

## Analyse dünnster Schichten am Beispiel galvanischer Chromüberzüge mit Dicken zwischen 30 und 300 nm

M. Köster (IFU GmbH, Lüdenscheid)



Tiefenprofile von X20 Cr13 bei Verwendung von Argon (links) und bei Verwendung von Argon-Wasserstoff (rechts). Man beachte die Auswirkungen für Chrom.



- Richtige Schichtdicke bestimmen
- dünnste Oxidschichten nachweisen
- hohe Tiefenauflösung erzielen, um
- Nachweis von Diffusionsvorgängen
- und Interface Analyse zu ermöglichen

Forderungen an die GDOES-Analyse von Chromüberzügen.



Programme	Anode	Spannung	Stromstärke	Verwendete	
				Gase/Gasgemische	
040499_400ff	2,5 mm	400 - 1250 V	4 - 10 mA	Argon für Spektrometrie, Messer Griesheim	Argon +2 Vol% Wasserstoff für Spektrometrie, Messer Griesheim
srf2h-ni505cr	2,5 mm	500 V	5 mA		

Verwendete Messprogramme und Gasgemische zur Optimierung der Messbedingungen für die Analyse von Chromüberzügen.



Verwendetes Probenmaterial und seine Vorbehandlung: Armaturenteile mit unterschiedlicher Schichtdicke (oben links) und Überwurfmuttern nach Auslagerung bei unterschiedlichen Temperaturen (unten rechts).

IFU Institut für Umformtechnik





Probenmaterial: verchromter Armaturenring mit Kratern von 20 GDOES-Messungen (1-11 mit Argon, 12-20 mit Argon-Wasserstoff erzeugt, jeweils ansteigende Plasmaleistung).



Gewählte Werte für Spannung und Stromstärke, ermittelter Druck, aufgetragen über die korrigierte Plasmaleistung.



 $10^{-1} \frac{1}{3} \frac{1}{4} \frac{1}{5} \frac{1}{6} \frac{1}{7} \frac{1}{8} \frac{1}{9} \frac{1}{10^{-1}} \frac{1}{3} \frac{1}{4} \frac{1}{5} \frac{1}{6} \frac{1}{7} \frac{1}{8} \frac{1}{9} \frac{1}{10^{-1}} \frac{1}{2} \frac{1}{3} \frac{1}{3} \frac{1}{4} \frac{1}{5} \frac{1}{6} \frac{1}{7} \frac{1}{8} \frac{1}{9} \frac{1}{10^{-1}} \frac{1}{2} \frac{1}{3} \frac{1}{4} \frac{1}{5} \frac{1}{6} \frac{1}{7} \frac{1}{8} \frac{1}{9} \frac{1}{10^{-1}} \frac{1}{2} \frac{1}{3} \frac{1}{4} \frac{1}{5} \frac{1}{6} \frac{1}{7} \frac{1}{8} \frac{1}{9} \frac{1}{10^{-1}} \frac{1}{2} \frac{1}{3} \frac{1}{4} \frac{1}{5} \frac{1}{6} \frac{1}{7} \frac{1}{8} \frac{1}{9} \frac{1}{10^{-1}} \frac{1}{7} \frac{1}{7} \frac{1}{10^{-1}} \frac{1}{10^{-1}} \frac{1}{3} \frac{1}{4} \frac{1}{5} \frac{1}{6} \frac{1}{7} \frac{1}{8} \frac{1}{9} \frac{1}{10^{-1}} \frac{1}{2} \frac{1}{3} \frac{1}{4} \frac{1}{5} \frac{1}{6} \frac{1}{7} \frac{1}{8} \frac{1}{9} \frac{1}{10^{-1}} \frac{1}{10^{-1}$ 

10<sup>1</sup>

5 4

3

2

10<sup>0</sup>

5 4 3

intensity integral / a.u.

Integral der Chromintensität als Maß für die Emissionsrate. Linien Cr I 425 und Cr II 267, jeweils mit Argon und Argon-Wasserstoff gemessen. Aufgetragen über die korrigierte Plasmaleistung.



Intensität der Argonlinien Ar I 706 und Ar II 488, aufgetragen über die korrigierte Plasmaleistung.



Intensität der Wasserstofflinien H 121 und H 656, aufgetragen über die korrigierte Plasmaleistung.

IFU Institut für Umformtechnik



Intensität der Chromlinie Cr I 425 und Tiefenauflösung im Cr-Ni-Interface für verschiedene Plasmabedingungen, ermittelt für Argon und Argon-Wasserstoff-Mischung.

IFU Institut für Umformtechnik



Intensität der Sauerstofflinie O I 130 und der Wasserstofflinie H 121 für verschiedene Plasmabedingungen, ermittelt für Argon und Argon-Wasserstoff-Mischung.



Wechselwirkung zwischen Elektronenstrahl und Chromüberzug für 4 verschiedene Energien (10, 15, 20, 30 keV). MC-Simulation mit Casino 2.42, Universität Sherbrooke, Canada.

13

IFU Institut für

Umformtechnik





Anteil der Ni-L-Strahlung an der gesamten schwachen Röntgenstrahlung als Grundlage zur Berechnung der Chromschichtdicke (Casino 2.42).





Anteil der Ni-K-Strahlung an der gesamten Röntgenstrahlung als Grundlage zur Berechnung der Chromschichtdicke (Casino 2.42). Messergebnis für eine Probe mit ~300 nm Chromüberzug.





Intensitätsintegrale für Cr I 425 und Cr II 267, aufgetragen über die mittels ESMA bestimmte Dicke der Chromschicht.



Typisches Intensitäts-Zeit-Diagramm für Chromüberzüge auf Nickel. Integrationsgrenzen für Chrom- und Sauerstoffintensität.



Intensitätsintegrale für Chrom und Sauerstoff in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit in 400°C heisser Luft (Mittelwerte aus 4 Einzelmessungen).



Unterbrochene Messungen an Chromüberzügen mit unterschiedlichen Vor- und Zwischenspülzeiten und Spülbedingungen (Argon-Wasserstoff-Mischung). Intensitäten O I 130 und Cr I 425 (links), U und I (rechts).



Quantitative Tiefenprofile für 6 verschiedene Proben mit unterschiedlicher Vorbehandlung: Anreicherung von C und S im Interface, Zunahme der Oxidschicht und wechselseitige Diffusion von Chrom und Nickel (Kupfer).

20