

# Strukturní a povrchová analýza Structural and Surface Analysis

Pavel Matějka

[Pavel.Matejka@vscht.cz](mailto:Pavel.Matejka@vscht.cz)

[Pavel.Matejka@gmail.com](mailto:Pavel.Matejka@gmail.com)

[www.vscht.cz/anl/matejka](http://www.vscht.cz/anl/matejka)



# Strukturní a povrchová analýza

- Analýza struktury (pevných látek) a analýza povrchu, resp. fázového rozhraní pevných látek
- Specifika povrchové analýzy
- Techniky povrchové (a strukturní) analýzy
  - Principy technik - **Principles**
  - Přístrojové vybavení – **Instrumental equipment**
  - Interpretace dat – **Data interpretation**
  - Vhodné aplikace - příklady – **Examples of applications**

# Specifika povrchové analýzy

- **Povrch - surface**

- 1) jedna vrstva atomů – *top surface monolayer*
- 2) 2 – 10 vrstev atomů či molekul, cca 0,5 – 3 nm
- 3) povrchové filmy – 10 – 100 nm
- 4) povrchové mikrostruktury - 1 – 10  $\mu\text{m}$

- **Co je vzorkem a co analytem? Samples and analytes**

- 1) povrch materiálu (obdobné chemické složení povrchové vrstvy a objemu materiálu) – **material surface**
- 2) na povrch adherující vrstva odlišného chemického složení (deponovaná, sorbovaná, vzniklá chemickou reakcí původního „povrchu“ a „okolí“) – **adhering layer**

# Specifika povrchové analýza

- Množství analytu – **amount of analyte**
  - příklad: kovy –  $1 \text{ cm}^2$  – cca  $10^{15}$  atomů ,  $1 \text{ mm}^2$  –  $10^{13}$  atomů – cca  $10^{-11}$  mol, kontaminanty ve vrstvě (1 promile) -  $10^{10}$  atomů, (1 ppm) –  $10^7$  atomů – VELMI MÁLO ANALYTU
- Distribuce analytu – **distribution of analyte**
  - nerovnoměrné rozložení látek na povrchu – „chemické zobrazení povrchu“ – plošné rozlišení – jak detailní – mikro-, nano- měřítko
  - hloubkový profil
    - samotný („objemový“) materiál (vícesložkový?)
    - deponovaný materiál - monolayer, multilayer, film
- Změny povrchu před analýzou a během ní
  - požadavky metod na úpravu povrchu či na podmínky měření

# Přehled technik – spousta zkratek

- *odhadem více jak 50 technik (plus řada jejich modifikací)*

- AEAPS, AES, AFM, APECS, APFIM, APS, ARPES, ARUPS, ATR-FTIR, BEEM, BIS, CFM, CHA, CMA, CPD, DAFS, DAPS, DRIFT, EDX, EELS, EMS, EPMA, ESCA, ESD, ESDIAD, EXAFS, FEM, FIM, FTIR, FTRAIR, HAS, HEIS, HREELS, IETS, KRIPES, ILS, INS, IPES, IRAS, ISS, LEED, LEEM, LEIS, LFM, MBS, MCXD, MEIS, MFM, MIES, MOKE, NSOM, PAES, PEEM, Ph.D., PIXE, PSD, RAIRS, RAS, RBS, RDS, RFA, RHEED, RfS, SAM, SEM, SEMPA, SERS, SERRS, SEXAFS, SIMS, SNOM, SPIPES, SPM, STM, SXAPS, TDS, UPS, XPS, XRR ...

*<http://www.uksaf.org/tech/list.html>*

# Přehled technik – obecně a lidově

- „bombardování“ povrchu fotony, elektrony, neutrony a ionty a detekce „odlétajících“ fotonů, elektronů a iontů – *surface bombardement and detection of products of their interaction with surface layers*
- volby
  - čím bombardujeme - fotony, elektrony, neutrony, ionty (čeho?)
  - jaká je energie „bombardujících“ částic
  - co detegujeme a v jakém rozsahu energií
  - v jakém úhlu bombardujeme, v jakém úhlu detegujeme
  - další parametry – polarizace, magnetické pole ...

# Přehled technik – sledovaná vrstva

- *„information depth“, „sampling depth“*
  - *hloubka průniku bombardujících částic/záření*
  - *průnik „odlétajících“ částic z hloubky materiálu*
  - *otázka fokusace, velikosti stopy*
  - *otázka poškození povrchu při analýze*
  - *zastoupení informace z různých hloubek?*
  - *možnosti mapování/zobrazování (s jakým plošným/prostorovým rozlišením?)*

# Přehled technik – prvková analýza elemental analysis

- (Foto)elektronová spektroskopie (pro chemickou analýzu) – ESCA, XPS
  - *UPS – ultrafialová fotoelektronová spektroskopie*
- Spektroskopie Augerových elektronů - AES
- Rentgenová fluorescenční analýza – XRF, EDX, WDX
- Hmotnostní spektrometrie sekundárních iontů – SIMS



# Přehled technik – molekulová analýza

- Reflexní techniky infračervené spektrometrie – ATR, DRIFT, IRRAS
- Ramanova spektroskopie – SERS, SERRS, TERS
- Rastrovací optická mikro(spektro)skopie blízkého pole – NSOM, SNOM (UV-vis, NIR, MIR, Raman ...)
- Spektroskopie ztrát energie elektronů – EELS (spektroskopie charakteristických energetických ztrát)
- Hmotnostní spektrometrie sekundárních iontů – SIMS ?
- (Foto)elektronová spektroskopie (pro chemickou analýzu) - ESCA ?

# Přehled technik

## – morfologicko-strukturní analýza

- Mikroskopie atomárních sil – AFM
- Řádkovací tunelovací mikroskopie – STM
- Řádkovací elektronová mikroskopie – SEM
- Transmisní elektronová mikroskopie – TEM
- Optická mikroskopie
  
- Metody (elektronové) difrakce – LE(low-energy)ED, R(reflection)HE(high-energy)ED