

Hochtemperatur-Verdampfung von Cd, Te und CdTe per Skimmer-Kopplung

Dr. Roland Wetzel und Dr. Carolin Fischer, Applications Laboratory Selb

Einleitung

Cadmiumtellurid ist ein wichtiger Halbleiterwerkstoff für Dünnschicht-Solarzellen, Strahlungsdetektoren und optoelektronische Bauelemente. Seine Leistungsfähigkeit hängt stark vom Cd/Te-Verhältnis, der Phasenreinheit und der thermischen Stabilität ab. Während Abscheidung, Tempern oder Recycling kann ein bevorzugter Verlust von Cd oder Te die Stöchiometrie verändern und die Materialqualität beeinflussen.

TG-MS-Messungen sind essenziell, da die Thermogravimetrie (TG) den Massenverlust quantifiziert, während die MS die freigesetzten Spezies anhand ihrer isotopenbezogenen Massenspuren identifiziert. Dadurch kann die Verflüchtigung von elementarem Cd und Te direkt mit dem Zersetzungs- bzw. Verdampfungsverhalten von CdTe verglichen werden. TG-MS-Messungen mittels Skimmer-System ermöglichen einen kurzen Gastransportweg von der Probe zum Massenspektrometer und sind besonders geeignet für kondensationsanfällige Stoffe wie Metalle, Salze und hochsiedende organische Verbindungen. Die kombinierten Informationen helfen dabei, sichere und stabile Prozessfenster für CdTe-basierte Materialien zu definieren. Die Messbedingngen sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Ergebnisse und Diskussion

Die TG-Skimmer-MS-Messungen zeigen eine eindeutige Korrelation zwischen dem Massenverlust und den isotopenbezogenen Ionenstromspuren von Cadmium und Tellur. Dies ist wichtig, da sowohl Cd als auch Te mehrere natürlich vorkommende Isotope besitzen. Die ausgewählten m/z-Spuren repräsentieren daher keine isolierten Einzelsignale, sondern charakteristische Isotopenmuster, die zur Bestätigung der chemischen Identität der freigesetzten Spezies herangezogen werden können.

Tabelle 1 Messbedingungen

Probe	**Cd**	**Te**	**CdTe**
Probenmasse	1,13 mg	1,00 mg	1,41 mg
Probenträger		TG Typ S	
Ofen		Graphit-Skimmer	
Tiegel		Al_2O_3 Tiegel, 85 µl, offen	
Atmosphäre		Spülgas: Helium, 50 ml/min Schutzgas: Helium, 20 ml/min	
Temperaturprogramm	20 bis 560 °C	20 bis 700 °C	20 bis 890 °C
Heizrate		10 K/min	

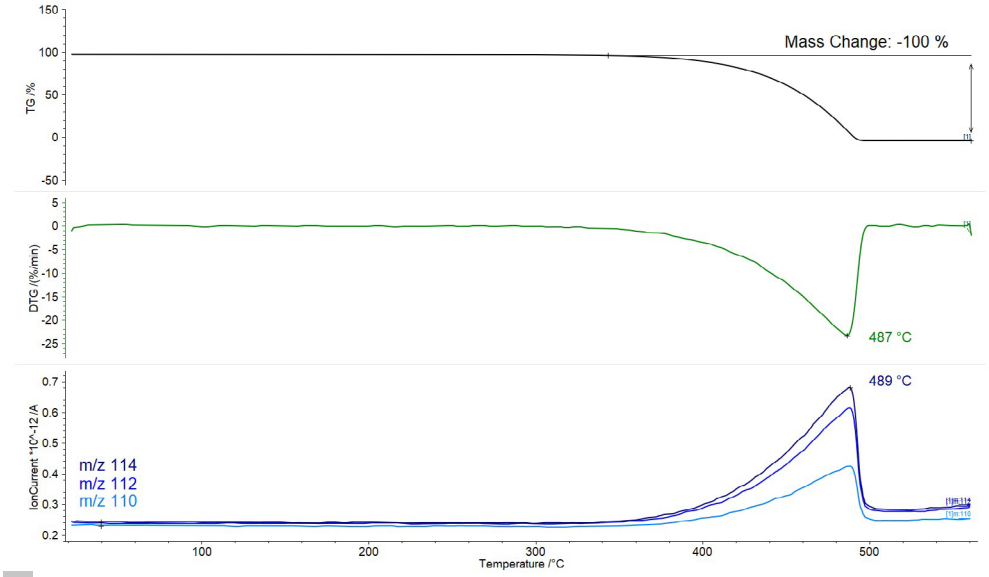
NGB · Application Note 483 · STA 509 Skimmer · DE · 1026 · Technische Änderungen vorbehalten.

NETZSCH-Gerätebau GmbH
Wittelsbacherstraße 42 · 95100 Selb · Deutschland
Tel.: +49 9287/881-0 · Fax: +49 9287/881505
at@netzsch.com · www.netzsch.com

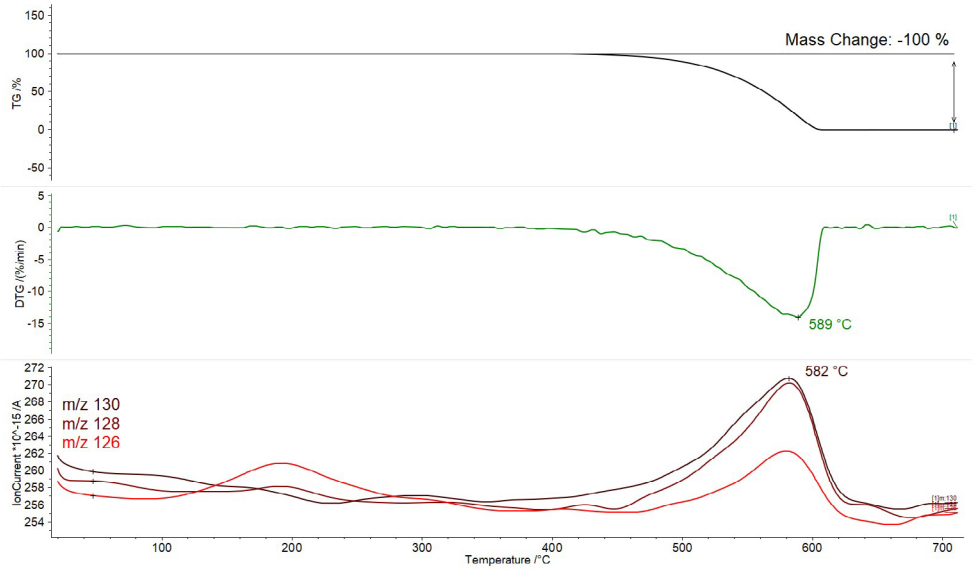
NETZSCH

Für elementares Cadmium zeigt die TG-Kurve einen vollständigen Massenverlust, während das DTG-Signal sein Maximumbei etwa 487 °C aufweist (Abb. 1). Die Cd-bezogenen MS-Spuren m/z 110, m/z 112 und m/z 114 erreichen ihre Maxima nahezu bei derselben Temperatur. Diese Massen entsprechen natürlich vorkommenden Cadmiumisotopen mit Häufigkeiten von etwa 12,5 % für ^{110}Cd, 24,1 % für ^{112}Cd und 28,7 % für ^{114}Cd. Dementsprechend ergibt sich die erwartete Intensitätsreihenfolge m/z 114 > m/z 112 > m/z 110, die sich auch in den gemessenen Kurven widerspiegelt. Das Isotopenmuster bestätigt somit, dass der Massenverlust durch die Freisetzung cadmiumhaltiger Dampfspezies verursacht wird.

Für elementares Tellur (Abb. 2) tritt das Hauptmassenverlustereignis bei höherer Temperatur auf. Die Te-bezogenen MS-Spuren m/z 126, m/z 128 und m/z 130 entsprechen natürlich vorkommenden Tellurisotopen mit Häufigkeiten von etwa 18,8 % für ^{126}Te, 31,7 % für ^{128}Te und 34,1 % für ^{130}Te. Das erwartete Signalmuster lautet daher m/z 130 ≈ m/z 128 > m/z 126. Dieses Verhältnis stimmt mit den gemessenen Ionenstromspuren überein und bestätigt, dass der beobachtete Massenverlust mit der Verflüchtigung von Tellur verbunden ist.

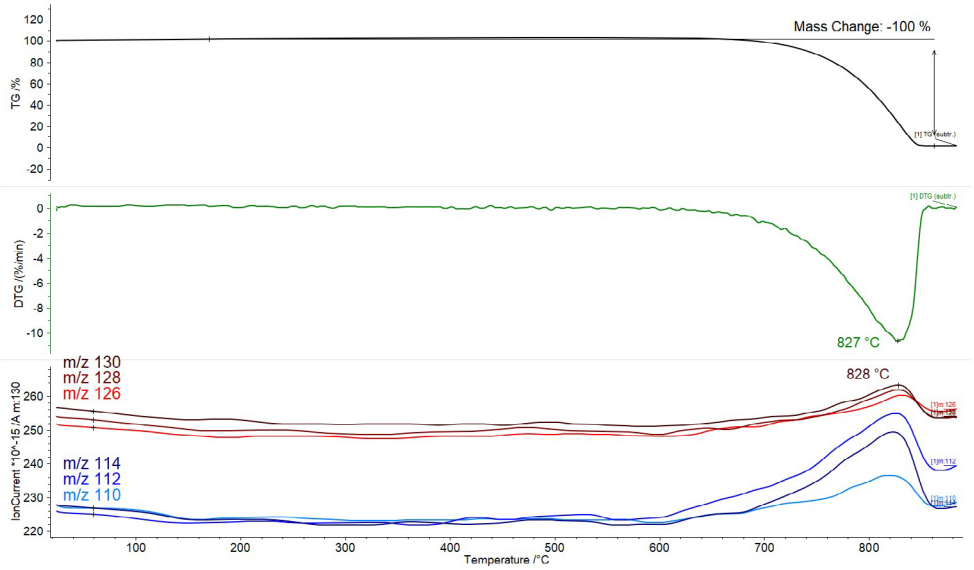


1 Massenänderung (TG, schwarz), Massenänderungsrate (DTG, grün) und QMID-Kurven für die Massenzahlen von Cd: 110 (hellblau), 112 (blau) und 114 (dunkelblau) der gemessenen Cd-Probe.



2 Massenänderung (TG, schwarz), Massenänderungsrate (DTG, grün) und QMID-Kurven für die Massenzahlen von Te: 126 (hellrot), 128 (rot) und 130 (dunkelrot) der gemessenen Te-Probe.

NETZSCH-Gerätebau GmbH
Wittelsbacherstraße 42 · 95100 Selb · Deutschland
Tel.: +49 9287/881-0 · Fax: +49 9287/881505
at@netzsch.com · www.netzsch.com



3 Massenänderung (TG, schwarz), Massenänderungsrate (DTG, grün) und QMID-Kurven für die Massenzahlen von Cd: 110 (hellblau), 112 (blau) und 114 (dunkelblau) sowie Te: 126 (hellrot), 128 (rot) und 130 (dunkelrot) der gemessenen CdTe-Probe.

In der CdTe-Messung (Abb. 3) treten beide Isotopengruppen im gleichen Hochtemperatur-Massenverlustbereich auf. Die Cd-bezogenen Spuren m/z 110, m/z 112 und m/z 114 sowie die Te-bezogenen Spuren m/z 126, m/z 128 und m/z 130 steigen gleichzeitig an. Ihre relativen Intensitäten stimmen mit den natürlichen Isotopenverteilungen von Cd und Te überein, wobei ^{114}Cd und ^{130}Te die stärksten ausgewählten Signale bilden. Diese gleichzeitige Detektion zeigt, dass cadmium- und tellurhaltige Spezies während der Hochtemperaturverdampfung von CdTe gemeinsam freigesetzt werden.

Zusammenfassung

Der Einsatz eines NETZSCH TG-Skimmer-Systems ist für diese Messungen besonders vorteilhaft, da Cd und Te schwere und kondensierbare Dampfspezies bilden. Durch die kurze, direkte Kopplung an das Massenspektrometer wird Kondensation minimiert und die isotopenbezogenen MS-Peaks können nahe den entsprechenden DTG-Ereignissen detektiert werden. Dies ist besonders wichtig für CdTe, da Cd- und Te-bezogene Signale im gleichen Temperaturbereich auftreten und so die Verdampfung von CdTe belegen.

NGB · Application Note 483 · STA 509 Skimmer · DE · 1026 · Technische Änderungen vorbehalten.

NETZSCH-Gerätebau GmbH
Wittelsbacherstraße 42 · 95100 Selb · Deutschland
Tel.: +49 9287/881-0 · Fax: +49 9287/881505
at@netzsch.com · www.netzsch.com