

9. VEŽBA – ISPITIVANJE X-ZRACIMA

Da bi se dobile informacije na nivou atoma i kristalne rešetke potrebno je koristiti ispitivanja velikih rezolucija. Ovakve informacije moguće je dobiti samo ukoliko je sredstvo kojim se ispituje manje ili jednako u odnosu na atom, a to su njegovi sastavni delovi ili sami atomi. Stoga se za ove potrebe primenjuju elementarne čestice.

Tehnike ispitivanja elementarnim česticama dele se prema vrsti elementarne čestice koja se koristi kao upadna čestica. Najčešće se u inženjerstvu površina ispitivanje vrše primenom fotona, pre svega se misli na x-zrake, zatim elektrona i jona.

Primena rendgenografskih ispitivanja za analizu materijala u naučnim i praktičnim istraživanjima ima veliki značaj. Postoje mnogobrojne mogućnosti njihove primene za ispitivanje materijala bez razaranja. Stoga su rendgenografska ispitivanja pored mikroskopije najvažniji pomoćni postupak za ispitivanje prevlaka.

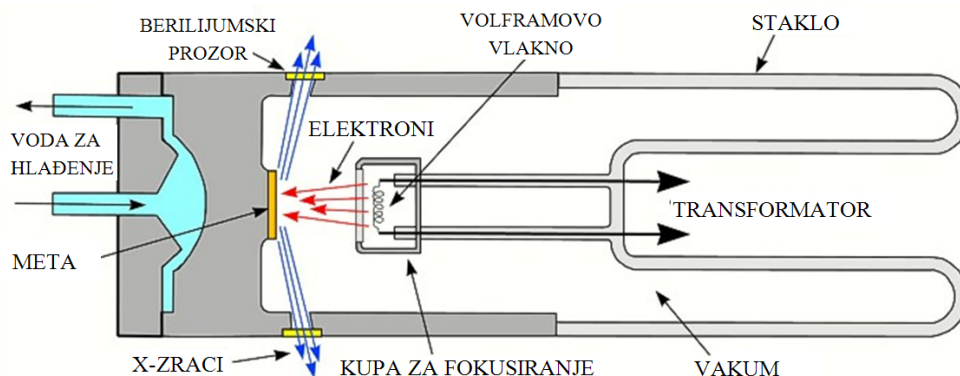
Za praktičnu primenu je od najvećeg značaja mogućnost da se izvrši kvalitativna fazna analiza materijala, koja može da se identifikuje sa difraktograma. Tako se mogu dobiti informacije o veličini kristala, veličini unutrašnjih napona ili promena gustine.

OSOBINE X-ZRAKA

X-zraci su elektromagnetno zračenje potpuno iste prirode kao svetlost ali znatno kraće talasne dužine. Opisuju se kao fotoni sa talasnom dužinom u opsegu od 0,066 do 15 nm. X-zraci nastaju kada se naelektrisane čestice dovoljne kinetičke energije naglo uspore. Obično se u tu svrhu koriste elektroni, tako da zračenje nastaje u Rendgenskoj cevi koja sadrži izvor elektrona i dve metalne elektrode. Između tih elektroda se uspostavlja napon od nekoliko desetina hiljada volti, koji velikom brzinom privlači elektrone ka anodi, tj. meti. U tački udara tih elektrona se obrazuju x-zraci koji se rasprostiru u svim pravcima.

OBRAZOVANJE X-ZRAKA

X- zraci nastaju kada se metalna anoda bombarduje brzim elektronima (slika 9.1). Svaka Rendgenska cev (x-cev) sadrži dve elektrode, anodu (metalnu metu) koja je na potencijalu zemlje i katodu koja se održava na visokom negativnom potencijalu, reda veličine do 60 kV.



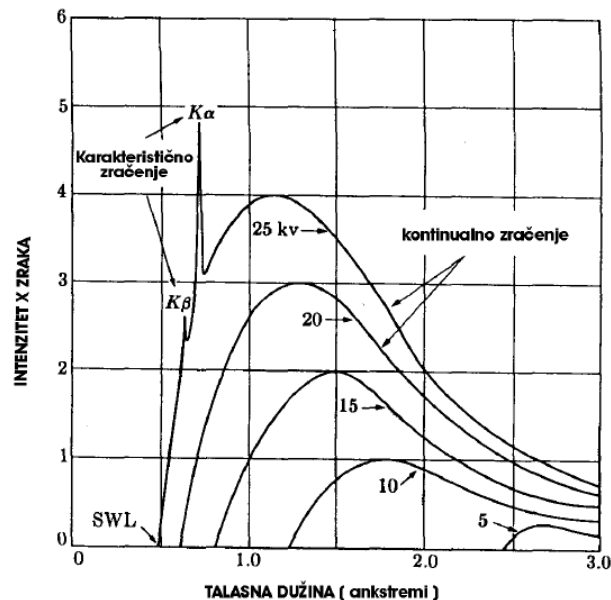
Slika 9.1 Šematski prikaz rendgenske cevi za stvaranje X- zraka (1)

Na slici 9.1 prikazna je konstrukcija x-cevi sa vlaknom. Vlakno se zagreva pomoću toka struje i emituje elektrone koji se posredstvom visokog napona, koji je u cevi, privlače velikom brzinom ka meti. Oko vlakna je mala metalna kupa koja se održava na visokom negativnom potencijalu kao i vlakno. Ona usled toga odbija elektrone

i ima za cilj da ih fokusira na malu usku oblast na meti. X-zraci se emituju sa mete u svim pravcima i izlaze kroz prozorčić na kućištu.

Emitovano zračenje se sastoji od dve komponente (slika 9.2):

1. *Kontinualni spektar* - pruža se u širokom opsegu talasnih dužina. Ovaj spektar se naziva i belo zračenje ili zakočno zračenje,
2. *Karakteristični spektar* - naziva se još i linijski spektar ili karakteristično zračenje, predstavlja monohromatsko zračenje koje je karakteristično za metal mete.



Slika 9.2 Kontinualni i karakteristični spektar rendgenskog zračenja (2)

Prilikom udara elektrona u materijal mete mogu se desiti tri različita vida interakcije (3):

1. *Upadni elektroni se sudaraju sa elektronima atoma mete koji se nalaze na višim energetske nivoima, ali im ne predaju dovoljno energije da ih izbace iz atoma.*

Elektroni u spoljnim ljuskama pobuđuju se u stanje sa višom energijom. Pri vraćanju u njihovo normalno energetske stanje emituju se infracrveni talasi. Ovaj proces konstantno se ponavlja što dovodi do zagrevanja materijala mete. Više od 99% kinetičke energije upadnih elektrona pretvara se u toplotu.

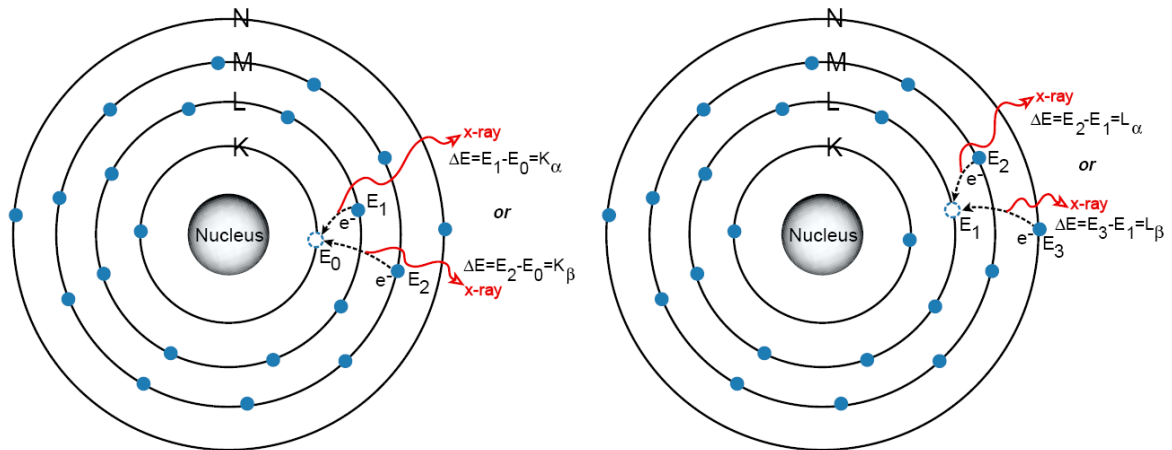
2. *Upadni elektroni sudaraju se sa elektronima atoma mete koji se nalaze na nižim energetske nivoima (unutrašnjim orbitalama) i izbacuju ih iz atoma.*

Upražnjeno mesto popunjava elektron sa višeg energetske nivoa pri čemu se emituje x-zrak. Energija x-zraka jednaka je razlici energije veze elektrona iz višeg nivoa i energije veze elektrona iz nižeg nivoa. **Pošto je energija veze elektrona različita za svaki element, nastali x-zraci su takodje različiti za svaki element.**

Ovako nastali x-zraci nazivaju se karakteristični x-zraci jer zavise od materijala mete, a spektar koji formiraju *karakteristični* jer je karakteristika materijala, ili *diskretni* jer postoji samo jedna talasna dužina za svaku varijantu prelaska elektrona sa bilo kojeg višeg na neki niži nivo.

Spektri rendgenskih zraka karakterističnih linija sastoje se od više zraka, od kojih su najprodorniji oni sa kraćim talasnim dužinama, tj. većim energijama.

Prelazom elektrona sa L nivoa u K nivo formiraju se K α -zraci, sa M nivoa u K nivo K β -zraci, prelazom iz N nivoa u K nastaju K γ -zraci. Dalje, prelazom elektrona u L nivo sa M nivoa, nastaju x-zraci koji se označavaju kao L α -zraci, iz N nivoa u L nivo kao L β -zraci (9.3).



Slika 9.3 Šema nastanka K i L zraka (4)

Primer: Odrediti energiju karakterističnog X zraka nastalog prelaskom elektrona iz L nivoa u K nivo u atomu volframa.

Rešenje: Energija veze K elektrona u volframu iznosi 69.5 keV, a L elektrona 12.1 keV. Stoga je energija emitovanog karakterističnog X-zraka $69.5 - 12.1 = 57.4$ keV.

3. Upadni elektron koji na svom putu izbegne sve elektrone atoma mete dolazi do jezgra atoma mete i interaguje sa njim.

Kada prođe pored jezgra upadni elektron se skreće i menja pravac kretanja. Pri ovom međudejstvu upadni elektron gubi deo ili svu svoju kinetičku energiju u vidu x-zraka. Energija nastalog x-zraka jednaka je gubitku energije upadnog elektrona. Stoga ovako nastali x-zraci mogu da imaju čitav niz različitih energija. Najveća energija nastalog fotona odgovara potpunom gubitku energije upadnog elektrona i jednaka je kinetičkoj energiji tog elektrona.

Nastali spektar naziva se *kontinualni* jer energije fotona mogu da se kreću od nule do nekog maksimuma ili *zakočni* jer dolazi do kočenja elektrona. Kontinualni spektar zavisi od veličine primenjenog napona za stvaranje x-zraka.

Izbor odgovarajućeg zračenja za ispitivanja zavisi od parametra rešetke materijala uzorka, rastojanja između reflektujućih ravni, energije koja se želi uneti u uzorak itd. Najčešća karakteristična zračenja koja se koriste su data u tabeli 9.1 .

Tabela 9.1 Najčešće korišćena zračenja za ispitivanje x-zracima

| Vrsta zračenja | AgK _α | MoK _α | CuK _α | CoK _α | FeK _α | CrK _α |
|----------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|
| λ (nm) | 0.0540 | 0.0711 | 0.154056 | 0.17889 | 0.1937 | 0.2291 |

Da bi se mogla vršiti ispitivanja metodama u kojima se koriste x-zraci snop zraka najčešće treba da je usmeren i monohromatski (jedne talasne dužine λ). Dobijeno zračenje je neophodno prethodno:

- filtrirati da se dobije što približnije monohromatskom zračenju,
- usmeriti ga u jednom pravcu (izvršiti kolimaciju).

Filtriranje zračenja se može vršiti:

- Propuštanjem X-zraka kroz upijajuće (apsorpcione) tanke folije. Na primer Cu- zračenje se filtrira kroz Ni- foliju.
- Odbijanjem (refleksijom) X-zraka prema Bragovom zakonu (slika 9.5) od monohromatora (slika 9.9).

METODE ISPITIVANJA PRIMENOM X-ZRAKA

Pri prodoru X-zraka u materijal može da dođe do njegove difrakcije ili se mogu izbiti elektroni.

U zavisnosti od vrste čestica koje se analiziraju prilikom dejstva x-zraka razvijena dva osnovna postupka ispitivanja materijala X-zracima:

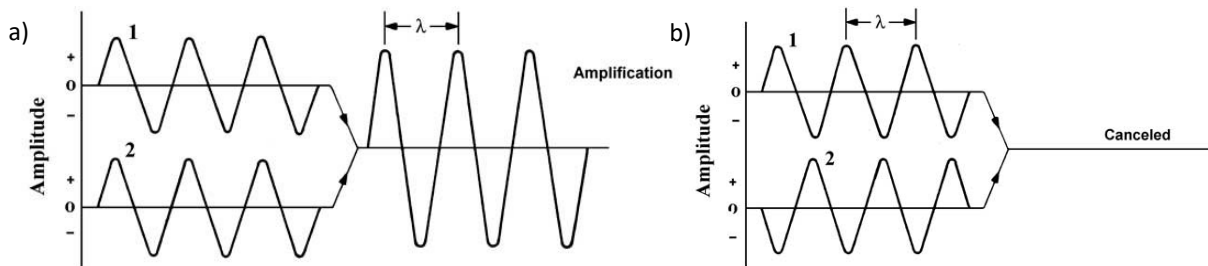
XRD - metoda difrakcije x-zraka, (eng. *X-Ray Diffraction*),

XPS - spektroskopija fotoelektrona dobijenih x-zracima (eng. *X-ray Photoelectron Spectroscopy*).

METODA DIFRAKCIJE X-ZRAKA (XRD)

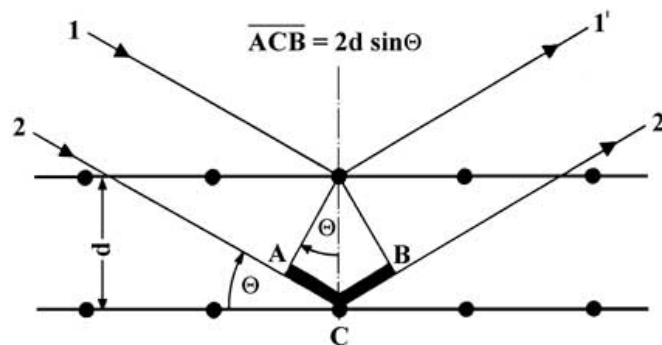
Osnovni principi difrakcije

Pod pojmom interferencije podrazumeva se međusobno preklapanje elektromagnetnih talasa pri kojem se talasi ili pojačavaju ili poništavaju. Do pojačavanja će doći ukoliko se poklope maksimumi jednog i maksimumi drugog talasa, tj. minimumi jednog i minimumi drugog talasa (slika 9.4 a). Ovo se dešava ukoliko je razlika u fazi dva talasa jednaka nuli ili celobrojnom umnošku talasnih dužina ($n\lambda$, $n = 1, 2, \dots$). Do poništavanja dolazi ukoliko se poklope maksimumi jednog talasa, sa minimumima drugog talasa ($n = 1/2, 3/2, 5/2, \dots$) (slika 9.4 b).



Slika 9.4 Pojačavanje i poništavanje talasa usled interferencije

Kada se snop paralelnih x-zraka usmeri na kristalnu rešetku dolazi do njihovog odbijanja od ravni u kristalnoj rešetki. Odbijeni zraci reaguju međusobno tako da se poništavaju ili pojačavaju. Ukoliko je zadovoljen uslov da je fazna razlika jednaka celobrojnom umnošku talasnih dužina doći će do pojačavanja. Za određenu talasnu dužinu i za tačno definisano rastojanje između ravni postoji samo jedan ugao pod kojim će doći do pojačavanja, taj ugao naziva se Bragov (Bragg) ugao (slika 9.5).



Slika 9.5 Šema Bragovog zakona

Posmatrajmo dva koherentna, paralelna x-zraka (zraci 1 i 2) koji dolaze na kristal (slika 9.5). Ovi zraci se odbijaju pod istim uglom pod kojim su došli na posmatrane ravni u kristalu (θ). Talas koji je odbijen sa druge ravni ($2'$) ima faznu razliku 'ACB' u odnosu na talas ($1'$) koji je odbijen sa prve ravni. Ukoliko je rastojanje između ravni jednako 'd' može se na osnovu slike odrediti fazna razlika:

$$ACB = 2d \cdot \sin\theta$$

Do difrakcije će doći samo ukoliko je fazna razlika jednaka celobrojnom umnošku talasnih dužina, pa sledi:

$$ACB = n\lambda \quad \Rightarrow \quad n\lambda = 2d \cdot \sin\theta$$

Dobijena jednakost naziva se Bragov zakon. Primenom difrakcije x-zraka i Bragovog zakona moguća je sveobuhvatna analiza materijala. Merenjem ugla θ mogu se odrediti na primer:

- *talasna dužina* λ , ukoliko je poznato rastojanje između ravni d i na taj način hemijski sastav,
- *rastojanje između ravni* d , ako je poznata talasna dužina λ i na taj način vrsta kristalne strukture itd.

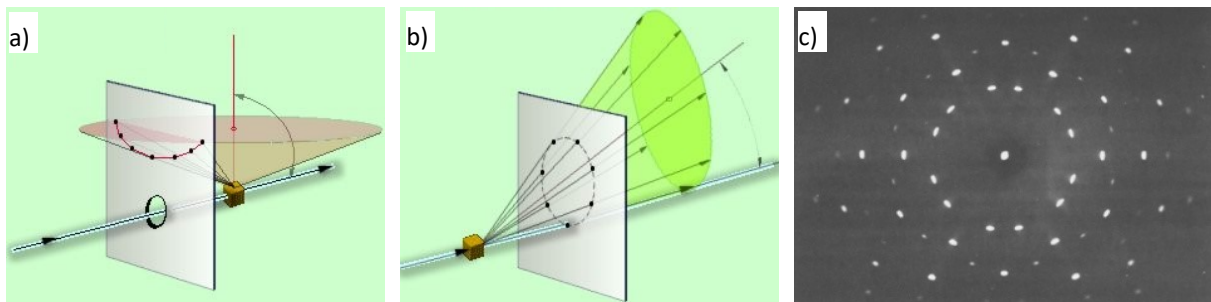
METODE ISPITIVANJA DIFRAKCIJOM X-ZRAKA

U zavisnosti od tipa uzorka koji se ispituje, metode se mogu podeliti na (5):

- metode difrakcije na uzorcima monokristala:
 - Laueova (Laue) metoda,
 - metoda rotirajućeg kristala
- metode difrakcije na polikristalnim uzorcima:
 - metoda kristalnog praha – Debi-Širerova (Debye-Scherrer) metoda,
 - difraktografske metode.

Laueova metoda

Polihromatsko rendgensko zračenje (kontinuirani spektar različitih talasnih dužina) usmerava se na monokristal koji se drži nepokretan (slika 9.6). Kristal „odabira“ i difrakuje samo one zrake, za koje talasne dužine λ , zajedno sa međuravanskim rastojanjem d postojećih ravni u kristalu i upadnim uglom θ , zadovoljavaju Bragg-ov zakon. Prema tome, u monokristalnom uzorku, određene kristalografske ravni difrakuju zrake u različitim pravcima. Fotografiska ploča (film), koja se postavlja ispred ili iza kristala sa difraktovanim zracima, biva zasvetljena u određenim tačkama. Svakoj tački na filmu odgovara jedna kristalografska ravan.



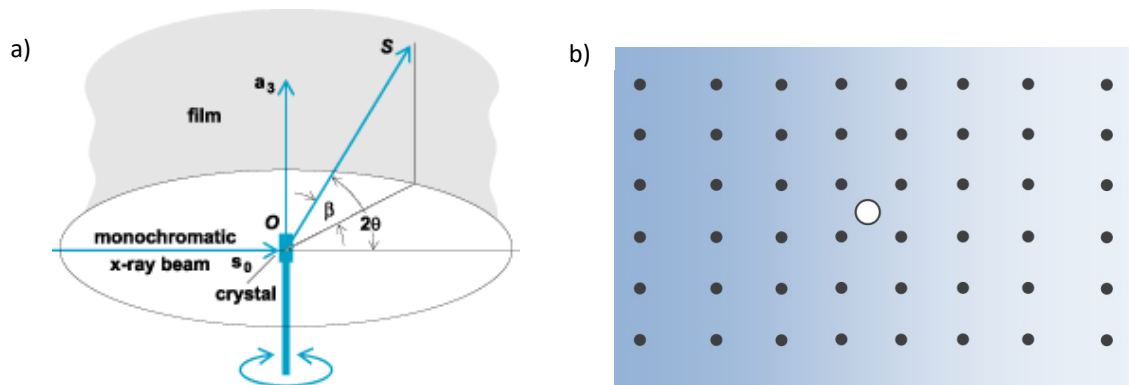
Slika 9.6 Šematski prikaz Laueove metode, a) sa povratnim zračenjem, b) sa prozračivanjem (6)

Svaka tačka se indeksira tj. povezuje sa određenom kristalografskom ravni korišćenjem specijalnih grafikona. Koristi se Greninger-ov grafikon za obrazac dobijen povratnim zračenjem i Leonhardt-ov grafikon za obrasce dobijene prozračivanjem (6). **Ova metoda se najviše koristi za brzo određivanje simetrije kristala i njihove orijentacije, dimenzije rešetke itd.**

Metoda rotirajućeg kristala

Kod metode rotirajućeg kristala (slika 9.7) se monokristalni uzorak obrće oko nepomične ose, u snopu monohromatskih rendgenskih zraka (K_{α} – zračenje sa poznatom talasnom dužinom λ , jednom). Upadni snop rendgenskih zraka se difrakuje od date kristalografske ravni kad god, u toku obrtanja, vrednost ugla θ zadovolji Bragg-ovu jednačinu. Na fotografskoj ploči dobijaju se interferentne crtice uređene u redove, koji leže jedne

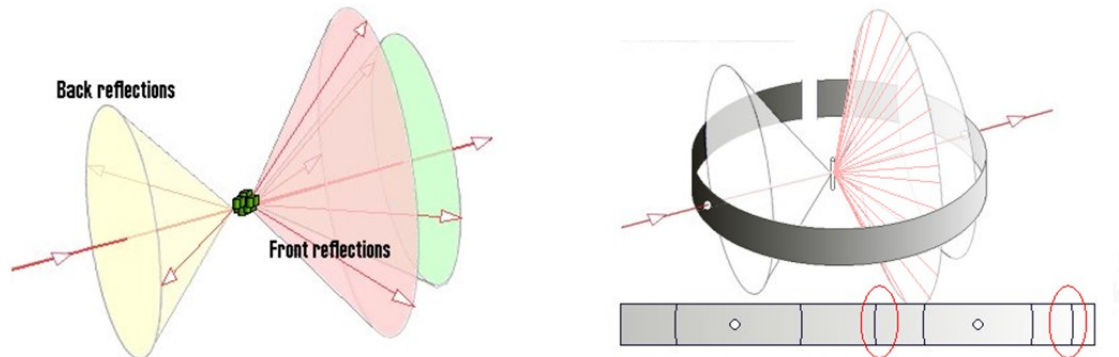
iznad druge, pri čemu je pravac redova normalan na pravac obrtanja kristala. Iz rastojanja redova izračunava se konstanta rešetke. **Ova metoda se koristi za određivanje nepoznatih kristalnih struktura.**



Slika 9.7 Metoda rotirajućeg kristala a) šematski prikaz metode rotirajućeg kristala, b) razvijeni film (6)

Debi-Širerova metoda - metoda praha

Metoda praha gde upadno monohromatsko rendgensko zračenje pada na uzorak od finog kristalnog praha stavljenog u kapilarnu cev od posebnog stakla ili na polikristalni uzorak žice prečnika $d < 1$ mm. U prahu ili žici čitav niz kristala će zadovoljiti Bragg-ov uslov difrakcije i registrovaće se na kružno savijenom filmu. Refleksije neke određene kristalografske ravni od svih kristala obuhvaćenih ulaznim primarnim zrakom, **leže na omotaču kupe sa vrhom lociranim na uzorku** (slika 9.8). Na kružno savijenom filmu smeštenom u Debi-Širerovoj relativno plitkoj kameri, dobijaju se refleksije u obliku segmenata kruga. **Metoda se koristi za određivanje sastava i udela pojedinih faza.**



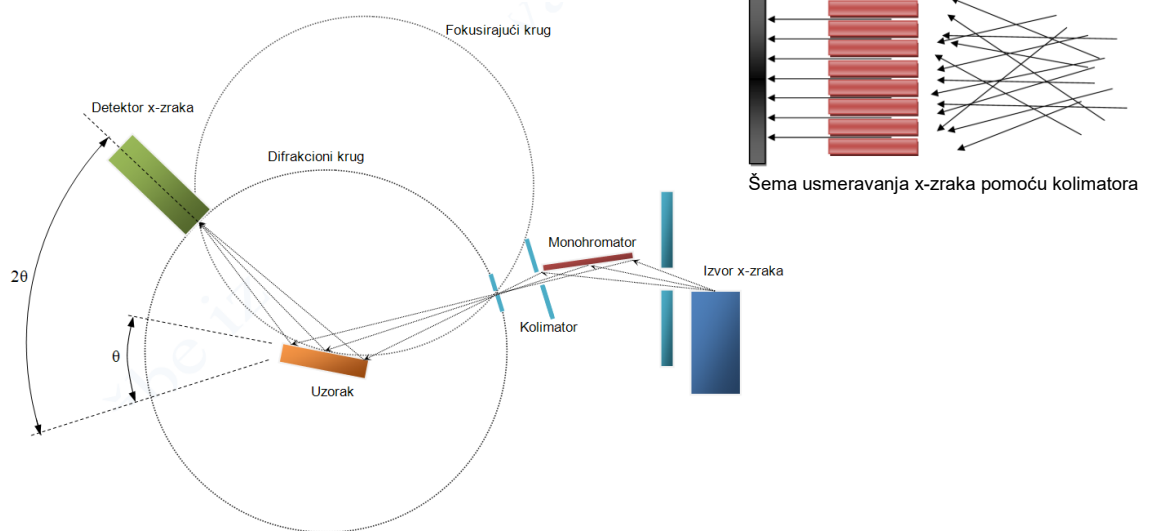
Slika 9.8 Šematski prikaz Debi-Širerove metode (6)

Difraktometar za polikristalne uzorke

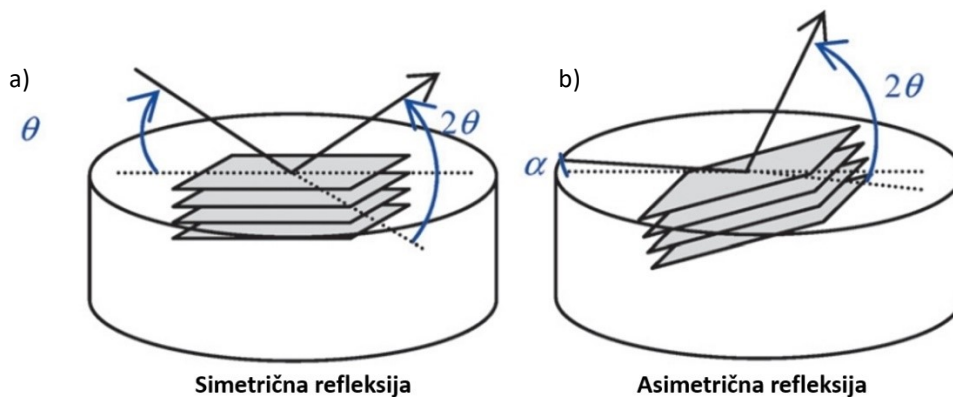
Difraktometri su napravili revoluciju u pogledu XRD ispitivanja. Za razliku od metode praha, ovde se mogu koristiti znatno veći uzorci - veličina odgovara veličini standardnog metalografskog uzorka. Film je zamenjen detektorom x-zraka koji se kreće po krugu difraktometra. Princip rada je sledeći: upadni x-zraci padaju na uzorak pod uglom θ „odbijaju“ se od njega i detektuju se na detektoru koji se nalazi pod odgovarajućim uglom. Postoji više vrsta difraktometara kao što su Brag (Bragg)-Brentano, Seman (Seemann)-Bolin (Bohlin) i drugi.

Za polikristalne prevlake sa perferiranom i proizvoljnom orijentacijom najčešće se koristi Brag-Brentano difraktometar (slika 9.9). Kod ovog difraktometra nosač uzorka okreće se oko ose normalne na pravac upadnog snopa. X-zraci iz izvora filtriraju se primenom kristalnog monohromatora, a zraci se paralelno usmeravaju primenom kolimatora. Detektor se sinhrono kreće sa okretanjem uzorka uz uslov da je njegova brzina dvostruko veća. Kako se uzorak sastoji od velikog broja kristala, za svaki ugao θ postoji neka kristalografska

ravan nekog kristala na kome će se pojaviti interferencija (zbog toga se rotiranje polikristalnog uzorka ne radi kod metoda sa filmom jer bi ceo film bio osvetljen). Međutim, kako se izvor i detektor x-zraka uvek nalaze pod istim uglom u odnosu na površinu uzorka, difraktuju se samo ravni paralelne sa površinom. Difrakcija od ravni paralelnih sa površinom je posledica simetrične refleksije kao što je to prikazano na slici 9.10a. Kod polikristalnih materijala veći broj kristalografskih ravni će biti paralelan sa površinom ali će imati drugačije parametre rešetke (d) te će difraktovati pod drugim uglom. Za slučaj da se žele ispitivati druge ravni koje su pod nekim uglom u odnosu na površinu onda se primenjuju asimetrične refleksije na slici 9.10b. Ove dve prikazane vrste refleksija predstavljaju difrakcije „izvan ravni“ (eng. *out-of-plane*).



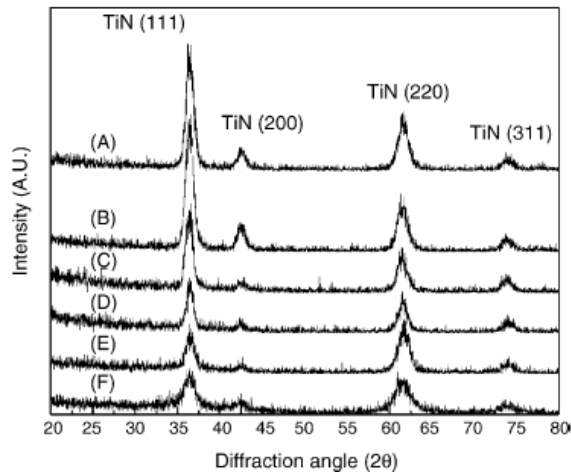
Slika 9.9 Šema Bragg-Brentano difraktometra (7)



Slika 9.10 Konfiguracije difrakcije X-zraka "izvan ravni" (eng. out-of-plane): a) simetrična, b) asimetrična

Mogućnosti primene difraktograma

Rezultati analize polikristalnih uzoraka primenom difrakcije prikazuju se u vidu tzv. difraktograma, primer difraktograma prikazan je na slici 9.11. Ovde se radi o rezultatu XRD analize višekomponentnih Ti-Si-N prevlaka različitog hemijskog sastava, odnosno udela silicijuma. **DifraktoGRAFSKIM METODAMA SE NE ODREĐUJE HEMIJSKI SASTAV ISPITIVANOG MATERIJALA VEĆ SE ODREĐUJU KRISTALOGRAFSKI PARAMETRI TOG MATERIJALA** a prisutne faze se određuju kvalitativno primenom standarda (kartica) iz baza materijala za konkretan ispitivani materijal. Podaci iz baze za određen materijal ukazuju na kom difrakcionom uglu 2θ (refleksiji) se nalazi određena faza koja postoji u tom konkretnom materijalu (kao što je naznačeno na slici 9.11).



Slika 9.11 XRD difraktogram Ti-Si-N prevlaka različitog udela silicijuma (povećava se od A do F) (8)

Svaka refleksija x-zraka daje tri veličine koje omogućavaju dobijanje informacija o ispitivanom uzorku. Te tri veličine kao i informacije koje se mogu na osnovu njih dobiti date su u tabeli 9.2 .

Tabela 9.2 Informacije koje se dobijaju analizom difraktograma

| Položaj (refleksija) linija | Intezitet (refleksija) linija | Profil linija * |
|-----------------------------|-------------------------------|-------------------------|
| Kvalitativni fazni sastav | Kvantitativni udeo faza | Veličina kristala |
| Vrsta kristalne strukture | Tekstura | Stepen rekristalizacije |
| Parametar rešetke ** | Debljina sloja | Mikronaponi |
| Markonaponi | | Greške u redosledu |

* Pre svega se misli na FWHM faktor - Full width at Half Maximum - puna širina na polovini maksimuma inteziteta

** Može se odrediti na osnovu izraza $a = d_{hkl} * \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$

- Pri ispitivanju kristalnih materijala dobijaju se definisane oštre refleksije, za razliku od amorfnih supstanci kod kojih se dobijaju široke linije koje izgledaju kao prateće difuzne linije ispod pikova kod snimaka kristala, samo sa nešto većim intezitetom.
- Na osnovu odnosa intenziteta linija samo inspekcijom se može odrediti tekstura i pretežna usmerenost orijentacije, dok se preciznim merenjem intenziteta i širine određuju odnosi faza u kristalnim smešama. Identifikacija novih faza se vrši poređenjem tri najizraženije refleksije sa standardnim difraktogramima.
- Proširenje difrakcionih linija je posledica uglavnom nesavršenosti merenja, veličine zrna (raste sa smanjenjem zrna) i deformacije rešetke (proširenje je veće sa povećanjem deformacije). Samo inspekcijom se može opisno govoriti o veličini zrna i deformaciji, i to ne odvojeno, već kao o zbirnom uticaju. Na taj način se može kvalitativno pratiti rekristalizacija i deformacija. Razdvajanje ova dva faktora povećanja širine linije se vrši na osnovu teorijsko – empirijskih formula u koje se uvrštava precizno izmerena vrednost FWHM.
- Merenje zaostalih napona, zateznih ili pritisnih koji postoji u materijalu bez primene spoljašnjeg opterećenja.

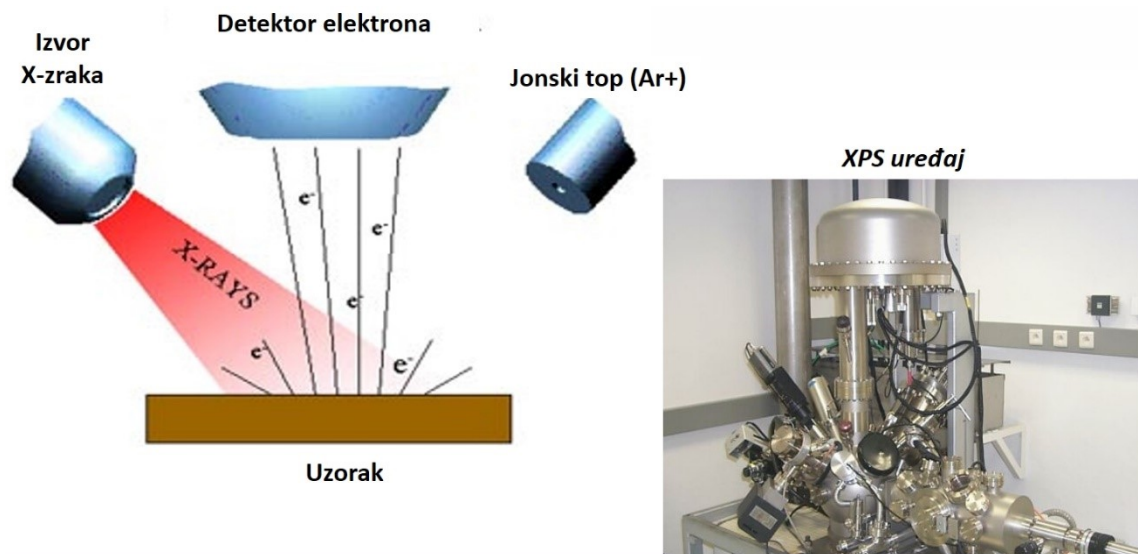
Primer analize difraktograma sa slike 9.11

- Reč je o difraktogramima dobijenim na Ti-Si-N prevlakama pri čemu se sadržaj silicijuma povećava od A do F. Difraktogram „A“ odgovara čistom TiN bez silicijuma. Kao što se vidi postoje četiri pika na pozicijama $2\theta = 36.48, 42.68, 61.78$ i 74.08 što odgovara $(1\ 1\ 1)$, $(2\ 0\ 0)$, $(2\ 2\ 0)$ i $(3\ 1\ 1)$ ravnima kubnog TiN. Na osnovu ovog difraktograma može se zaključiti da je $(1\ 1\ 1)$ preferirana orijentacija TiN prevlake.

- Uvođenjem silicijuma u prevlaku položaj pikova se ne menja, to nam govori da se silicijum ne veže sa titanijumom i ne formira nove faze, tipa TiSiN, jer se na difraktogramima detektuje samo TiN. Silicijum gradi posebne faze koje su amorfne jer se ne „vide“ na difraktogramu.
- Na osnovu difraktograma se dobija vrednost parametra TiN kristalne rešetke $a = 4.275 \text{ \AA}$ što je više od normalne vrednosti koja iznosi $a = 4.241 \text{ \AA}$. Razlog promene parametra rešetke je prisustvo dvoosnog pritiskog napona u prevlaci nastalog usled bombardovanja prevlaka tokom depozicije.
- Položaj pikova ostaje potpuno nepromenjen nakon uvođenja silicijuma, što znači da je parametar rešetke TiN faze u Ti-Si-N prevlaci isti kao u TiN prevlaci, odnosno da se čvrsti rastvor TiSiN sigurno nije formirao.

SPEKTROKOPIJA FOTOELEKTRONA DOBIJENIH X-ZRACIMA (XPS)

Spektroskopija fotoelektrona dobijenih x-zracima (*eng. X-ray photoelectron spectroscopy*) nosi još i naziv hemijska analiza primenom elektronske spetrokopije (*eng. ESCA - Electronic Spectroscopy for Chemical Analysis*). Koristi se za određivanje sastava tankih površinskih slojeva. Zasniva se na fotoelektričnom efektu, koji nastaje kada se x-zraci usmere na neku površinu i njihovim dejstvom se vrši izbijanje elektrona iz atoma (dobijanje fotoelektrona). Šema ispitivanja primenom XPS-a i slika uređaja prikazani su na slici 9.12.



Slika 9.12 a) Šema XPS-a, b) uređaj koji se koristi za XPS

Tokom ispitivanja uzorak se izlaže dejstvu x-zraka, najčešće Al K_{α} (1486.6 eV) i Mg K_{α} (1253.6 eV) Ti K_{α} (2040 eV) upadna zračenja. Usled dejstva fotona visoke energije može doći do pobuđivanja atoma i izbijanja elektrona iz atoma. Energija oslobođenih elektrona zavisi od energije upadnog fotona i energije veze elektronskog nivoa u kome se nalazio elektron. Energija fotoelektrona koji je nastao u takvoj interakciji se može izračunati prema sledećem izrazu:

$$E_k = h \cdot \nu - E_{veze}$$

gde su:

h – Plankova konstanta

ν – frekvencija x-zraka

E_{veze} – energija veze elektrona

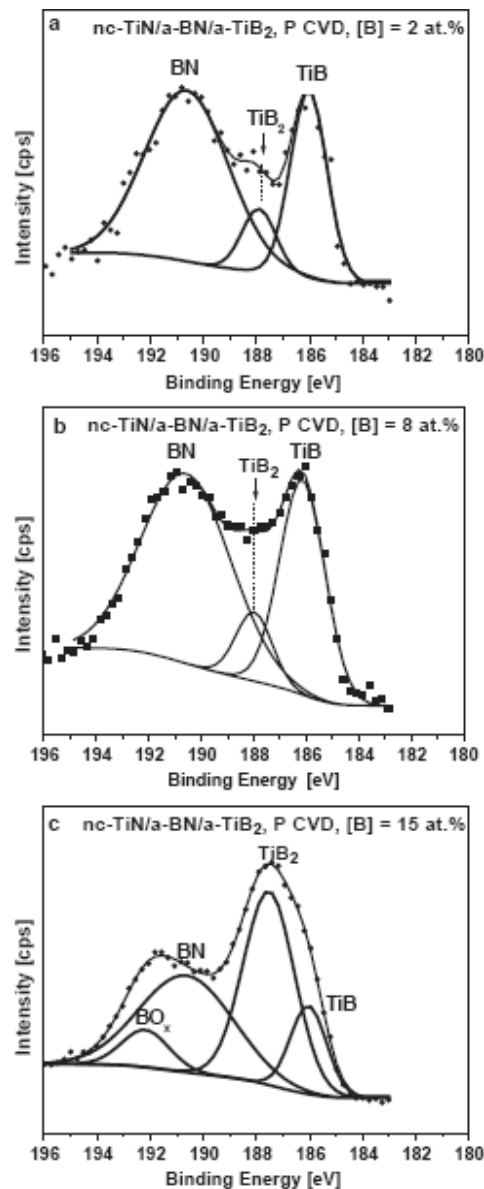
E_k – kinetička energija elektrona.

Merenjem energije fotoelektrona i poznavanjem energije x-zraka ($h \cdot \nu$) određuje se energija veze elektrona koja je karakteristična za svaki hemijski element i vezu koju je taj atom imao sa nekim drugim elementom. Stoga se XPS koristi za određivanje hemijskog sastava površine, hemijskih veza atoma elemenata odnosno hemijskih

jedinjenja u površini. Elektroni koji mogu da se detektuju su samo oni elektroni koji dolaze sa dubine od 0,4 do 5 (najviše 10) nm. Da bi elektron po izlasku iz uzorka mogao doći do spektrometra uređaj za ispitivanje nalazi se pod visokim vakumom (9). Primenom XPS-a mogu se praviti i dubinski profili elemenata tako što se izvrši analiza jednog sloja koji se vrši raspršivanje sloja materijala primenom snopa jona argona (slici 9.12), pa se zatim vrši analiza novog sloja, raspršivanje, analiza itd.

Rezultati se dobijaju u obliku dijagrama energije veza emitovanih fotoelektrona koji se sastoji iz većeg broja pikova (vrhova) (slika 9.13). Ukoliko je u nekom materijalu prisutno više hemijskih veza, dobijeni pikovi su „podeljeni“ na nekoliko sekundarnih pikova koji su ponekad čak i spojeni. Najčešće se primenom softvera vrši raščlanjivanje dobijenog pika (dekonvolucija) na njegove komponente, pri čemu svaka komponenta odgovara određenoj vrsti hemijske veze. Primenom XPS-a ne mogu se detektovati vodonik i helijum, ali se mogu detektovati svi ostali hemijski elementi pod uslovom da ih ima 0,1 – 0,5 at. %. Preciznost detekcije elemenata iznosi ± 10 %. XPS predstavlja metodu bez razaranja i može da se koristi za sve vrste materijala uključujući i izolatore kao što su staklo i plastika.

Primer XPS spektra prikazan je na slici 9.13. Prikazani deo spektra odnosi se samo na element bor. Na osnovu tog spektra može se odrediti koja jedinjenja gradi bor u Ti-B-N prevlakama i kako utiče promena udela bora.



Slika 9.13 XPS spektar za nc-TiN/a-BN/a-TiB₂ prevlake sa različitim udelom bora a) 2 at.%, b) 8 at%, c) 15 at.%