



Dem Kilogramm auf der Spur

Die Spezialisten des Masselabors von METAS bauten in Rekordzeit ein Experiment zur chemischen Oberflächenanalyse von Gewichtsstücken auf. Die Apparatur dient der Untersuchung von Effekten, die für die Instabilität der Masse-Einheit Kilogramm verantwortlich sind. Mit dem Start der ersten Messungen erreichten sie ein wichtiges Etappenziel im Projekt «Kombinierte Methoden». Die Forschungsprojekte «Watt-Waage» und «Avogadro» zur Ablösung der Masse-Einheit Kilogramm, aber auch kommerzielle Anwendungen, werden davon wesentlich profitieren.

PETER FUCHS

Das grosse Problem des Internationalen Kilogramm-Prototyps und der Kopien in den nationalen Metrologieinstituten besteht darin, dass die Masse dieser Zylinder aus Platin-Iridium nicht konstant bleibt. Obwohl mit Glasglocken geschützt und unter besten atmosphärischen Bedingungen aufbewahrt, reagieren sie mit der sie umgebenden Luft. Atmosphäregase und andere Verschmutzungen können sich an ihrer Oberfläche ablagern. Dadurch ändert sich die Masse dieser Zylinder.

Oberflächeneffekte an Massennormalen

Um diesen höchst unbefriedigenden Zustand besser in den Griff zu bekommen, startete METAS im März 2004 ein Forschungsprojekt zur Untersuchung dieser Oberflächeneffekte an Massennormalen. Eine bessere Kenntnis der Oberflächeneffekte ist vor allem für die Projekte zur Neudefinition des Kilogramms (Watt-Waage und Avogadro) von grosser Bedeutung. Die beiden Kernstücke des Experimentes sind eine 1 kg-Vakuumwaage, mit der die Gewichtsänderungen durch Adsorbatschichten direkt gemessen werden können, und eine chemische Oberflächenanalyse, mit der die chemische



Probe Analysator Röntgenquelle

1: Blick in die Vakuumkammer der chemischen Oberflächenanalyse. Im Zentrum ist die Probe – ein 1 kg schwerer vergoldeter Zylinder – befestigt. Zur Erhöhung der Oberflächenempfindlichkeit lässt sich die ganze Waage mit der Probe gegenüber dem Analysator kippen. Analysator und Röntgenquelle bleiben dabei unverändert.

Zusammensetzung dieser Schichten untersucht werden kann.

Der Vorteil dieser kombinierten Methode liegt in der gleichzeitigen gravimetrischen und chemischen Analyse direkt an Gewichtsstücken [1]. Das Spektrometer zur chemischen Oberflächenanalyse wurde im Januar 2006 in Betrieb genommen.

Winkelaufgelöste Röntgenphotoemission

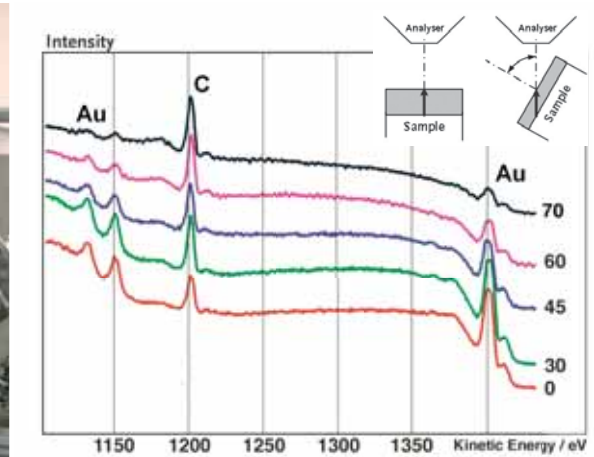
Die Oberflächenanalyse basiert auf dem Prinzip der Röntgenphotoemissi-

on XPS [2]. Durch Röntgenstrahlen können Elektronen aus der Oberfläche der Probe gelöst – emittiert – werden. Die Geschwindigkeit, mit der die Elektronen die Oberfläche verlassen, verrät, von welchen chemischen Elementen die Elektronen stammen. Aus der Geschwindigkeit und der Anzahl der Elektronen können somit die beteiligten Elemente und ihre Konzentration sehr genau bestimmt werden.

Bevor die Elektronen die Oberfläche verlassen können, müssen sie zuerst



z: Projekt «Kombinierte Methoden»: Die Messkammer zur Oberflächenanalyse («Pilz» links mit blauem Band) ist mit dem 1 kg-Vakuumpkomparator (Kammer rechts) verbunden.



3: Spektren einer mit Kohlenstoff verschmutzten Goldprobe für Winkel von 0 bis 70 Grad. Bei der gekippten Probe werden Elektronen analysiert, die mehr parallel zur Oberfläche wandern; die Oberflächenempfindlichkeit nimmt zu (kleines Bild). Die Linie der oberflächlichen Verschmutzung durch Kohlenstoff (C) wird mit zunehmendem Winkel immer deutlicher, währenddem die Linien des Golduntergrundes (Au) immer schwächer werden.

dorthin gelangen. Auf ihrer Reise dorthin können sie abgelenkt und gestreut werden. Nur Elektronen, die genügend nahe an der Oberfläche aus der Probe gelöst werden, können die Oberfläche überhaupt erreichen und verlassen. Diesen Umstand nützt man aus, indem man zusätzlich den Winkel, unter dem die Elektronen die Oberfläche verlassen, betrachtet.

Elektronen, welche die Oberfläche unter einem sehr flachen Winkel verlassen, können nur aus einer sehr oberflächennahen Schicht stammen, diejenigen, welche die Oberfläche senkrecht verlassen, können auch aus tiefer liegenden Schichten bis an die Oberfläche gelangen. Die winkelaufgelöste Analyse ermöglicht die Erstellung eines Tiefen- und Konzentrationsprofils der Oberfläche. Praktisch erreicht man eine solche Winkelauflösung, indem die Probe gegenüber der Analysatorachse gekippt wird (Diagramm 3).

Für die Watt-Waage . . .

Zur Neudefinition des Kilogramms werden weltweit grosse Anstrengungen unternommen. In verschiedenen Watt-Waage-Projekten [3] – so auch am METAS – versucht man, das Kilogramm auf Naturkonstanten rückverfolgbar zu machen. Diese Experimente

haben etwas gemeinsam: Sie werden im Vakuum durchgeführt. Den künftigen Repräsentanten des Kilogramms werden unter reduzierter Atmosphäre oder im Vakuum Naturkonstanten zugewiesen.

Zur Weitergabe der Einheit müssen diese Gewichtsstücke anschliessend wieder an die Atmosphäre gebracht werden. Bei diesem Übergang lagern sich sofort Atmosphärgase an der Oberfläche der verwendeten Massen an. Eine chemische Oberflächenanalyse zum Verständnis dieses Vorganges ist deshalb auch für die Watt-Waage-Experimente sehr wichtig.

. . . und für das Avogadro-Projekt von Interesse

Ein anderer Ansatz zur Neudefinition der Kilogramms wird im Avogadro-Projekt gewählt [4]: Mittels einer perfekten und isotonen Siliziumkugel, die eine genau bekannte Anzahl von Atomen enthält, soll das Kilogramm realisiert werden. Auch bei dieser Siliziumkugel ist die Oberfläche das Problem, weil sie mehr oder weniger stark oxidiert. Der Erfolg dieses Projektes steht und fällt mit der genauen Kenntnis der Dicke und der chemischen Zusammensetzung der Oberflächenschicht der Kugel.

XPS als chemische Oberflächenanalyse ist eine sehr verbreitete und weltweit etablierte Methode. Die besondere Stärke des Experimentes bei METAS liegt in der Ausrichtung auf grosse und schwere Objekte. Dieser Umstand macht das Instrument weltweit einzigartig. In keinem anderen Gerät können Objekte von 1 kg Masse und bis 100 mm Durchmesser direkt analysiert werden. Das Interesse ist deshalb gross und eine mögliche Unterstützung des Avogadroprojektes durch METAS bereits in Diskussion.

Auch für andere metrologische und industrielle Anwendungen kann die neue Apparatur von Interesse sein. So könnte sie bei der besseren Charakterisierung von Volumennormalen oder bei der Suche von Oberflächenbehandlungsmethoden zur Herstellung kommerzieller Stahlgewichte eingesetzt werden. Entsprechende Ideen und erste Anfragen sind vorhanden.

[1] P. Richard, Pourquoi la masse diminue-t-elle sous vide ?, metINFO, Vol. 12, Nr. 1, 2005.

[2] D. Briggs, M. P. Seah, Practical surface analysis, John Wiley & Sons Ltd., Chichester.

[3] B. Jeckelmann, W. Beer, Hat das Urkilogramm ausgedient?, OFMETInfo, Vol.5, No 2, 1998.

[4] P. Becker, Rep. Prog. Phys. 46, pp. 1945-2008, 2001.