

Nachweis von nm-Schichten mittels GDOES

Anwendungen bei oberflächenveredelten
Stahlfeinblechen

Eva-Maria Achammer, Gerhard Angeli, Reinhard Hackl, Peter Konrath

voestalpine - Division **Stahl**

22. September 2005

ONE STEP AHEAD.

voestalpine
STAHL GMBH

Inhalt

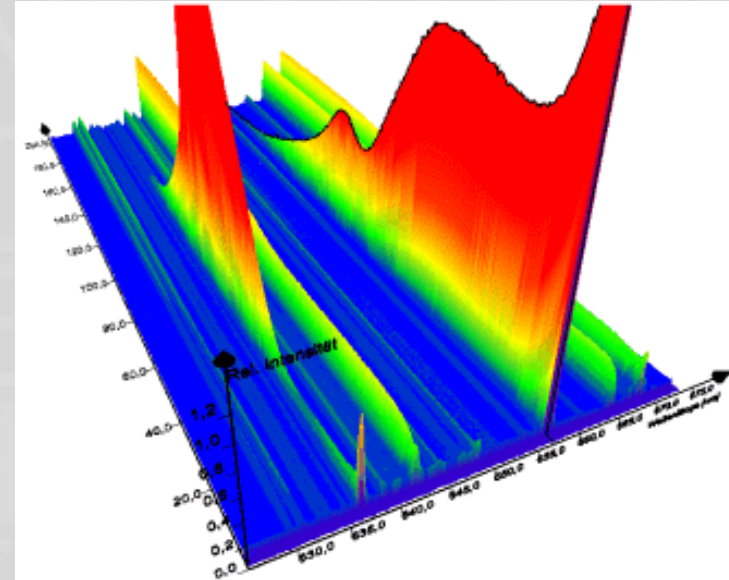
- ❖ Einsatz der GDOES bei voestalpine Stahl
- ❖ gerätetechnische Ausrüstung
- ❖ Nachweis von nm-Schichten anhand ausgewählter Beispiele
 - ↳ Al_2O_3 Bildung an FVZ Oberflächen
 - ↳ Vorbehandlungsschichten unter Decklacken
- ❖ Zusammenfassung

Anwendungen der GDOES bei voestalpine Stahl

- ❖ Bulkanalyse
- ❖ Oberflächenreinheit von kaltgewalzten Stahlbändern
- ❖ Oberflächenveränderungen bei Glühprozessen
- ❖ Charakterisierung von verzinkten Stahlbändern
 - ↪ Bestimmung der Schichtdicke
 - ↪ Ausbildung der Al_2Fe_5 Hemmschicht bei FVZ Bändern
- ❖ Charakterisierung von organischen Korrosionsschutzbeschichtungen
- ❖ Charakterisierung verschiedener Decklacksysteme (Epoxyd, Polyester)
- ❖ Messung der Konversionbeschichtung – unter den Decklacken
- ❖ Effizienz von Oberflächenreinigungsverfahren

Ausrüstung bei voestalpine

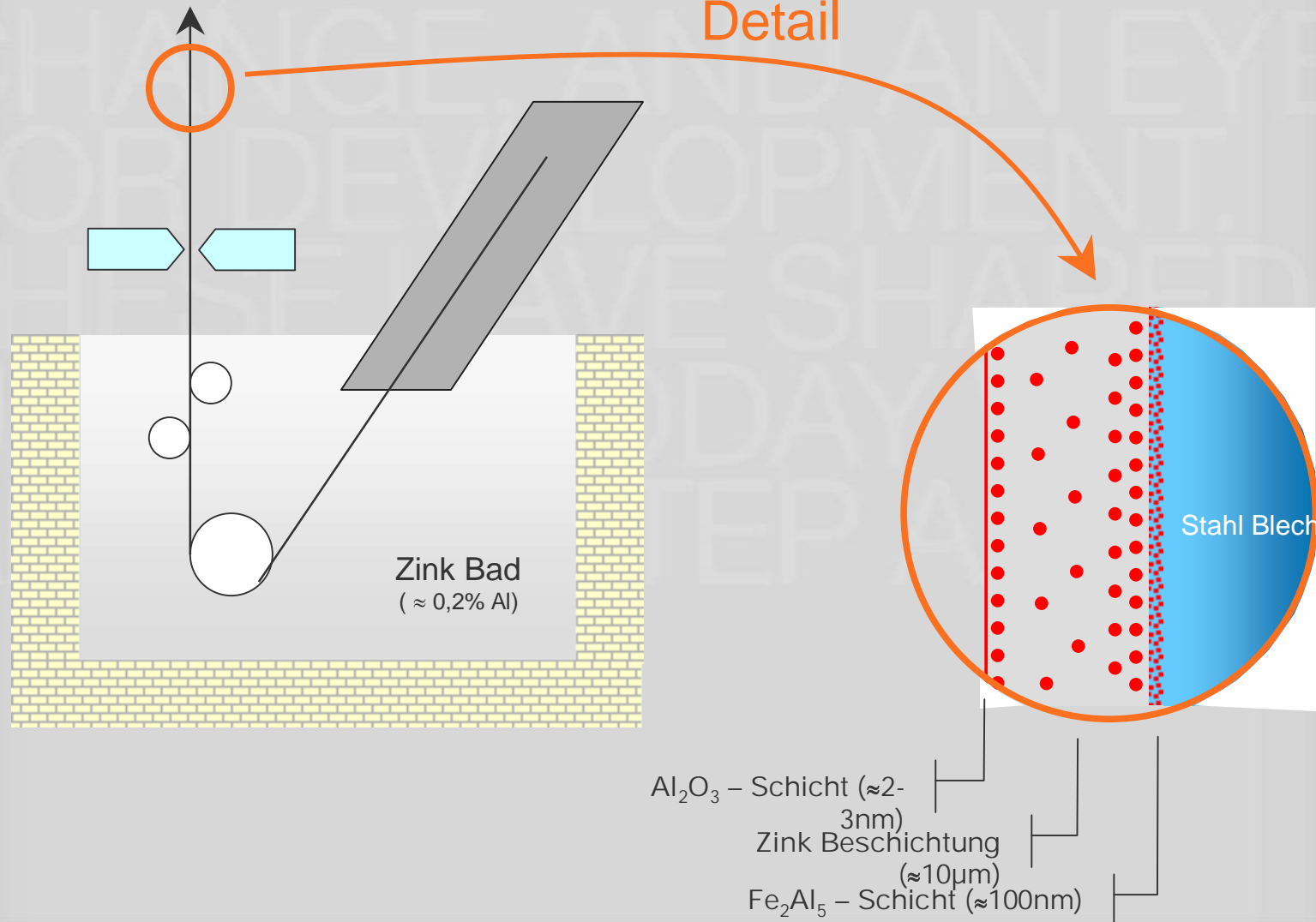
❖ Spectruma GDA 750



- ❖ DC und HF Anregung
- ❖ 36 Elementkanäle
- ❖ CCD Detektor für den Wellenlängenbereich von 200 – 800 nm

Bildung von Al_2O_3 auf FVZ Stahlbändern

Diffusion von Al während des feuerverzinkens



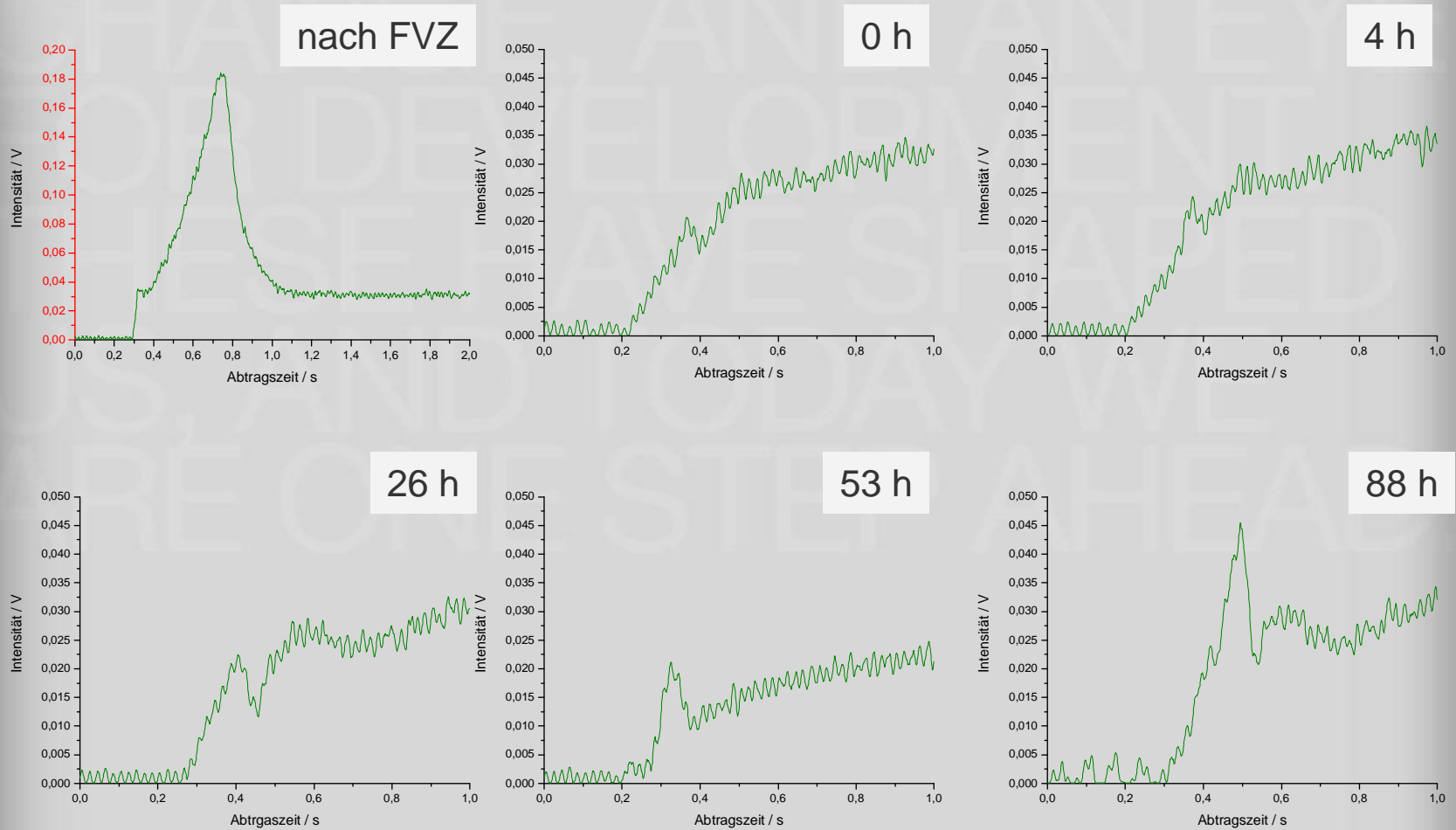
Bildung von Al_2O_3 auf FVZ Oberflächen

▣ GDOES Messungen

- ↪ direkt nach dem feuerverzinken
- ↪ nach alkalischer Reinigung
- ↪ Messung nach 0h, 4h, 26h, 53h und 88h Auslagerung in Luft
- ↪ verschiedene Proben und Messmethoden (nicht dressiert, dressiert – DC und HF Anregung)

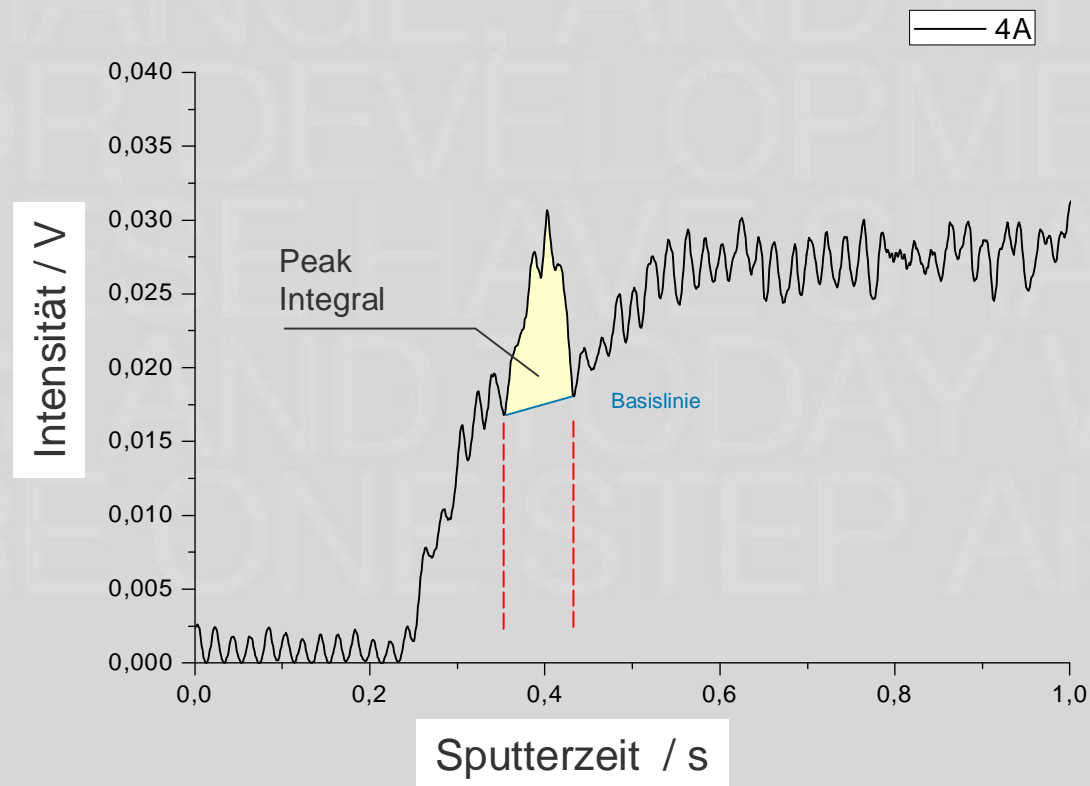
Bildung von Al_2O_3 auf FVZ Oberflächen

▣ GDOES Al Signal – eine Probenserie und Anregung



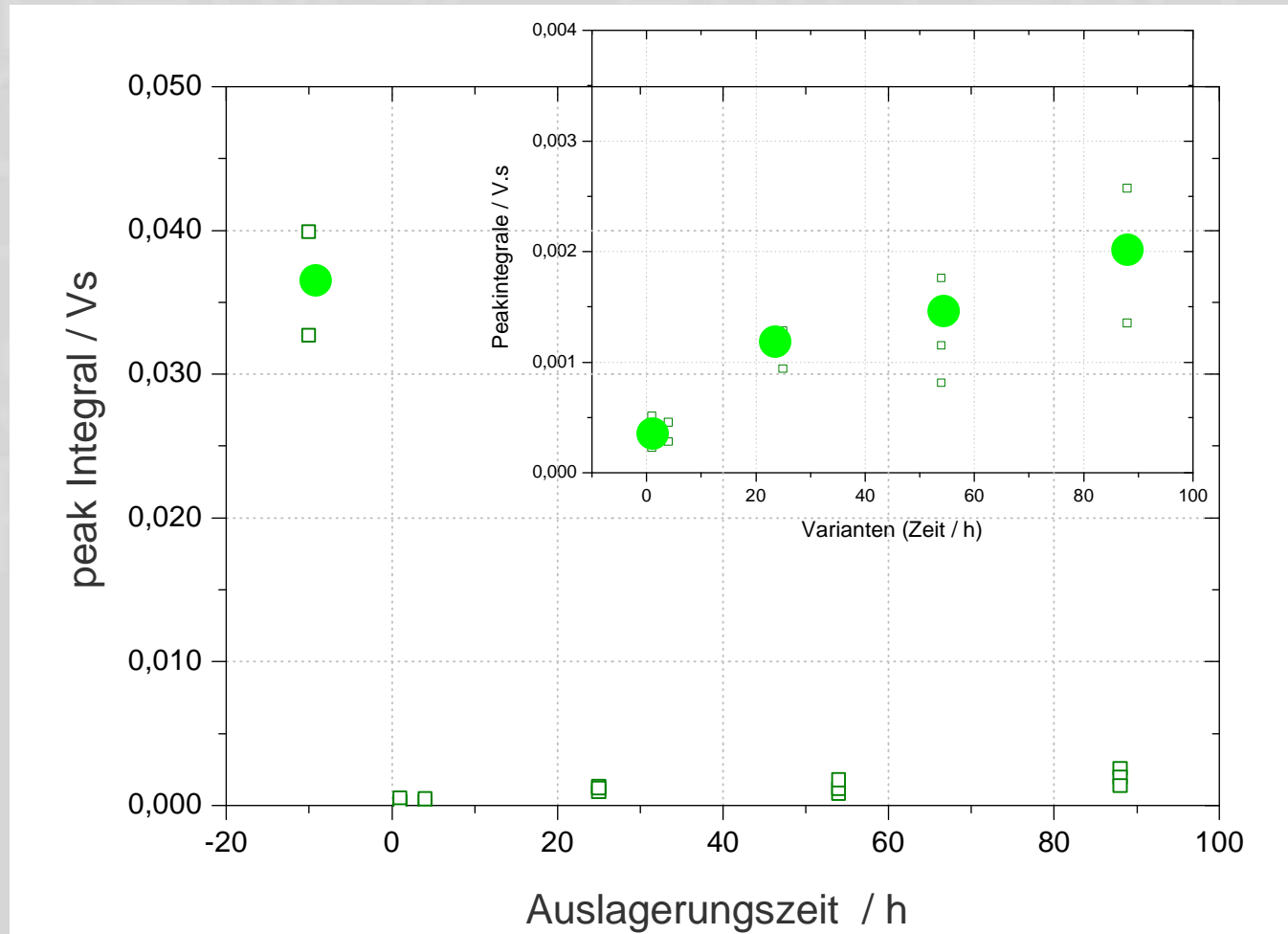
Bildung von Al_2O_3 auf FVZ Oberflächen

▣ Integration des Al Signals



Bildung von Al_2O_3 auf FVZ Oberflächen

- Resultat der Al_2O_3 Bildung
(3 Messungen / Probe)



Bildung von Al_2O_3 auf FVZ Oberflächen

❖ Ergebnisse für die Al_2O_3 Bildung

- ↳ durch die alkalische Reinigung fast vollständige Entfernung der Oxydschicht
- ↳ weniger als 5% der Ausgangsschicht werden nach mehr als 90h an Luft gebildet

❖ GDOES liefert genug Signal zum Nachweis dieser dünnen Oxydschicht

- ↳ Dicke zwischen 0.3 – 2 nm
- ↳ Messzeit ca. 2s
- ↳ HF Anregung liefert besseres S/R Verhältnis

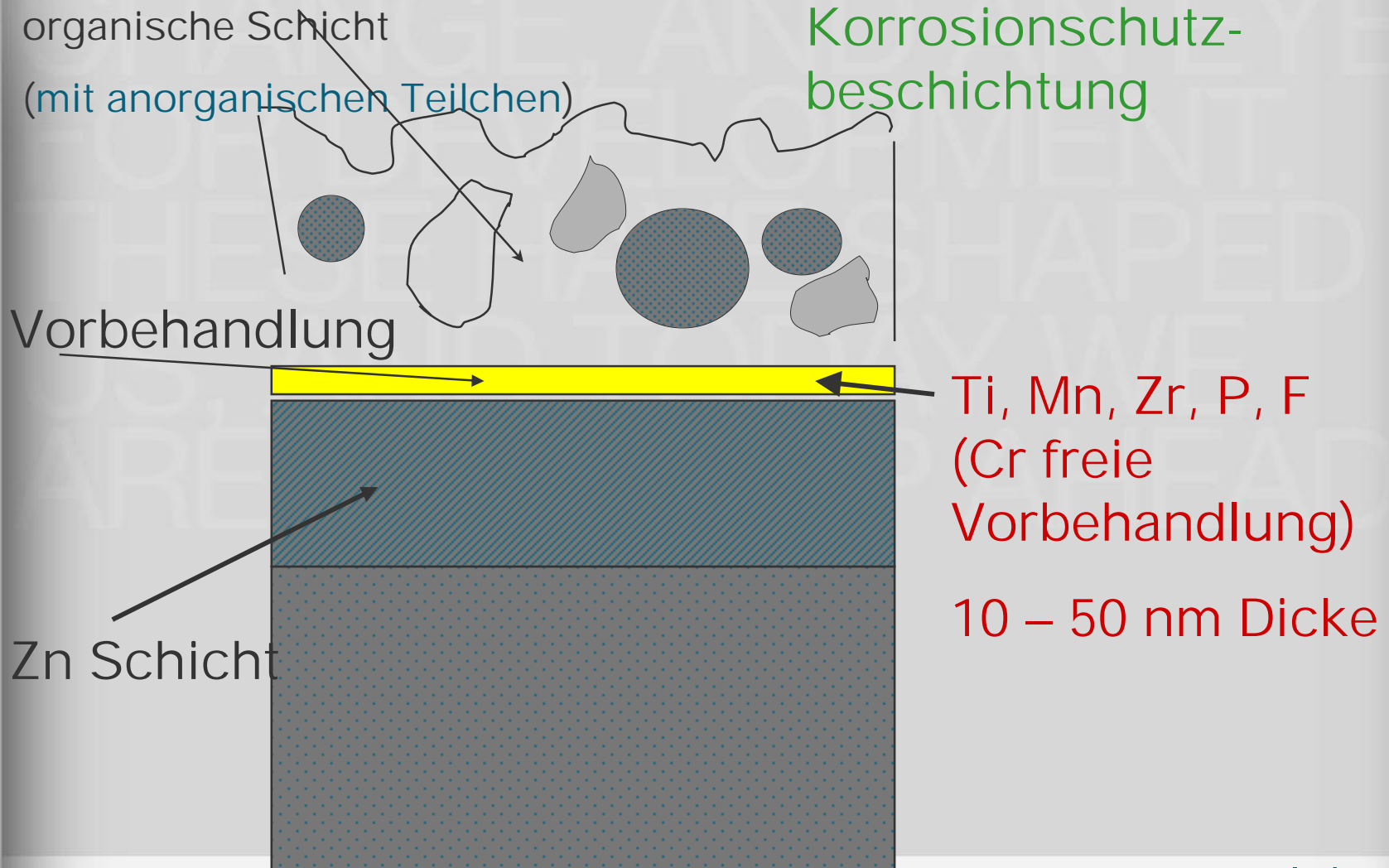
Nachweis der Vorbehandlungsschicht



- ❖ Vorbehandlung von verzinkten Stahlblechen vor dem Aufbringen der weiteren Lackschichten
 - ↳ organische Korrosionsschutzbeschichtungen
 - ↳ organische Primer und Decklacke
- ❖ während der Beschichtung online Messung (Ti Signal)
- ❖ Decklacke enthalten teilweise auch Ti
- ❖ Nachweis der Vorbehandlungsschicht mit verschiedenen Elementen

Nachweis der Vorbehandlungsschicht

▣ Beispiel einer organischen Beschichtung



Nachweis der Vorbehandlungsschicht

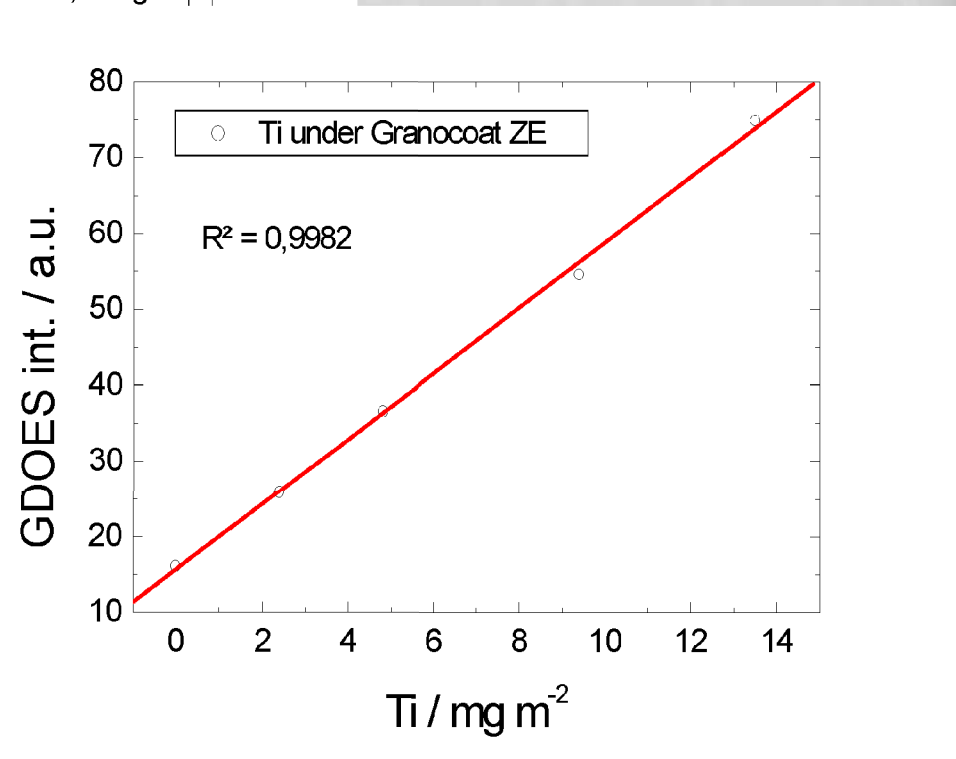
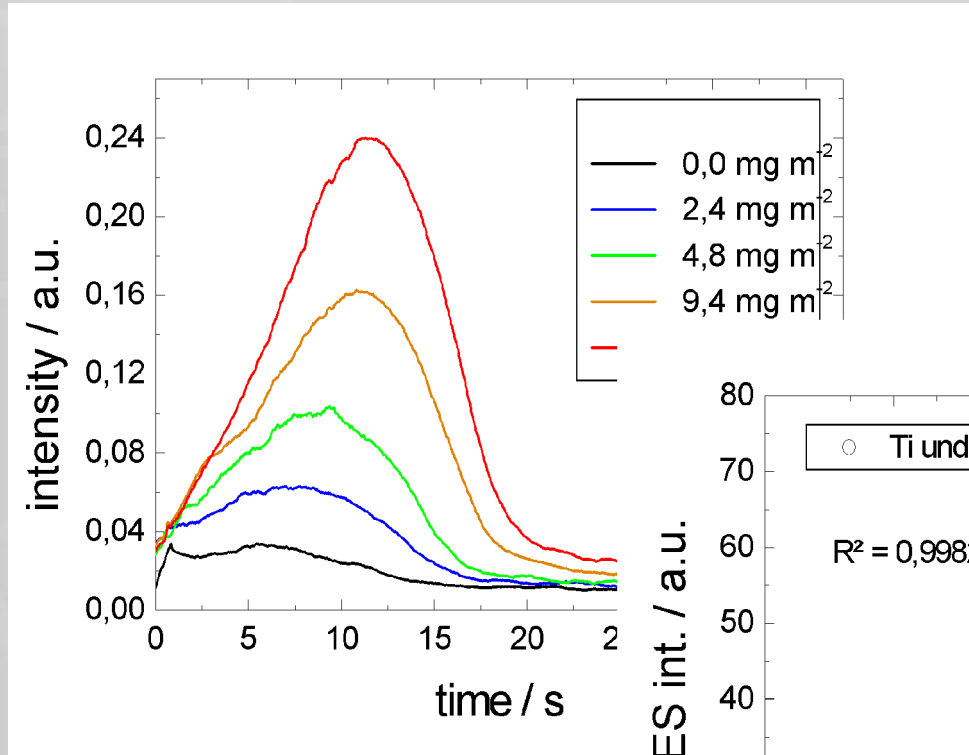
- ❖ Laborproben zur Bestimmung der Nachweisgrenze
- ❖ Messung der Ti Auflage der Vorbehandlung (XRF)
- ❖ Variation der Vorbehandlungsdicke
- ❖ gleiche Dicke des Decklackes
- ❖ verschiedene Decklacksysteme

Nachweis der Vorbehandlungsschicht - Granocoat

- ❖ Vorbehandlung Granodine 1456
 - ↳ Bandbeschichtung: 4 – 12 mg / m²
- ❖ Decklack Granocoat ZE
- ❖ Granocoat enthält kein Ti
- ❖ Ti zur Charakterisierung der Vorbehandlung

Nachweis der Vorbehandlungsschicht - Granocoat

GDOES Messungen (HF) – Ti Signal

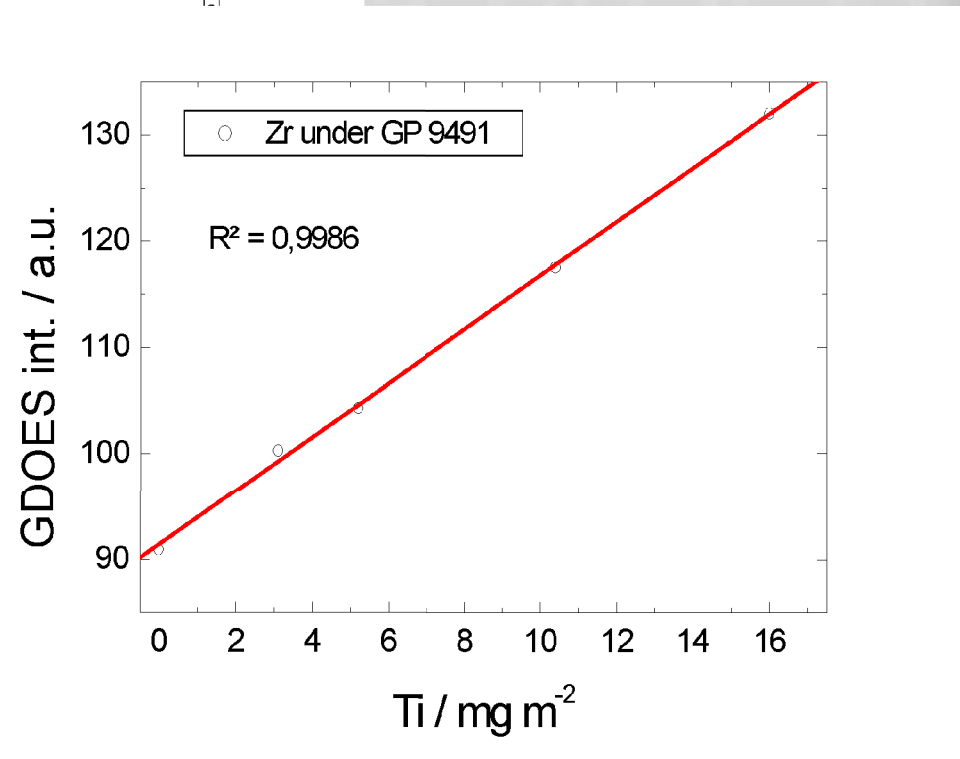
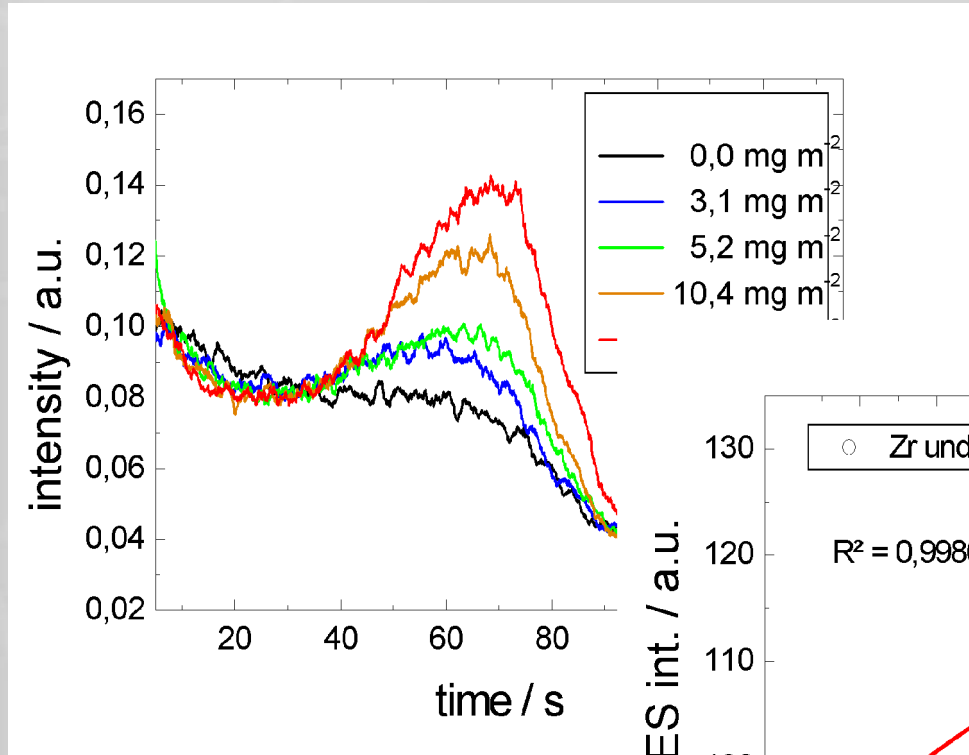


Nachweis der Vorbehandlung - Gardoprotect

- ❖ Vorbehandlung Granodine 1456
- ❖ Decklack Gardoprotect 9491
- ❖ Gardoprotect enthält Ti
- ❖ nur Zr kann für die Charakterisierung der Vorbehandlung verwendet werden

Nachweis der Vorbehandlung - Gardoprotect

GDOES Messung (HF) – Zr Signal

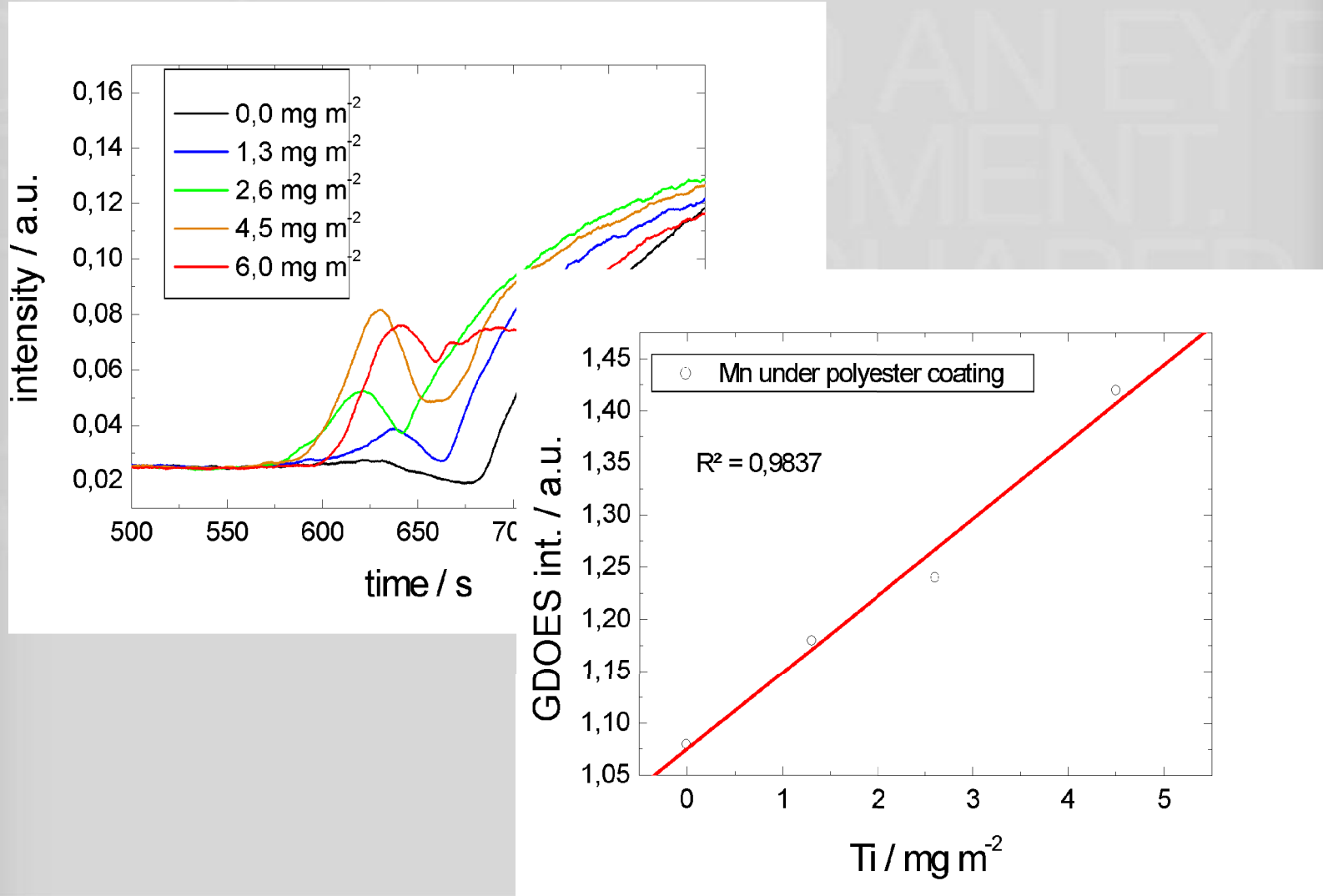


Nachweis der Vorbehandlungs – Polyester Lack

- ❖ Vorbehandlung Granodine 1455
 - ↳ 1 – 5 mg/m² Ti
- ❖ Decklack auf Polyester Basis (30 µm Dicke)
- ❖ Decklack enthält Ti (Farb Pigmente)
- ❖ Verwendung von Mn zur Charakterisierung der Vorbehandlung

Nachweis der Vorbehandlung – Polyesterlack

GDOES Messung (HF) – Mn Signal



Nachweis der Vorbehandlungsschicht

▣ Charakterisierung der Vorbehandlungsschichten

- ↳ Nachweis und Bestimmung der Auflage über Kalibrierungskurven bei allen verwendeten Systemen
- ↳ teilweise können mehrere Elemente verwendet werden
- ↳ Nachweis von Zr in der Vorbehandlung problemlos möglich ($\text{Zr} \approx 1\text{-}2 \text{ mg/m}^2$)

Zusammenfassung

- ❖ GDOES als universelles Analysengerät in der Stahlindustrie
 - ↳ einfache Handhabung
 - ↳ keine aufwändige Probenpräparation
 - ↳ schnelle Messmethode
 - ↳ “sehr kleine” Nachweisgrenzen
- ❖ Bestimmung “industrieller” nm-Schichten
 - ↳ Nachweis der Vorbehandlung unter verschiedenen Lacksystemen möglich
 - ↳ semiquantitative Auswertung über geeignete Kalibrierproben