

## Felületelemzési módszerek a fémiparban

RICHARD PAYLING <sup>+</sup>  
PALLÓSI JÓZSEF <sup>++</sup>

### Bevezetés

“... hosszú távon mindenképp szükségszerű a magasabb feldolgozottságú termékek arányának növelése. Jelenleg ugyanis a magyar acélexport nagyobb részben alacsony feldolgozottságú termékekből áll, miközben a hazai felhasználók jelentős mennyiségben importálnak drága, feldolgozott termékeket.”

*(Világgazdaság, 2001. március 26.)*

Az egyik fontos acélipari exportcikk a hidegen vagy melegen hengerelt lemez, illetve a belőle készült egyéb termék.

A lemezek további feldolgozását, feldolgozhatóságát rendkívüli mértékben befolyásolja a felület minősége, a felületi szennyezettség mértéke és összetétele. A feldolgozott termékek felületének, esetleges bevonatainak vizsgálata is egyre nagyobb szerephez jut.

Az alábbiakban két fontos, a fémiparban egyre jobban elterjedő felületvizsgálati módszert mutatok be.

### Lemezminták felületi karbonszennyezettségének gyors meghatározása

A hidegen hengerelt lemezek felületén megtapadó, a hengerlési emulzióból vagy a hengerlés során véletlenül rákerülő olajos szennyeződésből származó ún. felületi karbon gyors meghatározása az utóbbi időben egyre szélesebb körben terjed az acéliparban.

A tekercsből vett lemez minta több helyéről levágott 2 x 5 cm-es lemezcsík oxigén atmoszférában történő hevítésekor a felületen lévő szénhidrogén szennyeződés égésekor keletkező CO<sub>2</sub> gázt és a vízgőzt az infravörös (IR) elnyelésük alapján detektáljuk.

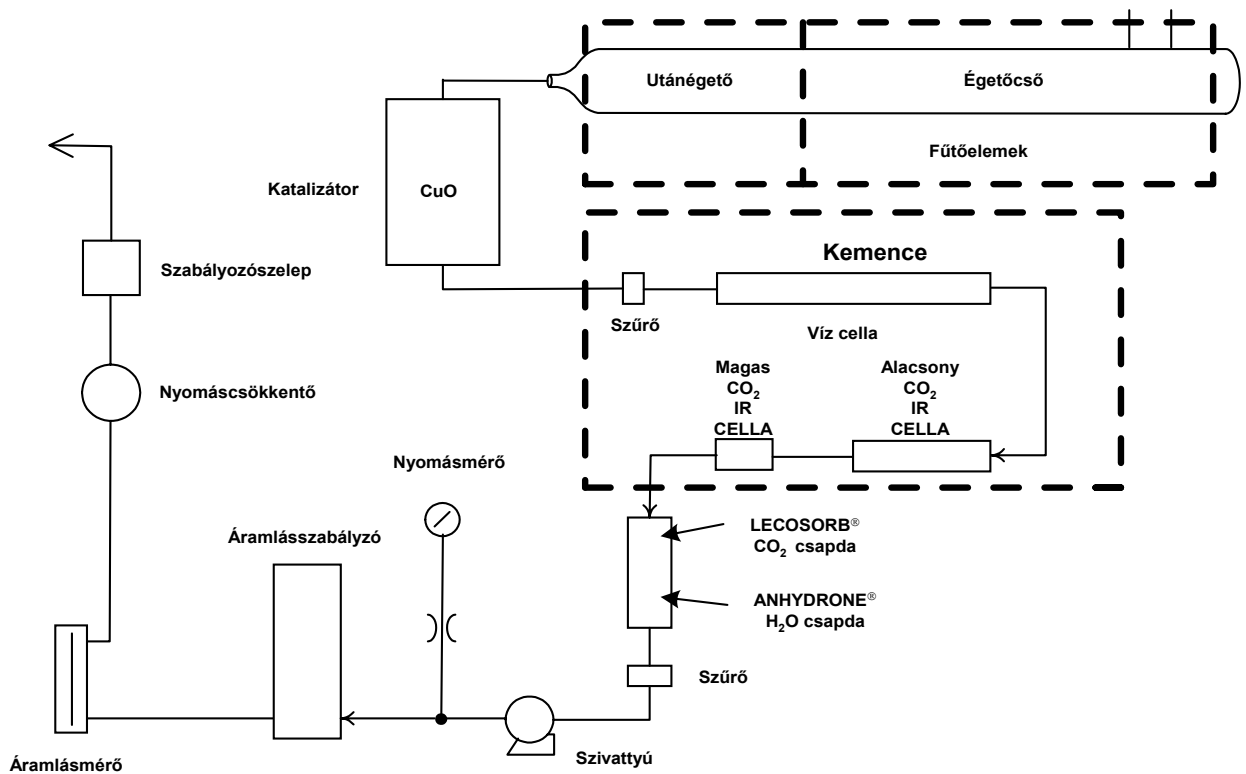
AZ RC-412 típusú termikus elemanalizátorban (*1. ábra*) rendelkezésre áll 1 db IR cella a víz elnyelésének, 1 db IR cella az alacsony CO<sub>2</sub> koncentrációjú, 1 db IR cella pedig a magas CO<sub>2</sub> koncentrációjú gáz elnyelésének mérésére .

A berendezés ellenállás fűtésű kemencéjét programozott fűtési sebességgel lehet a kívánt hőfokra felfűteni és meghatározott ideig ott tartani. Egymás után több hőfoklépcsőt is lehet definiálni, valamint a minta hevítését oxigén vagy nitrogén atmoszférában is el lehet végezni.

Oxidáló atmoszférában végezve a minta hevítését a szén minden formáját szén-dioxiddá konvertáljuk (kivéve néhány nehezen bomló karbidot). A szerves szénvegyületek égésekor a szén-dioxid mellett víz is keletkezik, így a H<sub>2</sub>O és a CO<sub>2</sub> elnyelésének koincideneciáját vizsgálva a szerves formában jelen lévő szén koncentrációját határozhatjuk meg.

<sup>+</sup>Surface Analytical, Port Gembla, Ausztrália

<sup>++</sup>Qualitest Lab Kft., Dunaújváros



1. ábra. LECO RC-412 felületi karbon elemző elemalizátor felépítése

Kétféle mérést használnak a nemzetközi gyakorlatban a felületi karbon meghatározására:

1. A lemezmintát oxigén atmoszférában 600 C°-on hevítjük, így a felületére tapadt széntartalmú szennyeződés szén-dioxiddá ég el, ennek mérésével adjuk meg a felületi karbon szennyezettséget.

2. A mintát 100 C° / perc sebességgel 100 C°-ról 600 C°-ra hevítjük fel úgy, hogy a hőmérséklet-tartományt két részre osztjuk, 100 C°- 400 C° és 400 C°- 600 C° tartományra és mindegyik fázisban külön - külön határozzuk meg a felületi karbon szennyezettséget.

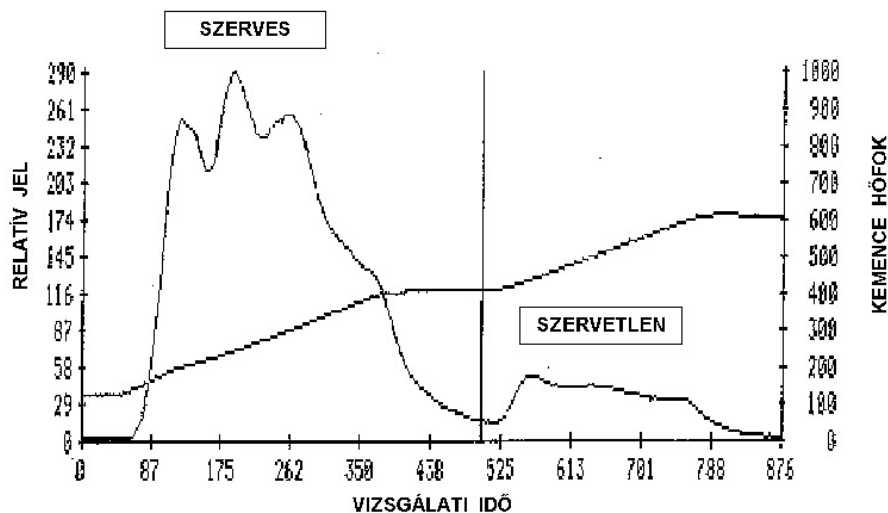
(2 ábra)

Az 1. fázisban ( 100 C°- 400 C° ) megkapjuk a felületre kenődött szénhidrogénekből származó, a 2. fázisban pedig (400 C° - 600 C°) a felületre került szénből, grafitből származó szennyezettséget.

- Az illékony szerves vegyületek egy része már a 90 - 100 C° tartományban megjelenő H<sub>2</sub>O és a CO<sub>2</sub> elnyelésének együttes fellépésével bizonyítja égését oxigén atmoszférában.

- A 200 C° - 300 C° tartományban fellépő nagymértékű elnyelés a CO<sub>2</sub> és a H<sub>2</sub>O sávjában azt mutatja, hogy a szerves komponensek főleg ebben a hőmérséklet tartományban távoznak.

- A 400 C° feletti tartományban fellépő szén-dioxid csúcs nem jár együtt a víz csúccsal, ez azt bizonyítja, hogy ezen a hőmérsékleten a felületre tapadt grafitos szennyeződés ég el.



2 ábra. Hidegen hengerelt lemez felületi karbonszennyezettségének felvétele

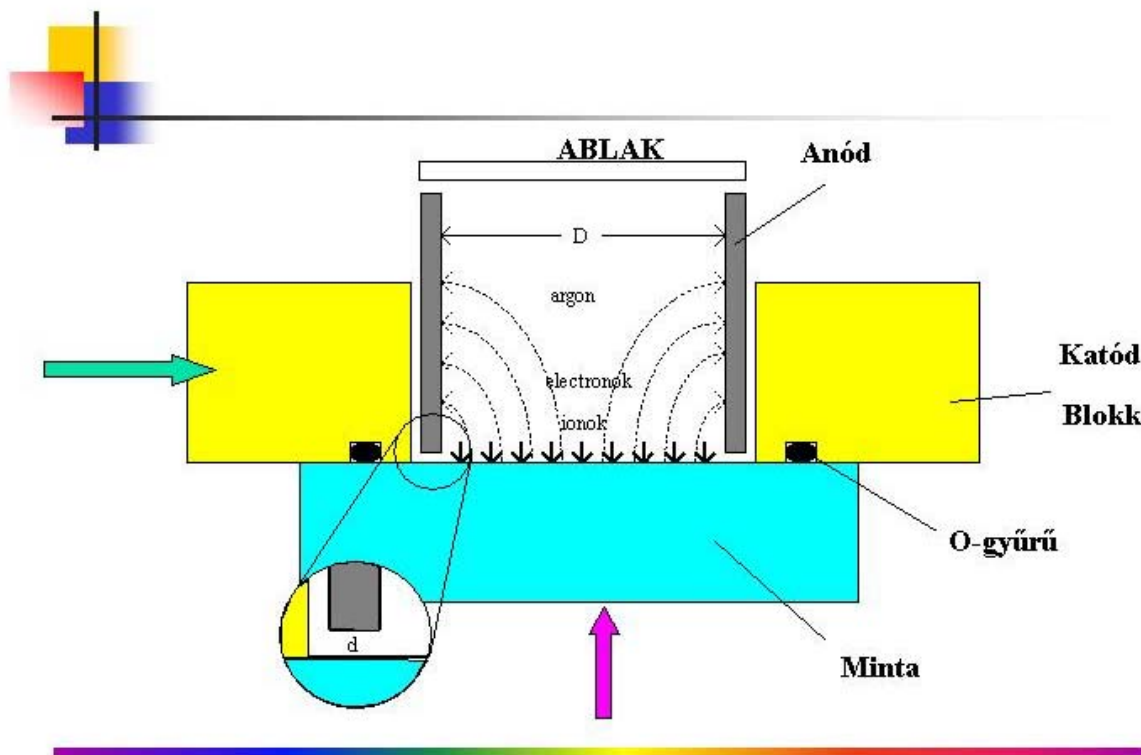
## Felület - és összetétel vizsgálat ködfény-kisüléses optikai emissziós spektrometriával

A GD(OE)S rövidítés, amivel ezt a spektrometriai ágat jelölni szokták az angol Glow Discharge (Optical Emission) Spectrometry elnevezésből származik.

Bár a ködfénykisülés, parázzsfény kisülés (vagy Glimm-kisülés, ahogy Magyarországon az elnevezés elterjedt) jelenségét már 1968 után alkalmazni próbálták analitikai célra, a Grimm-lámpa névvel tisztelt gerjesztőforrás csak a 90-es években vonult be igazán az anyagvizsgálatok körébe és a rádiófrekvenciás gerjesztés 1997-ben történt - gyakorlatban is alkalmazható - megvalósítása kiterjesztette a vizsgálható minták körét a nem-vezető anyagok területére is.

### A mérés elve és a mérőberendezés felépítése

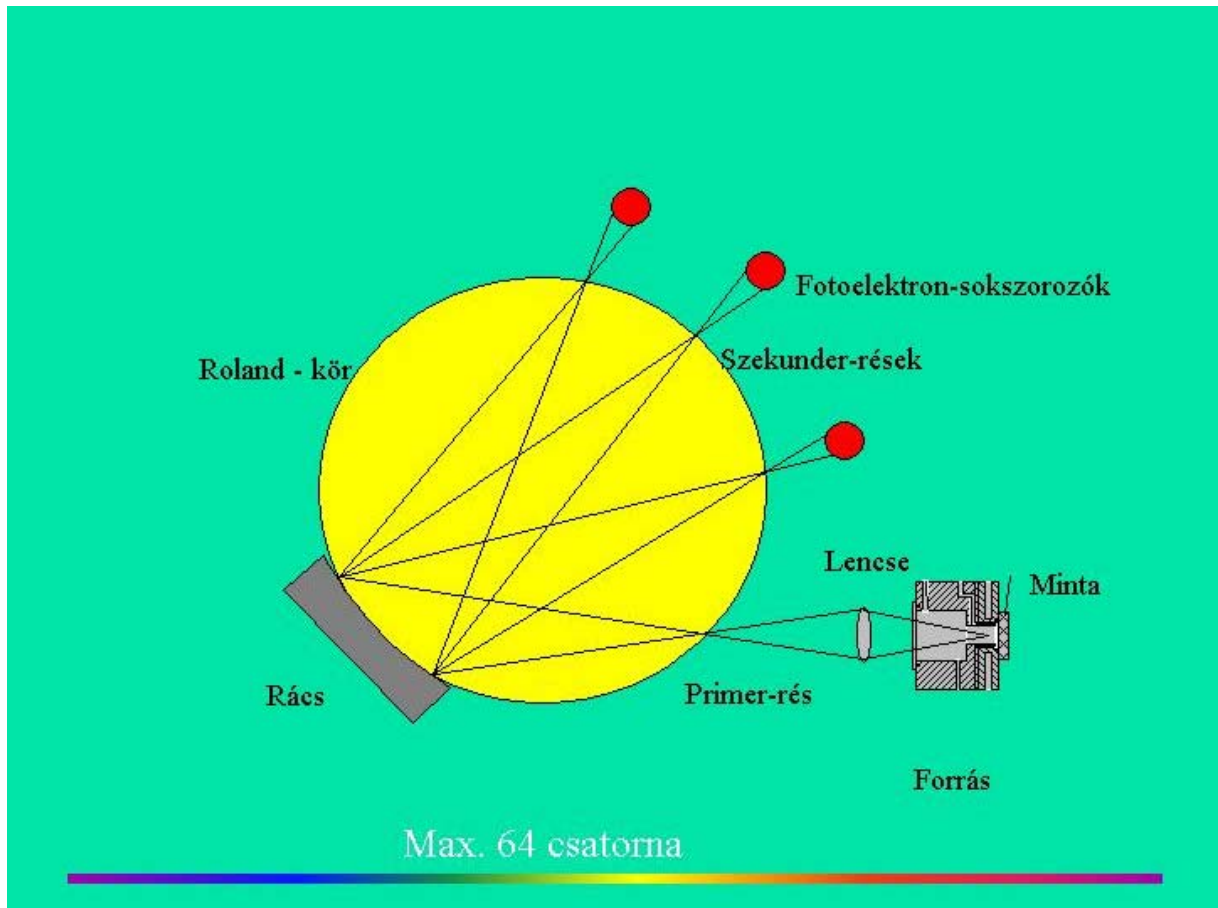
A sík felületű, kör vagy négyszögletes alakú mintát egy vákuumkamra egyik oldalához rögzítjük (3.ábra). A kamrát alacsony nyomású inert gázzal, az esetek többségében argonnal, töltjük fel. A minta felületétől 0,1 - 0,3 mm távolságra egy kör alakú, 2,0 - 8,0 mm átmérőjű anódot helyezünk el. Az anód és a vezető minta közé kapcsolt 400 V - 1000 V elektromos feszültség ( DC üzemmód) vagy pedig 13,56 MHz, 27,12 MHz, ill. 40,68 MHz frekvenciájú rádiófrekvenciás tér Glimm-kisülést indít az anód és a minta felülete közötti térben.



3. ábra. A gerjesztőforrás felépítése

A kisülés hatására a minta felületéről atomok porlasztódnak be a kisülési tér (hideg !) plazmájába, itt gerjesztett állapotba kerülnek és fényt bocsátanak ki. A fénysugárzás atomszínkép jellegű, azaz viszonylag vonalszegény és a széles koncentráció tartományban lineáris az összefüggés a koncentráció és az intenzitás között.

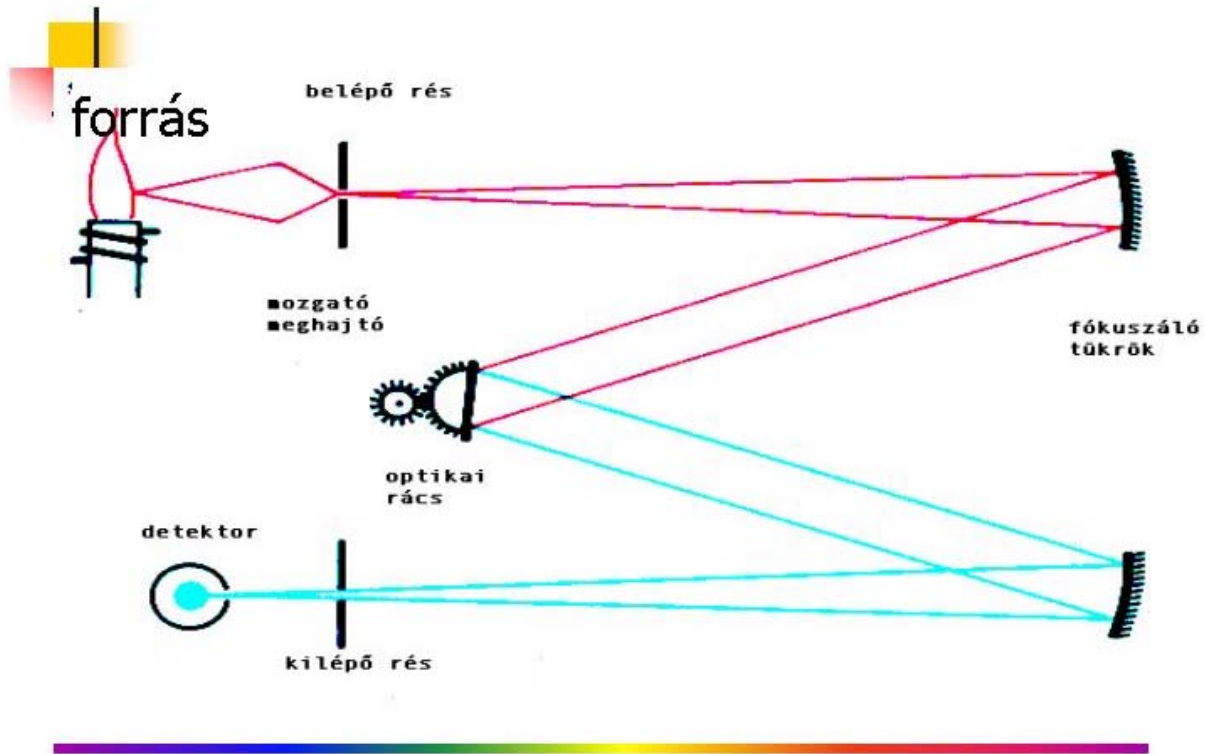
A keletkezett fényt a cső alakú anódon keresztül egy optikai emissziós spektrométer rácsára vezetjük, ahol megtörténik a fénynyaláb hullámhossz szerinti felbontása és egy körív mentén elhelyezett detektorok irányába való leképezése (4. ábra). A beépített detektorokkal történik az egyes elemek által kisugárzott fény intenzitásának mérése, majd ebből nemzetközi etalonokkal történt kalibrálás után a koncentráció kiszámítása. Ezen polikromátoros vagy szimultán mérőberendezéssel időben egyszerre lehetséges a mintában lévő elemek mérése, de csak azoké, amelyek fénysugárzásának mérésére a detektorokat beépítettük.



4. ábra. Optikai emissziós spektrométer felépítése

Lehetőség van monokromátor alkalmazására is, hiszen homogén minta esetén a minta leporlasztásával állandóan pótoljuk a plazmában az elemeket, így időben egymás után mérhetjük a különböző elemek fénysugárzásának intenzitását, azaz a koncentrációját. Ezen szekvenciális spektrométerrel egy univerzálisan alkalmazható berendezést kapunk (5. ábra).

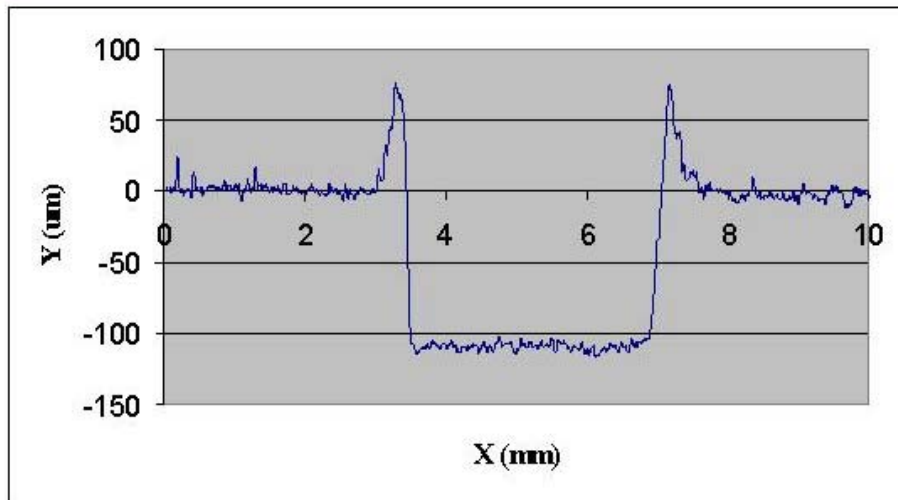
## Monokromátor (0.64m, 1m)



5. ábra. A monokromátor mérési elve

Ha a Glimm-kisülést a mintán bekapcsoljuk, folyamatosan történik a minta felületéről a minta anyagának beporlasztása a plazmába az anóddal szembeni területről. Itt egy kráter keletkezik (6. ábra) és a kisülés során folyamatosan, mélyül, azaz a minta egyre mélyebb rétegeiből kerülnek atomok a világító plazmába, így lehetőség van a különböző mélységben lévő rétegek összetételének meghatározására is.

A gyártó cégek által a mérőprogramokba beépített ún. kvantifikáló algoritmust felhasználva kiszámíthatjuk, hogy a porlasztás során az idő múlásával a felülettől számítva a minta milyen mélységben lévő rétegeből származnak az atomok, így lehetőség van a mélységprofil mérésére.



6. ábra. A ködfény-kisülés hatására keletkezett kráter a minta felületén

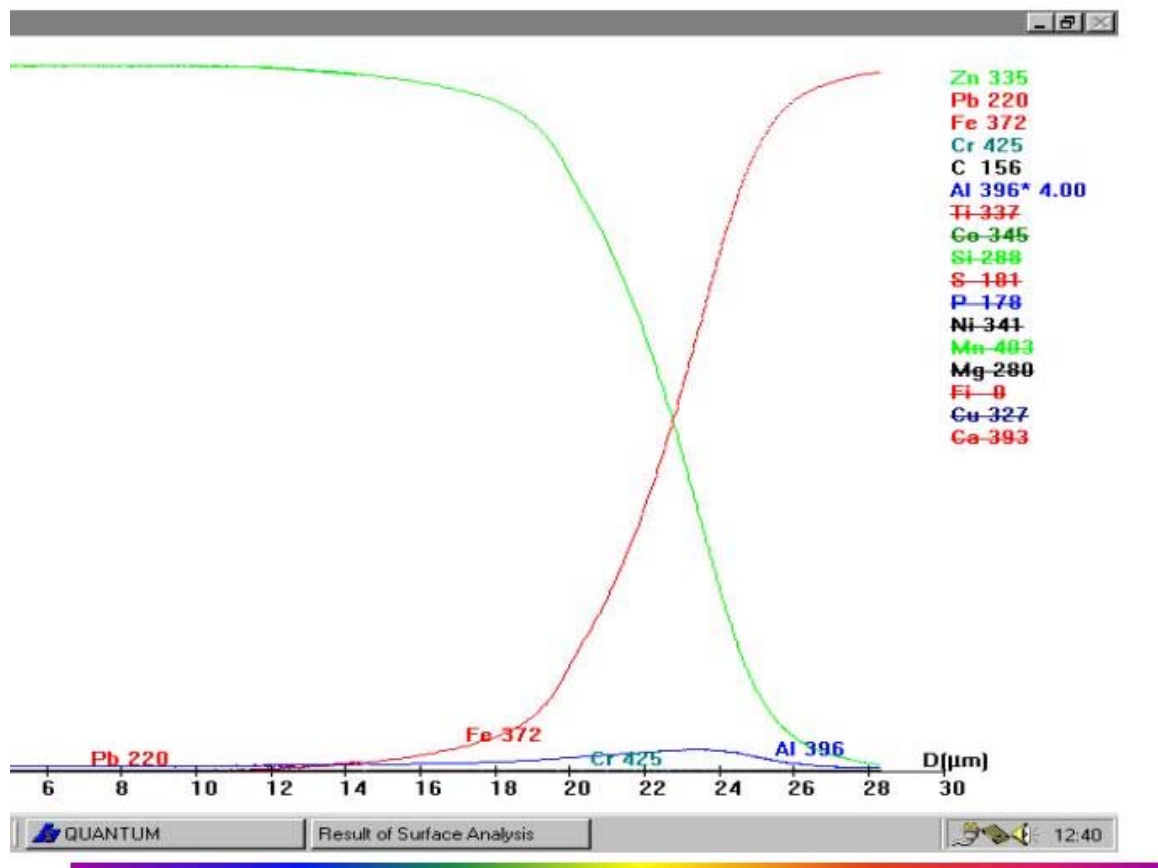
Az előzőekben leírtakból következik, hogy a spektrométer használata előtt kétféle kalibrációt kell hiteles anyagmintákkal elvégezni: Összefüggést kell keresni az adott hullámhosszúságú fény intenzitása és a fényt kibocsátó kémiai elem koncentrációja között. Ez a szokásos, minden spektrometriai elemzéskor használatos módszer. Különleges, csak itt használatos, azonban az, hogy meg kell határozni azt is, a mérés során éppen a minta milyen mélységű rétegéből származnak azok az atomok, amelyek a mért fényintenzitást kibocsátják.

Ez meglehetősen bonyolult, hiszen a különböző összetételű anyagok az adott gerjesztés hatására azonos idő alatt különböző mennyiségben (vastagságban) porlódhatnak le az anóddal szembeni területről, azaz a kráter képződésének sebessége különböző lesz. Így ebben a másféle "kalibrációban" meg kell mérni az egyes anyagfajtákra a számításoknál majdan használandó "sputtering rate" (= porlasztási sebesség) elnevezésű mennyiséget.

Ezt oly módon tehetjük meg, hogy a különböző összetételű nemzetközi standardokat rögzített gerjesztési paraméterekkel és meghatározott ideig porlasztjuk, majd megmérjük a keletkezett kráter mélységét mikronos pontossággal. A mérésekből számított "mélység / mérési idő" mennyiséget a készülék szoftwarébe beírva, a program a beépített, szabadalmaztatott algoritmus segítségével kiszámítja, hogy az adott kémiai összetételű minta esetén az előző mérések során rögzített gerjesztési paraméterekkel végzett mérés során éppen milyen mélységből származnak a fényt kibocsátó atomok.

Tehát a mérés során kapott mélységprofil, amely a mérési idő függvényében ábrázolja az egyes elemekre mért jelet (intenzitás, feszültség) átszámítjuk a kalibrálás alapján a mélység függvényében ábrázolt koncentrációvá (7. ábra).

Ez már az igazi mélységprofil!



7. ábra. A mélységprofil kiszámítása

Külön érdekessége a módszernek a viszonylagos mátrixfüggetlenség. Ez elsősorban abból adódik, hogy -mint fentebb említettem - a színkép atomszínkép jellegű.

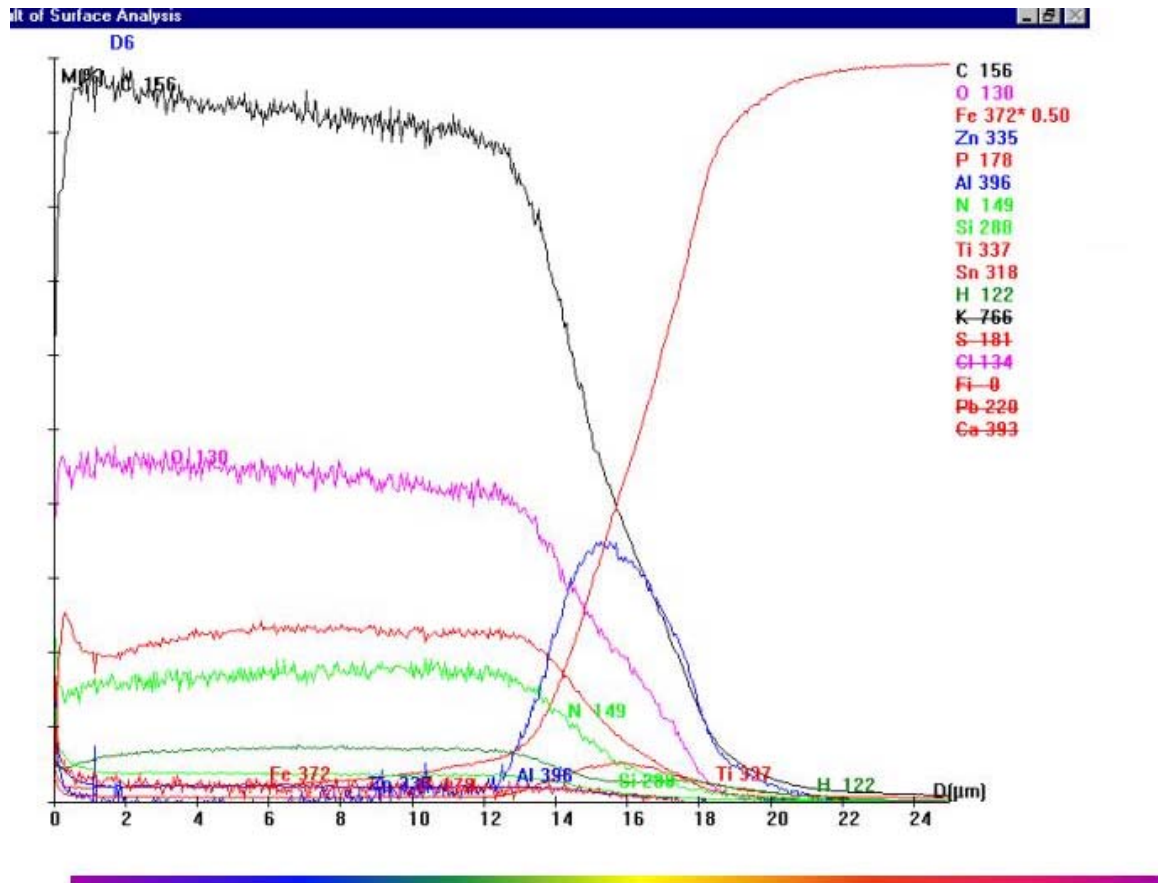
Az alkalmazási területek miatt ennek rendkívüli jelentősége van, hiszen ha például egy horganyozott acéllemezt vizsgálunk, akkor először cink mátrixban kell meghatározni a vasat mint nyomelemet majd, amikor a kráter mélysége olyan nagyra nőtt, hogy átértünk a bevonaton, akkor már vas mátrixban a cinket, mint nyomelemet kell analizálni.

Természetesen az összes többi alkotót a mérés során végig mérni kell mind a két mátrixban.

Ha a porlasztásra egyenfeszültséget alkalmazunk (DC üzemmód), csak elektromosan vezető anyagú minták összetételét, illetve különböző mélységben lévő rétegek összetételét határozhatjuk meg.

Ha a porlasztásra rádiófrekvenciás teret használunk (RF üzemmód), akkor a vezető anyagokon kívül a nem-vezető, szigetelőanyagú minták összetételét ill. rétegfelépítését is vizsgálhatjuk (8. ábra).





8. ábra. Többrétegű bevonat mélységprofilja

A fent vázolt felépítésű optikai emissziós spektrométerrel a Glimm-kisülés adta lehetőségekkel élve különböző, széleskörűen alkalmazható és egészen speciális felhasználási területek jelölhetők ki.

### Általános alkalmazási lehetőségek

- Különböző bázisú fémötvözetek összetételének meghatározása.  
(A hétköznapi ötvözetektől az extrém anyagokig.)
- Fémbevonatok vastagságának és összetételének meghatározása fém szubsztráton
- Többrétegű fémbevonat vastagságának és összetételének meghatározása
- Műanyagbevonatok vastagságának és összetételének meghatározása fémeken
- Fémek felületi szennyezettségének vizsgálata (vastagság és összetétel)
- Passzíváló bevonatok vizsgálata
- Korróziós rétegek összetételének, mélységprofiljának és vastagságának mérése
- Festett felületek festési vastagságának és a festék összetételének vizsgálata
- Különböző rétegek összetételének meghatározása a felülettől számított mélység függvényében
- Különböző elemek eloszlásának mérése a mélység függvényében
- Fémes és nemfémes elemek koncentrációjának és eloszlásának meghatározása a felületen.

## Összefoglaló értékelés

A felületi karbon elemzések egyre nagyobb szerepet játszanak a további feldolgozásra kerülő lemezek minőségi jellemzőinek meghatározásában.

A két felületvizsgáló műszer segítségével széleskörűen alkalmazható elemzési eredményeket nyújtó felületanalitikai vizsgálati módszerek állnak rendelkezésünkre.

Meghatározhatjuk különböző bázisú fémötvözetek összetételét, ha az adott alapfém elemző vonala a berendezésbe be van építve, vagy a monokromátoron beállítható. Rádiófrekvenciás gerjesztés esetén ebbe beleértendők a nemfémek és a nemfémek (nem-vezető) minták is.

Ezen multibázisú alkalmazás széleskörű lehetőséget biztosít a különböző, egészen speciális összetételű fémötvözetek elemzésére.

A ködfény-kisülés plazmájában gerjesztett atomok színeképek vonalai széles intenzitástartományban lineáris mérőgörbét adnak. A nagysebességű detektálórendszereket és a detektorokra adott feszültség szabályozását felhasználva így ugyanazon vonal alkalmas lehet a nyomelem és főelemként történő elemzésére.

Rádiófrekvenciás gerjesztést használva ez alkalmazható vezető és nem-vezető anyagú minták esetén is.

A felületi rétegek összetételének, mélységprofiljának vizsgálatán kívül természetesen lehetőség van a rétegek vastagságának és felületi sűrűségének mérésére.

## A jövő

A jövőre nézve olyan konkrét fejlesztéseket említünk meg, amelyek az elkövetkező 5 – 10 évben esedékesek.

A legkönnyebb út arra, hogy számba vegyük ezeket a fejlesztéseket, ha a GD – OES technikát 3 fő területre osztjuk: berendezések; elmélet és módszerek; és alkalmazások.

A GD-OES technika jövője nagymértékben függ a piaci kereslettől és a más technikák fejlődésétől. Új ötleteket szerezhethetünk és közvetlenül is átvehetünk dolgokat más módszerektől. A jövőben lehetőség nyílik hibrid rendszerek létrejöttére más technikákkal, mint ahogy ilyenek már léteznek vagy fejlesztés alatt vannak.

A gyártók és a kutatócsoportok azon dolgoznak, hogy új paramétereket vezessenek be a rádiófrekvenciás forrás/plazma paramétereinek leírására. Ezen kiegészítő jellemzők sokat segíthetnek a RF plazma tanulmányozásában, új utakat nyíthatnak a forrás szabályozására vagy lehetőséget adnak az adatok korrekciójára, hogy megnövelhessük a pontosságot és a megbízhatóságot.

Nem egyszerű dolog az új paraméterek mérése, de gondoskodnunk kell az eszközökről, hogy a gyakorlatban és megbízható módon meg tudjuk mérni ezeket, és meg kell határoznunk milyen paramétereket vagy paraméterkombinációkat kell mérni az általános és a speciális alkalmazásokhoz. A lehetséges paraméterek és alkalmazások nagy száma azt jelenti, hogy ezt néhány évig folytatni kell.

Az egy minta mérési eredményének pontossága függ a belső pontosságtól (azaz a jel változásától a gerjesztés alatt) és függ a külső pontosságtól (azaz a változásoktól gerjesztésről gerjesztésre, amit nem a minta inhomogenitása okoz). A jó RF berendezés tipikus belső pontossága kisebb mint 1 % a fő és ötvöző elemekre, fémekben. A külső pontosság rosszabb

ennél, ezért ezt figyelembe kell venni, hogy az összetétel meghatározásoknál a GD – OES versenyben maradjon.

Ennek a változásnak a fő oka a minta felületének előkészítése, a karcok a felületen vagy a plírozás finom nyomai. De a minta a forrás katódja és így mint a forrás részét ezt is figyelembe kell venni.

Az elmúlt években sok laboratórium megpróbálkozott a fény-jel növelésével és ezzel az érzékenység növelésével, hogy áttörje a ppm gátját. Ezek közé tartozott a mikrohullám és a mágneses mező alkalmazása, a gáz injektálás, stb. [1] Ezek közül egy sem került még be a kereskedelmi készülékekbe. Néhány legújabb próbálkozás a DC és az RF kombinálása, [2] az üreg katód / sík katód geometria kombinálása, [3] és az impulzus gerjesztés. [4]

Túl korai még az első két kísérlet széleskörű elterjedését jóslni, de az világos, hogy az impulzus gerjesztés számos előnyt kínál.

A plazma pulzálását a forrásra adott feszültség pulzálásával DC és RF módban is elő lehet idézni, de az RF gerjesztésnek magmarad az az előnye, hogy vezető és nem – vezető mintát is lehet vizsgálni.

Az analitikai célra használandó impulzus gerjesztéssel működő források optimális beállítását még meg kell határozni. Az már látszik, hogy mikro-szekundumtól mili-szekundumig terjedő impulzusokat lehet használni különböző ismétlési idővel (azaz változó működési periódussal) és sokkal nagyobb gerjesztési teljesítménnyel mint a folytonos gerjesztésnél.

A magasabb teljesítmény és az alacsony ismétlési frekvencia nagyobb érzékenységet biztosít, kevésbé melegíti fel a mintát és új lehetőséget nyújt a plazma-folyamatok vizsgálatára és a felületek kémiai feltérképezésére. [5]

Jelenleg minden magasan fejlett berendezés fotoelektron-sokszorozókon (FES) alapuló spektrométereket használ mind a polikromátorban, mind a monokromátorban. Ez azért van, mert a FES –nek sokkal nagyobb a dinamikus tartománya és a sebessége mint a most rendelkezésre álló szilárdtest detektoroknak.

Ezen FES –alapu spektrométereket fejlesztik, növelik a stabilitást, az érzékenységet, stb. Lassan, ahogy a tudásunk növekszik, jobb analitikai vonalakat választunk, jobb érzékenységgel, alacsonyabb interferenciákkal és alacsonyabb vagy ismert mátrix – függőséggel. Ezek a spektrométerek jobban automatizáltak lesznek például kezelésükben és a driftkorrekcióban és teljesen automatizáltak a nagyfeszültség szabályozásában.

Ahogy egyre több gyakorlatra teszünk szert a relative alacsony fényintenzitások mérésében a GD-OES-ben, úgy egyre jobb eszközöket találunk a zajszint csökkentésére, mindkettőt a spektrométeren belül és a jelfeldolgozásban.

A technika másik két korlátja, néhány esetben a korlátozott mélységfelbontás és a térbeli felbontás hiánya. Ezt tökéletesíteni lehet a spektrométer méretezésével.

Lassan a szilárdtestspektrométereket is bevezetik a GD-OES technikába, főleg az alacsony teljesítőképességű szinteken. Ezek a rendszerek nagyon mély benyomást tesznek a felhasználókra, mert alacsony az áruk és lehetséges a spektrum nagy részének egyidejű felvétele, de jelenleg hiányzik a megfelelő spektrális felbontás és sebesség. Ha a jövőben növelni lehet a teljesítőképességüket és fejleszteni a korlátozott térbeli felbontást valamint érvényesíteni lehet a sok-vonalas lehetőségeiket, akkor versenytársai lesznek a FES alapú spektrométereknek.

A másik lehetséges út a FES (fotoelektron sokszorozó) alapú és a szilárdtest spektrométerek kombinálása egy berendezésen belül, így kihasználható mindkettő erőssége. A közeli

jövőben kifejlődik a spektrométerek egy nagyobb választéka, lefedve az ár és a teljesítmény széles tartományát.

A minta előkészítésén és a készülékbe helyezésén kívül a szoftware az, amivel a felhasználó a legtöbb időt tölti a berendezéssel kapcsolatban. A készülék minősége, az operátor gyakorlata és szakérteleme, valamint a szoftware határozza meg együtt az analitikai eredmények minőségét. A használat könnyűsége és a szoftware adottságai az eredmény növekvően fontos részét képezik. A szoftware egyre intelligensebb lesz, mentesíti az operátort és így több időt tölthet a mintakezeléssel és az eredmények értékelésével. A szoftware képes lesz javaslatot tenni a forrás beállítására, az elem kiválasztására, stb, még speciális alkalmazások esetén is. A kalibrálás jobban automatizált lesz a kalibráló függvények és a korrekciók meghatározásánál.

A különböző operátorok különböző jogosultsági szintekkel léphetnek be és a felhasználói interfész alkalmazkodni fog a gyakorlatukhoz. Az internethez való kapcsolódás lehetővé teszi a közvetlen tanulást és segítséget.

Az előzőleg publikált munkák megmutatják hogyan lehet a mélységfelbontást javítani a kráter alakja hatásának figyelembevételével a mélységprofilra. A javító algoritmust be kell építeni a kereskedelmi szoftwarebe is.

Ahogy növekszik a tudásunk a GD-OES területén, könyvtárnyi információt gyűjtünk össze. Ezelket terjeszteni kell, összehasonlítani és a szoftwarekben olvashatóvá tenni.

A porlasztási sebesség mérése a legnagyobb hibaforrás a GD-OES analitikában. Általában ez 3 – 15 % között változik. Lassan a GD közösség összegyűjti az általánosan használt több száz etalon porlasztási sebességét, de ezen vizsgálatok minősége jelentős mértékben változik. Algoritmusok kerültek kifejlesztésre a porlasztási sebességek kiszámítására, remélhetőleg ezek alkalmasak lesznek a mért értékek összehasonlítására vagy helyettesítésére és a számított értékek egyre pontosabbnak bizonyulnak.

Általában a porlasztási sebességet a mélység osztva a mérési idővel alapon mérik, azaz mm/perc dimenzióban.

A mélységet át kell számítani tömeg / felületegység értékre, korrigálva a sűrűséggel. Ez azt jelenti, hogy szükségünk van az anyag pontos sűrűségére. A sűrűségi adatokat tartalmazó könyvtárak már fejlesztés alatt vannak. De a szoftwarenek szintén képesnek kell lenni a sűrűség kiszámítására, hogy át tudja számítani a mérési időt mélységgé a mennyiségi mélységprofil kiszámításánál. Ezeket a sűrűség számítási algoritmusokat össze kell hasonlítani és ki kell terjeszteni az új anyagokra is.

Sok, a GD-OES-ben általánosan használt vonal kis spektrális interferencia hatása alatt áll, de néhány vonal nagyon zavart, különösen ha az elem nyomelem koncentrációban van jelen a mintában, vagy változások vannak a háttér-jelben az egyik mátrixból a másikba való átmenetnél a mélységprofil mérésekor. Az ismert interferenciák vonalkönyvtára lassan elkészül és tökéletesednek az eszközök a szükségessé váló háttér korrekciókhoz.

Nincs mód a DC vagy RF módban működő GD forrásnál az emissziós hozam változásának teljes közömbösítésére, amelyet a szabad forrás-paraméterek vagy a minta mátrixának változása okoznak. Ezek a változások vonal-specifikusak, így ezekről lassan növekszik az ismeretünk.

Bizonyos elemek esetén néhány vonal jobb mint a másik speciális alkalmazásokra, mert figyelembe kell venni az önabszorpciót, vonal átlapolódást, érzékenységet, stb. Azok az adatbázisok, amelyek azt tartalmazzák, hogy mely vonalak a jobban használhatóak az egyes alkalmazásokban, szintén fejlesztés alatt vannak.

Egyes munkák [6] felélesztették ismét az érdeklődést a molekulasávok iránt. Ezek a sávok információt nyújtanak a felületen található molekulákról, nem csak az elemekről. A GD közösség csak kevés információval rendelkezik még a GD-OES –re vonatkozó molekulasávok tekintetében.

A GD plazma modellezésre vonatkozó munka főleg 2 laboratóriumban folyik. [7 – 8].Ez a munka a plazmában lezajló alapvető fizikai folyamatok mélyebb megértéséhez vezet. Tökéletesedni fognak az analitikai módszerek amint többet értünk meg abból, hogy a változó készülék – paraméterek hogyan befolyásolják a plazmát.

A nemzetközi szabványosítási szervezet ISO/Technical Committee 201/Sub Committee 8 (GDS) hamarosan befejezi a második nemzetközi szabványt a cink/aluminium bevonatokról. Több szabvány is kibocsátásra kerül , nevezetesen a nem-vezető bevonatokról.

Egyre több laboratórium növeli a nyomást, hogy a helyi, a nemzeti vagy a nemzetközi szabványokat az analízisről és az eredményközlésről összhangba hozzák. Ez a nyomás a gyártókat arra készíti, hogy az analitikai módszerek és eredményközlések jobban és jobban megfeleljenek ezeknek a szabványoknak. A sürgető terület a mérési bizonytalanságok megadása. Például a jövőben többé nem lesz elégséges sok esetben az egyszerű eredmény és a szórás közlése, hanem szükségessé válik az eredmény és a mérési bizonytalanság vizsgálata is.

A GD-OES technika sok tulajdonságát a kapcsolódó területektől örökölte és most szükségessé vált a GD-OES egyedi szempontjainak érvényesítése. Ez magában foglalja például az összetétel vizsgálatoknál használatos kalibráló függvényeket is. Azokat az eltéréseket a kalibrálás és az analízis során, amelyek kívül esnek a készülék pontosságán, például a változások a porlasztási sebességben, nem tartalmazza a kalibrációs függvény.

Egyre több és több mintatípust lehet sikeresen vizsgálni. A GD-OES technika korai éveiben csak a fémek mennyiségi elemzésére volt lehetőség, aztán jött a fémbevonatok sora, amelyek közül kiemelkedik a cink és aluminium bevonat acéllemezen. Ez a lista most már másfajta fémbevonatokat is tartalmaz, mint például az elektrolitikus bevonatok, nem – fémes vezető bevonatok, kemény kérgék vizsgálata , valamint a színezett polimer rétegek és üveg filmek.

Jelenleg sok laboratórium dolgozik a különböző oxide filmek és üvegre felvitt filmek elemzésén. Minden új alkalmazás egy új kihívást jelent a GD-OES analízis számára és új ismereteket a mintáról és az elemző technikáról.

A különböző mintatípusok különböző elem csoportokat tartalmaznak, különböző koncentráció tartományban, így más-más módon kell előkészíteni és más gerjesztési paraméterek kell alkalmazni a méréskor. Ezek ismerete szétterjed a GD közösségben , összegyűlik és beépül a készülék tervezésébe és a szoftware-be. A felhasználók a speciális alkalmazásokhoz cél készülékeket és programokat tudnak vásárolni az általános berendezésekhez.

A GD-OES technika egy kiforrott technika. Ezt a plazmával és kulcs-paramétereivel kapcsolatos ismereteink szintjéből is lehet látni, valamint a kereskedelmi készülékek magas teljesítőképességéből és a jelenlegi alkalmazások széles választékából. A GD-OES berendezések eladása folyamatosan növekszik, ahogy ez az elemzési módszer egyre szélesebb körben válik ismertté és elfogadottá, különösen a felületvizsgálatok területén.

De a sok év ellenére, míg ezt a szintet elérték, az érdeklődés és a lelkesedés a GD –vel foglalkozók között nem csökkent. A hosszú ideje GD méréssel foglalkozó embereket továbbra is elbűvöli ez a technika. A GD közösséghez csatlakozó új szakemberek új ötletekkel és intuíciójukkal erősítik a technikát. De még sok tennivaló marad. Még sok ötlet van a készülékfejlesztéssel kapcsolatban a fent említteken kívül is. Még sokat kell megtudnunk a csodálatos plazmáról és sok analitikai kihívás marad, különösen az új alkalmazások területén.

### **Irodalom**

- [1] *R. Payling, in R. Payling, D.G. Jones and A. Bengtson (Eds): Glow Discharge Optical Emission Spectrometry, John Wiley & Sons, Chichester (1997), pp. 70-76.*
- [2] *K. Wagatsuma and H. Matsuda: Spectrochim. Acta B, 54 (1999) 527.*
- [3] *C. Yang and W.W. Harrison: Spectrochim. Acta B, 56 (2001) 1195.*
- [4] *W.W. Harrison: J. Anal. At. Spectrom., 13 (1998) 1051.*
- [5] *V. Hoffmann: Private discussion (2001).*
- [6] *A. Bengtson and S. Hagstrom: Presented at ECASIA (2001).*
- [7] *A. Bogaerts and R. Gijbels: J. Anal. At. Spectrom., 16 (2001) 239.*
- [8] *P. Belenguer, L.C. Pitchford and J.C. Hubinois: J. Anal. At. Spectrom., 16 (2001) 1.*

## ÖSSZEFOGLALÁS

*Richard Payling – Pallósi József: Felületelemzési módszerek a fémiparban*

A szerzők a fémiparban használatos két felületvizsgálati módszert bemutatnak be: A felületi karbonszennyeződés termikus meghatározását és a széleskörűen használható rádiófrekvenciás gerjesztésű ködfény-kisüléses spektrometria alapjait, alkalmazási területeit és várható fejlődési irányát.

## SUMMARY

*R. Payling – J. Pallósi: Surface analytical methods in metall industry*

The authors show two surface analytical methods used in metall industry: The surface carbon thermal determination and in wide area used glow discharge optical emission spectrometry with radiofrequencies excitation source, base , application areas and future developments in GDS.