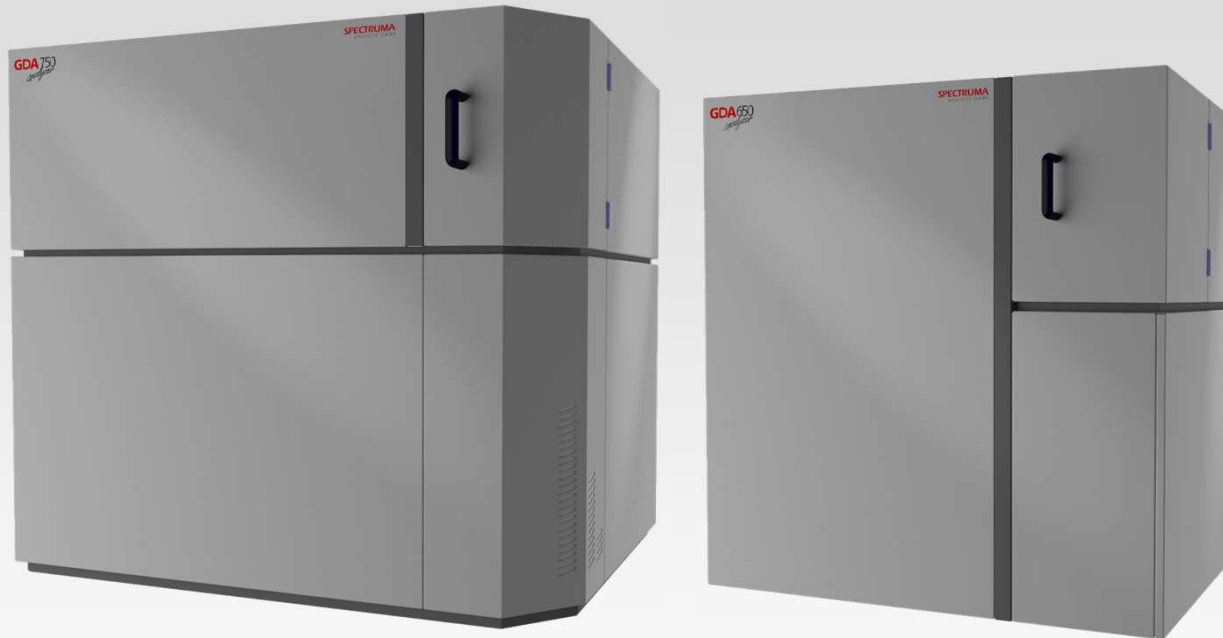


SPECTRUMA
ANALYTIK GMBH



SPECTRUMA Analytik
GmbH
Fabrikzeile 21
95028 Hof
Tel. + 49 9281 / 83308-0
Fax. + 49 9281 / 83308-28

info@spectruma.de

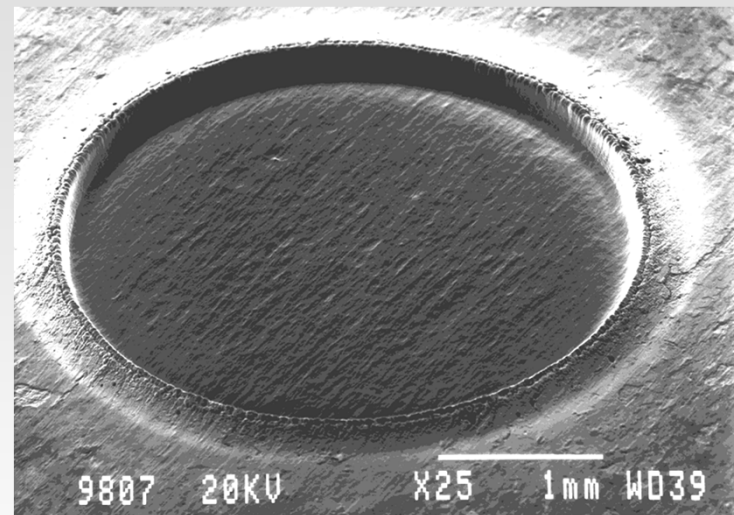
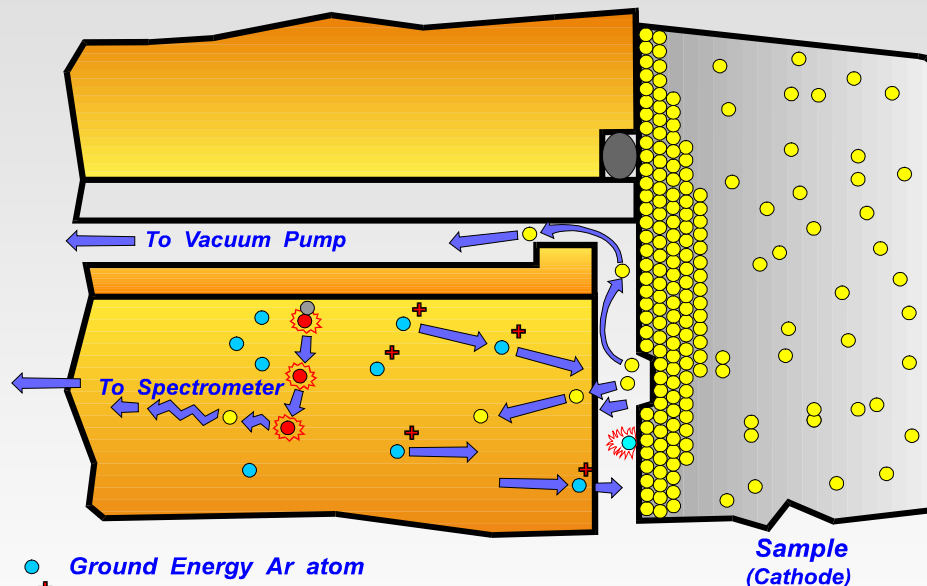
Neuentwicklungen der Fa. **Spectruma**

Anwendungen bei Pulsbetrieb / CCD, Analysen von Lackschichten uvm.

Allgemeines

SPECTRUMA
ANALYTIK GMBH

Analysestelle : Aufnahme mit dem
Rasterelektronenmikroskop



- Ground Energy Ar atom
- + Argon Ion
- Sample atom
- Excited Sample atom

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 Probeteilchen diffundieren ins Plasma und emittieren, angeregt durch Stoßprozesse, Licht. Dieses Licht wird in einem optischen Spektrometer analysiert und dadurch die Zusammensetzung des Schichtsystems bestimmt.

Dieses Licht wird in den Kessel übertragen wo es von PMT- oder CCD-Sensoren ausgewertet werden kann.

SPECTRUMA Geräteserie

Physikalische Abmessungen	GDA 150 HR / GDA 650	GDA 550 / GDA 750
Länge	1140 mm	1440 mm
Breite	650 mm	890 mm
Höhe	1250 mm	1380 mm



SPECTRUMA
GDA 150 / 650

- CCD-Spektrometer
- 2,5-mm-, 4-mm-, 8-mm-Anoden
- Hochfrequenz Entladung für die Analyse von Nichtleitern (GDA 650)
- LoD 0,1 - 10 ppm
- High end Bulk- Analysen
- Tiefenprofilanalysen

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



SPECTRUMA
GDA 550 / 750

- Rowland Kreis mit PMT Detektion
- 2,5-mm-, 4-mm-, 8-mm-Anoden
- Schnelle Auswertung für dünne Schichten (<50nm)
- Hochfrequenz Entladung für die Analyse von Nichtleitern (GDA 750)
- LoD 0,1 ppm – 10 ppm

GD - CCD : GDA 150HR / 650

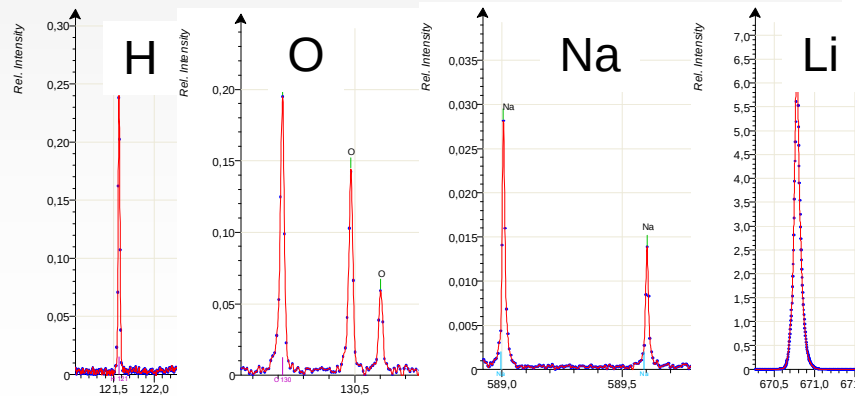
Hohe Empfindlichkeit / Kanalflexibilität

SPECTRUMA
ANALYTIK GMBH

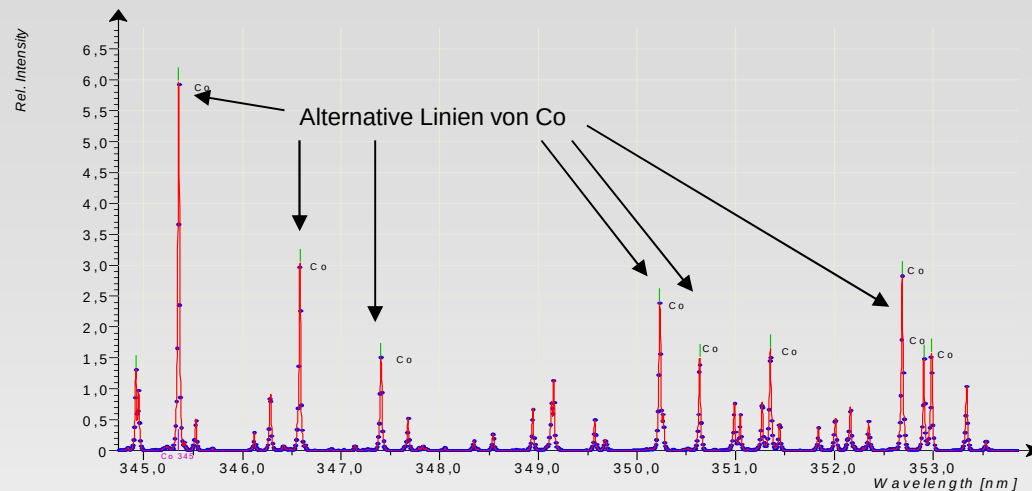


SPECTRUMA
GDA 150 / 650

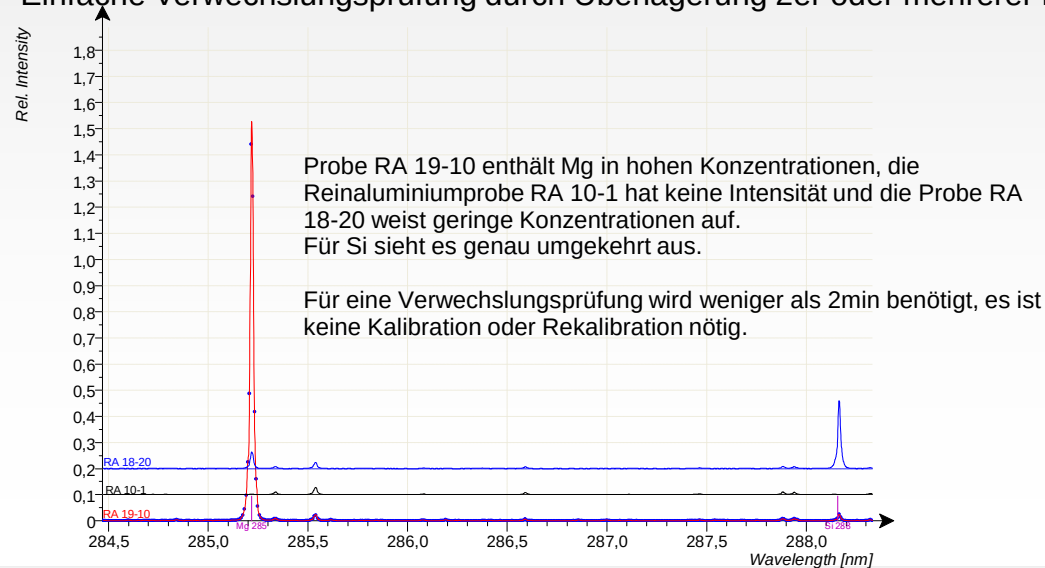
- Kurzweiliges Licht wie Sauerstoff und Wasserstoff können mit der CCD für die GDA 650 und 150HR mit detektiert werden
- Langweiliges Licht wie Na und Li kann durch variable Chips ebenfalls erfasst werden
- Auflösung ca. 20 pm (FWHM)



- nahezu unendliche Anzahl an Kanälen (Elementen des PSE) möglich. Sollte die Empfindlichkeit nicht genügen, können alternative Linien vermessen werden



- Berechnung und Überlagerung von theoretischen Spektren mit den tatsächlich gemessenen zur besseren Auffindung von Linien
- Einfache Verwechslungsprüfung durch Überlagerung 2er oder mehrerer Messungen



-GD - PMT : GDA 550 / 750

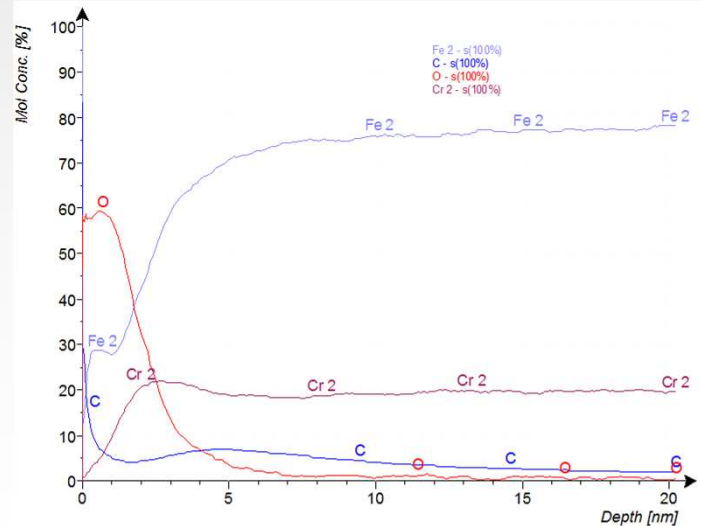
Hohe Empfindlichkeit / Hohe Geschwindigkeit

-GD - PMT/CCD: GDA 550 / 750 mit CCD

Hohe Empfindlichkeit, Geschwindigkeit und Flexibilität

Ein PMT schickt ca.2000 Datenpunkte pro sec zum externen PC, eine CCD 10-20 Datenpunkte pro sec (abhängig von den LoD).

Für dünne Schichten (<50nm) ist ein PMT immer noch zu bevorzugen, auch bei niedrigen Nachweisgrenzen in dünnen Schichten.



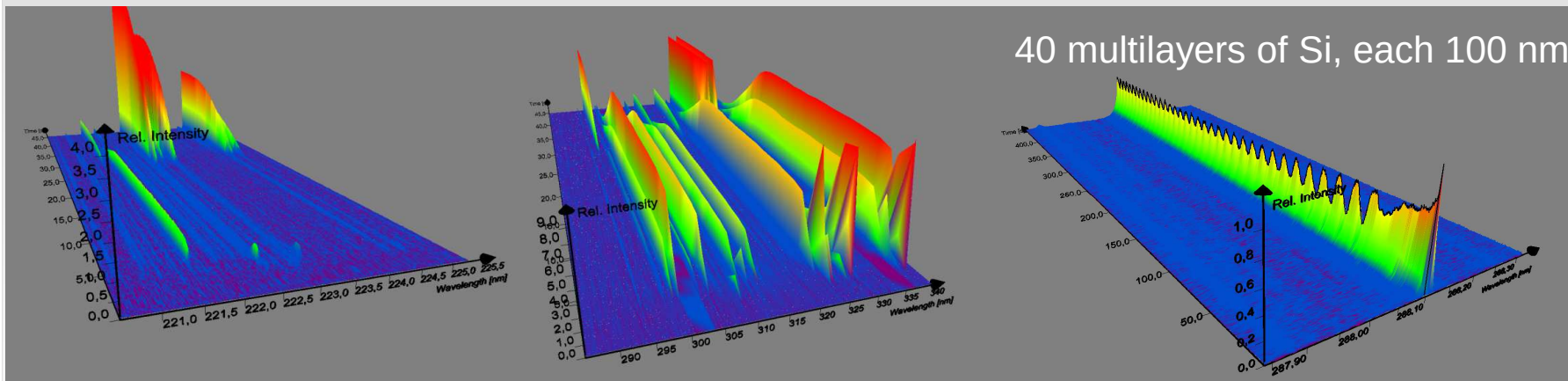
- “CCD” oder “Monochromator” können hinzugefügt werden um die Flexibilität zu erhöhen

SPECTRUMA
ANALYTIK GMBH



SPECTRUMA
GDA 550 / 750

- Mit der CCD können Spektren über einen grossen Wellenlängenbereich aufgenommen werden. Zwischen 120 und 700 nm sind nahezu alle wichtigen Linien der Elemente des PSE vertreten. Der Verlauf kann dabei als Tiefenprofil direkt ausgegeben werden oder der Kanal für zukünftige Messungen definiert werden.



Anschauliche 3D Darstellung über den gesamten Wellenlängenbereich. Mit der aktuellen Software WinGDOES lassen sich aus dieser Darstellung direkt Tiefenprofile extrahieren, die mit einer Kalibration belegt werden können.

- Ein Monochromator ist ein zusätzlicher PMT. Der Bediener kann selber die Wellenlänge vorgeben, die aufgezeichnet werden soll. An dieser Stelle wird dann mit den 2000 Datenpunkten pro sec analysiert. Während einer Messung im Durchschnittsanalysenmodul können bis zu 5 Kanäle angefahren werden.

Geräteaufbau

Spektrometer

Holographisches Gitter

Brennweite:
750mm

Austrittsspalt

Rowland Kreis

Eintrittsspalt
In 2 Richtungen
ausrichtbar

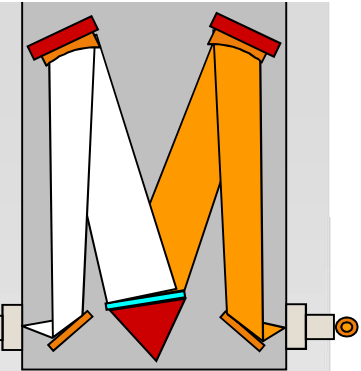
Linse

CCD

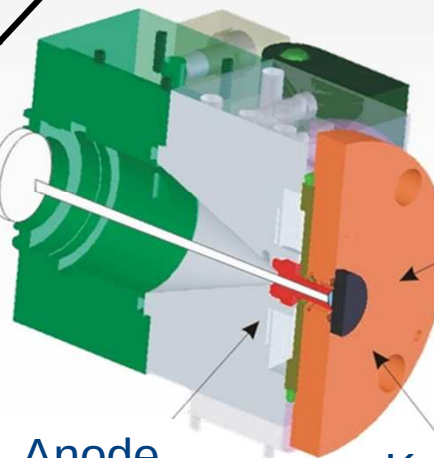


Photomultiplier

Monochromator
mit Photomultiplier



Glimmentladungsquelle

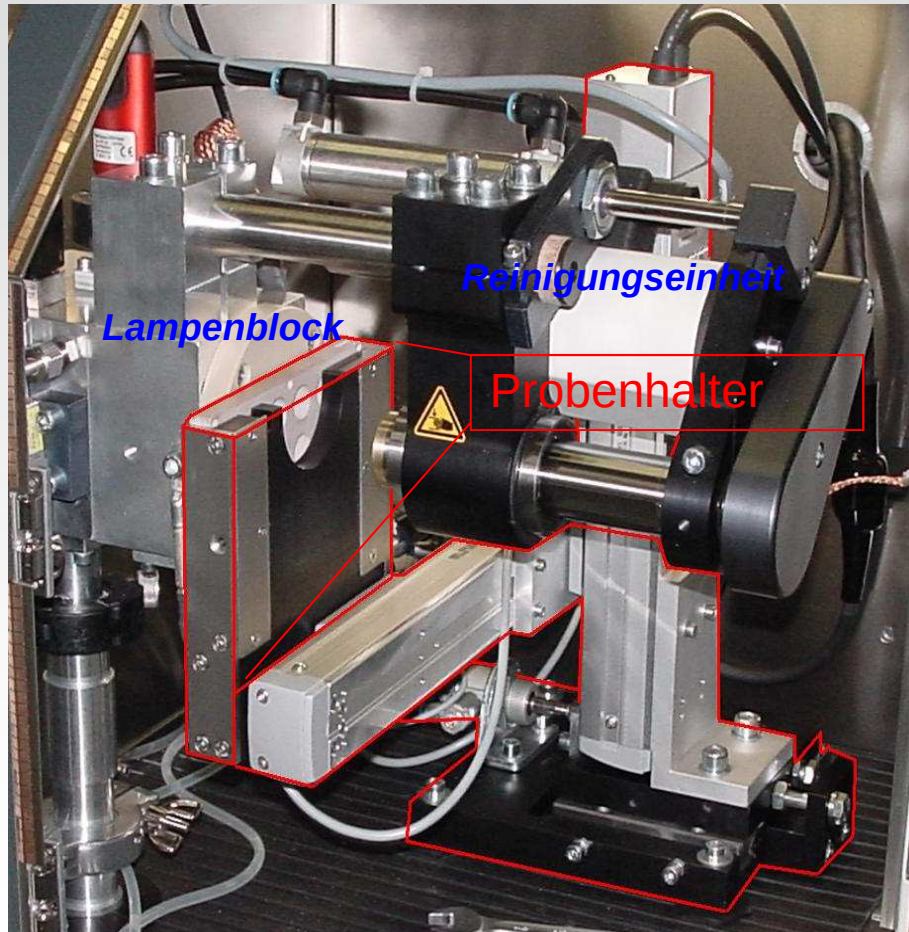


Probe

Anode

Kathode

Automatische Probenzuführeinheit, VERSION 2

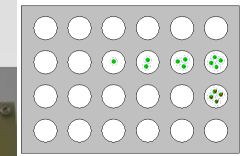


Die **Automatische Probenzuführeinheit** wird entwickelt von Fa. Spectruma / Fa. Schölderle, in Zusammenarbeit mit dem Kunden. Sie passt in den Standard Probenraum einer GDA 550/750

SPECTRUMA

ANALYTIK GMBH

Spezialsoftware für
die
Vorlagenbearbeitung



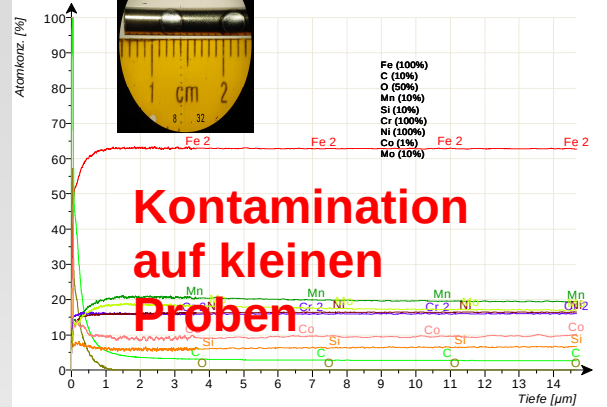
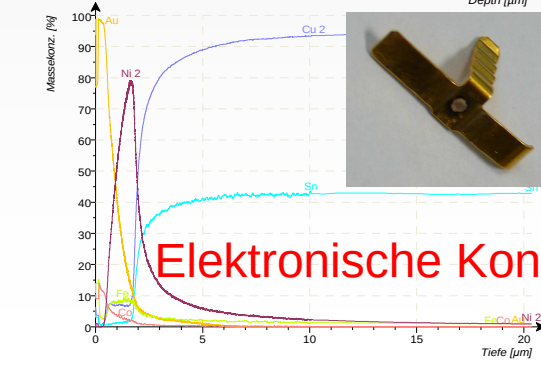
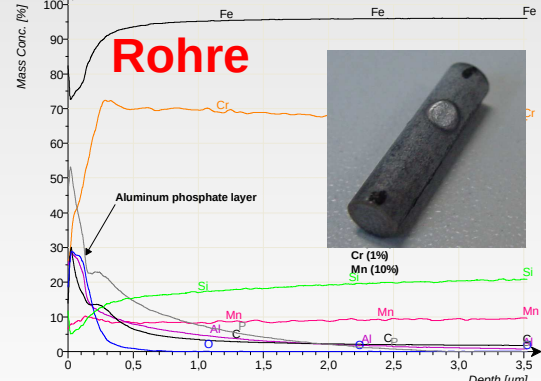
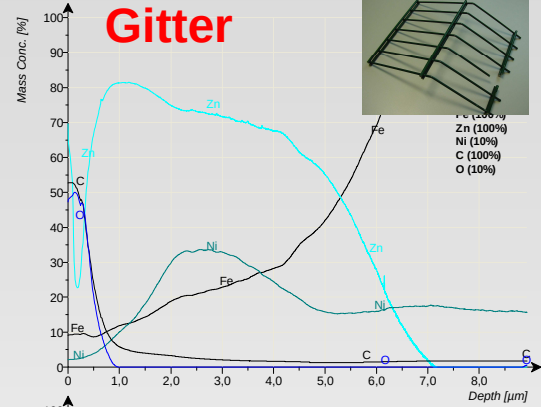
Grösse 90*130mm

Probenhalter

An diesem aktuellen Anwendungsbeispiel eines Kunden lässt sich die Automatische Probenzuführeinheit beschreiben. Hier können 24 verschiedenen Proben vorbereitet werden. Diese werden automatisch nacheinander gemessen. Die Definierung und genaue Position des Brennfleckes wird m.H. der mitgelieferten Software genau festgelegt. So können auch mehr als nur ein Brennfleck gewählt werden. Gerade diese Vorbereitung wird bereits von der Datenbank des Kunden aus vorbereitet und nur jeweils eingeladen.

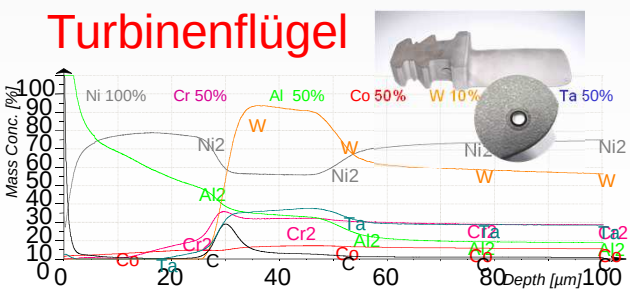
Grosses Anwendungsgebiet

SPECTRUMA
ANALYTIK GMBH



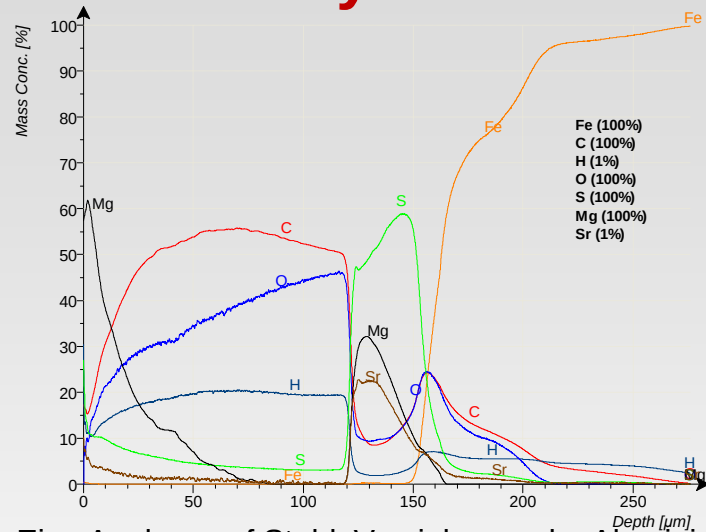
Probe:	10mm								
	Fe [%]	C [%]	Mn [%]	Si [%]	P [%]	S [%]	Cr [%]	Ni [%]	Cu [%]
Mittelwert	96,63	0,993	0,353	0,221	< 0,001	0,004	1,599	0,032	0,112
Probe:	20mm								
	Fe [%]						r [%]	Ni [%]	Cu [%]
Mittelwert	96,98	0,968	0,276	0,272	0,001	0,009	1,363	0,027	0,036

Durchschnittsanalyse auch möglich



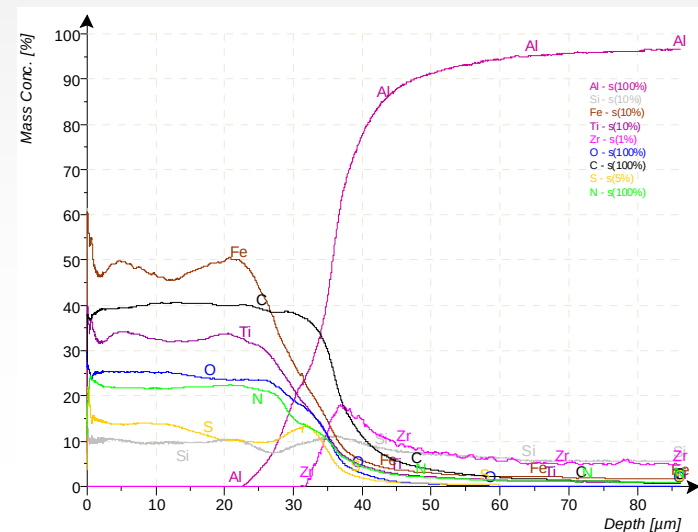
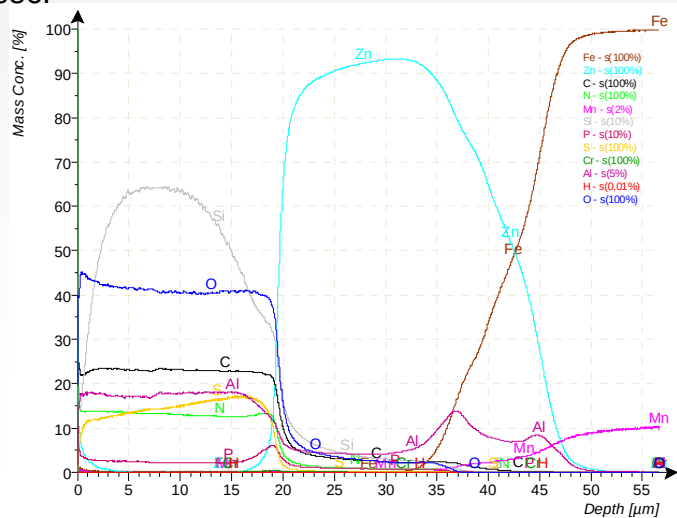
Analyse von Lackschichten

SPECTRUMA
ANALYTIK GMBH



In der Autoindustrie werden häufig ganze Lacksysteme verwendet. Das hier dargestellte System besteht aus einem 120 μm dicken Kathodentauchlack und dem darunterliegenden 30 μm dicken Füller mit unorganischen Salzen (Mg und Sr). Die Lackschicht wurde direkt auf Stahl appliziert.

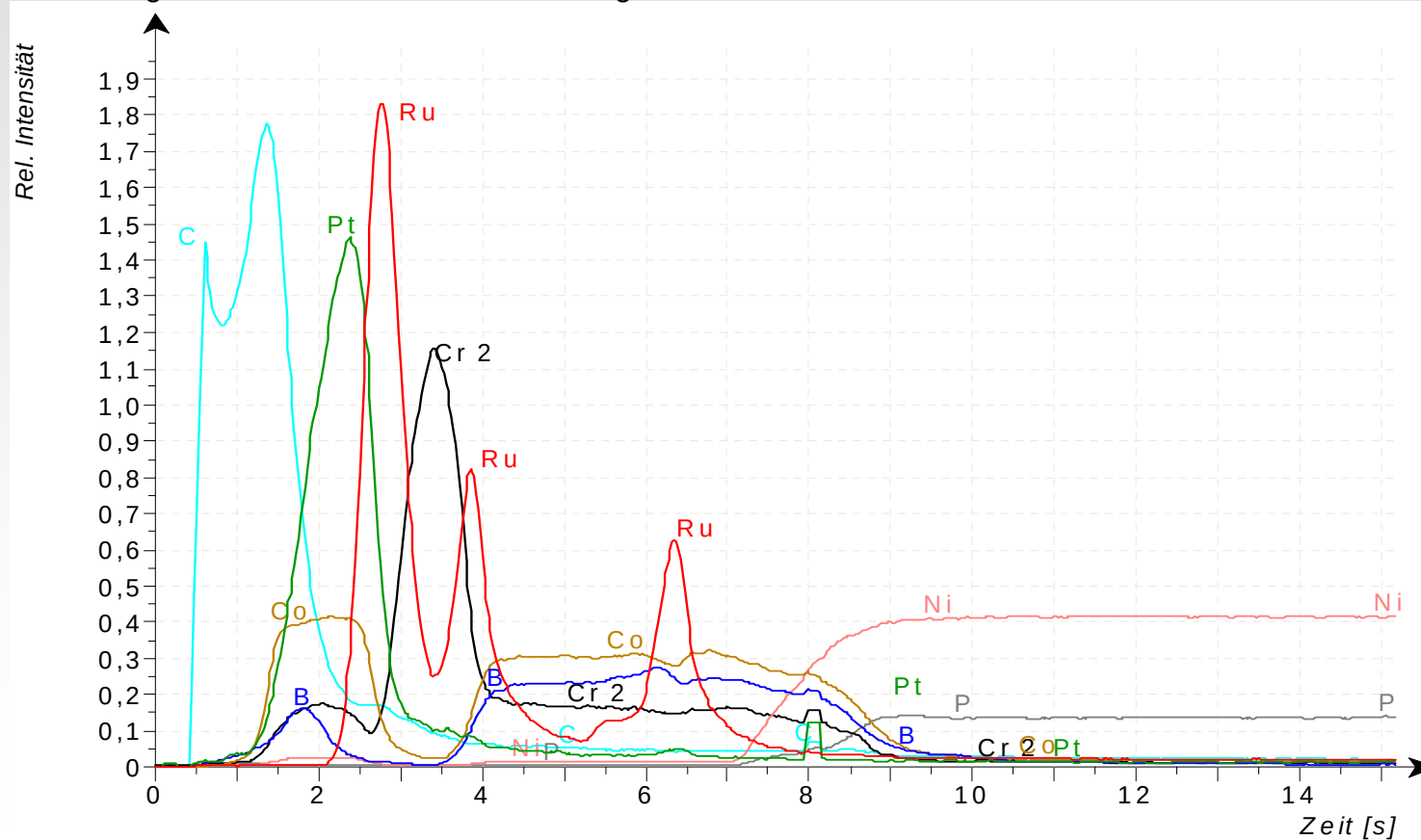
Eine Analyse auf Stahl, Verzinkung oder Aluminium ist hier gleichwohl möglich. Die Abtragsrate liegt bei 20-50 nm/sec.

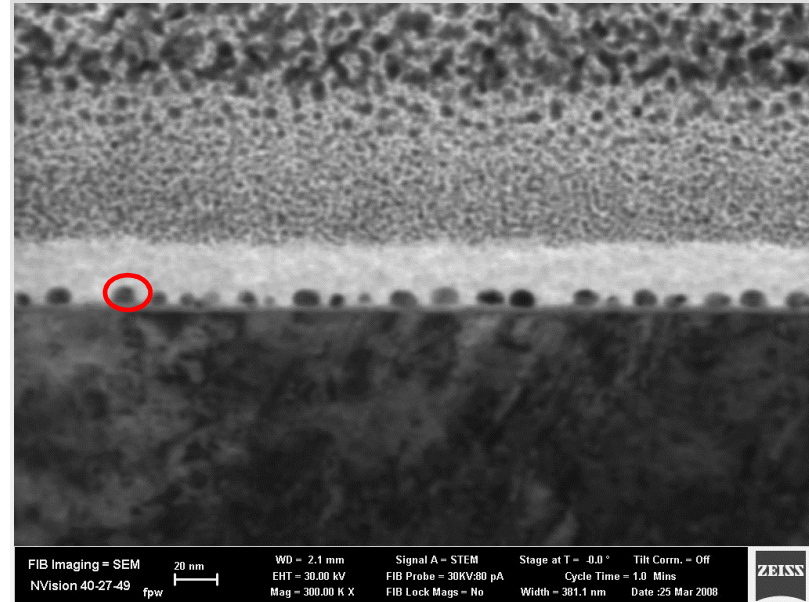
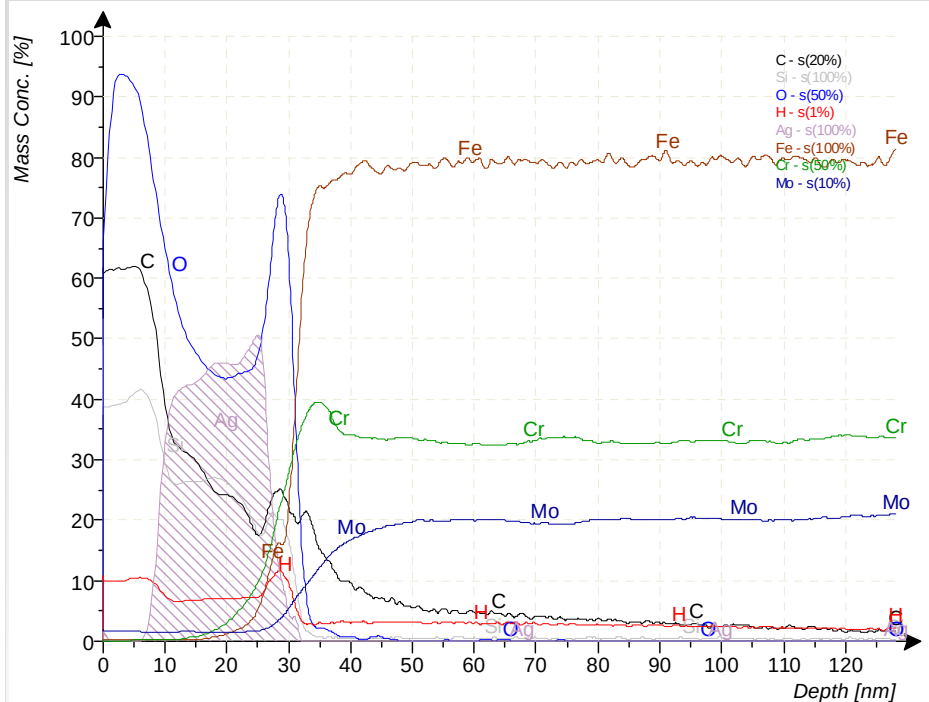


HARDDISK (NIP auf AL Legierung) - Analyse mit dem Pulsverfahren

SPECTRUMA
ANALYTIK GMBH

Pulsmodus, 3000Hz, 15% Tastgrad,
Durch die Anwendung des Pulsens können wärmeempfindliche
Proben analysiert werden. Die gesendeten Signale werden
aufgeweitet für eine bessere Auflösung





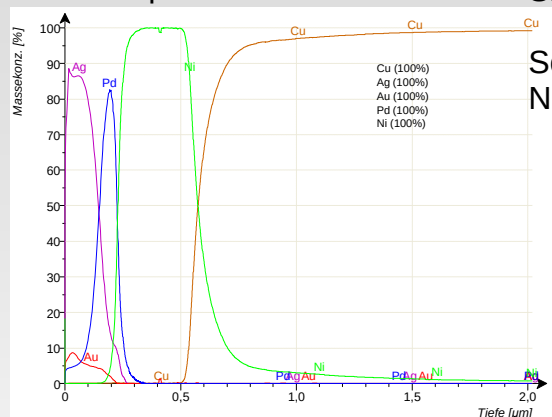
Auch dünne Beschichtungen lassen sich m.H. des Pulsbetriebes deutlich besser abheben.
Die auf dem TEM Bild zu sehenden Kügelchen stellen Silber dar. Sie sind in einer Matrix aus SiO_xC_y auf einer Stahloberfläche aufgebracht.

Pulsbetrieb bei der CCD, Erfassung von dünnen Schichten

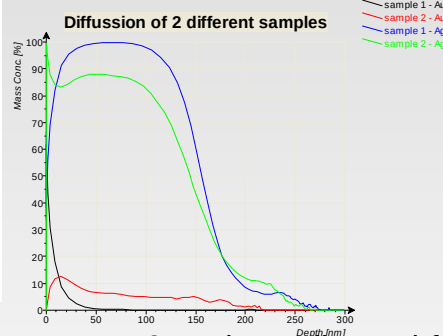
SPECTRUMA
ANALYTIK GMBH

Aufgabenstellung:
Diffusion von Gold in die darunterliegende
Silberschicht

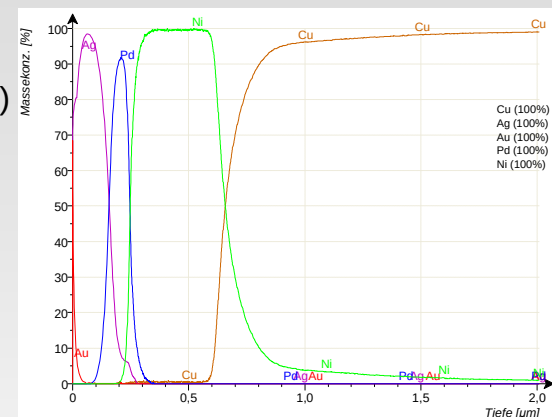
Schlechtprobe



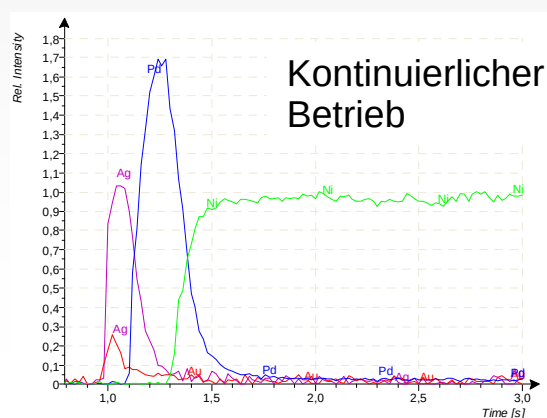
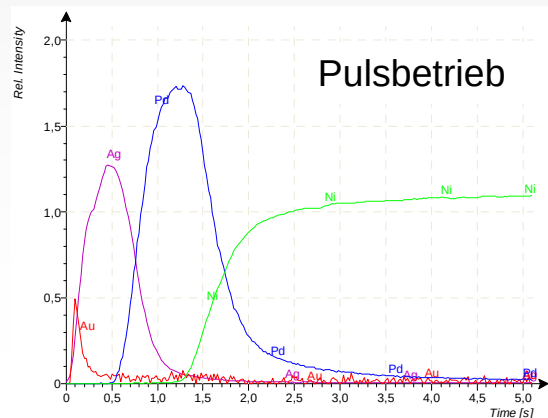
Schichtdicke Au 10 nm, Ag 120 nm auf
Nickel auf Kupfer (Elektronischer Kontakt)



Gutprobe



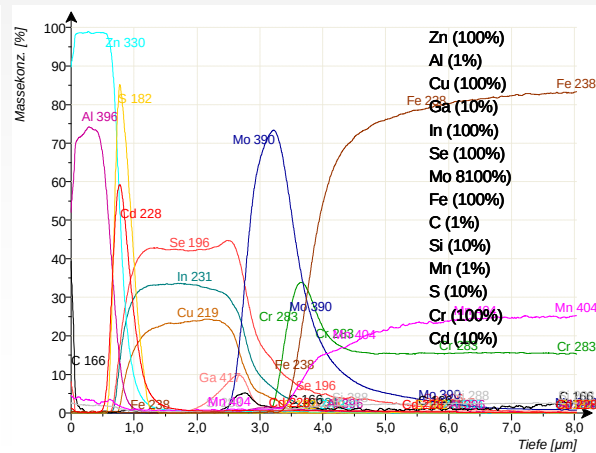
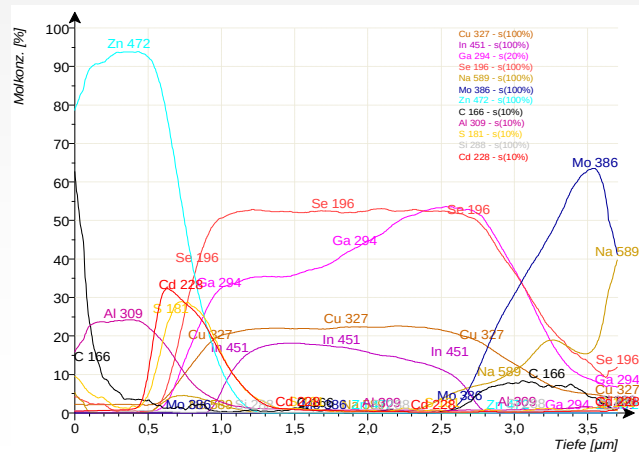
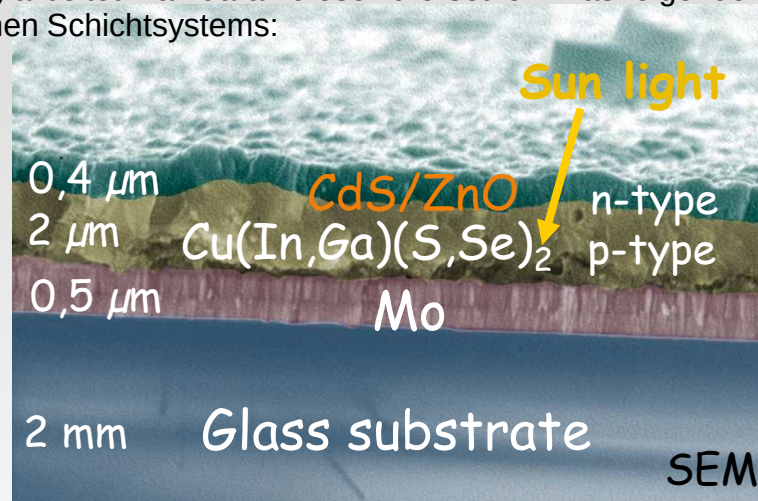
- Bei Applikationen mit Schichtdicken von unter 50 nm kann die Hochfrequenzanregung im **Pulsbetrieb** verwendet werden, speziell bei Messungen mit CCD-Detektoren könnte es hilfreich sein
- **Pulsbetrieb**: gleiche Bedingungen im Plasma, es wird aber nur der Bruchteil einer Sekunde gesputtert
- Immer noch Messzeiten im Sekundenbereich (hier 20 Sekunden)



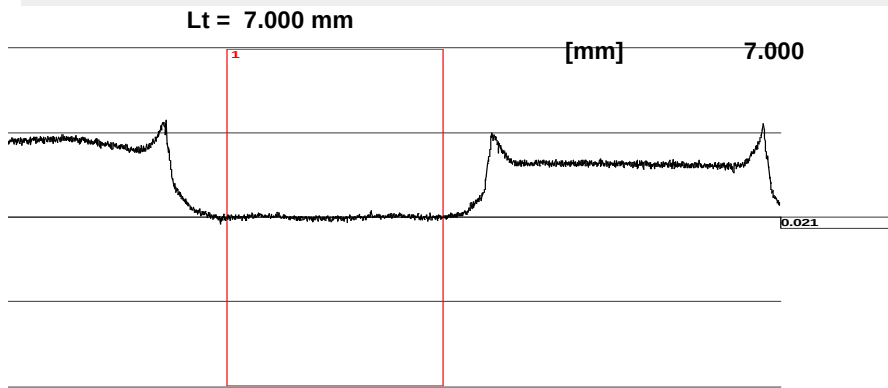
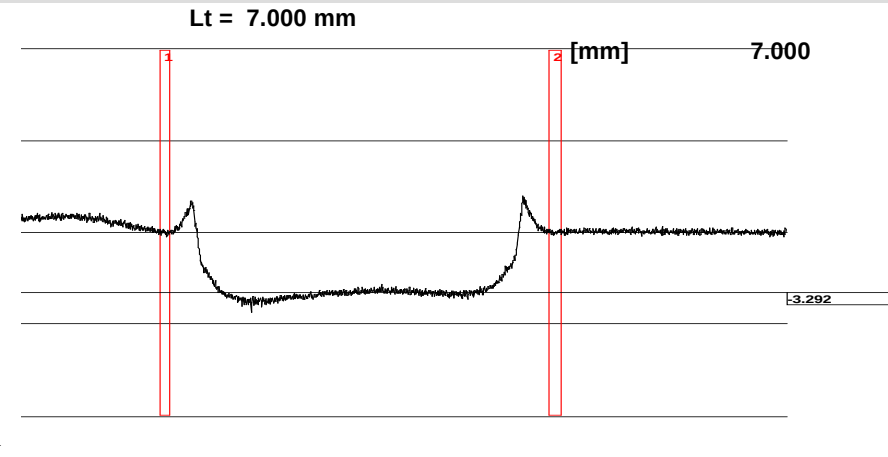
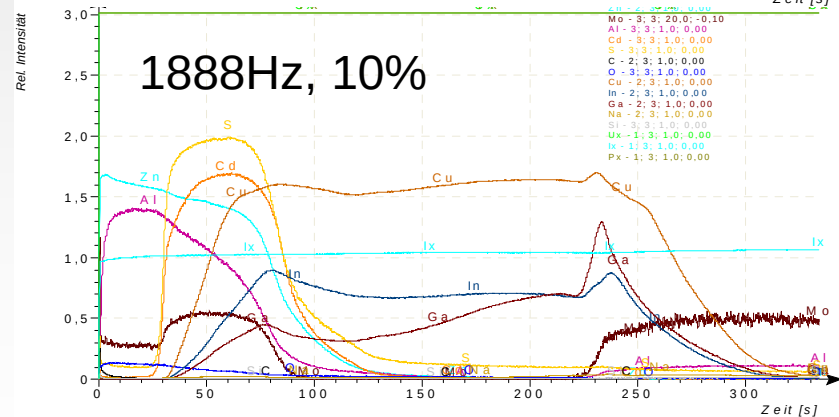
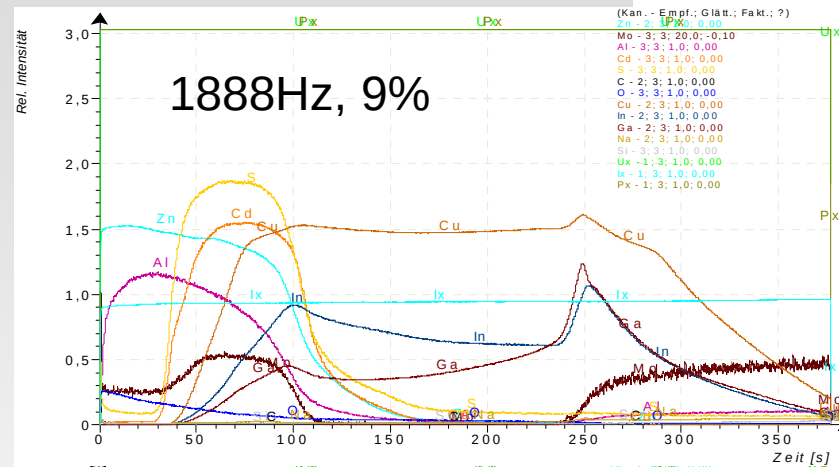
- Im Pulsbetrieb steigt das Goldsignal bereits vor dem Silbersignal an
→ Trennung der beiden Schichten

In der Halbleiterindustrie werden Kupfer-Indium-Gallium(di)selenide (unterschiedliche Konzentrationen, auch Schwefel als "Absorber") auf ein Substrat appliziert (z.B. Glas, Si Wafer oder Stahl). Als Rückkontakt dient oft Molybdän. Die obere Schicht kann dabei aus einer transparenten Oxidschicht (Al-Zn-oxide) bestehen, die den p-n-Übergang ermöglicht. Zwischen dieser Schicht und dem Absorber wird auch eine Schicht aus Kadmiumsulfiden verwendet. Aufgrund seiner Toxizität (aber auch als Entwicklungsschritt) arbeitet man daran diese zu ersetzen. Das folgende Bild zeigt ein Beispiel eines solchen Schichtsystems:

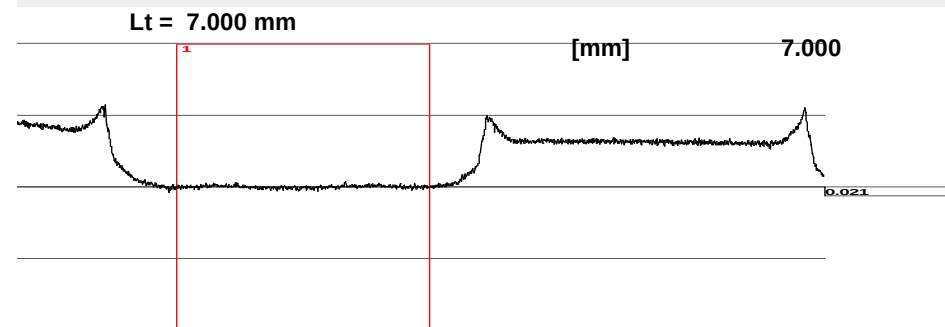
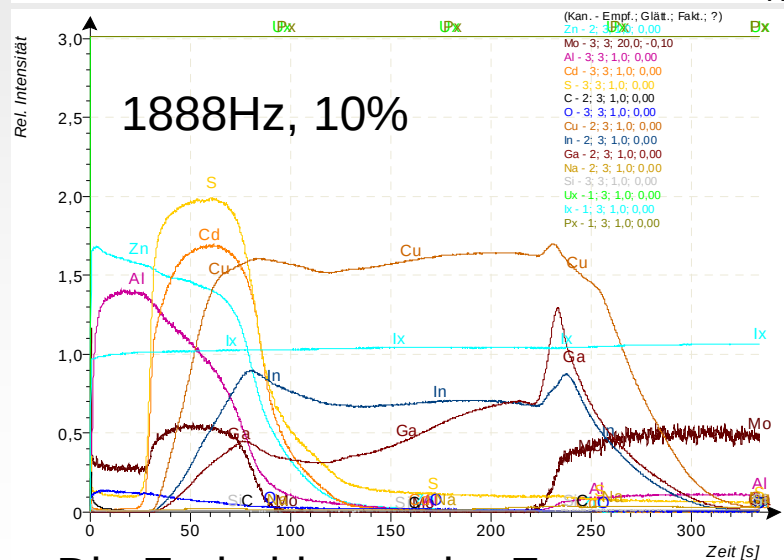
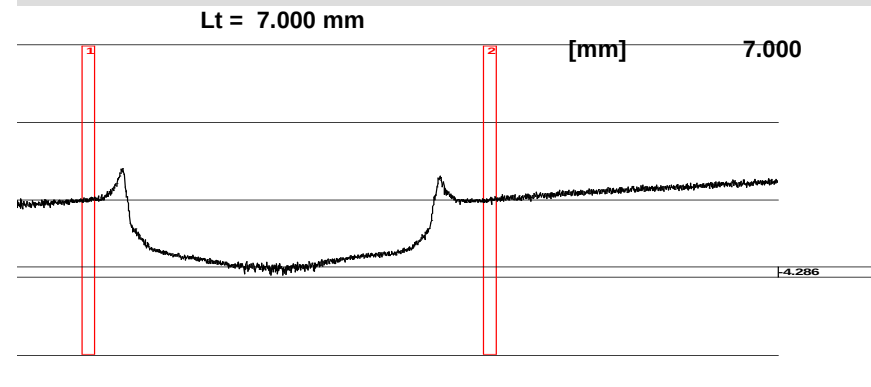
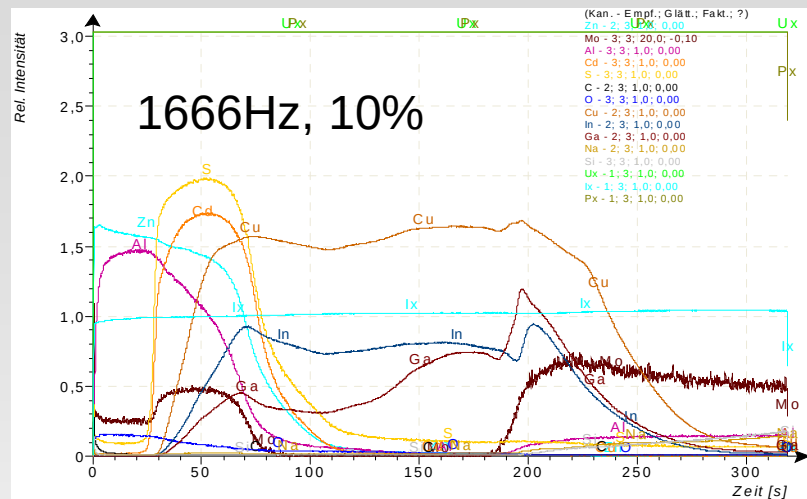
SPECTRUMA
ANALYTIK GMBH



- Als optimale Anregungsart hat sich der Pulsmodus herauskristallisiert:
Doch wie schon bei Glimmlampenbedingungen hat auch die Frequenz und der Tastgrad einen Einfluss auf die Kraterform



Durch Erhöhung des Tastgrades kann ein flacherer Kraterboden erhalten werden



Die Erniedrigung der Frequenz erzeugt eine „Wannenform“ des Kraters.

Beispiele für die Pulsfrequenz

Anregungsparameter

Anregungsart:
prim. spannungskonstant, druckgeregelt (HF)

Vorgabe Regelgröße
850 V 2 hPa

HF-Betrieb Pulsfrequenz Tastgrad
gepulst 1777 Hz 22 %

Einschaltdauer: 124 µs

☐ Signalsynchronisierung

OK Abbrechen

Anregungsparameter

Anregungsart:
prim. spannungskonstant, druckgeregelt (HF)

Vorgabe Regelgröße
850 V 2 hPa

HF-Betrieb Pulsfrequenz Tastgrad
gepulst 222 Hz 22 %

Einschaltdauer: 991 µs

☒ Signalsynchronisierung

Datenrate sollte 10 % oder kleiner gewählt werden

OK Abbrechen

In aktueller Software WinGDOES 4.5 lassen sich die Frequenzen einfach vorwählen. Es ist dabei anzuraten, sich von 2000 Hz und dem Vielfachen davon fernzuhalten, da dies der Abtastrate der PMTs entspricht. Beim Pulsen sollte eine geringe Datenrate verwendet werden. Bei längerer Einschaltdauer lässt sich zusätzlich eine Signalsynchronisierung aktivieren. Hier wertet die Software das Maximum der Schwingung aus.

Neuerungen in der aktuellen Version WinGDOES 4.x

SPECTRUMA
ANALYTIK GMBH

- Einfache Vorgabe der Pulsfrequenz
- Unterstützung von Windows 7, 32 bit
- Schnelle Erstellung von „Jobs“, dabei wird eine Auswertung kundenspezifisch vorbereitet und ein „Job“ direkt generiert. Dieser kann dann über alle offenen Messungen überladen werden
- Einfache Erweiterung der Kalibration mit Schichten direkt aus dem Tiefenprofil
- Umwandlung von 3D CCD Spektren in Tiefenprofile (und mit Hilfe des obigen Punktes können diese dann direkt kalibriert werden)
- Analyse von Scans des Polychromators, dadurch kann die Umgebung eines Peaks analysiert werden (Interferenzsuche)
- Regelbasierte Listenwahl; anhand von Kriterien verwendet die Software selber die richtige Kanalliste bei der Durchschnittsanalyse
- Kanalreihenfolge anhand dieser Kanalliste
- Überschreibschutz der Kalibration
- Rekalibrierrichtlinie
- Linieninterferenzen automatisch suchen
- Mutter-Tochter-Beziehung in der Methode definierbar
- Farbiger Legendetext im Graph

Regelbasierte Kanallistenwahl

Geben Sie hier die Bedingungen an, unter welchen die betreffende Kanalliste für die Auswertung einer Durchschnittsanalyse automatisch ausgewählt werden soll.

	Kanalliste	Auswahlregel
1	Main	
2	Mg >1	Mg > 1,000 %
3	Ni >0,2	Ni > 0,200 %
4	Pb >0,2	Pb > 0,200 %
5	Si >10	Si > 10,000 %
6	Zn >3	Zn > 3,000 %
7	pure Al	Al > 98,500 %

Position -

Position ±

OK

Abbrechen

Und dann war da noch...

- Automatische Untergrundkorrektur schon bei der Kalibration (bereits vorhanden):
 - Die Software ermöglicht eine zusätzliche Analyse des Spektralen Untergrunds. Dabei wird eine alternative Position neben dem Elementsignal vorgegeben. Neben der Analyse des Signals wird nachträglich diese Position angefahren → bessere Nachweisgrenzen bei Reinanalysen (besonders hilfreich bei Wasserstoff gestörtem Untergrund)
- Anwendung eines Vorplasmas
 - Bereits jetzt ist die Option Vorplasma (Reinigungsglimmen) verfügbar

SPECTRUMA
ANALYTIK GMBH

Automatische Untergrundkorrektur

Abstand der Untergrund-Meßpunkte von der Signallage (in pm):

☒ Für Kalibrierung/Rekalibrierung und Durchschnittsanalyse verwenden

Kanal	-80 pm	-39 pm	-28 pm	23 pm	31 pm	100 pm	Korrekturverfahren
Al 396	☐	☐	☐	☐	☐	☐	nicht aktiv
Si 288	☐	☐	☐	☐	☐	☐	nicht aktiv
Fe 271	☐	☐	☐	☐	☐	☐	nicht aktiv
Cu 327	☐	☐	☐	☐	☐	☐	nicht aktiv
Mn 403	☐	☐	☐	☐	☐	☐	nicht aktiv
Mg 383	☐	☐	☐	☐	☐	☐	nicht aktiv
Cr 425	☐	☐	☐	☐	☐	☐	nicht aktiv
Ti 399	☐	☒	☐	☐	☐	☐	-39 pm
Ag 338	☐	☐	☐	☐	☐	☐	nicht aktiv
B 208	☐	☒	☐	☐	☐	☐	-39 pm
Bi 306	☐	☐	☒	☐	☐	☐	-28 pm
Cd 228	☐	☐	☐	☐	☐	☐	nicht aktiv
Co 345	☐	☐	☐	☐	☐	☐	nicht aktiv
Hg 253	☐	☐	☒	☐	☐	☐	-28 pm
In 451	☐	☐	☐	☐	☐	☐	nicht aktiv
Mo 386	☐	☐	☐	☐	☐	☐	nicht aktiv
P 178	☐	☐	☐	☐	☒	☐	31 pm
Sb 206	☐	☒	☐	☐	☐	☐	-39 pm
Zr 360	☐	☐	☒	☐	☐	☐	-28 pm
C 156	☐	☐	☐	☐	☐	☐	nicht aktiv
H 121	☐	☐	☐	☐	☐	☐	nicht aktiv

OK Abbrechen

Vorplasma

☐ Vorplasma verwenden

Vorplasma-Bedingungen:

OK Abbrechen Hilfe

Und dann war da noch...

- Neue Anodendurchmesser verfügbar
 - In Zukunft können auch besonders kleine Anodendurchmesser gefertigt werden. Die bereits von der 1 mm Anode bekannte Applikation wurde jetzt auf einen beliebigen kleiner Durchmesser (z.B. 0,3 mm) erweitert. Dabei kann zwischen einer 2.5 mm oder 4 mm Basisanode gewählt werden. Somit ist diese Applikation nicht nur auf die Universalmesskammer beschränkt. Kleine Proben müssen nur ausreichend gross eingebettet werden, damit der O-Ring abdichtet.

Erster geschichtlich bekannter
Rowland-Kreis?
Für die Bedienung waren noch 6
Druiden nötig



Weitere Informationen können im Internet
gefunden werden unter

www.spectruma.de

**Vielen Dank für Ihre
Aufmerksamkeit**

SPECTRUMA
ANALYTIK GMBH

SPECTRUMA Analytik
GmbH
Fabrikzeile 21
95028 Hof
Tel. + 49 9281 /83308-0
Fax. + 49 9281 /83308-28

info@spectruma.de