

Klaus-Christian Friese

Entwicklung und Anwendung eines
direkten Verfahrens für die Analyse von
Siliciumnitrid auf der Basis des
Elektrothermischen
Atomabsorption-Spektrometrie und der
Suspensionstechnik

Diplomarbeit

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek:

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek: Die Deutsche Bibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de/> abrufbar.

Dieses Werk sowie alle darin enthaltenen einzelnen Beiträge und Abbildungen sind urheberrechtlich geschützt. Jede Verwertung, die nicht ausdrücklich vom Urheberrechtsschutz zugelassen ist, bedarf der vorherigen Zustimmung des Verlanges. Das gilt insbesondere für Vervielfältigungen, Bearbeitungen, Übersetzungen, Mikroverfilmungen, Auswertungen durch Datenbanken und für die Einspeicherung und Verarbeitung in elektronische Systeme. Alle Rechte, auch die des auszugsweisen Nachdrucks, der fotomechanischen Wiedergabe (einschließlich Mikrokopie) sowie der Auswertung durch Datenbanken oder ähnliche Einrichtungen, vorbehalten.

Copyright © 1993 Diplomica Verlag GmbH
ISBN: 9783832400705

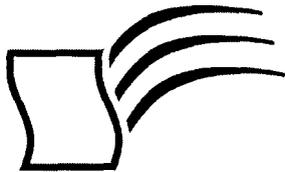
Klaus-Christian Friese

**Entwicklung und Anwendung eines direkten Verfahrens
für die Analyse von Siliciumnitrid auf der Basis des
Elektrothermischen Atomabsorption-Spektrometrie und
der Suspensionstechnik**

Klaus-Christian Friese

**Entwicklung und Anwendung eines direkten
Verfahrens für die Analyse von Silicium-
nitrid auf der Basis des Elektrothermischen
Atomabsorption-Spektrometrie und der
Suspensionstechnik**

Diplomarbeit
an der Universität Ulm
Juni 1993 Abgabe



Diplomarbeiten Agentur
Dipl. Kfm. Dipl. Hdl. Björn Bedey
Dipl. Wi.-Ing. Martin Haschke
und Guido Meyer GbR

Hermannstal 119 k
22119 Hamburg

agentur@diplom.de
www.diplom.de

ID 70

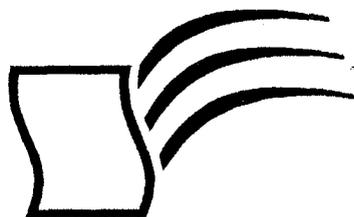
Friese, Klaus-Christian: Entwicklung und Anwendung eines direkten Verfahrens für die Analyse von Siliciumnitrid auf der Basis des Elektrothermischen Atomabsorption-Spektrometrie und der Suspensionstechnik / Klaus-Christian Friese – Hamburg: Diplomarbeiten Agentur, 1997
Zugl.: Ulm, Universität, Diplom, 1993

Dieses Werk ist urheberrechtlich geschützt. Die dadurch begründeten Rechte, insbesondere die der Übersetzung, des Nachrucks, des Vortrags, der Entnahme von Abbildungen und Tabellen, der Funksendung, der Mikroverfilmung oder der Vervielfältigung auf anderen Wegen und der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen, bleiben, auch bei nur auszugsweiser Verwertung, vorbehalten. Eine Vervielfältigung dieses Werkes oder von Teilen dieses Werkes ist auch im Einzelfall nur in den Grenzen der gesetzlichen Bestimmungen des Urheberrechtsgesetzes der Bundesrepublik Deutschland in der jeweils geltenden Fassung zulässig. Sie ist grundsätzlich vergütungspflichtig. Zuwiderhandlungen unterliegen den Strafbestimmungen des Urheberrechtes.

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in diesem Werk berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinne der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Die Informationen in diesem Werk wurden mit Sorgfalt erarbeitet. Dennoch können Fehler nicht vollständig ausgeschlossen werden, und die Diplomarbeiten Agentur, die Autoren oder Übersetzer übernehmen keine juristische Verantwortung oder irgendeine Haftung für evtl. verbliebene fehlerhafte Angaben und deren Folgen.

Dipl. Kfm. Dipl. Hdl. Björn Bedey, Dipl. Wi.-Ing. Martin Haschke & Guido Meyer GbR
Diplomarbeiten Agentur, <http://www.diplom.de>, Hamburg
Printed in Germany



Diplomarbeiten Agentur

Wissensquellen gewinnbringend nutzen

Qualität, Praxisrelevanz und Aktualität zeichnen unsere Studien aus. Wir bieten Ihnen im Auftrag unserer Autorinnen und Autoren Wirtschaftsstudien und wissenschaftliche Abschlussarbeiten – Dissertationen, Diplomarbeiten, Masterarbeiten, Staatsexamensarbeiten und Studienarbeiten zum Kauf. Sie wurden an deutschen Universitäten, Fachhochschulen, Akademien oder vergleichbaren Institutionen der Europäischen Union geschrieben. Der Notendurchschnitt liegt bei 1,5.

Wettbewerbsvorteile verschaffen – Vergleichen Sie den Preis unserer Studien mit den Honoraren externer Berater. Um dieses Wissen selbst zusammenzutragen, müssten Sie viel Zeit und Geld aufbringen.

<http://www.diplom.de> bietet Ihnen unser vollständiges Lieferprogramm mit mehreren tausend Studien im Internet. Neben dem Online-Katalog und der Online-Suchmaschine für Ihre Recherche steht Ihnen auch eine Online-Bestellfunktion zur Verfügung. Inhaltliche Zusammenfassungen und Inhaltsverzeichnisse zu jeder Studie sind im Internet einsehbar.

Individueller Service – Gerne senden wir Ihnen auch unseren Papierkatalog zu. Bitte fordern Sie Ihr individuelles Exemplar bei uns an. Für Fragen, Anregungen und individuelle Anfragen stehen wir Ihnen gerne zur Verfügung. Wir freuen uns auf eine gute Zusammenarbeit

Ihr Team der *Diplomarbeiten Agentur*

Dipl. Kfm. Dipl. Hdl. Björn Bedey –
Dipl. Wi.-Ing. Martin Haschke —
und Guido Meyer GbR —

Hermannstal 119 k —
22119 Hamburg —

Fon: 040 / 655 99 20 —
Fax: 040 / 655 99 222 —

agentur@diplom.de —
www.diplom.de —

Diese Diplomarbeit wurde in der Zeit vom 21. August 1992 bis 21. Juni 1993 unter Anleitung von Prof. Dr. V. Krivan in der Sektion Analytik und Höchstreinigung der Universität Ulm angefertigt.

Hiermit erkläre ich, daß ich die vorliegende Arbeit unter Verwendung der angegebenen Quellen und Hilfsmittel selbstständig angefertigt habe.

Inhaltsverzeichnis

I. Einführung und theoretische Grundlagen

1. Siliciumnitrid

- 1.1. Physikalische Eigenschaften S. 1
- 1.2. Chemische Eigenschaften S. 2
- 1.3. Herstellung S. 3
- 1.4. Verwendung S. 4
- 1.5. Analyse von Siliciumnitrid S. 5

2. Atomabsorptionsspektrometrie

- 2.1. Grundlagen S. 10
- 2.2. Elektrothermische Atomabsorptionsspektrometrie S. 11
- 2.3. Untergrund-Kompensation S. 12
- 2.4. Einsatz von Modifiern in der ETAAS S. 15
- 2.5. Slurry-Technik in der ETAAS S. 17

- 3. Aufgabenstellung der Diplomarbeit S. 20

II. Experimenteller Teil

- 1. Beschreibung der untersuchten Proben S. 22

2. Verwendete Reagenzien und Geräte

- 2.1. Aufschlußreagenzien, Modifier, Standardlösungen S. 24
- 2.2. Geräte S. 24

3. Durchführung

- 3.1. Aufschlüsse S. 25
- 3.2. Herstellung der Suspensionen S. 26
- 3.3. Standardisierung S. 27
- 3.4. AAS-Messungen S. 28

III. Entwicklung und Anwendung

eines Slurry-ETAAS-Verfahrens für die Analyse von Siliciumnitrid

1. Einsatz und Optimierung von Modifier

- 1.1. Beschreibung der beobachteten Störungen S. 30
- 1.2. Eliminierung der Störungen und Optim. der chem. Modifizierung S. 32
- 1.3. Beobachtungen der Probenverteilung mittels Elektronenmikroskopie S. 34

2. Nicht elementspezifische Untersuchungen

- 2.1. Untersuchung des Verhaltens der Matrix mit der Radiotracer-technik S. 43
- 2.2. Radiotracerexperiment zur Adsorption von Analyten S. 47
- 2.3. Stabilisierung von Analyt durch die Probenpulver S. 48
- 2.4. Lebensdauer der Graphitrohre S. 50

3. Optimierung des Analyseverfahrens für die einzelnen Elemente

- 3.1. Eisen S. 52
- 3.2. Mangan S. 57
- 3.3. Kupfer S. 60
- 3.4. Chrom S. 62
- 3.5. Natrium und Kalium S. 65
- 3.6. Zink S. 68
- 3.7. Magnesium S. 69
- 3.8. Aluminium S. 73
- 3.9. Calcium S. 74

4. Zusammenfassung der experimentellen Daten

- 4.1. Optimierte Arbeitsbedingungen S. 75
- 4.2. Reproduzierbarkeit der Messungen S. 78
- 4.3. Blindwerte und Nachweisgrenzen S. 80
- 4.4. Analysenergebnisse S. 81

IV. Diskussion der Resultate

1. Leistungsfähigkeit der Slurry-Technik und Vergleich mit dem Aufschlußverfahren

- | | |
|---|-------|
| 1.1. Zeitaufwand, Reagenzienverbrauch und Kontaminationsrisiko | S. 84 |
| 1.2. Nachweisgrenzen | S. 85 |
| 1.3. Richtigkeit und Reproduzierbarkeit des Suspensionsverfahrens | S. 86 |

2. Matrixmodifizierung von Siliciumnitrid

- | | |
|---|-------|
| 2.1. Wirkungsweise des optimierten Modifiers | S. 87 |
| 2.2. Standardisierungsmethode und Notwendigkeit des Modifiereinsatzes | S. 90 |

- | | |
|---------------------------------|-------|
| 3. Zusammenfassung und Ausblick | S. 92 |
|---------------------------------|-------|