

BAM-Dissertationsreihe, Band 55

Dipl.-Ing. Tamara Gusarova

Wege zur genauen Charakterisierung hochreiner Materialien mit der Glimmentladungs-Massenspektrometrie (GD-MS)

2010, ISBN 978-3-9813346-1-6

Die vorliegende Arbeit befasst sich mit der Analyse hochreiner Metalle mittels GD-MS (Glimmentladungs-Massenspektrometrie). Der Schwerpunkt war dabei die Verbesserung der genauen Bestimmung von Elementspuren, insbesondere im $\mu\text{g kg}^{-1}$ -Bereich, für den Kalibrierproben bekannter Zusammensetzung praktisch nicht existieren.

Zur Überwindung des Problems wurden flüssigdotierte Pulverpresslinge als synthetische Kalibrierproben für die Matrizes Zn, In, Cu, Fe sowie Co und das System Co/C hergestellt. Durch umfassende Untersuchungen der Präparationsschritte und eine eingehende Charakterisierung der Presslinge konnte deren Herstellungsprozess optimiert und deren Verhalten in der Glimmentladung besser verstanden werden.

Das erarbeitete Quantifizierungskonzept wurde durch die Messung zertifizierter Matrixreferenzmaterialien mit Gehalten im mg kg^{-1} -Bereich validiert, und seine Eignung auf hohem metrologischen Niveau bei der sehr erfolgreichen Teilnahme an einem weltweiten Ringversuch der internationalen Metrologieinstitute nachgewiesen.

Gegenüber den bislang mangels tragfähiger Alternative verwendeten kalibrierprobenfreien Quantifizierungskonzepten ist der Einsatz der Presslinge bezüglich Richtigkeit, Unsicherheit und Rückführung auf das internationale Einheitensystem deutlich überlegen. Die GD-MS mit ihren Vorteilen als schnelle direkte Feststoffmethode erreicht so erstmalig die Analysenqualität der etablierten lösungsbasierten Analysemethoden, und erhöht damit ihren Anwendungsbereich deutlich, so dass sie schließlich auch für die Analyse von realen Proben für wichtige metrologische Fragestellungen angewendet werden konnte, wie für die Analyse von Zn-Fixpunktzellen, die für die Definition der internationalen Temperaturskala ITS 90 benötigt werden, oder für Primarnormale der chemischen Analytik.

Darüber hinaus wurde grundlegend die Übertragbarkeit der klassischen kalibrierprobenfreien Quantifizierungskonzepte auf das neu auf dem Markt befindliche hochauflösende GD-MS Gerät (Element GD) untersucht. Dabei wurden insbesondere die Einschränkungen herausgearbeitet, die für das völlig anders konstruierte Vorgängermodell VG 9000 nicht gelten.

Ergänzende Untersuchungen zum Hohlkathodeneffekt führten zwar nicht bei der GD-MS, wohl aber bei der GD OES (Glimmentladung mit optischer Emissionsspektrometrie), zu einer enormen Steigerung des Nachweisvermögens für Elementspuren.