

Fokus Analytik

Newsletter der PL Analytik

September 2015



Photoelektronenspektroskopie:

Mit Röntgenkanonen auf Nanoschichten schießen

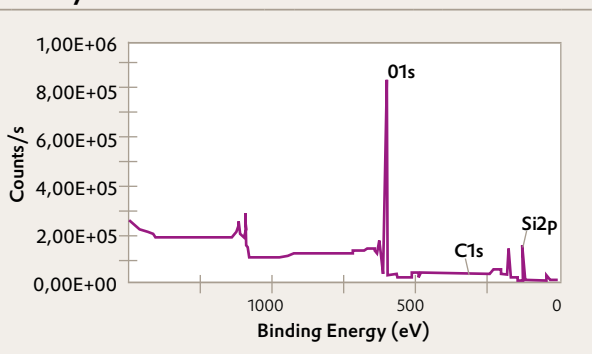
Beschießen von Oberflächen mit Röntgen-, Elektronen- und Ionenkanonen, und das unter Hochvakuum- oder Ultrahochvakuumbedingungen? Das mag zunächst nach Star Wars oder Raumschiff Enterprise klingen, aber außer Bordcomputer, Logbuch, Laborkleidung und High-Tech-Equipment haben die Spezialisten im Labor für Oberflächenanalytik wenig mit den Science-Fiction-Akteuren gemeinsam. Denn bei ersterem geht es um die Aufklärung der Oberflächenchemie von Produkten, um Materialien und Prozesse zu charakterisieren: Nanometer statt Lichtjahre.

Die Informationstiefe der sehr oberflächennahen XPS-Methode beträgt wenige Atomlagen (Metalle) bis hin zu mehreren Nanometern (bei Kunststoffen). Da die Energie der mit weicher Röntgenstrahlung herausgelösten Elektronen gemessen wird, muss mittels Turbomolekularpumpen ein Hochvakuum von bis zu 10^{-11} mbar

erreicht werden (dies entspricht in etwa dem Ultra-Hochvakuum, das die internationale Raumstation ISS umgibt). Erst dann ist es möglich, die kinetische Energie der herausgelösten Elektronen zu messen. Diese wird nun von der eingestrahelten Energie (bekannt, Röntgenquelle) abgezogen. Als Ergebnis erhält

man die Bindungsenergie der Elektronen, die nicht nur charakteristisch dafür ist, zu welchem Element die einzelnen Ursprungsatome gehören, sondern auch in welchem Bindungszustand sich diese befinden, z.B. als elementares Metall oder als Oxid, Sulfat oder Carbonat. ▶▶

Survey



Nachweis verschiedener Oxidationszustände von Platin

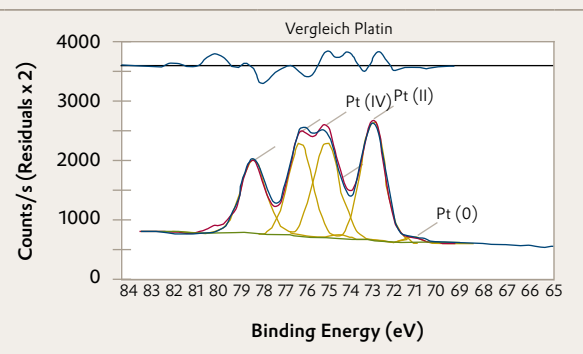


Abbildung 1: XPS-Übersichtsscan zur Untersuchung der Oberfläche einer gefällten Silica: Man erkennt die Hauptbestandteile Si (31,6 Atom-%) und O (68,3 Atom-%) sowie eine Spur von C (0,1 Atom-%).

Abbildung 2: Nach der Kurvenzerlegung (siehe gelbe Kurven) können die verschiedenen Pt-Bindungs Zustände in einer Platin-Probe quantifiziert werden.

Tiefenprofil einer Goldschicht auf einem Trinkglas

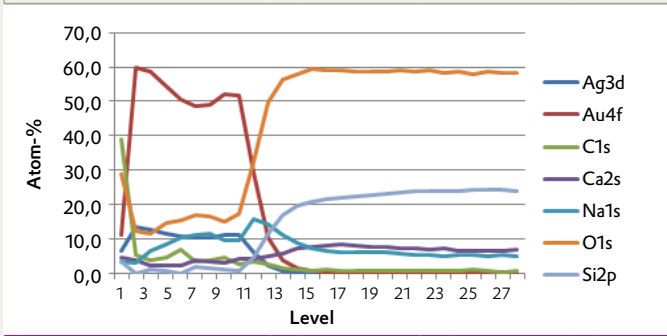


Abbildung 3: Nach 9 bis 11 Sputtervorgängen ist die Goldschicht abgetragen und es wird das darunterliegende Glas (Natriumsilikat) erreicht.

Untersuchung der Dicke einer Tantaloxidschicht auf metallischem Tantal

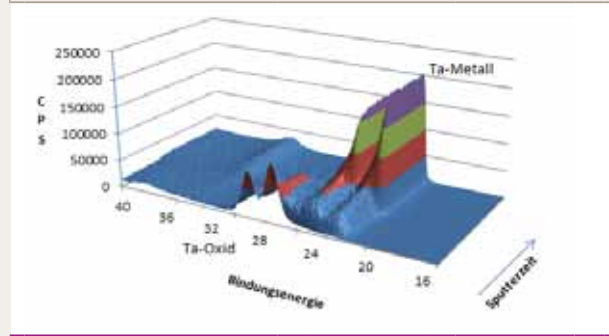


Abbildung 4: Man erkennt zunächst Signale von Tantaloxid (bei ca. 27 und 29 eV). Nach einer Sputterzeit von 800 s wird das darunterliegende reine Metall erreicht (Signale bei ca. 22 und 24 eV).

Die Quantifizierung der Elemente wird in Atom-Prozent angegeben und erfolgt zunächst aus einem intensitätsstarken Übersichtsscan (s. Abb. 1). Die Nachweisgrenze der Methode liegt bei etwa 0,1 Atom-Prozent (ist jedoch elementspezifisch). Zudem lassen sich fast alle Elemente des Periodensystems nachweisen (außer Wasserstoff und Helium). Üblicherweise werden Feststoffe gemessen, die im Hochvakuum stabil sind. Jedoch können auch Flüssigkeiten untersucht werden, nachdem sie mittels Flüssigstickstoff schockge-

froren und während der Messung in diesem Zustand gehalten werden.

Weitere Auswertungen befassen sich mit der mathematischen Kurvenzerlegung des gemessenen Summensignals der detektierten Elemente. Dadurch können die einzelnen Bindungs-/Oxidationszustände quantitativ ausgewertet werden (s. Platin-Spezies in Abb. 2).

Die Oberfläche einer Probe kann durch Sputtern kontrolliert abgetragen werden. Durch das mehrfache Wiederholen von Sputtern und Messen erhält man ein Tiefenprofil der Probe. Dadurch wird

die Informationstiefe der Methode vom Nanometer- in den Mikrometerbereich erweitert (s. Abb. 3 und 4). Besonders feinschichtige Mehrlagen- oder auch größere Schicht-Systeme (z.B. Speichersysteme, Katalysatoren, optische Gläser, Polymere) lassen sich auf diese Art und Weise untersuchen. Die sich daraus ergebenden Tiefenprofile geben Informationen über den Verlauf der Konzentration verschiedener Elemente sowie deren Bindungsenergie und sind komplementär zur EDX-Analyse im Rasterelektronenmikroskop.

Antworten auf verschiedene Fragestellungen:

Zu den vielfältigen Anwendungsfeldern der XPS gehören:

- Charakterisierung von Katalysatoren (z.B. Formierung, Aktivierung, Alterung, Oxidation, Reduktion, Vergiftung durch Fremdelemente bzw. Ablagerungen, Verkokung, Veränderung der Dispersion)
- Untersuchung von Pulvern (z.B. Aktivkohlen, Industrieruße, Mischoxide, Farbpigmente) auf Reinheit und zur Bestimmung von funktionellen Gruppen
- Untersuchung von beschichteten Folien und modifizierten Oberflächen (z.B. Silanisierung oder Funktionalisierung, Test auf Fremdelemente oder unerwünschte Bindungszustände relevanter Elemente)
- Schadensanalyse von Kunststoffbauteilen (Haftungsprobleme, Strukturfehler)
- Untersuchung der Verfärbung, Korrosion, Passivierung sowie Reinigung von Metallen und anderen technischen Oberflächen (Elementkonzentration, Einschlüsse, Schichtdicken)

Je nach Fragestellung wählen wir die entsprechenden Experimente aus, damit Sie die auf Ihre Bedürfnisse zugeschnittenen Ergebnisse erhalten. Ein hohes Qualitätsniveau aller Untersuchungen ist dabei selbstverständlich. Auf Basis ihrer umfassenden Erfahrung werden unsere Spezialisten auch Antworten auf Ihre Fragestellungen liefern.

Gerne erstellen wir Ihnen für Ihre speziellen Fragen ein individuelles Angebot. Bitte sprechen Sie uns an!

XPS

Die XPS (X-ray Photoelectron Spectroscopy) oder auch ESCA (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis) genannte Methode geht auf Kai Siegbahn zurück, der in den 1960er-Jahren das Konzept entwickelte und dafür im Jahre 1981 den Nobelpreis für Physik erhielt. Er nutzte den photoelektrischen Effekt zur Analyse von Oberflächen mittels Röntgenstrahlung.

Impressum

Evonik Industries AG
 Technology & Infrastructure
 PL Analytik
 Standort Darmstadt
 Kirschenallee, 64293 Darmstadt
 Standort Hanau
 Rodenbacher Chaussee 4, 63457 Hanau
 Standort Marl
 Paul-Baumann-Str. 1, 45772 Marl
 Kontakt: analytik@evonik.com
 Verantwortlicher: Dr. Matthias Janik
 Bilder: Evonik
 Stand der Information: September 2015
 Mehr zur Analytik erfahren Sie im Intranet von Technology & Infrastructure unter Standortmanagement > Analytik.