

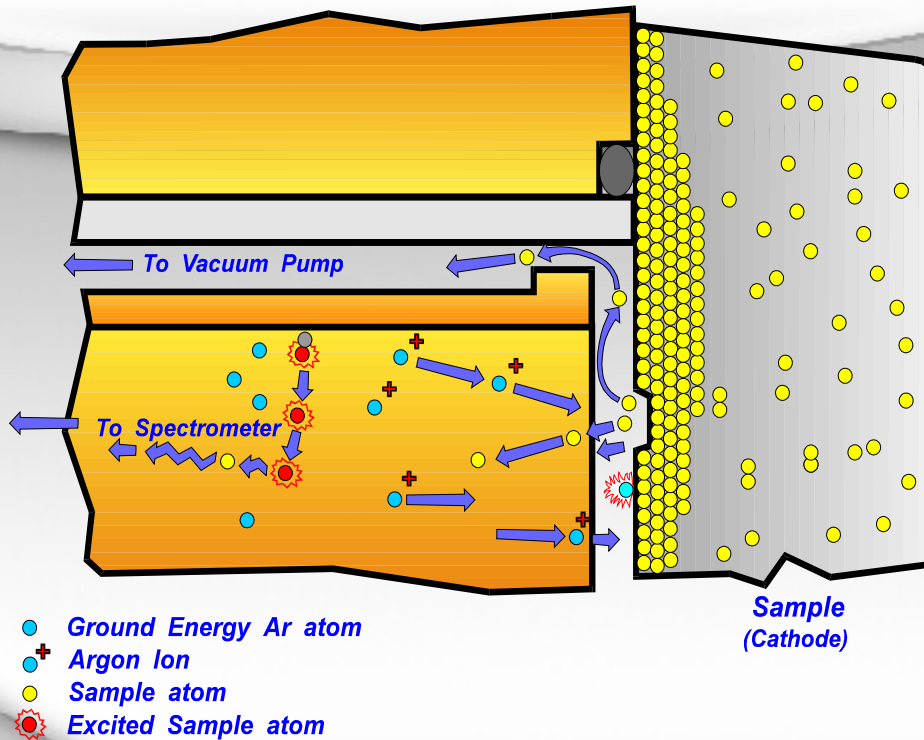
Neuentwicklung in der GDOES-Spektroskopie

**Michael Analytis / Rüdiger Meihsner,
Spectruma Analytik GmbH**

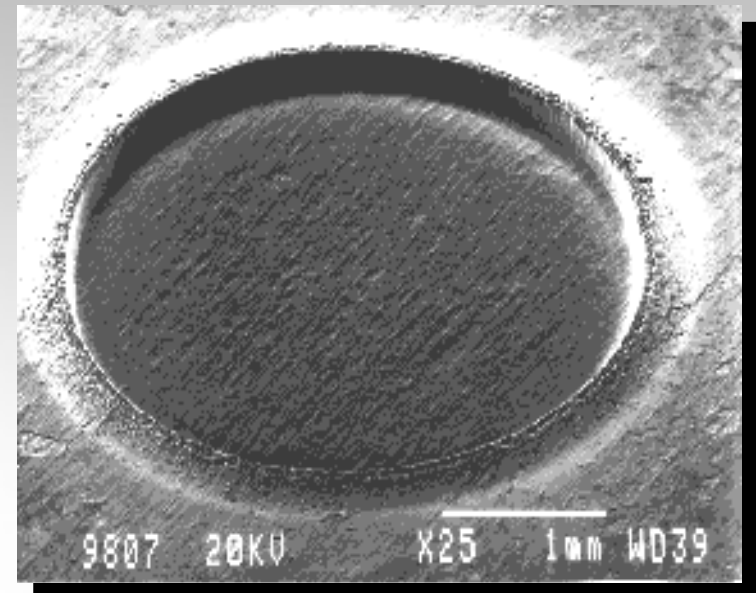
Inhalt

- Allgemeines
- Vorstellung Instrumentenreihe
- Beispiele von Analysen für “dicke” Schichten
- ...”dünne” Schichten
- Zusammenfassung

Allgemeines



Analysestelle : Aufnahme mit dem Rasterelektronenmikroskop



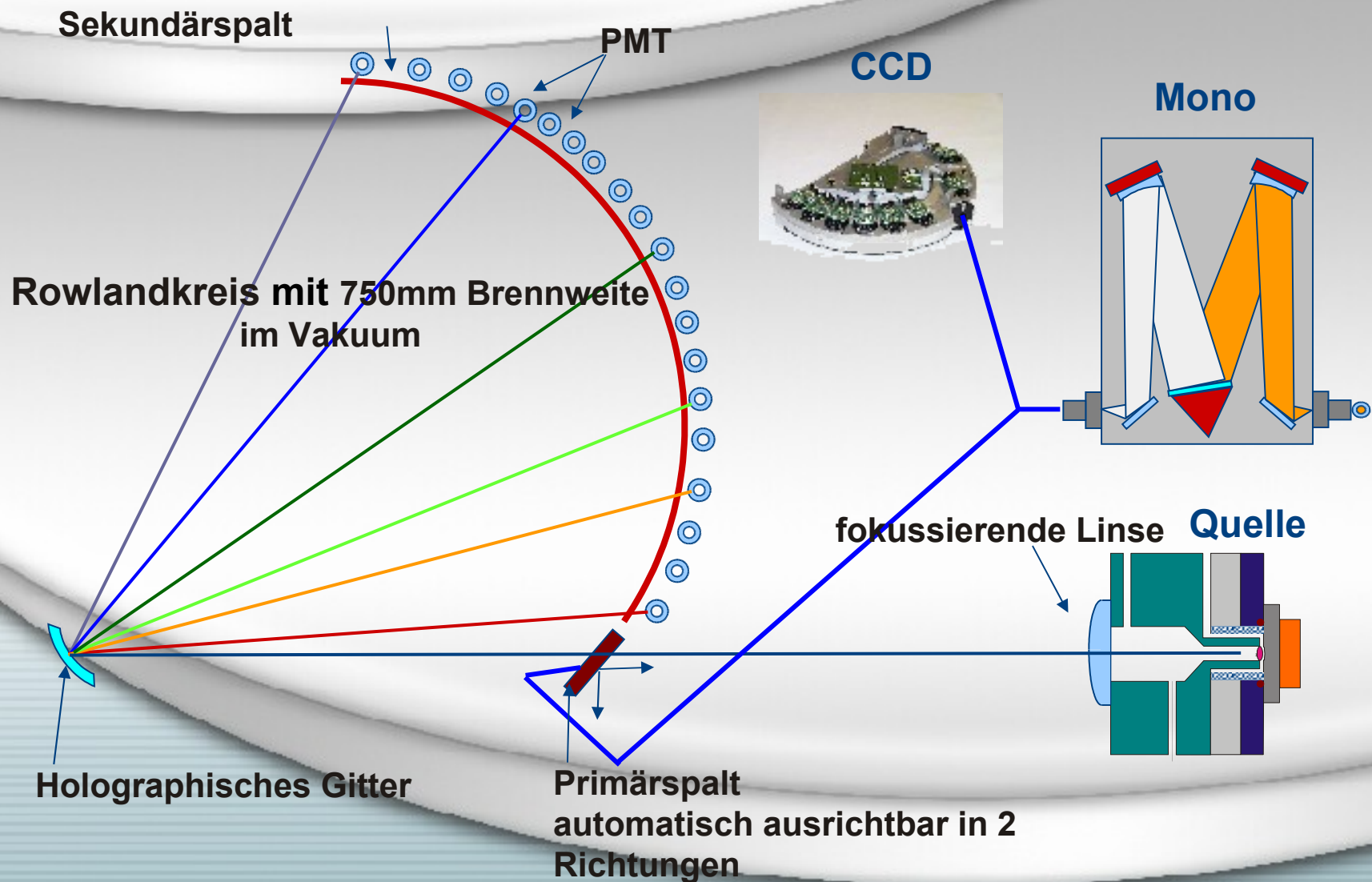
Plasma wird durch Anlegen von elek. Energie (DC/RF) in einer Hohlanode erzeugt. Dabei entstehende Argonionen werden auf die Probenoberfläche beschleunigt, die dann auf atomarer Ebene zerstäubt wird. Die Probenteilchen diffundieren ins Plasma und emittieren, angeregt durch Stoßprozesse, Licht. Dieses Licht wird in einem optischen Spektrometer analysiert und dadurch die Zusammensetzung des Schichtsystems bestimmt.



Der schwarze Ring stammt
von den Verunreinigungen
an der Anodenoberseite

Aufnahme des Argonplasmas durch die
Linse (von Kesselseite her)

Geräteaufbau

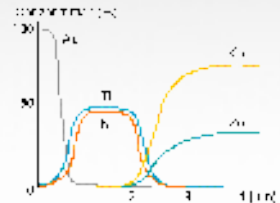


GD-OES

- Anwendbar auf die direkte Analyse von Feststoffen
- 2 verschiedene Verfahren der Analyse möglich

Bulk (integrierte Intensität/Konzentration)

Tiefenprofil (Zeit/Tiefe gegen
Intensität/Konzentration)



- Alle Elemente des Periodensystems detektierbar im Bereich von 0,1ppm - 100% bei einer Tiefe von <10nm - >100µm

Auswertemöglichkeiten

- GD - PMT
Hohe Empfindlichkeit, hohe Geschwindigkeit
- GD - CCD
Hohe Empfindlichkeit, Kanalflexibilität
- GD - PMT/CCD
Hohe Empfindlichkeit, Geschwindigkeit und Kanalflexibilität

Instrumentenreihe

1m

0,6m



- CCD-Spektrometer
- 2,5-mm-, 4-mm-Anoden
- LoD 100 ppm
- Wärmebehandlungen
- Verzinkungen



- CCD-Spektrometer
- 2,5-mm-, 4-mm-Anoden
- LoD 0,1 - 10 ppm
- High end Bulk-Analysen
- Tiefenprofilanalysen
- DC

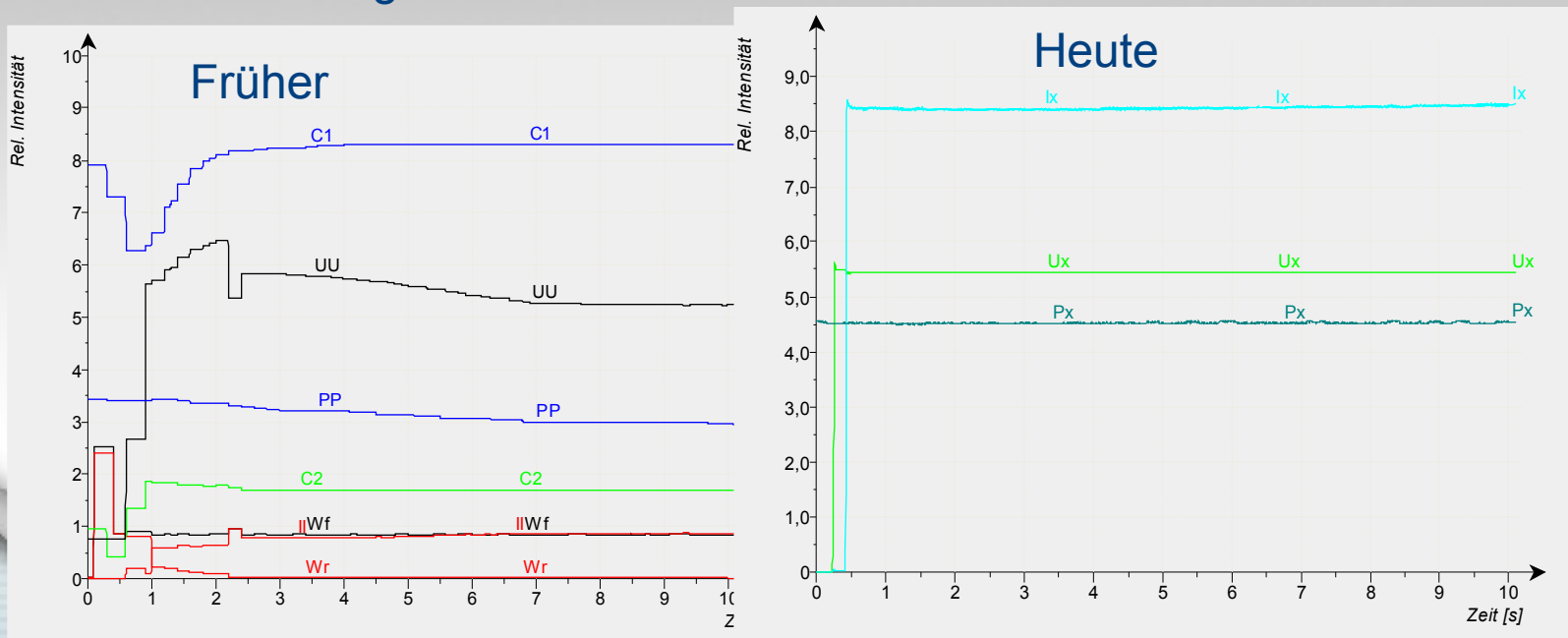


- Rowland Kreis mit PMT Detektion
- 2,5-mm-, 4-mm-, 8-mm-Anoden
- Schnelle Auswertung für dünne Schichten
- Radio Frequenz Entladung für die Analyse von Nichtleitern
- LoD 0,1 ppm – 10 ppm

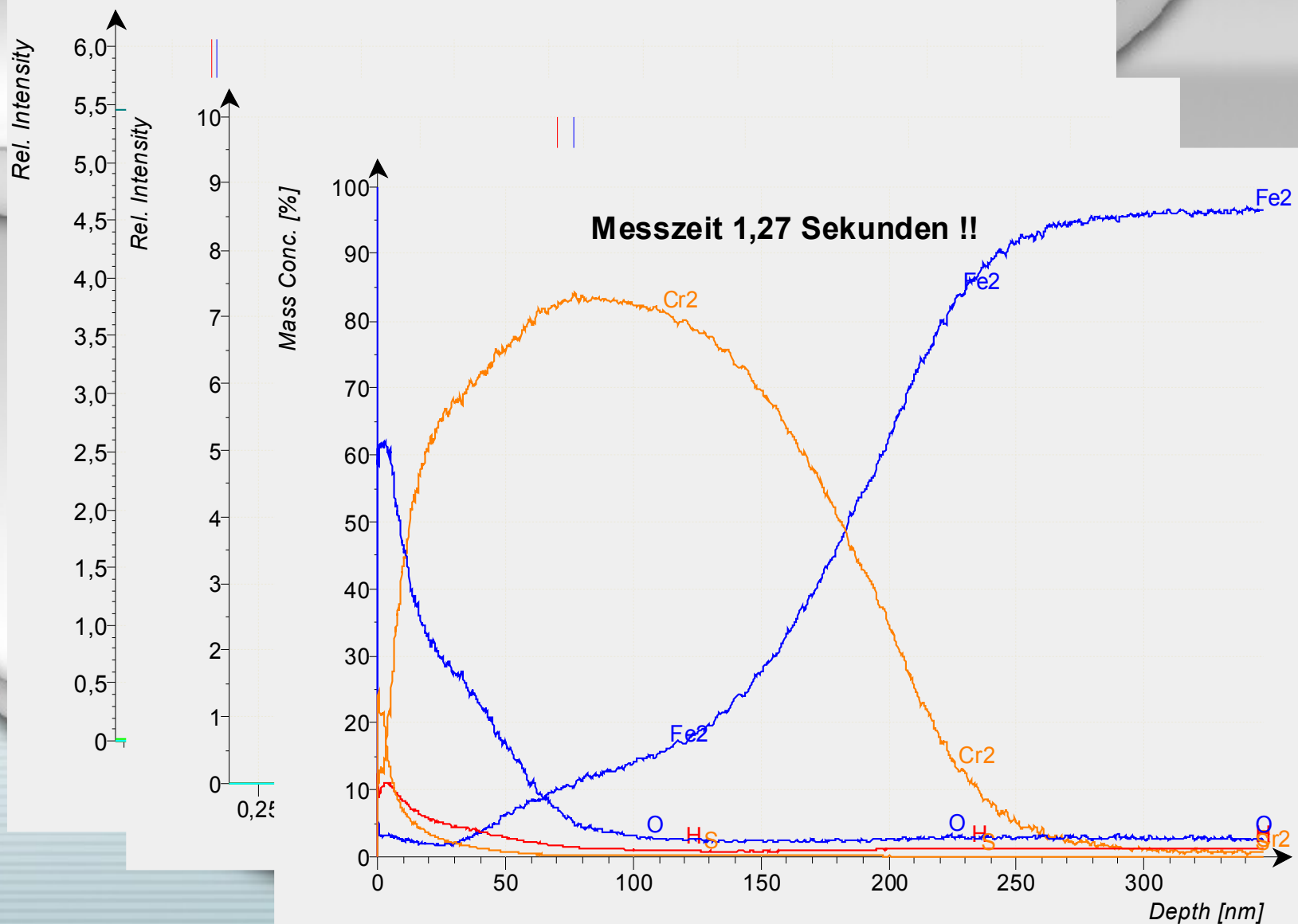
Alle diese Geräte können optional mit einer Universalmesskammer zur Analyse von nicht ebenen Proben ausgerüstet werden.

Neu HF-Anlage für die Geräte der Serie GDA650/750

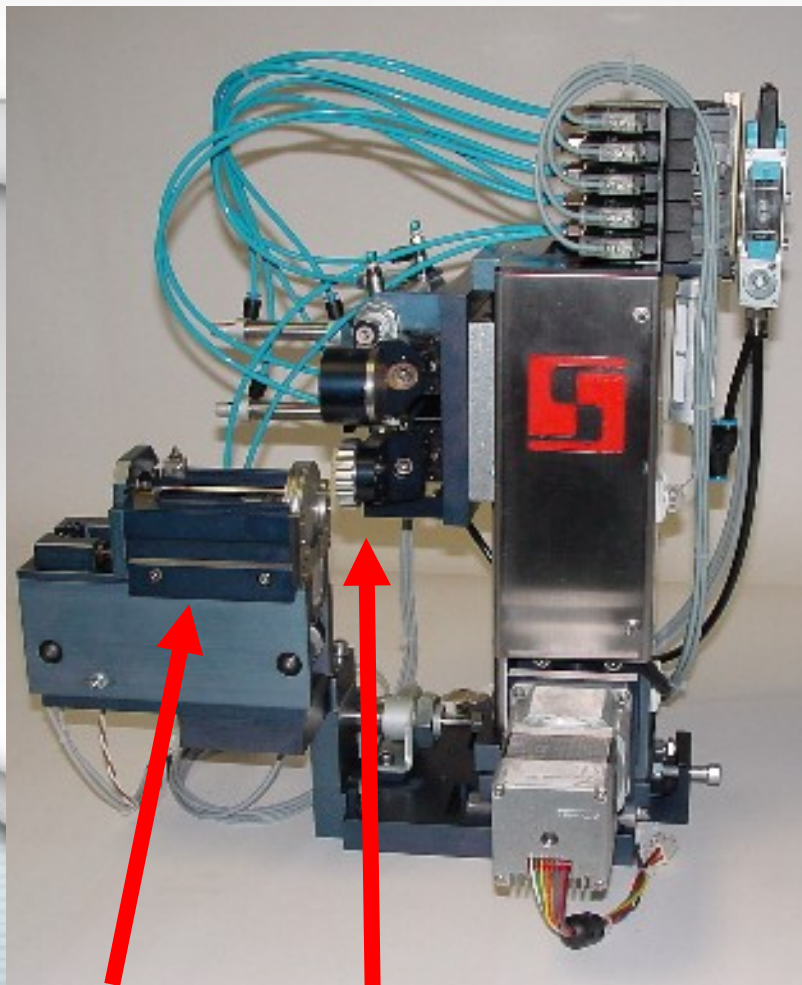
Das bisherige System der Firma Spectruma wurde verbessert. Die Verwendung einer Matchbox, in der die beiden Kondensatoren zum Abgleich der Vorwärts- und Rückwärtsleistung ausgerichtet werden mussten, hat ausgedient und wird durch einen Freischwinger ersetzt.



Dadurch wird nicht nur der Einschwingvorgang stark reduziert, was eine deutlich bessere Auflösung im oberflächennahen Bereich ermöglicht, sondern der übliche Vorgang der Anpassung der Kondensatorpositionen wird komplett ersetzt.



Automatische Probenzuführung für Routineanalysen



Magazin

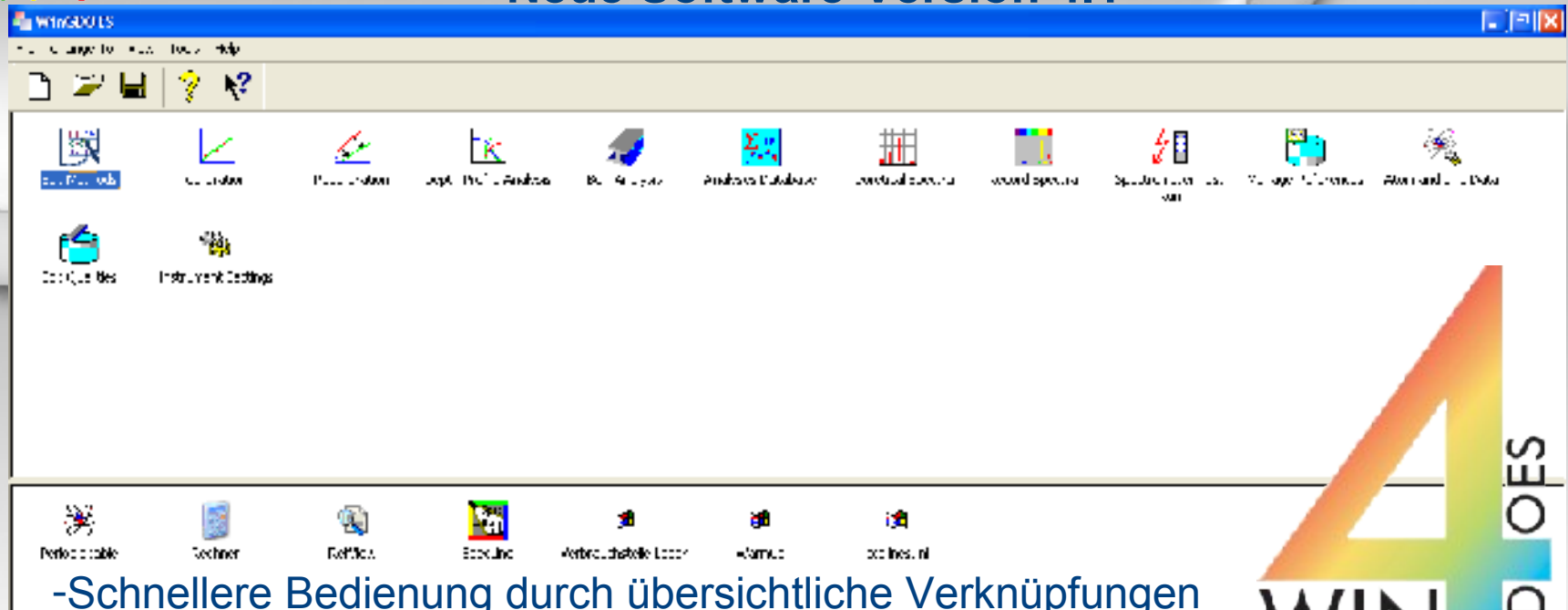


- Magazin kann mit über 100 Proben bestückt werden
- Einfacher und schneller Wechsel

Der „Autosampler“ ist für die GDA 650/550/750 optional und nachrüstbar, ebenso werden alle gängigen Lampengrößen, sowie die RF-Anregung unterstützt

Magazin

Probenarm mit Kühlung

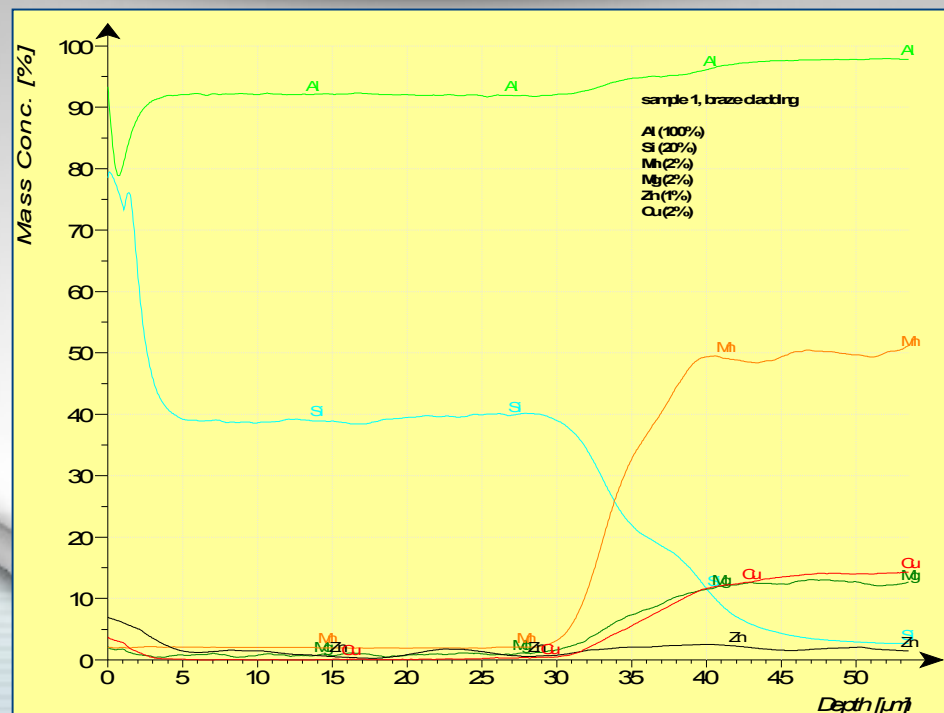


- Schnellere Bedienung durch übersichtliche Verknüpfungen
- Keine einzelnen Programme
- einfachere Anpassungen der Messbedingungen
- Übersichtlichere Datenbanken
- Benutzerdefinierte Verknüpfungen für ständig verwendete Programme
- Definierung von verschiedenen Benutzer mit unterschiedlichen Rechten (vom einfachen Messknecht „von der Strasse“ bis hin zum GDOES-Administrator) und unterschiedlichen Oberflächen
- Verlängerung der Messzeit während der Messung
- Verbesserung der „Jobs“ (Routinemessungen)
- Umstellung der Benutzersprache während der Laufzeit

Beispiele

- Aluminum cladding
- Verzinkungen / Passivierungen
- Turbinenflügel
- Wärmebehandlung
- etc...

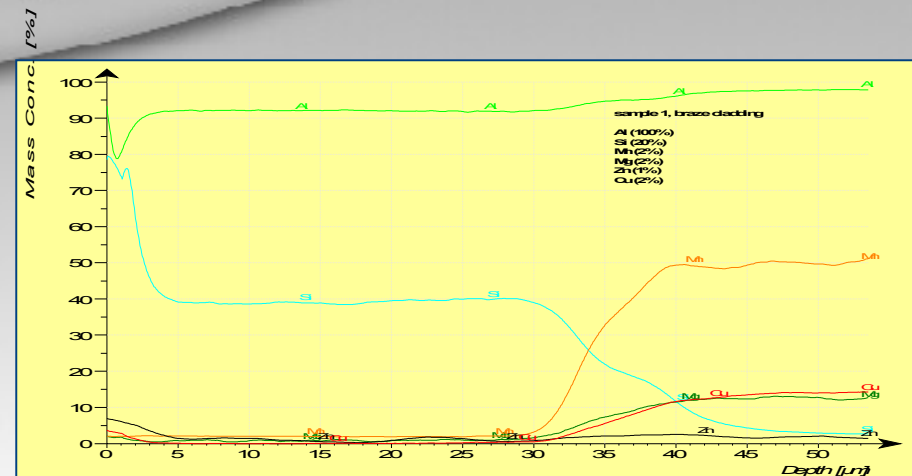
Aluminium cladding



- Bild 1** zeigt ein Beispiel eines Aluminiumcladding Materials. Dieses verwendet man üblicherweise in der Automobilindustrie für Lüfter, Kondensatoren etc. Das Besondere an dieser Art ist, daß auf dem Grundmaterial Aluminium eine Legierung (Al/Si, Al/Zn) durch Wärme und Druck appliziert ist. Auf den ersten Blick lassen sich durch bloße Betrachtung die Schichten nicht erkennen, aber die Hersteller solcher Schichten müssen neben der Schichtdicke auch die Migration einzelner Elemente von der Oberfläche ins Grundmaterial und umgekehrt analysieren.

Aluminiumcladding

- Die obere Schicht in **Bild 1** besteht aus einer 4043 Aluminium Legierung, appliziert auf dem Grundmaterial, welches ein 3005 Legierungstyp ist.
- Die Dicke der Schicht beträgt 33 μm wie im Graphen und der Tabelle in **Bild 2** zu sehen ist.

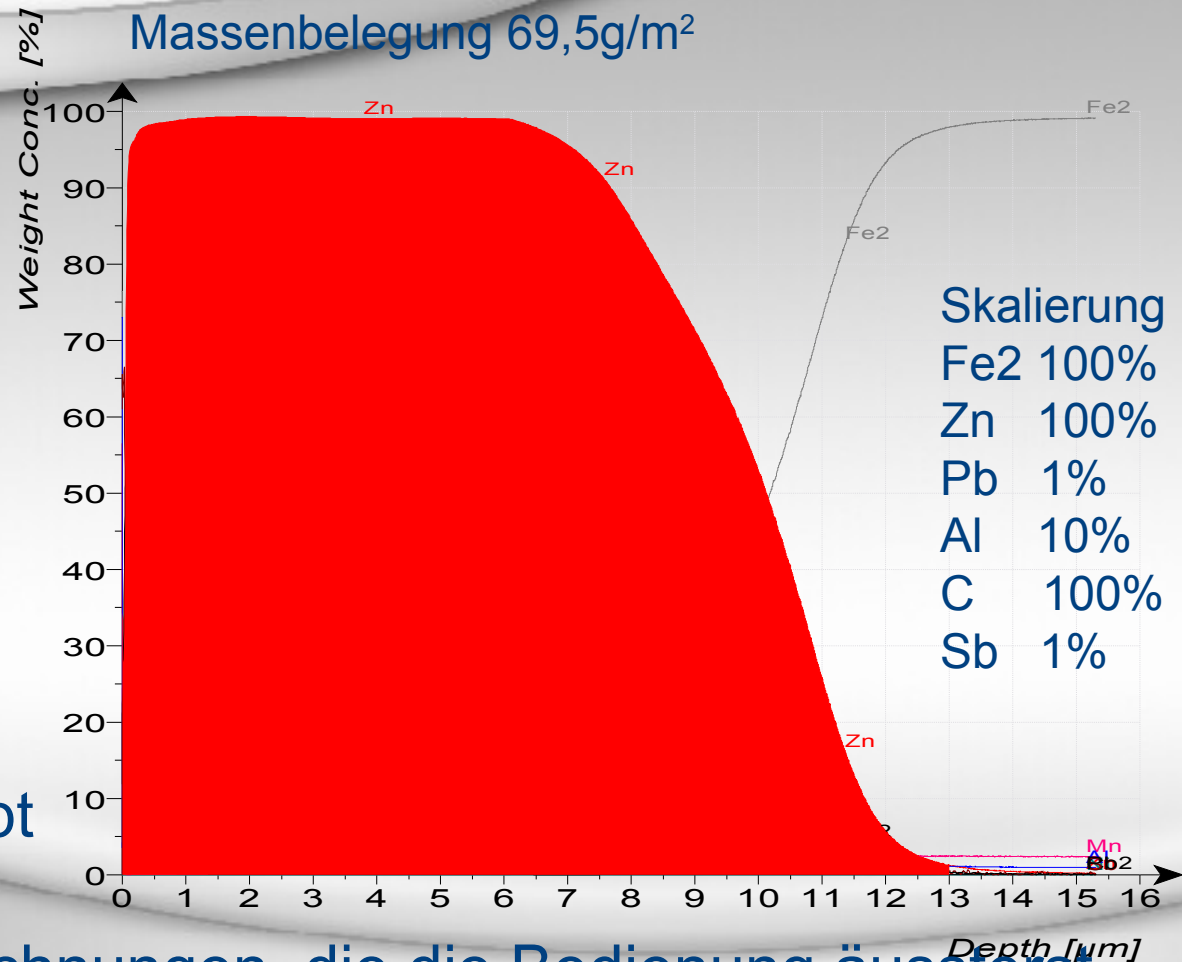


Tiefe [μm]	Al [%]	Si [%]	Mg [%]	Mn [%]	Zn [%]	Cu [%]
6	92,1	7,846	0,016	0,042	0,014	0,002
10,5	92,16	7,736	0,014	0,041	0,015	0,001
33	93,97	6,677	0,072	0,253	0,016	0,043
34,5	94,72	5,336	0,115	0,487	0,019	0,08
36	95,02	4,331	0,15	0,666	0,021	0,116
45	97,51	0,968	0,248	0,976	0,017	0,265

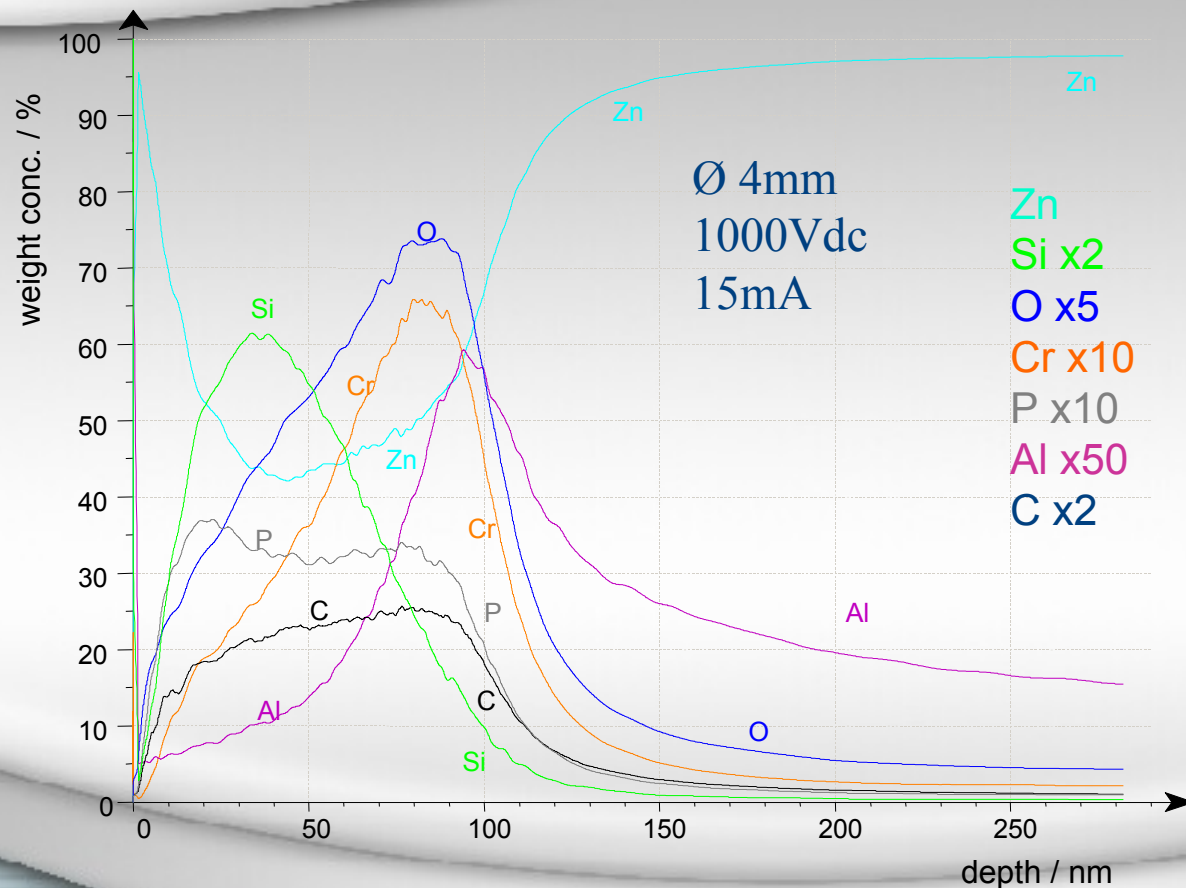
Analyse von Verzinkungen

- Die Integration der Zn-Konzentration gegen die Tiefe liefert die Massenbelegung
- Auch andere Elemente wie Al oder Pb sind erfasst

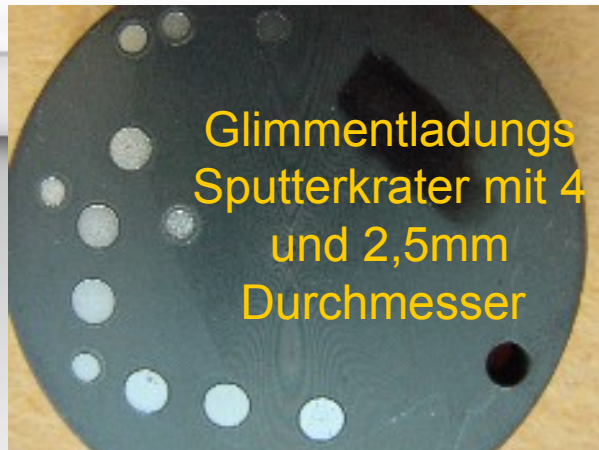
Die Software erlaubt viele mögliche automatische Berechnungen, die die Bedienung äusserst einfach machen



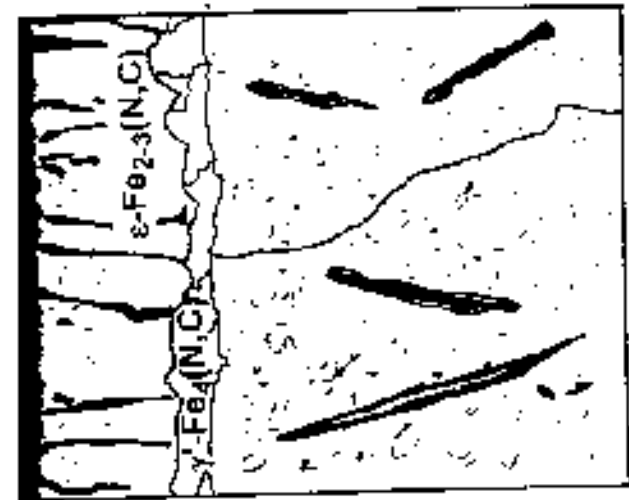
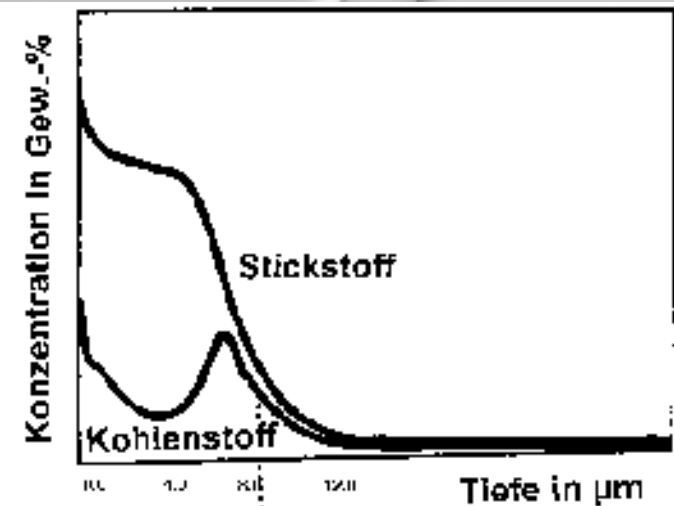
Passivierungen bei Zinkschichten - „dünne“ Schichten

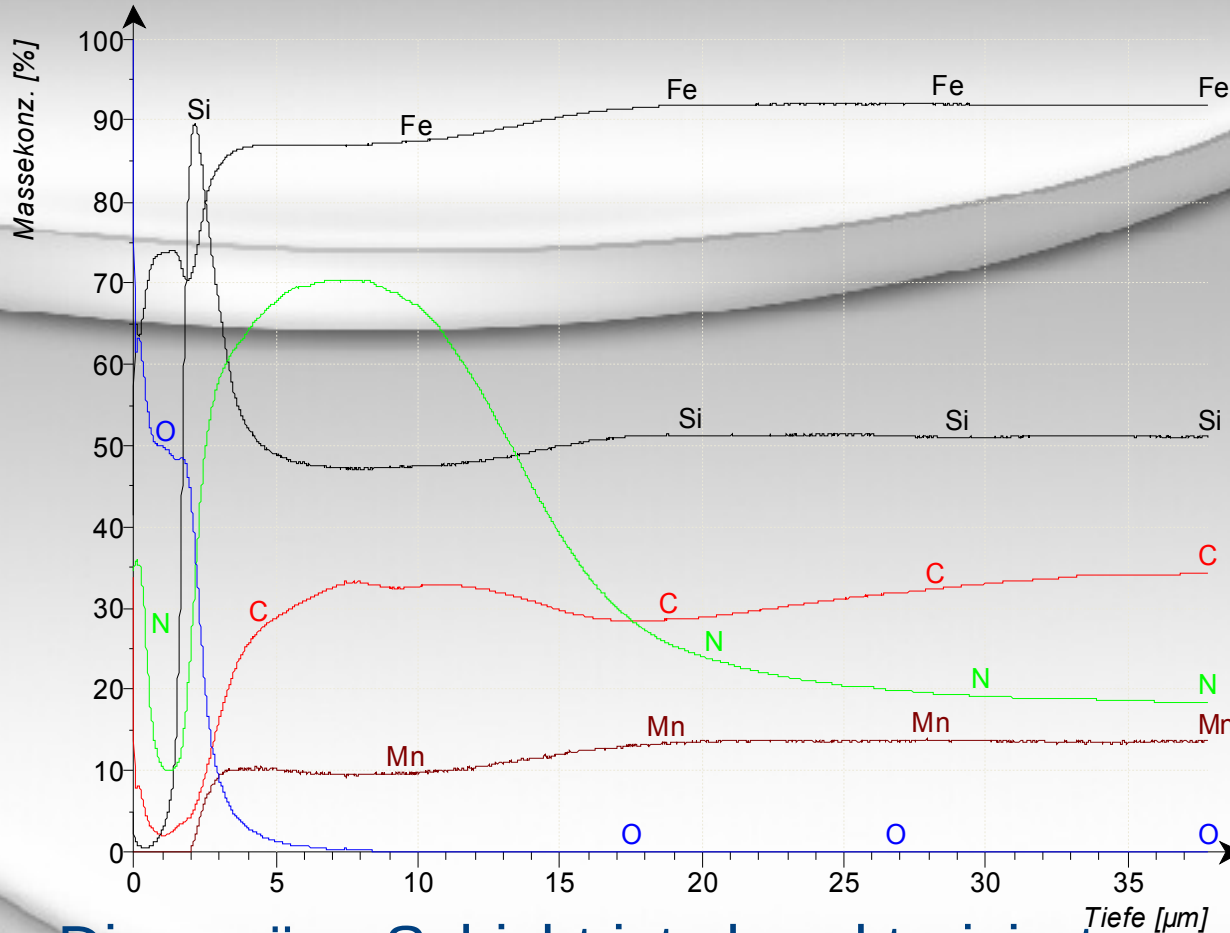


Wärmebehandlung



Die Analyse mit Hilfe der GD OES benötigt keine aufwendige Präparation wie für das Mikroskop. Gleichzeitig lässt sich die Verbindungsschicht analysieren.





Skalierung	
Fe	100%
O	50%
N	10%
C	10%
Mn	1%
Si	5%

Die Oxidationsschicht ist ca. 3μm dick, die Nitrierschicht ca. 15μm

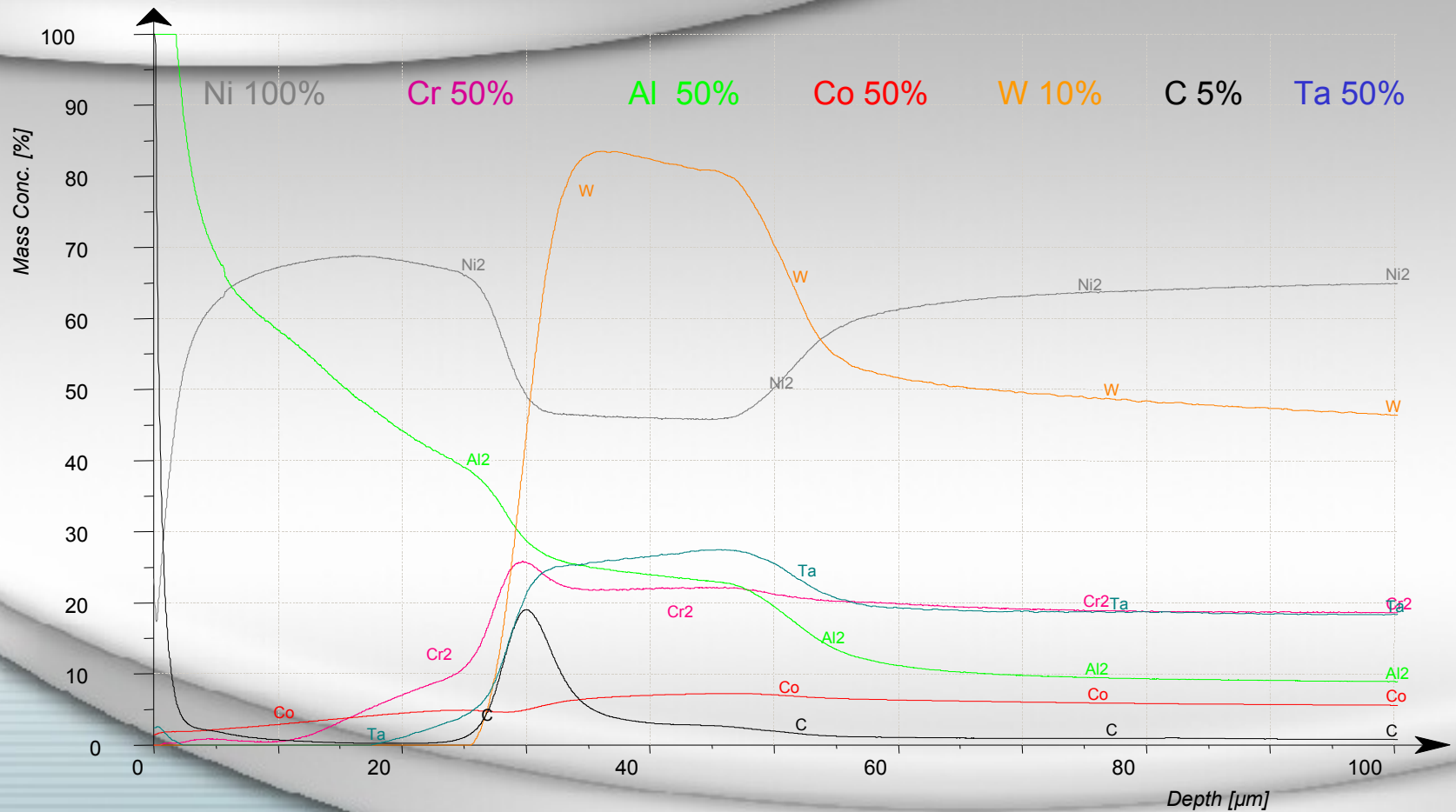
Die poröse Schicht ist charakterisiert durch eine hohe Konzentration an Sauerstoff und Stickstoff, die Ausläufe des Stickstoffs liegen bei 2% und nehmen mit zunehmender Tiefe ab.

“dicke” Schichten



Cr/Ni/Al Legierungen auf einem
Turbinenflügel (Super alloys)

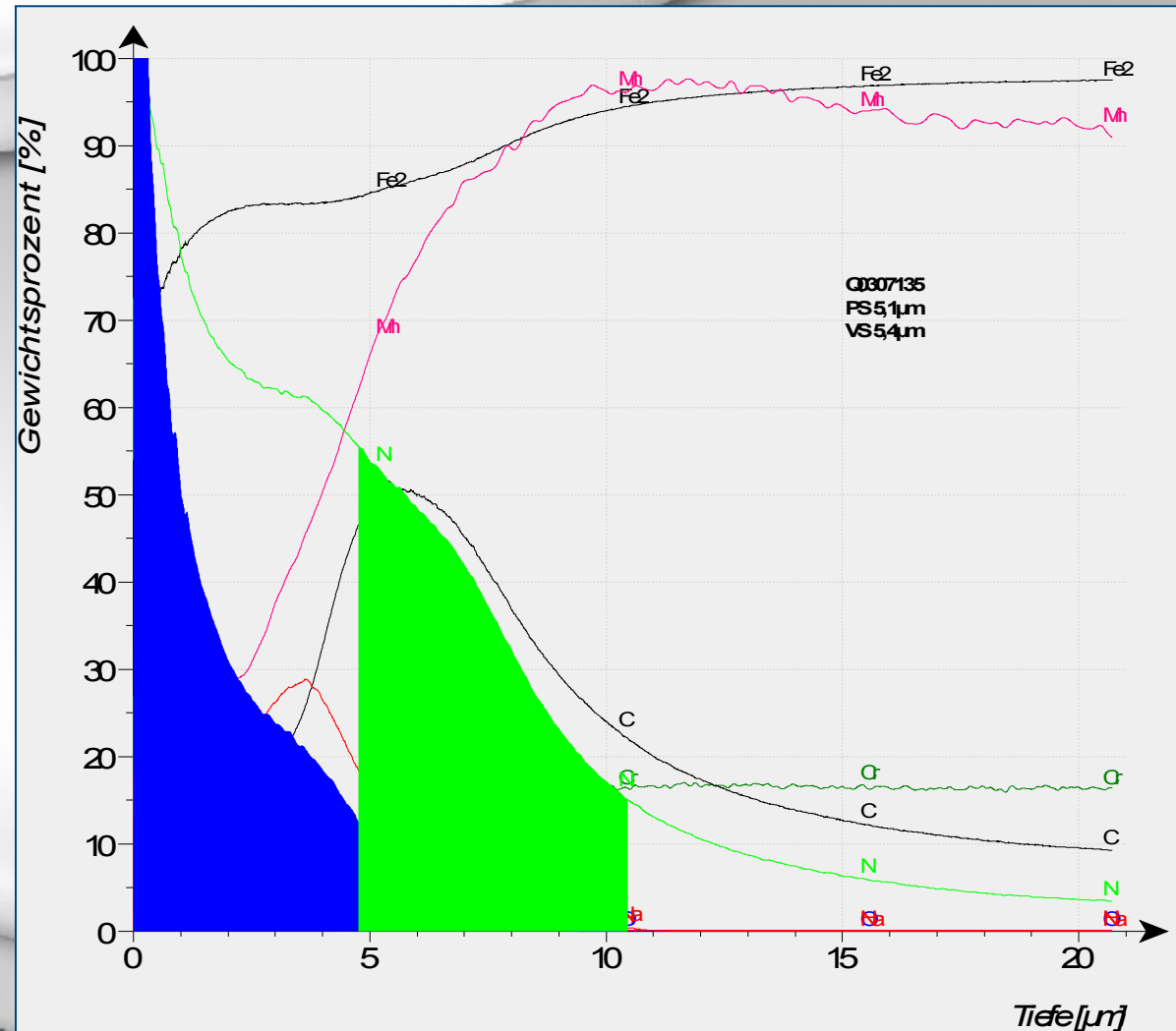
Turbinenflügel



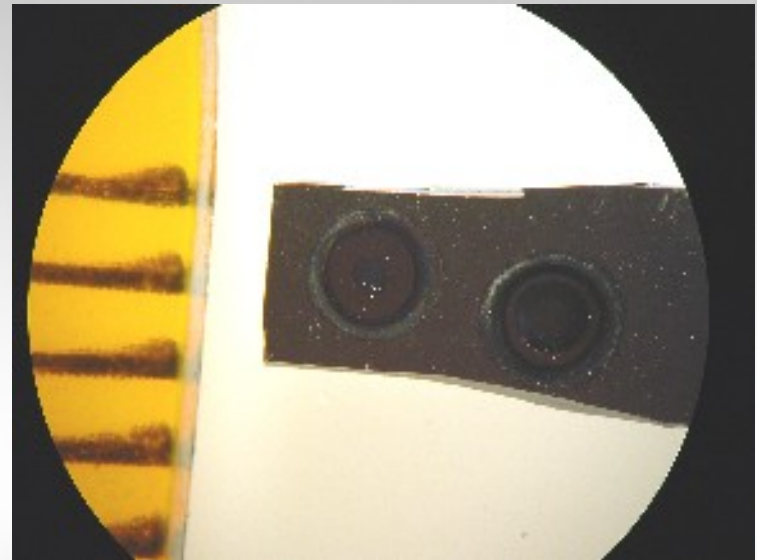
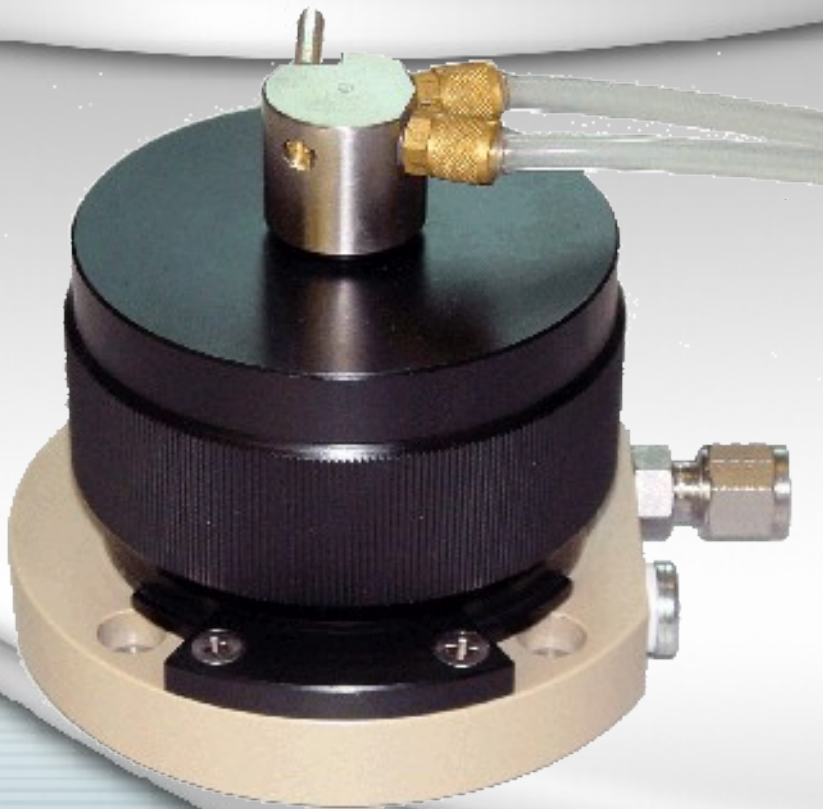
Messungen auf nicht flachen Proben

- Probenadapter

- Standardadapter für flache oder zylindrische Proben
- Kunden-spezifische Adapter
- Nichtleitende Oberflächen jetzt auch messbar durch Verwendung der RF

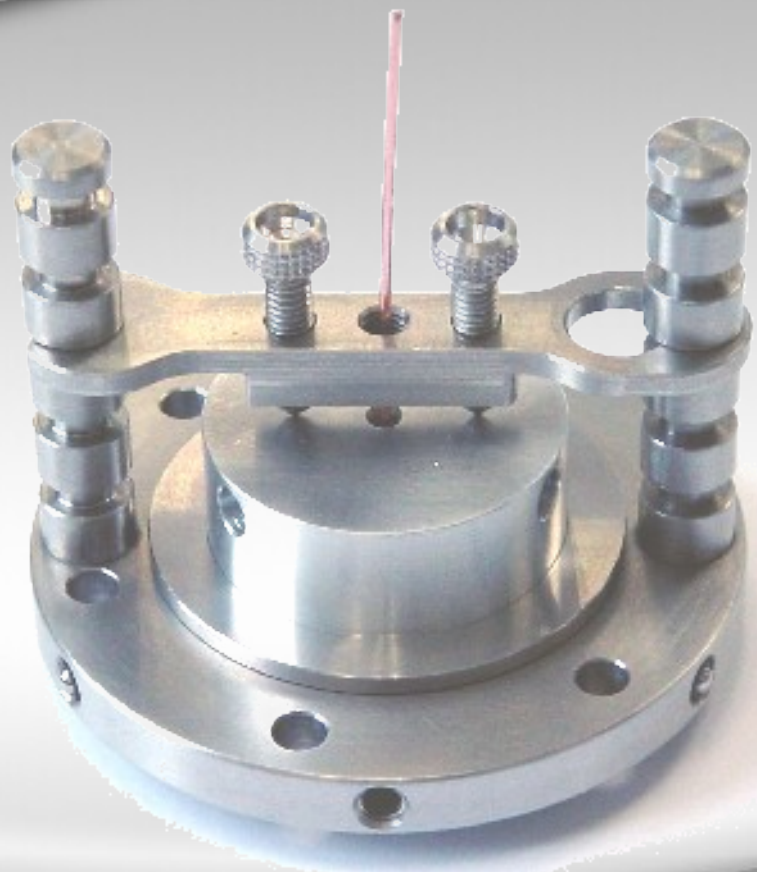


RF USU – Messen selbst kleinster Proben

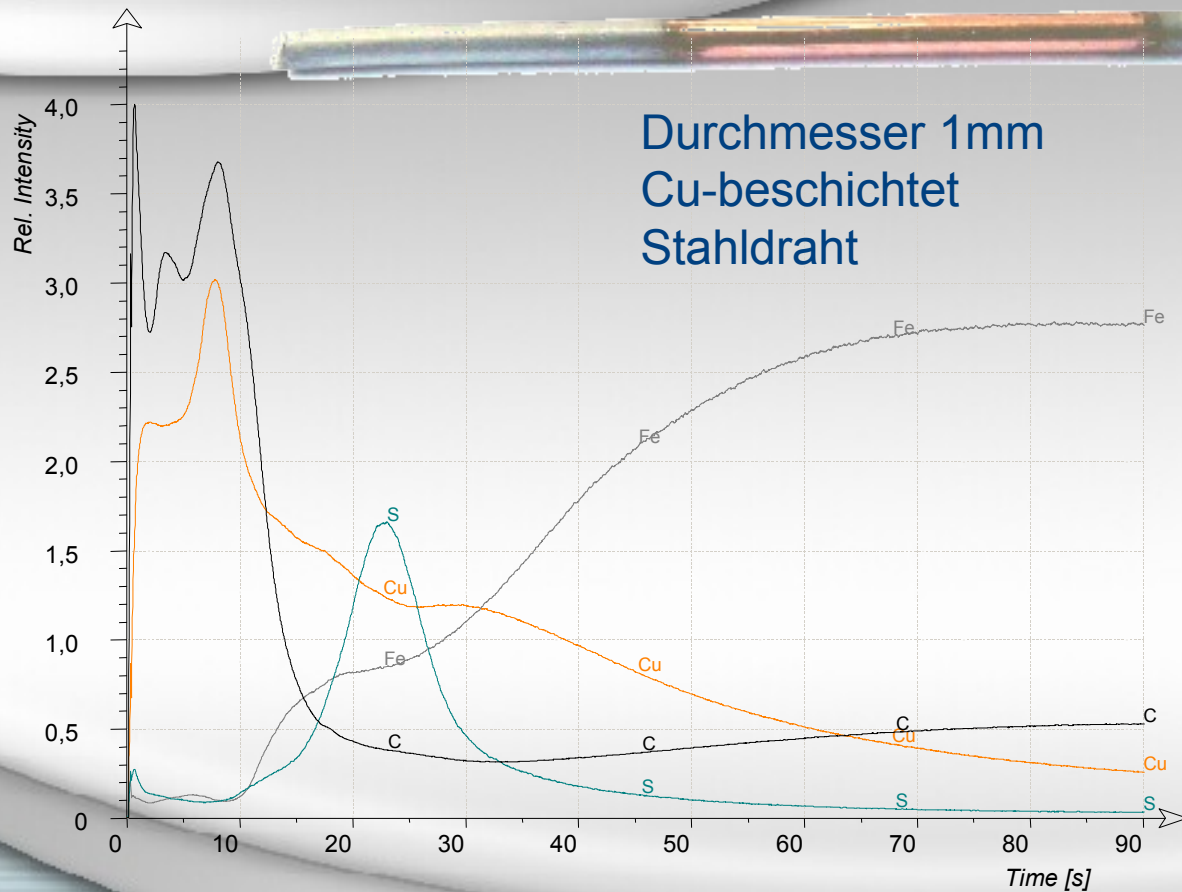


Adapter für Drähte in der Universalmesskammer

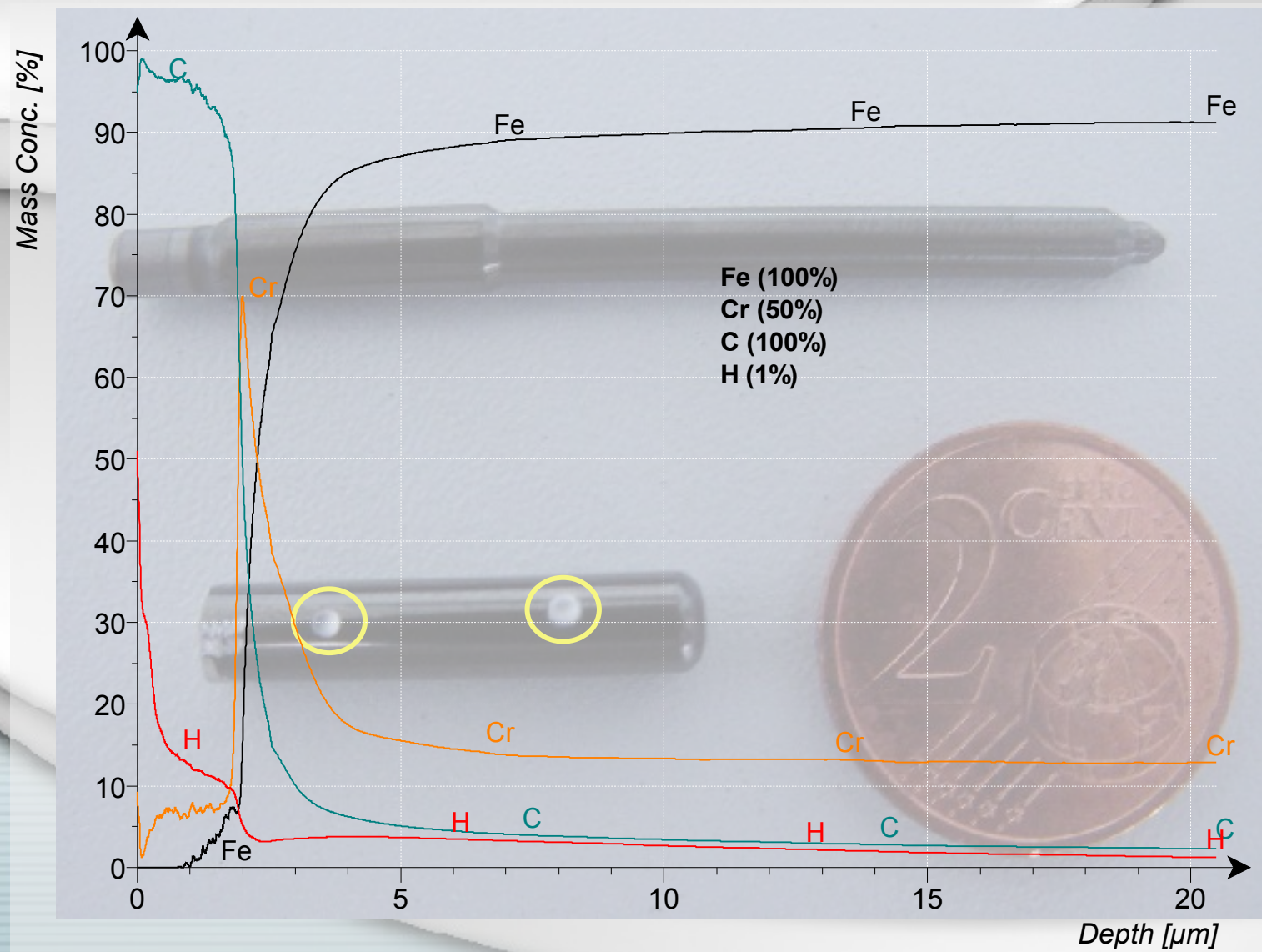
- Einfacher Probenwechsel
- Definierte
Probenpräparation
- Unterschiedliche
Probendurchmesser
möglich



Analyse von kleinen Proben

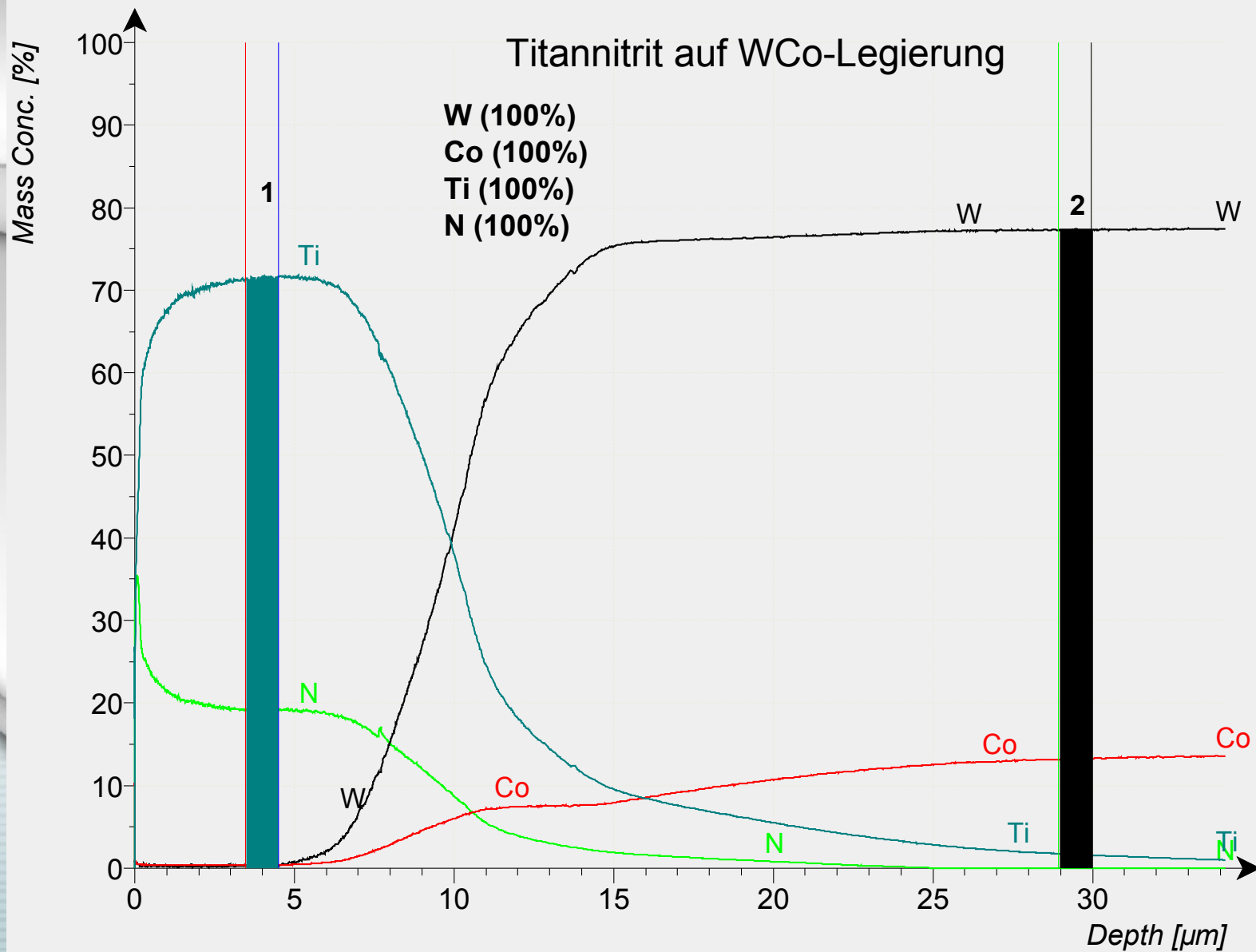


1mm Anode



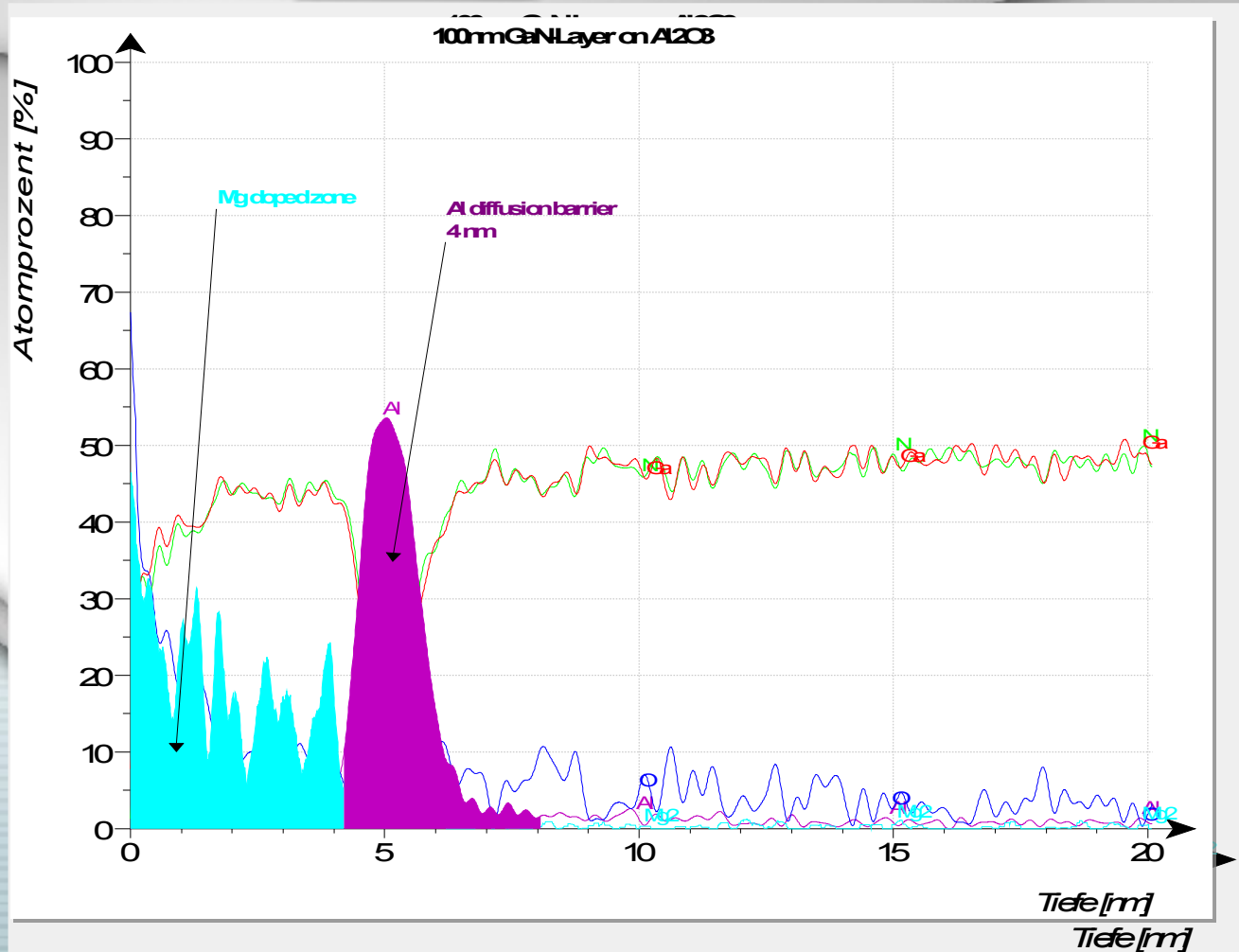
Titannitrit auf WCo-Legierung

W (100%)
Co (100%)
Ti (100%)
N (100%)



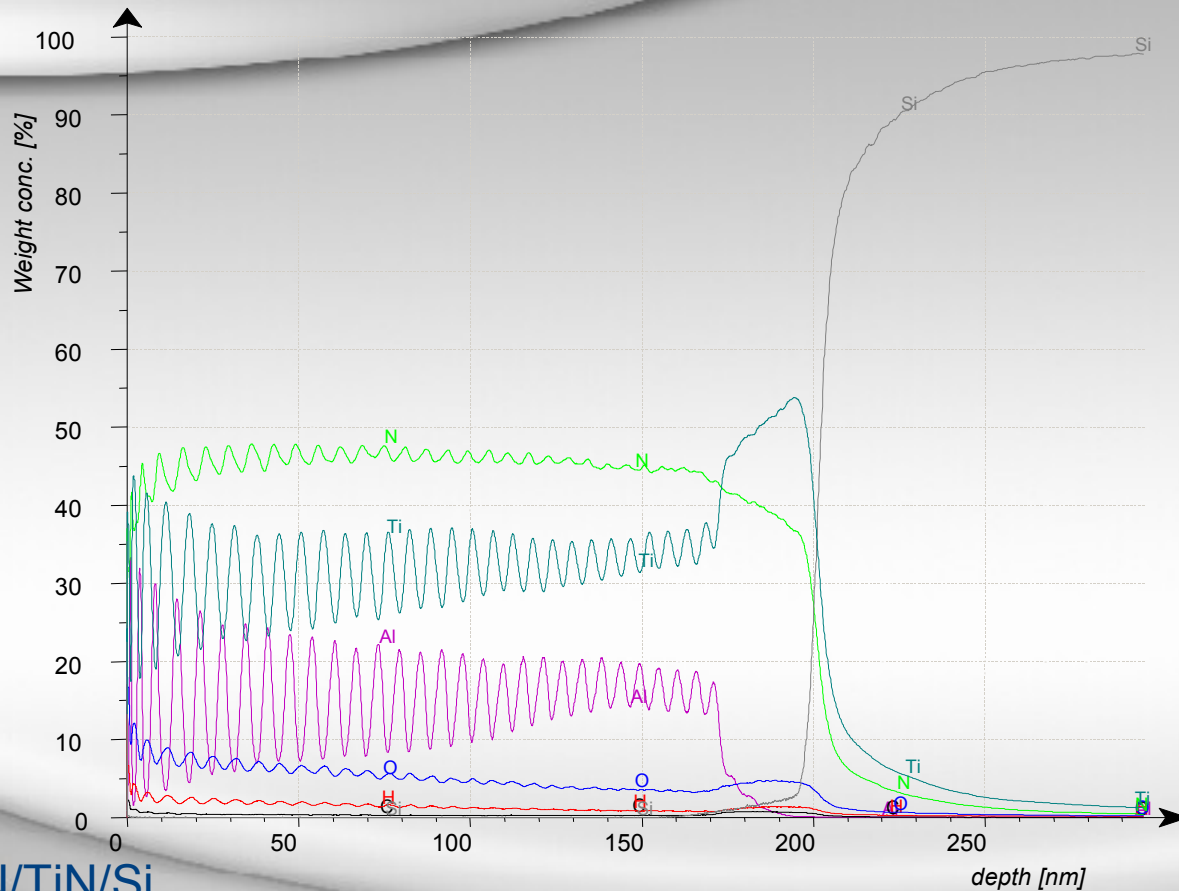
Halbleiter mit GD OES

“dünne” Schichten



Halbleiterschicht (GaN)
An der Oberfläche eine Anreicherung von Mg von wenigen nm. Die maximale Mg-Konzentration beträgt 250ppm.

Beispiele für die RF-GD OES



60 Schichten

TiN/TiAlN/.../TiAlN/TiN/Si.

mit ca 3nm pro Schicht

Wirtschaftlichkeit

Analysengerät	Anschaffungskosten	Verbrauchsmittelkosten/Monat	Personal
GDOES	130.000,-€	Ca.150€	Laborant/ Ingenieur
REM/EDX	250.000,-€	Ca.250€	Laborant/ Ingenieur
Auger	500.000,-€	Ca.3.000,-€	Ingenieur/Doktor
SIMS	500.000,-€	Ca.3.000,-€	Ingenieur/Doktor
Esca	500.000,-€	Ca.3.000,-€	Ingenieur/Doktor

Nicht berücksichtigt werden hier die zusätzlichen Kosten für Wartung und Reparatur. Ein Servicevertrag für ein AUGER-Spektrometer kostet z.B. 15.000,-€/Jahr.

Warum GD OES?

Zusammenfassung

- GD-OES ist ein eindrucksvolles analytisches Werkzeug für die Tiefenprofilanalyse sowie die Materialanalyse von Festkörpern in einem Gerät, einfach und ohne große Probenpräparation
- Alle gängigen Matrices lassen sich **ohne** Umbau einfach analysieren
- Jedes Gerät wird kundenspezifisch angepasst
- Die Analysenzeit ist geringer als bei anderen Verfahren
- Viele Ergebnisse (Schichtdicke, Schichtzusammensetzung etc.) mit einer Messung möglich
- Geringer Verbrauch ($Ar < 0.5l/min$) = Geringe Betriebskosten
- Einfache Bedienung. Die GDAs werden häufig in Laboren und in der Produktion verwendet
- Hervorragendes Preis-Leistungsverhältnis

- Danke für Ihre Aufmerksamkeit