

## Studienarbeit

# Grundlegende Untersuchungen an Eisen- u. Eisenoxidfilmen

Bearbeiter: Kai Volgmann

Zeitraum: Nov. 2008 bis Mai 2009

Methodik: XPS

Betreuer: Prof. W. Maus-Friedrichs,  
Dipl. Phys. F. Voigts

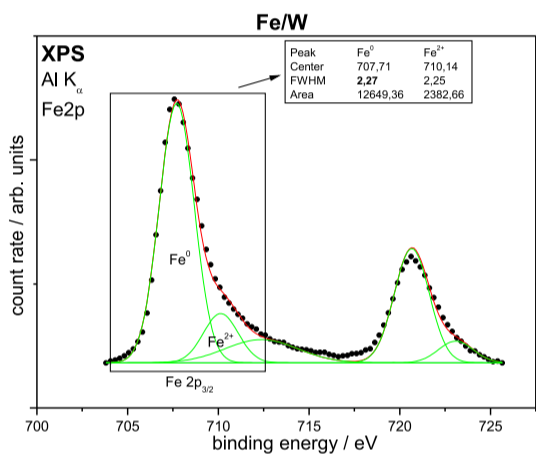


### Motivation:

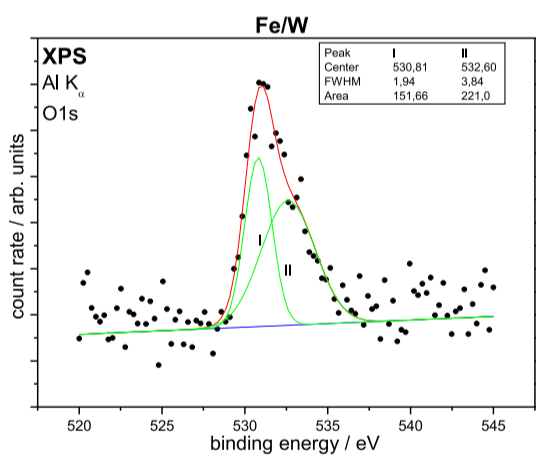
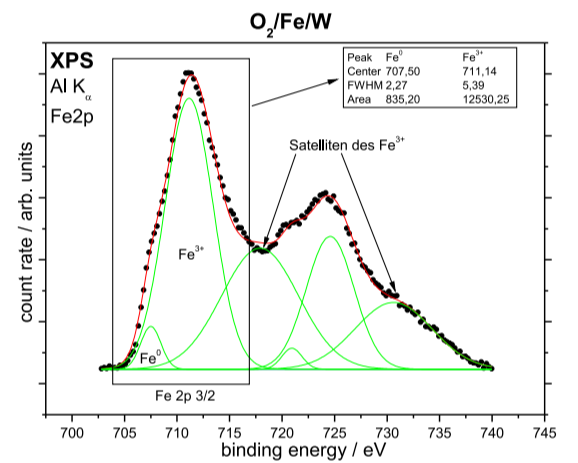
Für die weiteren Messungen im Rahmen des Themas "Marschemie" ist die Existenz eines Basisdatensatzes bzgl. Eisen- und Eisenoxidfilmen essentiell. Die mittels X-ray Photoelectron Spectroscopy gewonnenen Daten werden für die Charakterisierung von Eisenoxid-Pulverproben benötigt.

Deren Charakterisierung vor und nach Experimenten unter Marsbedingungen wird weitere Aufschlüsse über Reaktionsabläufe geben.

## XPS-Messungen an Fe- und Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Schichten



In Fig. 1 sind XP-Detailspektren einer reinen Eisenschicht zu sehen. Diese Schichten sind durch Sauerstoff leicht verschmutzt (< 10 at-%). Der wenige Sauerstoff führt zu einer Bildung von FeO. Begründet wird dies durch ein O : Fe Verhältnis von 0,99 und einem rel. Energieabstand von 2,43 zwischen dem Fe<sup>0</sup> und Fe<sup>2+</sup> Peak. Aus dieser Messung gewinnt man für den Fe<sup>0</sup> Peak als FWHM den Wert 2,27 eV, der für alle weiteren Auswertungen benutzt wird.



In Fig. 2 sind die XP-Detailspektren eines Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Films mit 11,2 nm Schichtdicke zu sehen. Das Verhältnis O : Fe beträgt 1,71. Der rel. Energieabstand zwischen dem Fe<sup>0</sup> und Fe<sup>3+</sup> Peak beträgt 3,64 eV. Er liegt um 1 eV zu höherer Bindungsenergie verschoben als der Fe<sup>2+</sup>, was nach der Literatur zu erwarten ist. Auch die Halbwertsbreite von 5,4 eV liegt im Rahmen dessen, was die Literatur angibt (4,5 - 5,0 eV). Trotz des leicht überstöchiometrischen Verhältnisses liegt eine Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Schicht vor und die Daten aus dieser Messung können weiter verwendet werden.

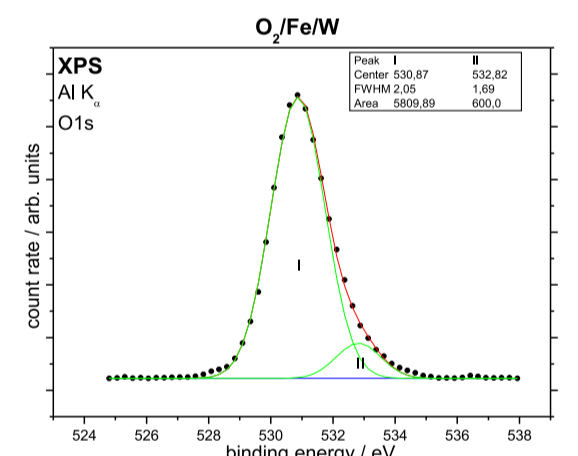
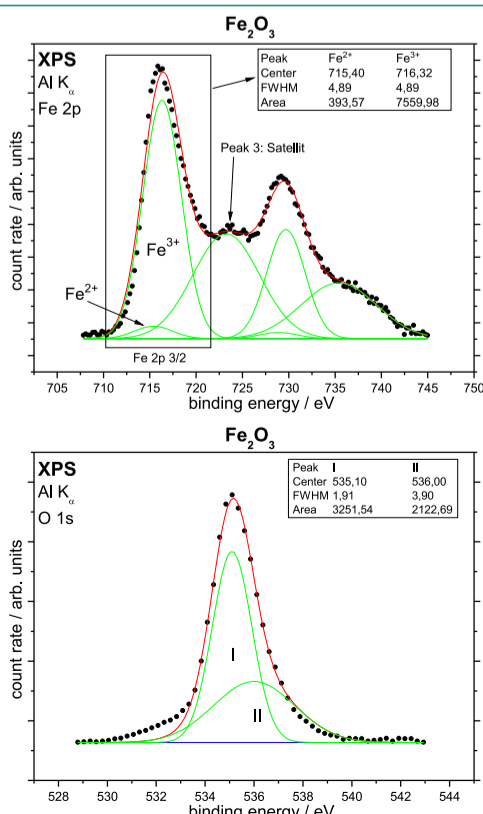


Fig. 1: XP-Detailspektren Fe-Film, Fe 2p<sub>3/2</sub> und O 1s

Fig. 2: XP-Detailspektren Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Film, Fe 2p<sub>3/2</sub> u. O 1s

## Vergleich mit Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Pulver



Ein Vergleich der selbst hergestellten Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Schicht mit einer Pulverprobe zeigt, dass ein kleiner Anteil Fe<sup>2+</sup> zu sehen ist. Dies ist bei einer Pulverprobe zu erwarten, da nicht alles in einem ideal stöchiometrischen Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> eingebaut sein kann. Der Anteil des Fe<sup>3+</sup> Peaks führt zu einem stöchiom. Verhältnis O : Fe von 1,85. Das stimmt mit den Daten zur Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Schicht überein. Lediglich der O 1s weist einen hohen Anteil an unkoordiniertem Sauerstoff (O 1s II) auf, der sich auf Sauerstoffeinschlüsse im Pulver zurückführen lässt.

Fig. 3: XPS an Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Pulver, Fe 2p<sub>3/2</sub> und O 1s

## Zusammenfassung/Ausblick

Durch diese Studienarbeit konnten grundlegende XPS-Daten bzgl. rel. Energieabstände, FWHM und Stöchiometrien an Eisen- und Eisenoxidfilmen gewonnen werden. Die Daten wurden auf ihre Konsistenz überprüft und mit der Literatur verglichen. Schließlich sind diese Daten dazu geeignet bei weiteren Messungen als Referenz verwendet zu werden.

Die hier gezeigten Messungen sollen im Rahmen einer Diplomarbeit fortgeführt werden. Dabei wird dann der Schwerpunkt auf weitere Messungen zur Weiterführung der Studienarbeit von B. Roos und D. Schwendt gelegt. Der photokatalytische Prozess unter Marsbedingungen, der zur Umwandlung von CO<sub>2</sub> zu CH<sub>4</sub> und HCOOH führt, wird mit Massenspektrometrie untersucht. Die Probenoberflächen werden vor und nach der Reaktion mit XPS und MIES/UPS charakterisiert. Am Ende soll eine Ratenbestimmung Aufschluss darüber geben, inwieweit dieser Prozess zu den Spuren von Methan und Formaldehyd beiträgt.