

Möglichkeiten und Grenzen der GDMS

Jan D. Sunderkötter
24. Spektrometertagung
Dortmund, 20.09.2005

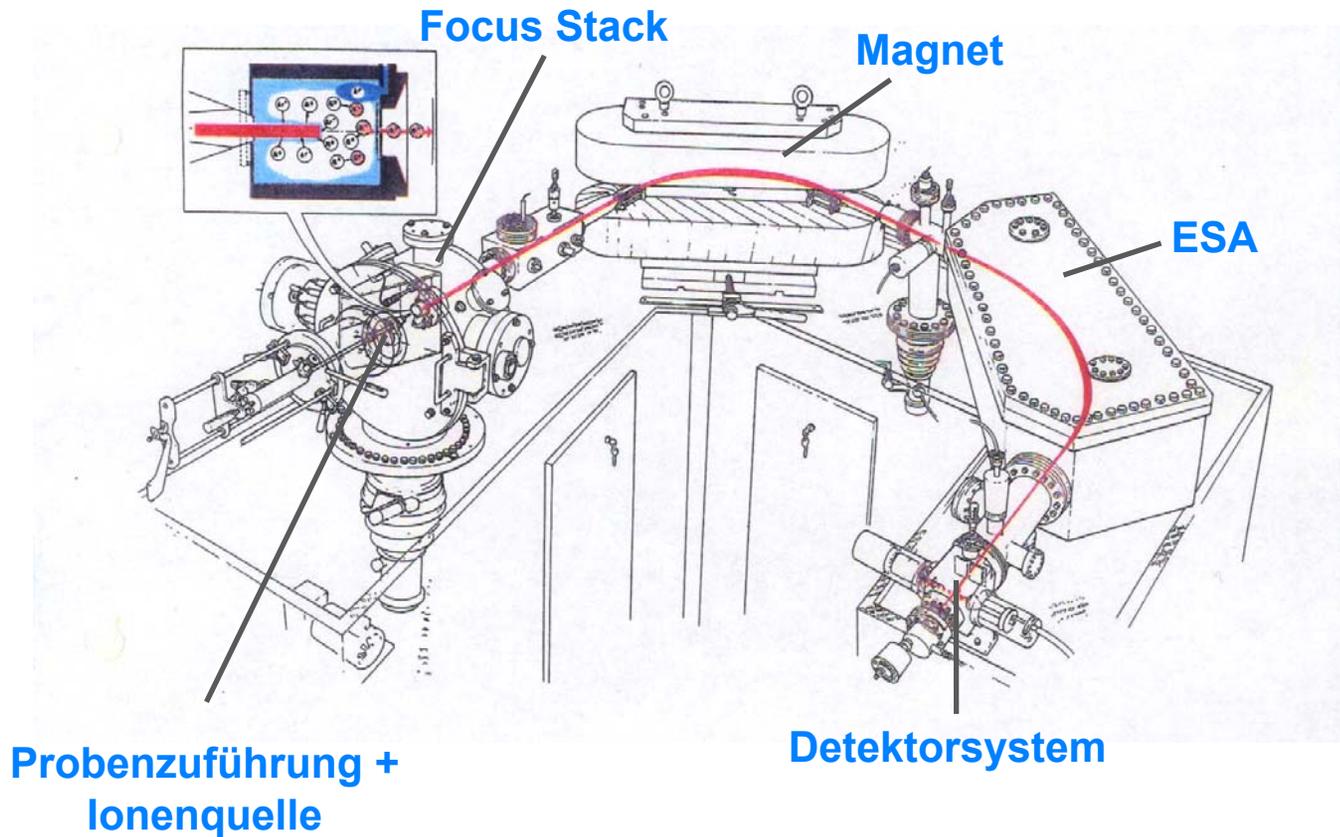


1. Entwicklung der GDMS

- Kommerzielle GDMS-Instrumente seit 1984: VG 9000 (VG Isotopes)
- Weltweit ca. 100 Instrumente (über 80 % VG 9000)
- Einsatz: Reinstmetalle für Halbleiter und sputter targets
- 2005: Neue Generation von GDMS-Instrumenten
Thermo Electron: Produktionseinstellung VG 9000,
Nachfolgergerät auf Element 2-Basis
Mass Spectrometry International:
Nachfolgergerät für Kratos-Instrument.

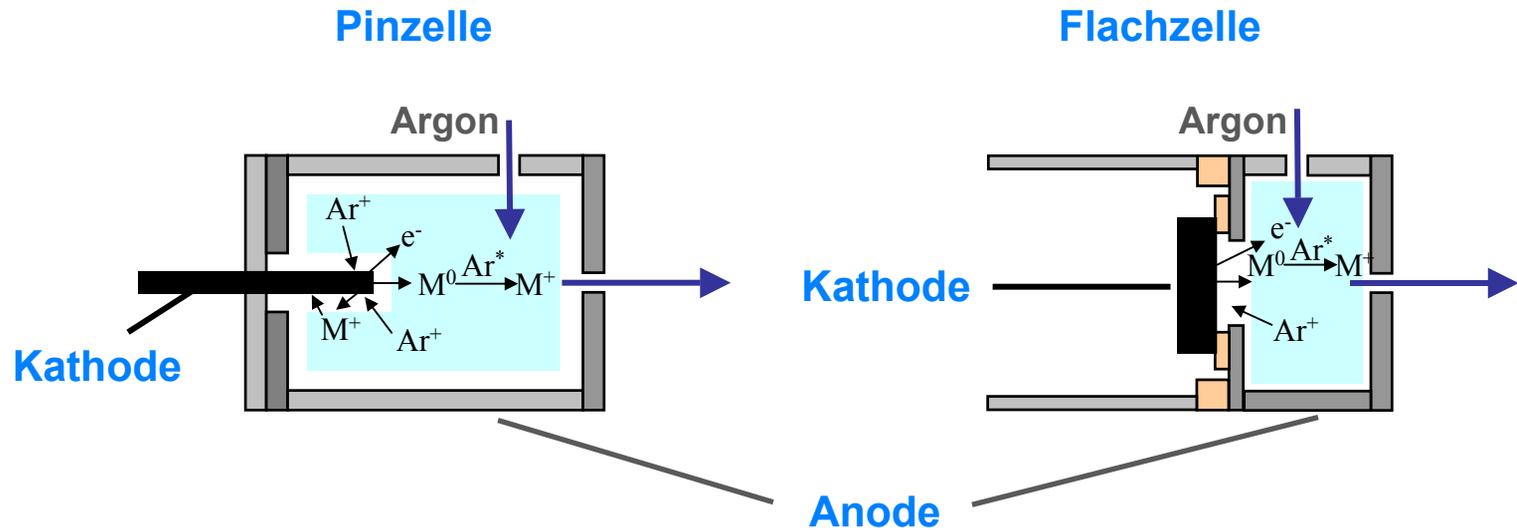
2. Aufbau und Prinzip der VG 9000

2.1 Schematischer Aufbau



2. Aufbau und Prinzip der VG 9000

2.2 Zerstäubungs- und Ionisierungsprozess

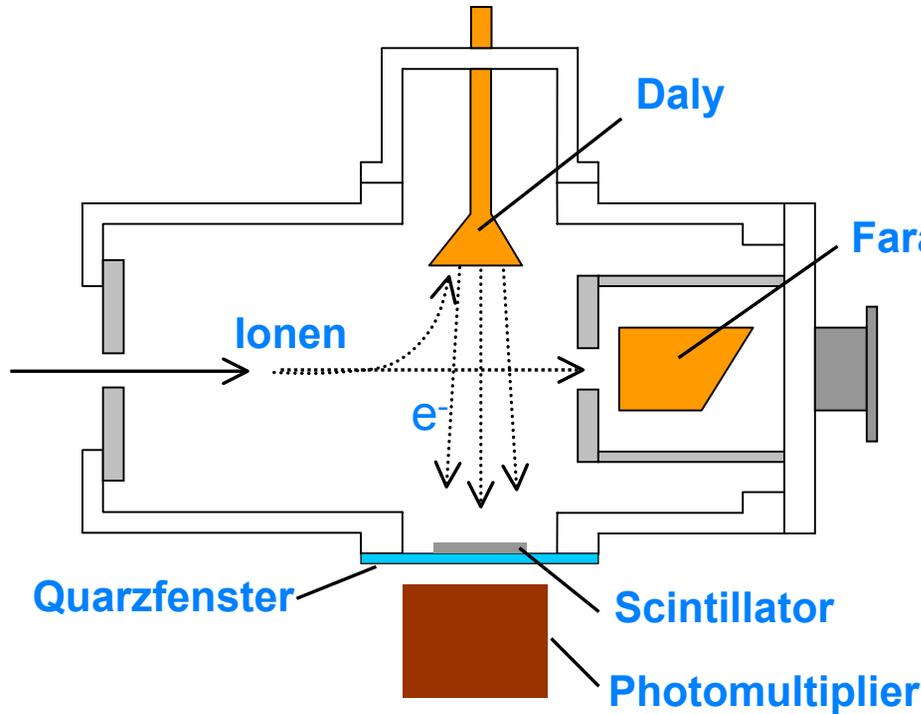


Typische Entladungsbedingungen:

$p(Ar)$	=	100 Pa
U	=	1000 V
I	=	3 mA

2. Aufbau und Prinzip der VG 9000

2.3 Detektorsystem



Faraday: $10^{-8} - 10^{-14} \text{ A}$

Daly: $10^{-13} - 10^{-19} \text{ A}$

Auflösung: bis 10.000

Routine: 3.000 - 4.000

2. Aufbau und Prinzip der VG 9000

2.4 Quantifizierung und Kalibrierung

$$\text{Ion Beam Ratio IBR} = I(X^+) / I(M^+)$$

$$c = \text{RSF} \times \text{IBR}$$

RSF: Relative Sensitivity Factor

Normalisierung: Standard RSF: $\text{Std-RSF}_{\text{Fe}} = 1,00$

$$\text{Std-RSF}_{\text{Mg}} = \text{RSF}_{\text{Mg/W}} / \text{RSF}_{\text{Fe/W}}$$

$$c_{\text{Mg/Ta}} = I_{\text{Mg}} / I_{\text{Ta}} \times \text{Std-RSF}_{\text{Mg}} / \text{Std-RSF}_{\text{Ta}}$$

VG 9000 Software: umfangreicher Datensatz an Std-RSFs

2. Aufbau und Prinzip der VG 9000

2.5 RSF-Werte

RSF abhängig von: Ionisierungspotential, Plasmaleistung, Gasfluss, Probengeometrie, Probentemperatur und ???

Bereich RSF (x in M): 0,3 bis 6

Unterschied RSF(x) in verschiedenen Matrices: max. Faktor 3

Ohne spezifische Kalibrierung:

⇒ **c = 10 ppb entspricht Fehlerbereich von 3 - 30 ppb**

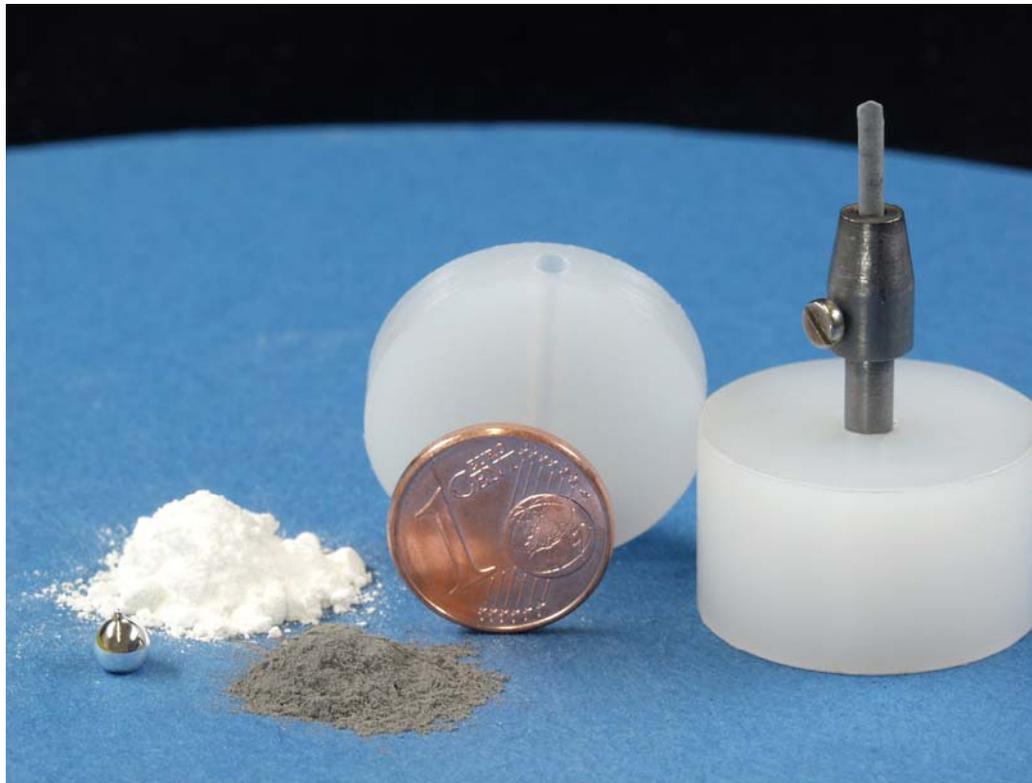
3. Die GDMS bei H.C. Starck

3.1 Einsatzgebiete

- 1988: Installation der VG 9000 im Zentrallabor Goslar
- Hauptanwendung:
 - Wolframmetall
 - AMW und APW (nach Reduktion zu WMP)
 - Niobmetall und Nioboxid
 - Nickel-Niob
 - Tantalmetall, Tantaloxid und Tantalsilicid
 - Siliciummetall
 - Siliciumcarbid

3. Die GDMS bei H.C. Starck

3.2 Probenpräparation



PVDF Matritze

Isostatische
Kompression (20 t)

Nichtleitendes
Probenmaterial wird
mit 7N Ga verpresst

3. Die GDMS bei H.C. Starck

3.3 VG 9000 im Reinraum (Installation 1988)



20.09.2005

Jan D. Sunderkötter

3. Die GDMS bei H.C. Starck

3.4 Beispiel Siliciumcarbid (ZRM, BAM)

Element	zert. Wert [ppm]	GDMS (Std-RSF) [ppm]
Al	372	307
Cr	3,5	3,5
Cu	1,5	1,3
Fe	149	150
Mg	6,3	5,3
Mn	1,44	1,2
Ni	32,9	36
Ti	79	74
V	41,4	40
Zr	25,2	29

3. Die GDMS bei H.C. Starck

3.5 Beispiel Niobmetall (RM, HCST)

Element	zert. Wert [ppm]	GDMS (Std-RSF) [ppm]
Ca	263	178
Cr	4	4
Cu	33	17
Fe	50	31
Mg	17	11
Ni	15	6

4. Grenzen der GDMS

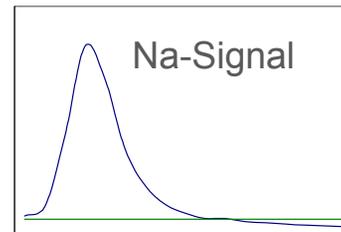
4.1 Technische Grenzen

- Folgende Elemente können nicht oder schlecht bestimmt werden:
 - H zu geringe Masse
 - Ta Material der Ionenquelle und Spalte
 - F, Cl schlecht kalibrierbar
 - O, N erfordert hohe Ansprüche an das Vakuum
- Einschränkungen durch Interferenzen
- Einschränkungen durch die Probengeometrie
- Einschränkungen durch elektrische Leitfähigkeit
- Geringer Probenabtrag, daher empfindlich für Inhomogenitäten
- Memoryeffekte
- Analysendauer

4. Grenzen der GDMS

4.2 Bestimmung der Alkalienelemente in WMP

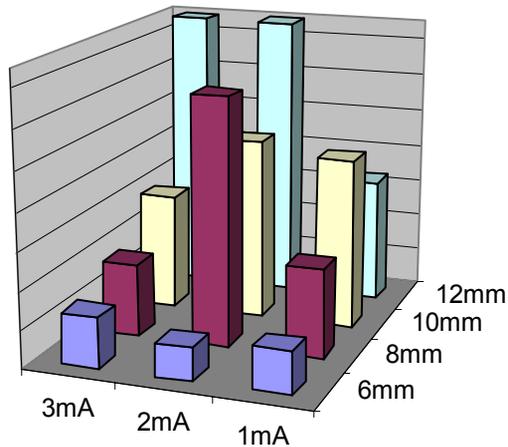
- Deutliche Minderbefunde von Na und K (Vergleich mit sAAS)
- Erhöhung der Plasmaleistung:



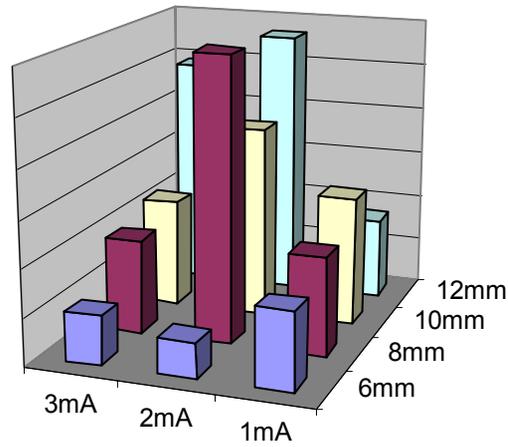
- Abhängig von Porosität des Probenpins: Temperatur?
- Ähnliche Erfahrung von anderen Anwendern
- Analoges Verhalten von B?

4. Grenzen der GDMS

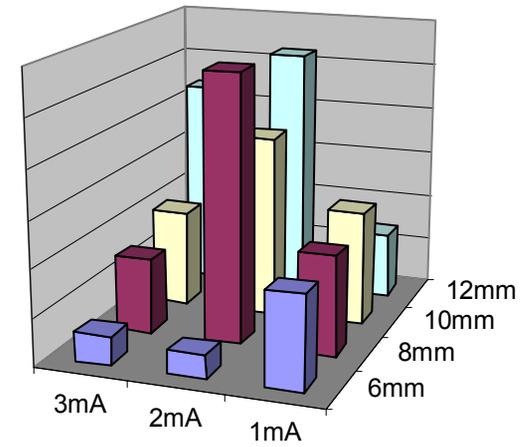
4.3 Einfluss von Plasmaleistung und Pingeometrie



P



Cr



Fe

in Wolframmatrix

5. Möglichkeiten der GDMS

5.1 Stärken der Methode

- extrem hohe Nachweisstärke
- grosser Elementumfang
- grosser dynamischer Bereich
- keine Kontaminationsgefahr
- mit Std-RSF-Werten relativ geringe Unsicherheit auch ohne spezifische Kalibrierung

5.2 Entwicklungsmöglichkeiten

- Reduzierung der Analysenzeiten durch neuartige Ionenquelle
- Automatisierung
- Analyse nichtleitender Materialien durch RF-Anregung

5. Möglichkeiten der GDMS

5.3 Nachweisstärke (Erfassungsgrenzen) für SiC

Element	EG [ppm]	Element	EG [ppm]	Element	EG [ppm]
Al	0,1	Fe	0,1	Sb	0,01
As	0,01	K	0,05	Sc	0,005
B	0,1	Li	0,005	Se	0,05
Ba	0,01	Mg	0,05	Sn	0,01
Be	0,01	Mn	0,05	Sr	0,1
Ca	0,1	Na	0,1	Ti	0,1
Co	0,05	Ni	0,1	V	0,005
Cr	0,1	P	0,05	Y	0,05
Cu	0,1	S	0,1	Zn	0,05