



SPECTRUMA
ANALYTIK GMBH

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

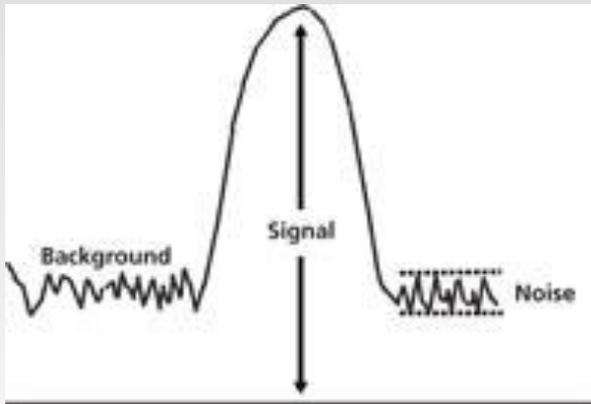
info@spectruma.de

Automatische Untergrundkorrektur **Automatic background correction (ABC)**

Optimierung der Kalibrationsgeraden in der GDOES

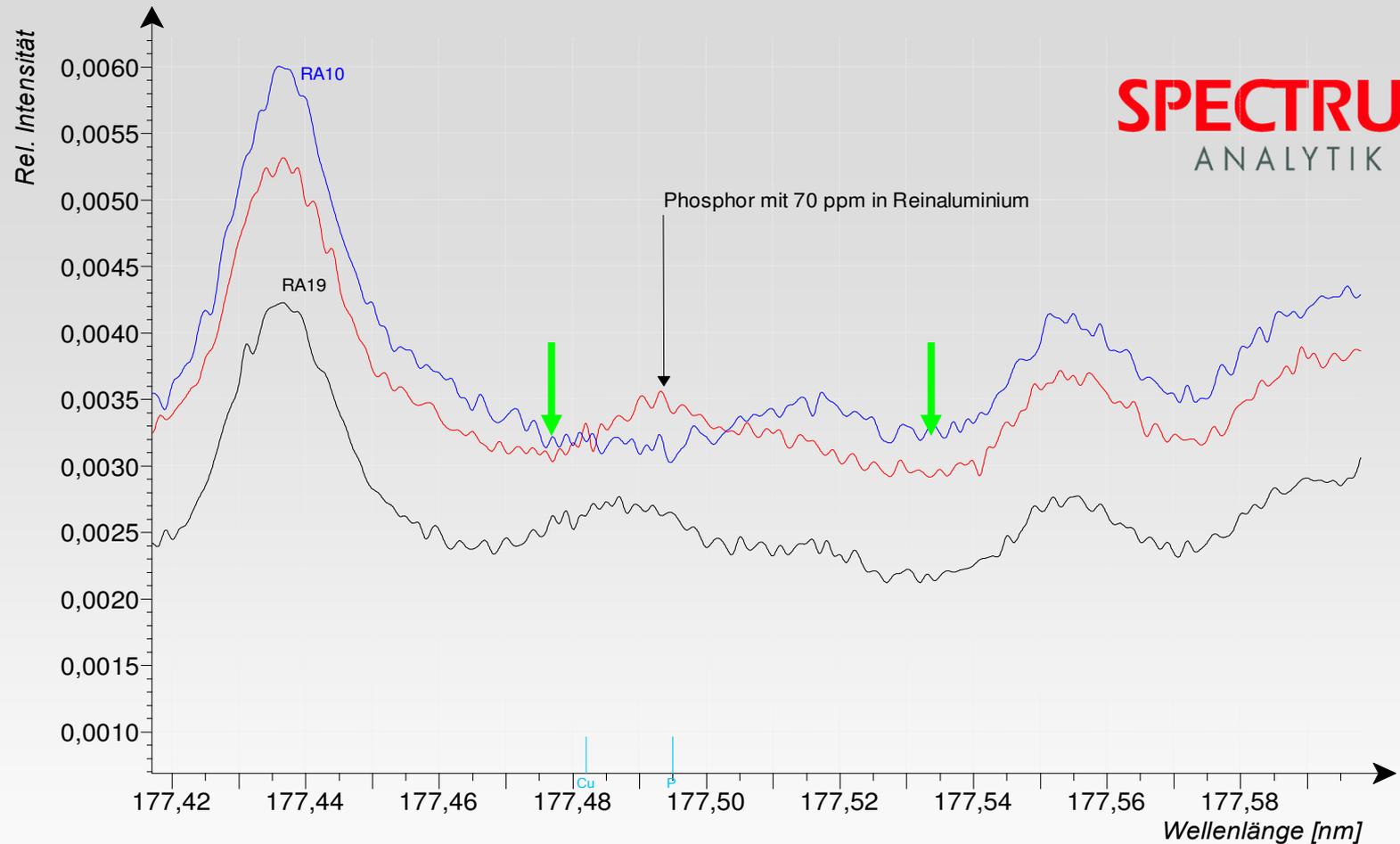
Rüdiger Mehsner, Michael Analytis, Jörg Mülleneisen

Wie vom ICP bereits seit langem verwendet, wurde eine automatische Untergrundkorrektur für die Geräte mit Photomultiplieroptik implementiert.



[<http://www.spectroscopyonline.com/spectroscopy/article/articleDetail.jsp?id=765628&sk=&date=&pageID=4>]

Möglich wird dies durch die Bewegung des Primärspalt im Kessel mit Schrittmotoren, um so neben den Peaks zu messen.

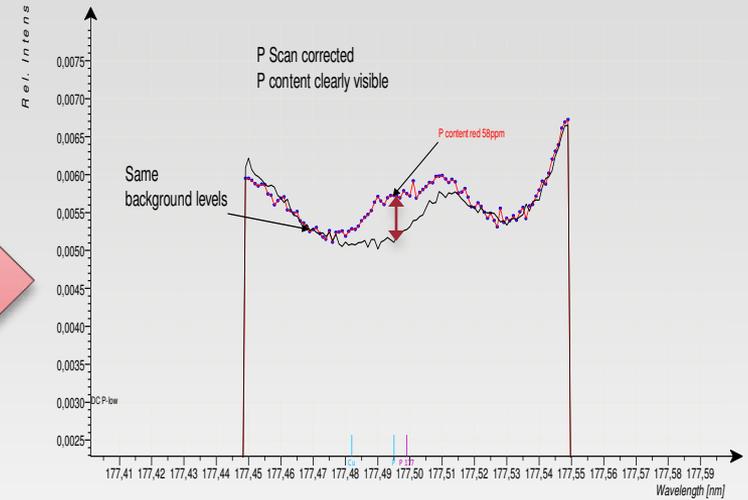
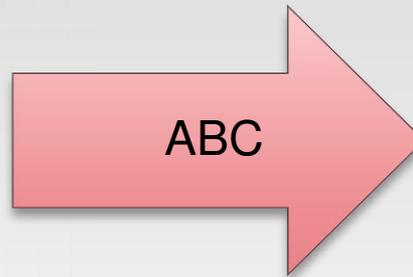
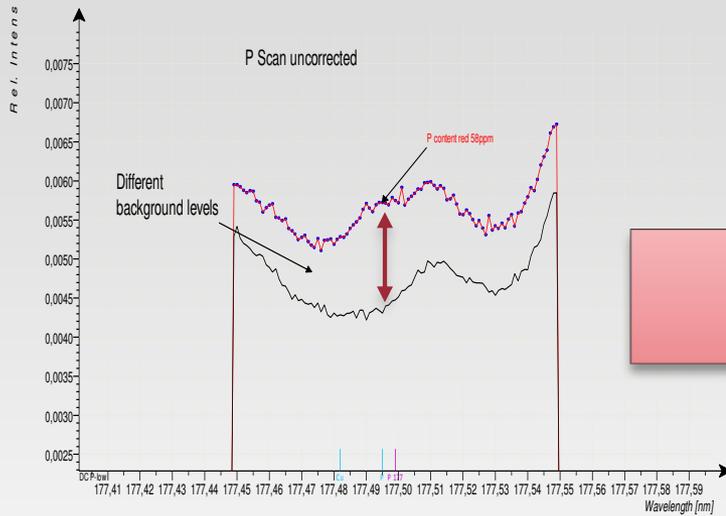


SPECTRUMA
ANALYTIK GMBH

In bestimmten Bereichen erzeugen unterschiedliche Legierungen einen unterschiedlich hohen Untergrund:

Während man einen Unterschied zu einer weiteren Reinprobe wie die RA10 erkennen kann, liegt grundsätzlich der Untergrund bei Reinaluminium höher als es bei einer Legierung der Fall ist (z.B. durch Wasserstoffeffekt).

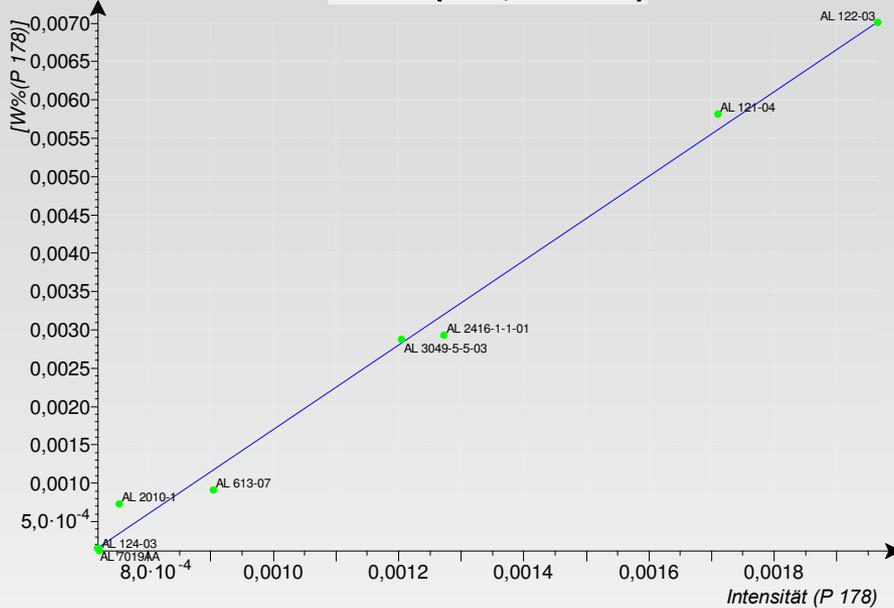
Durch Bestimmung des Untergrundes (Aufnahme des Signal-Rausch-Verhältnisses) wird das tatsächliche Signal erfasst.



Ohne ABC Korrektur wird ein P Gehalt von 58ppm zu hoch berechnet !
Mit ABC Korrektur wird der jeweilige Untergrund für jeden Standard /
Probe bestimmt.

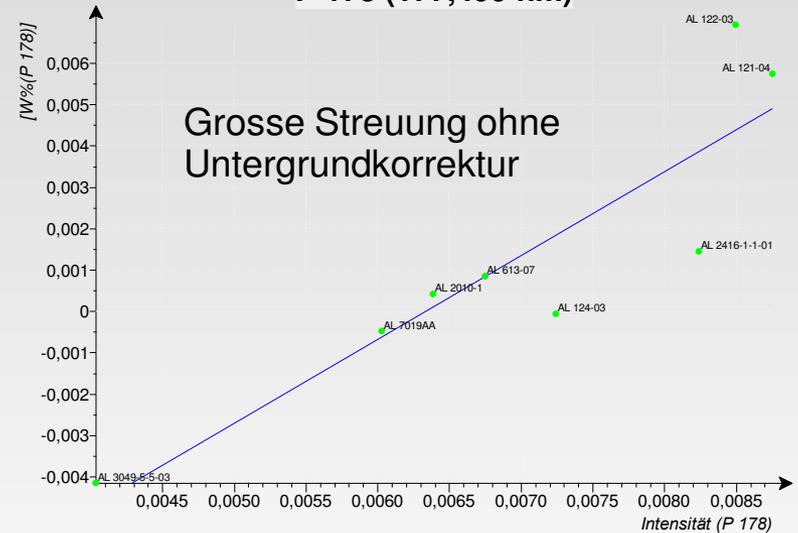


P 178 (177,499 nm)



Phosphor in Aluminium

P 178 (177,499 nm)



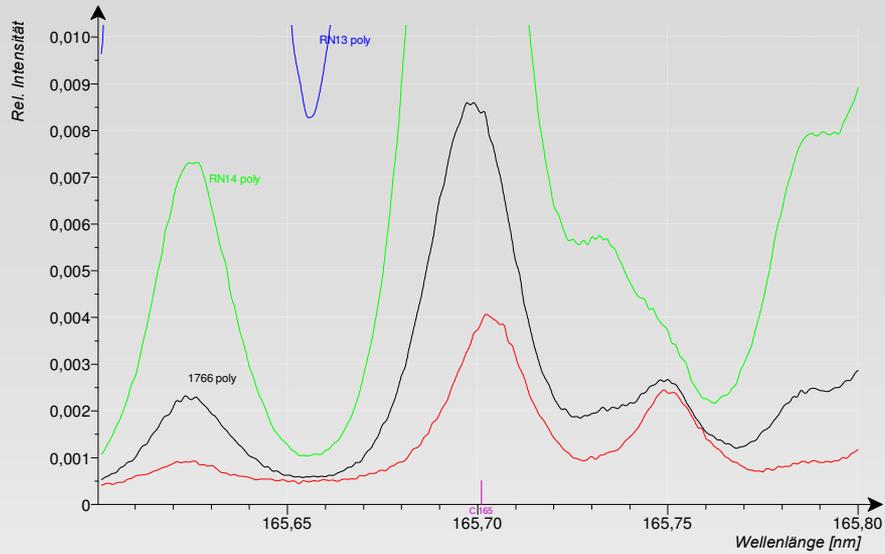
Die so erhaltene Kalibriergerade wäre vorher nicht denkbar, weil hier Standards aus unterschiedlichen Legierungsarten erfasst werden.

Die BEC-Werte (**B**ackground **E**quivalent **C**oncentration) werden dadurch gesenkt.

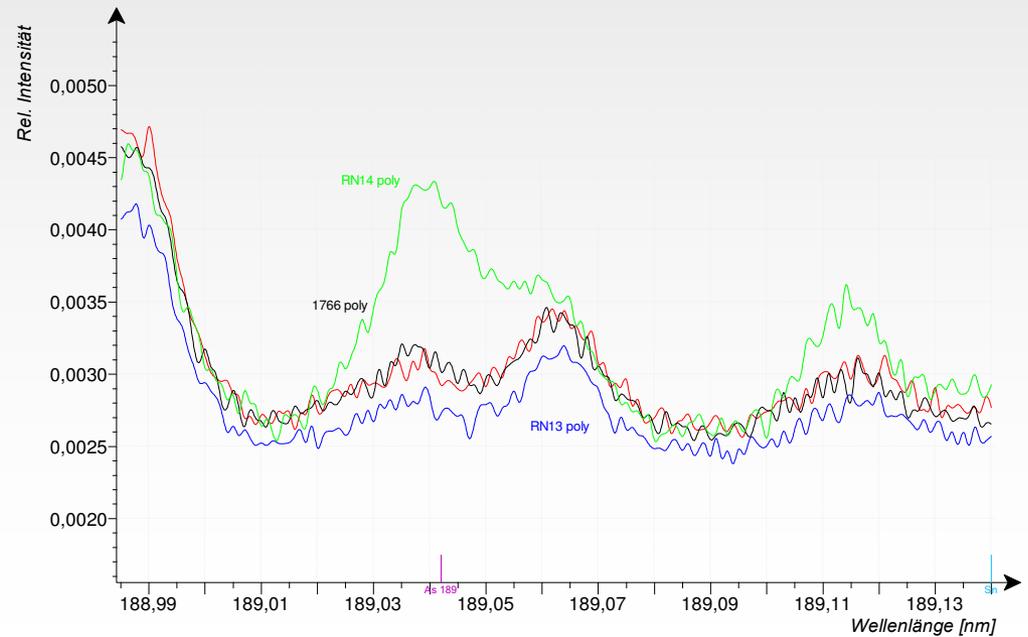
$$y = 5,51 \cdot x - 0,004 - 0,007x(\text{Cu 327}) \quad r = 0,9965$$

$$y = 2,02 \cdot x - 0,013 + 0,075x(\text{Cu 327}) \quad r = 0,80$$

Es wird der Untergrund verringert.



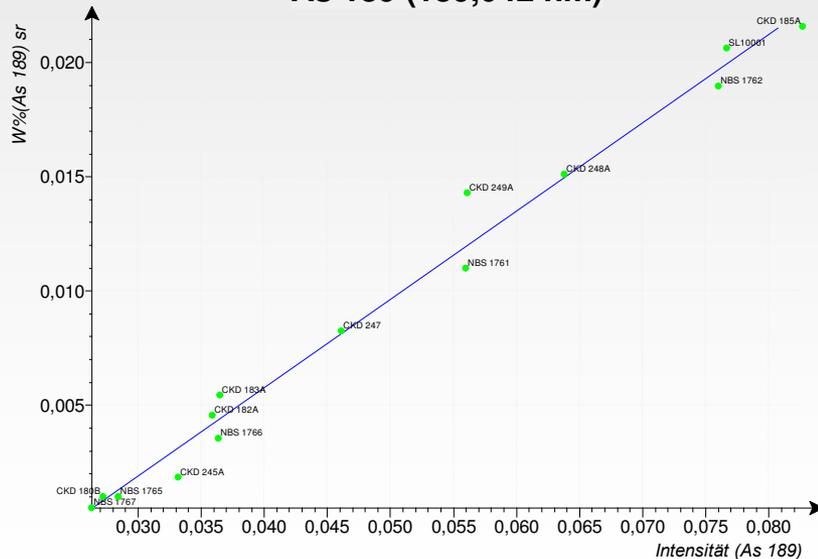
Auch in Stahl gibt es Fälle
wo dies messbar ist.



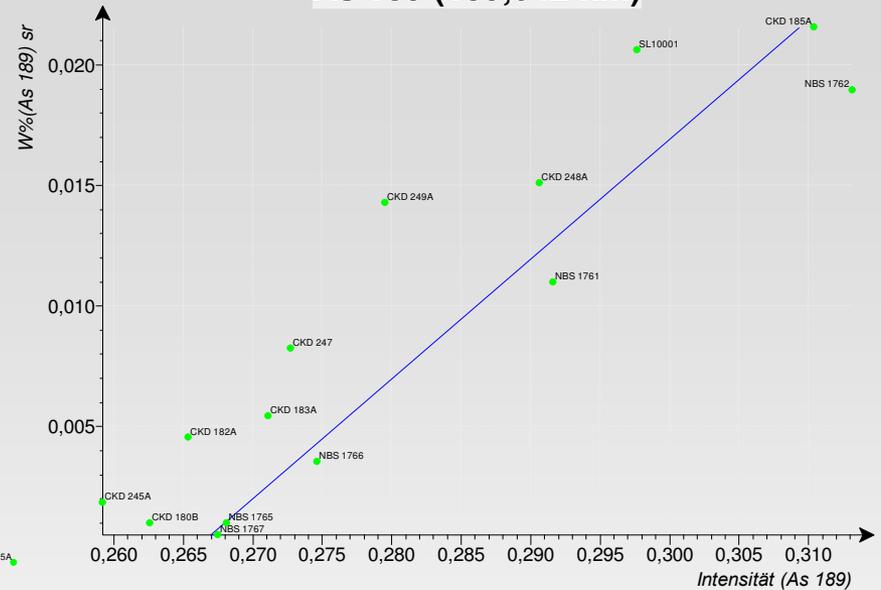
Arsen in Stahl ohne
Untergrundkorrektur

$$y = 0,50 \cdot x - 0,13 \quad r = 0,987$$

As 189 (189,042 nm)



As 189 (189,042 nm)



Arsen in Stahl mit
Untergrundkorrektur

$$y = 0,39 \cdot x - 0,010 \quad r = 0,9993$$

Auch im bekannten Fall von Arsen in Stahl wird die Kalibrationsgerade erst möglich, ein besserer Korrelationskoeffizient r wird erhalten

Automatische Untergrundkorrektur

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

Für Kalibrierung/Rekalibrierung und Durchschnittsanalyse verwenden

Kanal	-75 pm	-42 pm	-12 pm	33 pm	52 pm	70 pm	Korrekturverfahren
Al 396	<input type="checkbox"/>	nicht aktiv					
Si 288	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	70 pm
Fe 371	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	-42 pm
Mn 403	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	52 pm
Mg 285	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	-75 pm
Cu 327	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	70 pm				
Ti 399	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	70 pm
Zn 330	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	70 pm
Sn 303	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	52 pm
Cr 425	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	-42 pm
Zr 360	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	-12 pm
Pb 220	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	-42 pm
Ni 341	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	70 pm				
Ca 393	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	33 pm
B 208	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	33 pm
P 178	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	nicht aktiv
H 121	<input type="checkbox"/>	nicht aktiv					
O 130	<input type="checkbox"/>	nicht aktiv					
Sr 407	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	33 pm
C 165	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	nicht aktiv
S 180	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	nicht aktiv				

OK

Abbrechen

In der Software können hier mehrere Bereiche vordefiniert werden.

Das Programm selber überprüft selbsttätig während der Messung den optimalen Stand des Profils und fährt nach Aufnahme der Intensität des eigentlichen Peaks die vorgegebenen Positionen nacheinander an.

	11	1	4,34166	3,02015	0,78235	0,10482	0,01481	0,05698	0,09987	0,05624	6,48964	0,68514
	12											
	13	Probe:	SUS R N 14-33									
	14		Fe 238	C 165	Mn 403	Si 288	P 178	S 1			Ni 341	Ni 225
	15	1	4,68969	0,22411	0,02241	3,12737	0,08778	0,50			0,13117	0,04059
	16											
	17	Probe:	TRP 1043-2									
	18		Fe 238	C 165	Mn 403	Si 288	P 178	S 1			Ni 341	Ni 225
	19	1	4,53148	0,02509	-0,00035	0,00086	0,01055	0,03			0,02376	0,02892
	20	2	4,52956	0,02837	-0,00028	0,00139	0,01093	0,03			0,02316	0,02917
	21	3	4,45106	0,02679	-0,00009	0,00109	0,01209	0,03211	0,03651	0,04190	0,02349	0,02817
	22	Mittelwert	4,50403	0,02675	-0,00024	0,00111	0,01119	0,03237	0,03471	0,04323	0,02347	0,02875
	23	Std.-Abw.	0,03746	0,00134	0,00011	0,00022	0,00065	0,00050	0,00127	0,00096	0,00024	0,00043
	24	Rel. Std.-Abw. [%]	0,83179	5,00913	46,47865	19,55802	5,84165	1,54715	3,65576	2,22618	1,03214	1,48037
	25											
	26	Probe:	NBS 1767									

Referenzsignal
± %

Spektrometer bereit

Die erhaltenen Werte können nach der eigentlichen Messung verfeinert und verändert werden.

Das hier dargestellte Signal stellt die eigentliche Intensität dar.

Weitere Neuerungen / Verbesserungen

- **Transferkammer**
 - Die seit langem bekannte Universalmeßkammer hilft auch planare Proben zu analysieren. Nun wurde eine Transferkammer entwickelt für den Transport einer Probe unter Schutzgasatmosphäre. Das Vorlegen der Probe erfolgt im Abzug, der Probenraum der Transferkammer wird verschlossen und die Kammer auf die Kathodenplatte montiert. Erst wenn der Bereich zwischen Anode und Transferkammer evakuiert worden ist, wird ein Schieber geöffnet. Die Probe kommt somit so wenig wie überhaupt möglich mit Luft in Kontakt.
 - Netter Nebeneffekt: auch poröse Oberflächen lassen sich messen

Weitere Neuerungen / Verbesserungen

- WinGDOES 4.5 erschienen
- Die **Automatische Untergrundkorrektur**
- Verbesserte **Benutzerführung**
- **Vorplasma**: Mit dem sog. Vorplasma kann ein Reinigungsglimmen ermöglicht werden. Es wird einfach in der Methode angewählt
- Das **Fernunterstützungs-Programm**: Wartung über das Internet hinzugefügt
- **Tiefenprofildaten** enthalten nun zusätzliche Informationen wie Enddruck, Abtragsrate etc. Auch die Überlagerung mehrerer Kurven kann mehr angepasst werden.
- Die Datenbank für die Berechnung von **theoretischen Spektren** ist erweitert worden

- **Fremdzündung**

- Damit ein Plasma entstehen kann sind Elektronen (e^-) und ein starkes elektrisches Feld notwendig. Diese e^- werden durch Feldemission aus der Probe gewonnen, oder sind schon als freie e^- im Raum vorhanden. Sind genügend e^- vorhanden, kann die Menge an Ionen erzeugt werden, die für eine selbstständige Entladung notwendig sind. Gibt es nicht genug Ladungsträger kann es unter Umständen nicht zu einer Zündung kommen. Im Zuge der Weiterentwicklung wurde eine Fremdzündung als Option hinzugefügt. Hier werden zusätzlich e^- in das Plasma abgegeben, um somit eine Zündung des Plasma „künstlich“ herbeizuführen.
- Vorteile:
 - Erfolgreiches Zünden eines Plasmas bei sehr niedriger Spannung oder allgemein Leistung.
 - Polierte Proben können einfach gemessen werden.

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



SPECTRUMA
GDA 550 / 750

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

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

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

Wirtschaftlichkeit

SPECTRUMA
ANALYTIK GMBH

Analysengerät	Anschaffungskosten	Verbrauchsmittelkosten/Monat	Personal
GDOES	Ca. 150.000,-€ (Beginn 60.000,-€)	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
GD-MS	750.000,-€	Ca. 250,-€	Laborant/ Ingenieur

Diese Angaben beruhen auf Kundengesprächen und spiegeln nicht die gesamte Spannweite der Verfahren wieder.

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

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