bild der Elementverteilung oder Oxidationszustände.

Probenanforderungen:

- **Materialien:**
Vakuumbeständige, metallische (auch magnetische) und nicht-metallische Festkörper und Pulver.
- **Dimension:**
Maximaler Probendurchmesser 100 mm, Höhe max. 20 mm. Grössere Proben können zerkleinert werden.
- **Anlieferungszustand:**
Die Proben bitte nicht mit den Händen berühren und für den Transport in herkömmliche Aluminiumfolie einpacken.

Besprechen Sie Ihre Fragestellungen mit uns! Wir beraten Sie gerne.

Oder fordern Sie unseren Dienstleistungskatalog an. Diese und weitere Informationen finden Sie auch auf unserer Website.

Die RMS Foundation ist zertifiziert nach ISO 9001:2008. Ausgewählte Dienstleistungen, wie das XPS, sind akkreditiert nach ISO/IEC 17025.