

Prozessbegleitende Oberflächen- und Schichtanalytik von beschichtetem Stahlfeinblech mit GDOES

Dipl.-Ing. R. Beusse, Salzgitter Mannesmann Forschung GmbH, 38223 Salzgitter

1 Einleitung

Der mit Abstand weltweit dominierende Konstruktionswerkstoff Stahl bietet durch seine Vielfalt faszinierende Perspektiven. Die starke Nachfrage nach Stahlprodukten führt dazu, dass die in diesem mehr als eine Milliarde Tonnen Rohstahl betragen wird. Zahlreiche Anlagen werden zur Zeit modernisiert oder neu errichtet, um diesen sprunghaft gestiegenen Bedarf zu decken. Besonders in der Automobil-, Haushaltgeräte- und Verpackungsindustrie ist die Nachfrage nach beschichtetem Feinblech kontinuierlich gewachsen und führt zur Substitution von unbeschichtetem Stahlblech.

Dieser Trend lässt sich bei nahezu jedem Stahlhersteller ablesen, denn damit wird es auch möglich, die Wertschöpfung durch höherwertige Produkte zu verbessern. Insbesondere bei der Automobilherstellung waren neben dem Einsatz dieser oberflächenveredelten Stahlbleche auch konstruktive Maßnahmen und verbesserte Endlackierungen dazu beigetragen haben, das Korrosion heute kein Thema mehr ist. Eine Vergleich über die Fahrzeugmängel aus den TÜV-Jahresberichten 1990 und 2000 belegt die Verbesserung im Korrosionsschutz eindrucksvoll. Der Anteil, der hier durch den Einsatz von oberflächenveredelten Stahlfeinblechen erreicht wurde, ist aufgrund der erheblich verbesserten Schutzwirkung als sehr hoch einzustufen.

Durch die Oberflächenstruktur und den Schichtaufbau metallischer und organischer Überzüge werden zahlreiche Werkstoffeigenschaften bestimmt, die für die Herstellung, die Verarbeitung (Umformbarkeit, Schweißbarkeit, Lackierbarkeit) und den Gebrauch (Korrosionsschutz) entscheidend sind. Der werkstoffanalytischen Beschreibung von Oberflächen und Schichten kommt hier eine zentrale Bedeutung zu. Daher wurde die metallografische Beschreibung mit Hilfe mikroskopischer Verfahren durch analytische Methoden ergänzt, um die chemische Zusammensetzung mit hoher Orts- und Tiefenauflösung zu bestimmen und so ein vollständiges Bild von Werkstoffen und Werkstoffsystemen zu erhalten.

2 Herstellung von kaltgewalztem Stahlblech

Die Warmbänder werden in einem Säurebad gebeizt und in einer Walzstraße bei Umgebungstemperatur zu dünneren Abmessungen mit hoher Genauigkeit und Oberflächengüte ausgewalzt, wobei die auftretende Verformung das Gefüge stark verändert. Durch die hohen Drücke im Walzspalt ergibt sich ein Materialabrieb an den Walzen und am zu walzenden Kaltband, der durch die Verwendung von Wasser mit ca. 2 bis 3% emulgiertem Öl minimiert wird. Die Emulsion ist aus verschiedenen organischen und anorganischen Komponenten zusammengesetzt:

- Mineralöl als Basisstoffträger mit schlechten Schmiereigenschaften
- Natürliche und synthetische Ester mit guten Schmiereigenschaften
- Emulgatoren
- EP-Additive (Hochtemperaturadditive)
- Antioxidationsmittel
- Antibakteriologische Zusätze

Durch das Kaltwalzen verfestigt sich der Werkstoff, die Versetzungsdichte steigt erheblich an und das Gefüge wird in Walzrichtung gestreckt.

Um Stähle mit definierten Festigkeiten und einer daraus resultierenden Umformbarkeit zu erhalten, wird eine rekristallisierende Glühung bei ca. 680 °C in einer Haubenglühe durchgeführt. Durch diese Hochkonvektionsglühung unter dem Einfluß von Wasserstoff wird die Bandsauberkeit bestimmt. Darunter werden Anreicherungen auf der Oberfläche verstanden. Die auf der Blechoberfläche verbliebenen Emulsionsrückstände sollen dabei vollständig verdampfen. Außerdem sollen die durch Reibung erzeugten feinen, katalytisch wirkenden Eisenpartikel auf der Bandoberfläche wieder einsintern, da sie sonst zur Bildung komplexer, temperaturstabiler Eisenseifen neigen. Diese Eisenverbindungen bleiben auch nach dem Glühen auf der Bandoberfläche und verursachen einen Oberflächenbelag. Für die Entfernbarkeit der Emulsionsrückstände ist das Abdampfverhalten des Walzöles entscheidend. Es muß vollständig und bei möglichst geringen Temperaturen schnell verdampfen, da für gut haftende Überzüge saubere Oberflächen erforderlich sind.

Doch wie läßt sich die Sauberkeit einer Oberfläche analytisch beschreiben? Eine elegante und schnelle analytische Methode zur Beschreibung von Oberflächen und Schichten ist mit dem Glimmentladungsspektrometer möglich.

Das Glimmentladungsspektrometer besteht im wesentlichen aus der Gasentladungslampe als Lichtquelle und einem optischen Spektrometer als Detektionssystem. Bei dieser Art von Lichtquelle bildet die zu untersuchende Probe einen Teil der Wand der Entladungslampe. Durch ihre elektrische Isolation gegenüber anderen Wandteilen der Quelle kann durch eine an die Probe angelegte negative Spannung eine Gasentladung im Innenraum gezündet werden. Für die Zündung und Aufrechterhaltung einer Glimmentladung ist ein niedriger Edelgasdruck in der Entladungsquelle und die elektrische Leitfähigkeit der Probe erforderlich, **Bild 1**. Gleichzeitig werden die abgetragenen Atome in der Glimmentladung durch Elektronenstöße zur Emission von Licht angeregt.

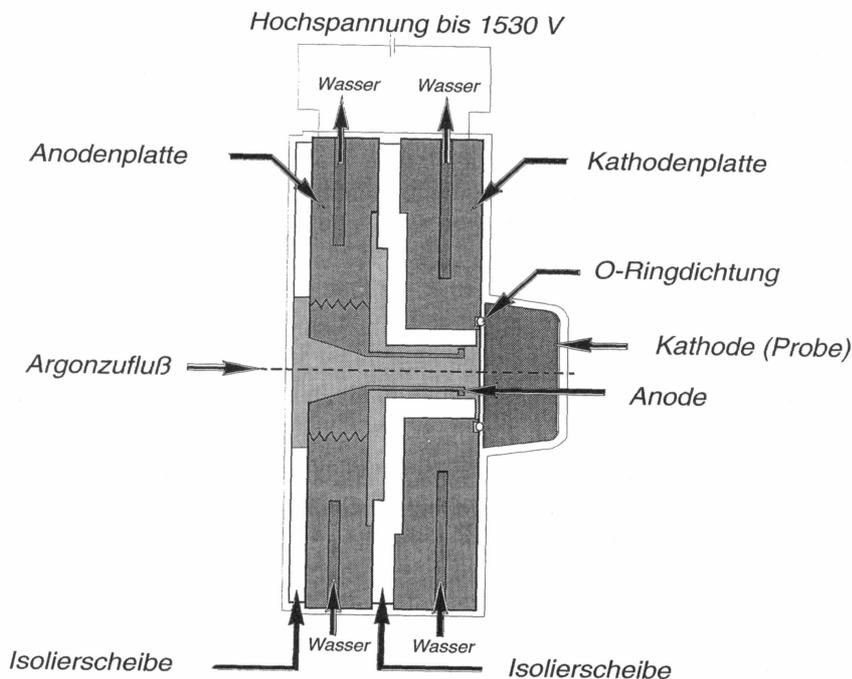


Bild 1: Schematische Darstellung der Glimmentladungsquelle

Das für jedes Element charakteristische Licht fällt entlang des optischen Strahlenganges in den Kessel, wo es an einem Konkavgitter entsprechend seiner spektralen Anteile aufgefächert wird, **Bild 2**. Über lichtempfindliche Sensoren wird die Lichtintensität für jedes Element gemessen und an einen Rechner übertragen.

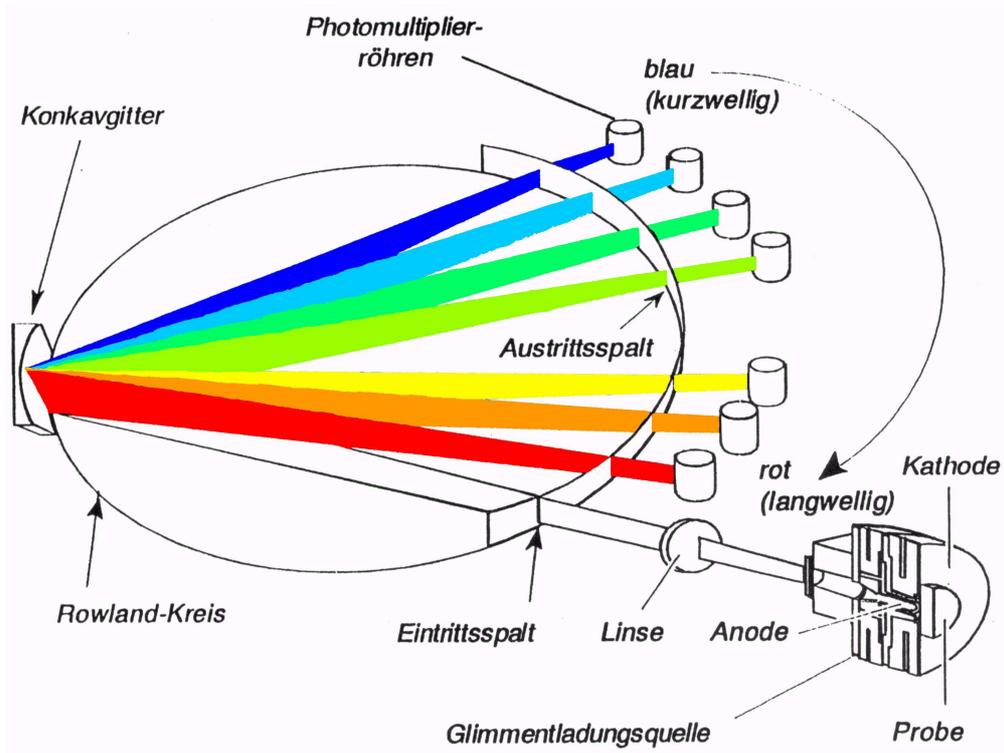


Bild 2: Funktionsprinzip der Spektrometeroptik

Die in der Entladung erzeugten positiv geladenen Edelgasionen werden auf die negativ geladene Probenoberfläche beschleunigt und verursachen einen kontinuierlichen Abtrag, **Bild 3**.

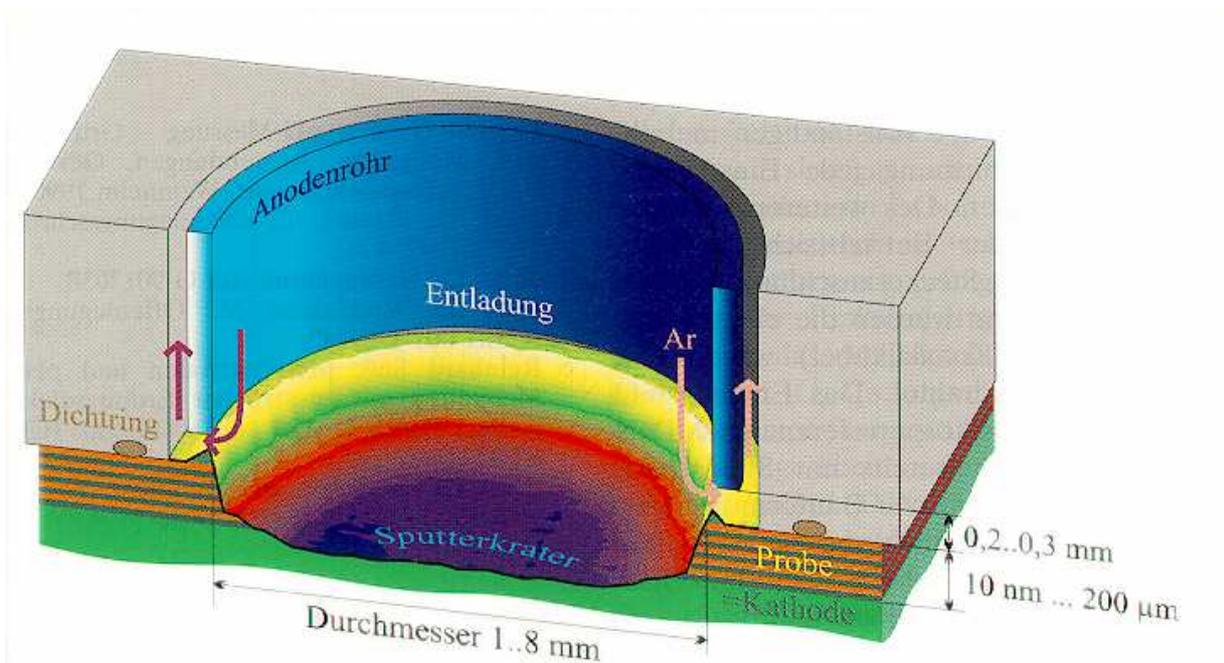


Bild 3: Kraterausbildung an der Probenoberfläche im Brennfleck

Die gemessenen Intensitäten sind den in der Probe vorliegenden Elementkonzentrationen direkt proportional und ergeben Intensitätsverläufe über die Zeit, **Bild 4**.

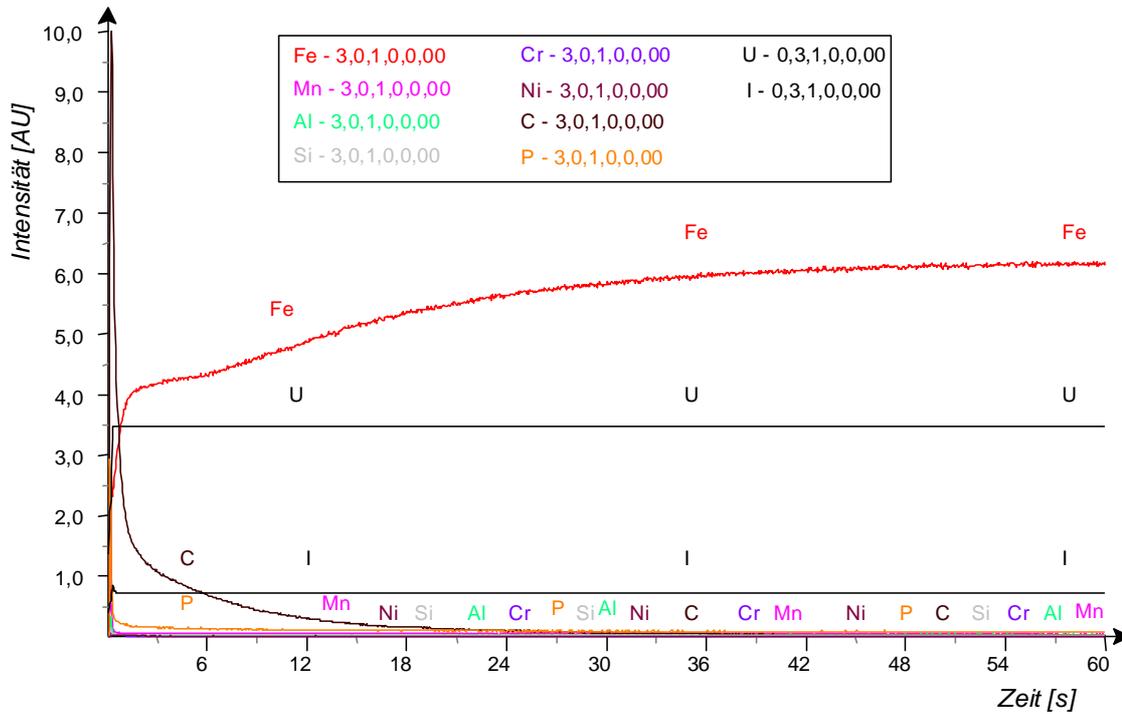


Bild 4: Qualitatives GDOES-Tiefenprofil eines kaltgewalzten Stahlbleches (geglüht)

Zur Durchführung quantitativer Messungen muß, wie bei anderen spektrometrischen Verfahren üblich, auf Referenzproben zurückgegriffen werden. Bei Oberflächenanalysen besteht grundsätzlich die Schwierigkeit, daß keine speziellen Standardproben verfügbar sind, die sich für eine unmittelbare Quantifizierung von Oberflächenbelegungen eignen. Daraus ergibt sich die Notwendigkeit, aus dem Intensitätsverlauf von Elementtiefenprofilen eine Beziehung zur Elementmassenbelegung, also der flächenbezogenen Masse eines Elementes abzuleiten. Dies erfolgt nach der Methode der integrierten Intensitäten mit herkömmlichen Massivproben, in denen die zu ermittelnden Elemente in hinreichend homogener Verteilung vorliegen. Im **Bild 5** ist die Kalibrierung für Kohlenstoff in metallischen Werkstoffen im Bereich von 0,0006 bis ca. 0,5 % dargestellt.

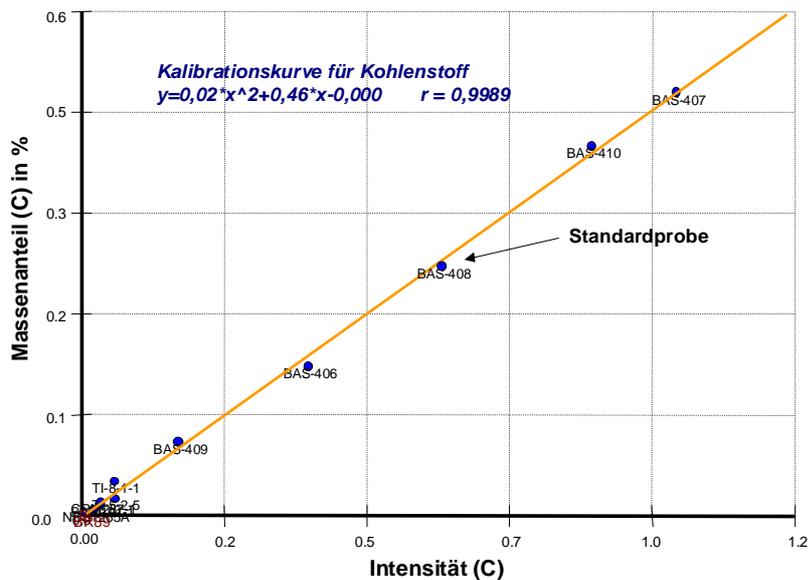


Bild 5: Kalibrierkurve für Kohlenstoff

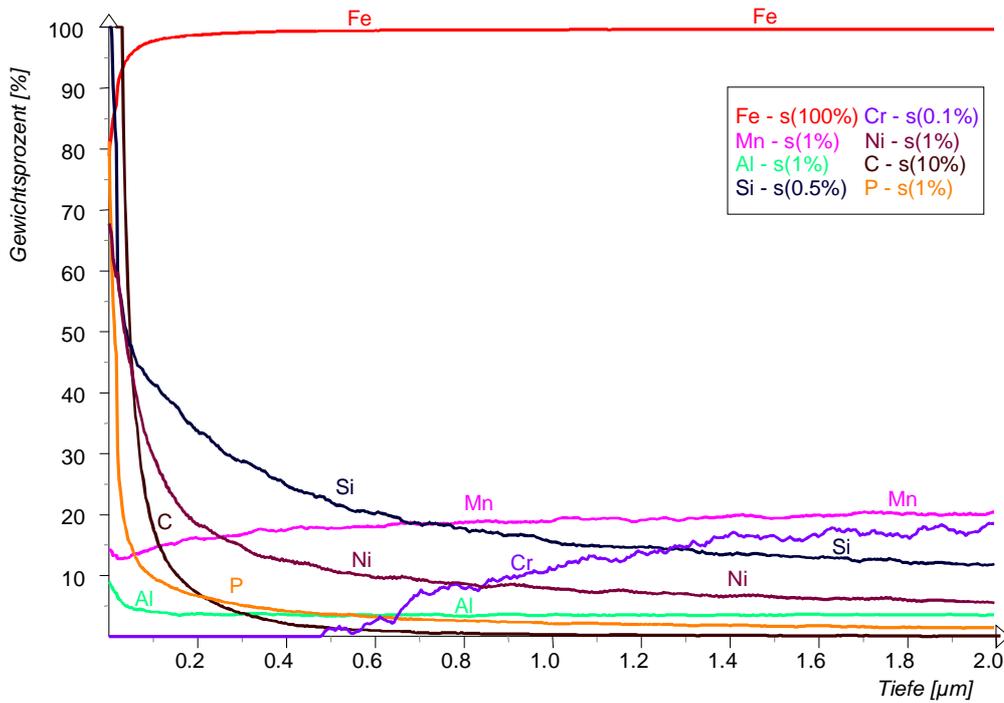


Bild 8: Quantitatives GDOES-Tiefenprofil eines kaltgewalzten Stahlbleches (ungeglüht)

Nach der Glühung weist die Stahloberfläche deutliche Veränderungen auf, die auch im Tiefenprofil darstellbar sind, **Bild 9**. Die Menge des auf der Oberfläche verbleibenden Kohlenstoffs wurde erheblich reduziert. Durch die während der Hochkonvektionsglühung auftretenden diffusionsgesteuerten Vorgänge ergeben sich Anreicherungen der Elemente Mangan, Aluminium, Chrom und Silizium.

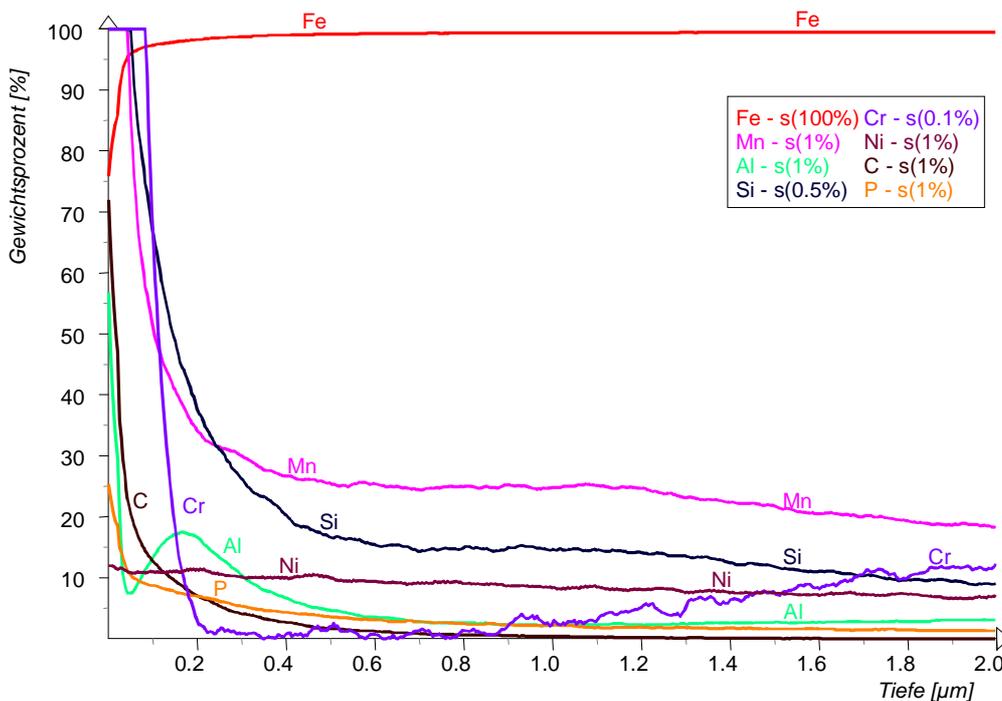


Bild 9: Quantitatives GDOES-Tiefenprofil eines kaltgewalzten Stahlbleches (geglüht)

Bei einem Vergleich der Kohlenstoff-Massenbelegungen vor und nach dem Glühprozeß ergeben sich signifikante Unterschiede. Parallel dazu wurde für die Kohlenstoffbestimmung die sogenannte Verbrennungsmethode verwendet. Die Mengenanalyse des Kohlenstoffes im entstehenden CO₂-Gas (bei 550 °C im Sauerstoffstrom) erfolgt mit einem IR-Detektor, dabei werden Ober- und Unterseite gleichzeitig gemessen und es ergibt sich ein integraler Mittelwert beider Oberflächen. Die mit GDOES und nach dem Verbrennungsverfahren ermittelten Kohlenstoff-Massenbelegungen und der naßchemisch ermittelte Eisenabrieb vor und nach dem Glühen sind in **Tabelle 1** zusammengefaßt.

Werkstoffzustand	Kohlenstoff in mg/m ²			Eisen in mg/m ²
	Wischprobe	GDOES	Verbrennung	Wischprobe
Oberseite, walzhart und ungeglüht	123	109	-	93
Unterseite, walzhart und ungeglüht	131	126	-	101
Oberseite, geglüht	-	1,3	OS u. US 2,4	1,8
Unterseite, geglüht	-	1,6		2,4

Tabelle 1 : Massenbelegungen von Kohlenstoff und Eisen vor und nach dem Glühen

Nach dem Glühen werden die Feinblechoberflächen dressiert. Dabei erhält die Blechoberfläche auf Ober- und Unterseite durch speziell strukturierte Walzen eine definierte Rauheit, wird geölt, verpackt und ausgeliefert oder der Weiterverarbeitung zugeführt [2].

3 Herstellung von beschichtetem Stahlblech

Kaltgewalztes Stahlfeinblech mit Streckgrenzen von 160 bis 1200 MPa wird in zunehmendem Maße mit metallischen Überzügen, organischen Beschichtungen oder einer Kombination beider Beschichtungsarten versehen. Damit wird es möglich, die hervorragende Eigenschaftsvielfalt kaltgewalzter Stahlbleche mit Korrosionsschutzeigenschaften zu verbinden. Die wichtigsten Herstellungsverfahren zur Erzeugung oberflächenveredelter Stahlbleche sind das Schmelztauchen, die elektrolytische Abscheidung und das organische Beschichten mit Lacken und Folien.

Bei den metallischen Veredelungsverfahren sind Beschichtungen mit Zink von herausragender Bedeutung, da es unter normalen atmosphärischen Bedingungen zu einem sehr effektiven und wirtschaftlichen Korrosionsschutz führt. Die in kontinuierlichen Anlagen entstandenen Verbundwerkstoffe mit Schichtdicken von 2 bis 40 µm werden häufig in nachgeschalteten Prozessschritten chromatiert und phosphatiert.

Während bei den Schmelztauchverfahren beidseitig beschichtetes Material mit Schichtdicken bis zu 40 µm erzeugt wird, kann bei den elektrolytischen Verfahren auch eine einseitige Oberflächenveredelung mit Schichtdicken bis 12 µm erfolgen.

Das Aufbringen von organischen Lacken oder Folien erhöht den Korrosionsschutz, verbessert die Gebrauchseigenschaften und ergibt ein dekoratives Erscheinungsbild [4, 5, 6].

Die gebräuchlichsten Schichtsysteme sind in **Tabelle 2** dargestellt.

Schichtsystem	Kurzzeichen (nach EN10027)	Legierungselement und mittlere Zusammensetzung in Mass.- %
Schmelztauch-Überzüge		
Rein-Zink	Z	Zink: 99,7; Aluminium: 0,3
Zink-Eisenlegierung	ZF	Zink: 90; Eisen: 10
Zink-Aluminiumlegierung	ZA	Zink: 95; Aluminium: 5; Mischmetall
Zink-Aluminium-Siliziumlegierung	AZ	Zink: 43,4; Aluminium: 55; Silizium: 1,6
Aluminium-Siliziumlegierung	AS	Aluminium: 90; Silizium: 10
Elektrolytische Überzüge		
Rein-Zink	ZE	Zink: 99,9
Zink-Nickellegierung	ZN	Zink: 88; Nickel: 12
Blei-Zinnlegierung	TE (nicht genormt)	Blei: 93; Zinn: 7
Organische Überzüge		
Flüssigbeschichtung	OC	
Folienbeschichtung	OC	

Tabelle 2: Überblick über die metallischen und organischen Überzüge auf Stahlblech

3.1 Tiefenprofilanalytik von feuerverzinktem Feinblech

Feuerverzinktes Feinblech wird in zunehmendem Maße für Anwendungen mit hohen Anforderungen an die Umformbarkeit eingesetzt. Dabei spielen neben den mechanischen Eigenschaften auch die Oberfläche und die Haftung der Zinkschicht auf dem Stahl eine entscheidende Rolle. Aufgrund der hohen Prozeßtemperaturen wird kaltgewalztes Stahlblech in Dicken von 0,3 bis 3 mm verwendet, wobei das Gefüge nach dem Verzinken rekristallisiert oder teilrekristallisiert ist.

Eine besonders kritische Größe bei der Herstellung von feuerverzinktem Feinblech war schon immer die Erzielung einer guten Haftung. Wesentliche Gründe für das Auftreten mangelhafter Haftung waren nicht entfernte Beläge oder eine partielle Oxidation der Kaltbandoberfläche. Durch Vorschalten einer Bandreinigung vor dem Glühen und durch die Einführung der vollständig beheizten Öfen mit kontinuierlicher Taupunktkontrolle wurden diese Ursachen beseitigt.

Die Haftung der Zinkschicht auf der Stahloberfläche ist somit nur noch von der Ausbildung einer geeigneten Grenzschicht abhängig. Diese wird durch Einstellung der Temperatur des eintauchenden Bandes, der Zinktemperatur und des Aluminiumgehaltes im Zink gesteuert. Bei konstanten Temperaturen und einem Aluminiumgehalt von ca. 0,2 Massen-% im Bad, bildet sich eine dünne und homogene Eisen-Aluminium-Phase (Fe_2Al_5) auf der Stahloberfläche aus. Diese Zwischenschicht wirkt bei kurzen Tauchzeiten als Diffusionssperre, um die Bildung von spröden intermetallischen Zink-Eisen-Phasen zu unterdrücken, die die Zinkhaftung stark vermindern. Aufgrund dieser Funktion wird diese Zwischenschicht auch als Hemmschicht bezeichnet [3, 5].

Sie läßt sich mit alkoholischer Ammoniumdichromatlösung selektiv freilegen und wird im Rasterelektronenmikroskop mit Sekundärelektronen bei 10000-facher Vergrößerung im **Bild 10** dargestellt.

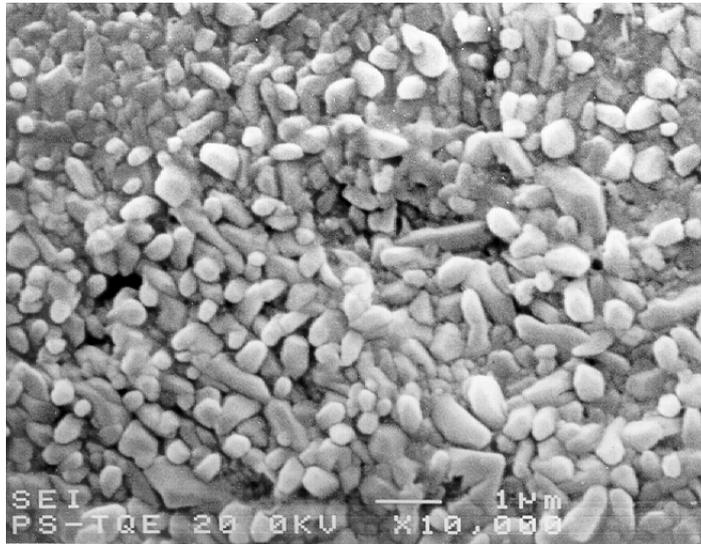


Bild 10: Fe_2Al_5 -Hemmschicht am Übergang Zink/Stahl bei 10000-facher Vergrößerung

Die nach dem Verzinken sichtbar ausgeprägten Zinkkristalle, die sogenannte Zinkblume, wird bei einzelnen traditionellen Anwendern heute noch als wesentliches Qualitätsmerkmal von feuerverzinktem Feinblech angesehen. Die ständig gestiegenen Ansprüche an das Oberflächenaussehen haben die Stahlhersteller jedoch dazu veranlaßt, durch gezielte Maßnahmen eine deutlich verringerte Blumengröße, inzwischen sogar blumenfreie Zinkoberflächen anzubieten. Um eine kleine Zinkblume zu erhalten, wird die Keimzahl für die Kristallisation in der Zinkschicht erhöht, indem auf den noch nicht erstarrten Zinküberzug Wasser, Wasserdampf oder Zinkstaub geblasen wird. Feuerverzinkte Feinbleche mit guten Umformeigenschaften und guter Schweiß- und Lackierbarkeit, sowie einem gleichmäßigen Lackaussehen benötigen kleine und gleichmäßige Zinkkristalle über Bandbreite und -länge.

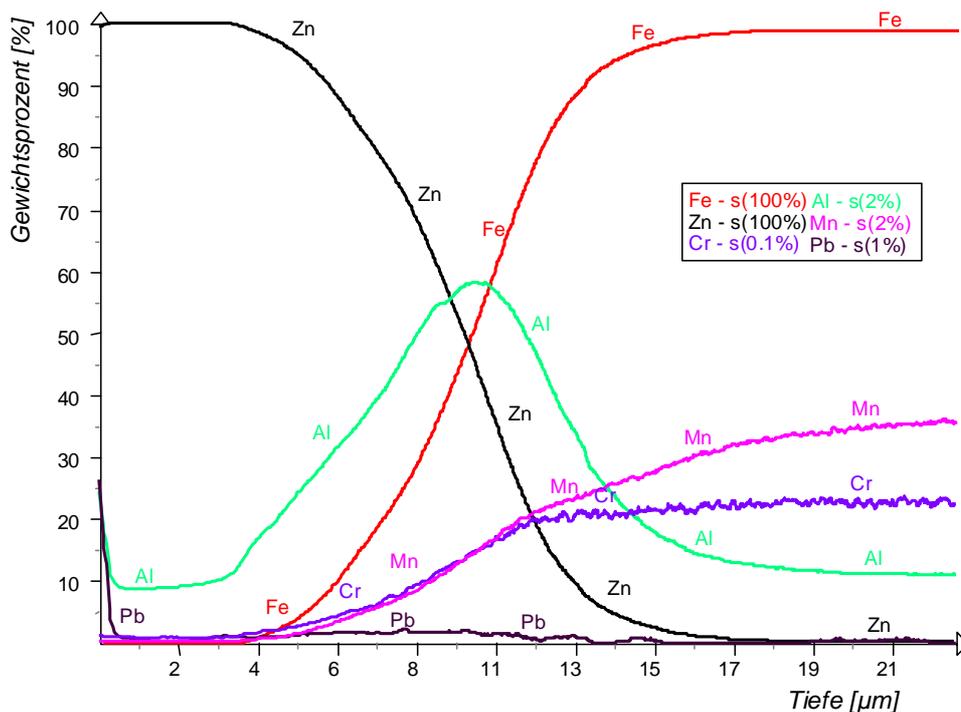


Bild 11: GDOES-Tiefenprofil eines feuerverzinkten Stahlbleches mit kleiner Zinkblume

Das im **Bild 11** dargestellte Tiefenprofil eines feuerverzinkten Feinbleches lässt die Zinkschicht mit einer geringen Aluminiumanreicherung an der Oberfläche, die Hemmschicht mit der deutlichen Aluminiumanreicherung am Übergang Zink zum Stahl, die Stahloberfläche und der Stahl als Substratwerkstoff entsprechend segmentieren und quantitativ auswerten.

3.2 Tiefenprofilanalytik von elektrolytisch verzinktem Feinblech

Der Einsatz von elektrolytisch veredeltem Feinblech im Automobilbau hat in den vergangenen Jahren deutlich zugenommen. Anfang der 90er Jahre wurden für die Außenhautteile einseitig elektrolytisch verzinkte Stahlbleche verwendet, da auf die Blechaußenseite und Innenseite unterschiedliche Korrosionsbelastungen wirken. Die verzinkte Oberfläche bildet dabei die Innenseite der Karosserie, um der Hohlraumkorrosion zu begegnen. Heute geht der Trend zu beidseitig verzinktem Feinblech und wird inzwischen auch in der sogenannten unteren Mittelklasse verwendet. Das im kontinuierlichen Verfahren mit bis zu 180 m/min beschichtete Feinblech wird durch den Veredelungsprozeß aufgrund der niedrigen Prozeßtemperaturen in seinen mechanischen Eigenschaften nicht beeinflusst. Somit lassen sich grundsätzlich alle kaltgewalzten und geglühten Feinbleche in elektrolytisch verzinkter Ausführung herstellen.

Die Voraussetzung für die Erzielung gut haftender Überzüge ist eine saubere Feinblechoberfläche, die durch die hintereinander angeordnete Spritz-, Bürst- und elektrolytische Entfettung mit alkalischen Lösungen erreicht wird. Das entfettete Band wird in einer sauren Beize für die nachfolgende Verzinkung aktiviert.

In hintereinander geschalteten Zellen wird die Zinkschicht elektrolytisch abgeschieden. Die Struktur der Zinkoberfläche wurde mit dem Rasterelektronenmikroskop unter Verwendung von Sekundärelektronen bei 2000-facher Vergrößerung abgebildet, **Bild 12**.

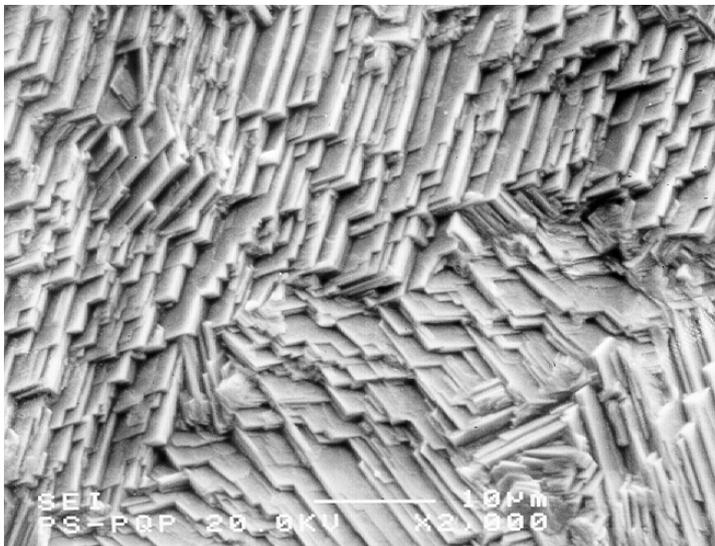


Bild 12: Sekundärelektronenbild einer elektrolytisch abgeschiedenen Zinkschicht bei 2000-facher Vergrößerung

Nach der elektrolytischen Verzinkung erfolgt zunächst eine intensive Spülung, um Elektrolytreste zu entfernen. Daran kann sich eine Nachbehandlung anschließen, in der die verzinkte Oberfläche mit einer Chromatierung mit Schichtgewichten von 10 bis 15 mg/m² versehen wird. Dieser temporäre Korrosionsschutz lässt sich wie die Zinkschicht mit ihrer typischen Dicke von 7,5 µm und

das Stahlblech mit seinen üblichen Legierungselementen im quantifizierten Konzentrations-Tiefenprofil beschreiben, **Bild 13**.

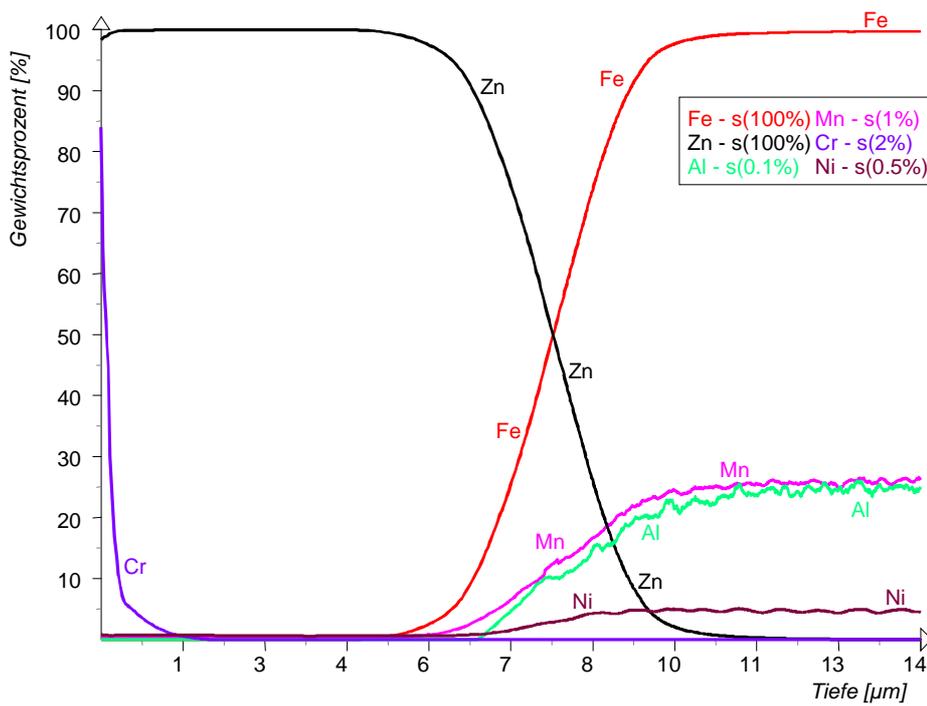


Bild 13: GDOES-Tiefenprofil eines chromatierten und elektrolytisch verzinkten Stahlbleches

Mit Hilfe von Tiefenprofilen lassen sich die ursprünglichen Stahlblechoberflächen beschreiben. Im **Bild 14** ist das Tiefenprofil eines elektrolytisch verzinkten Kaltbandes dargestellt.

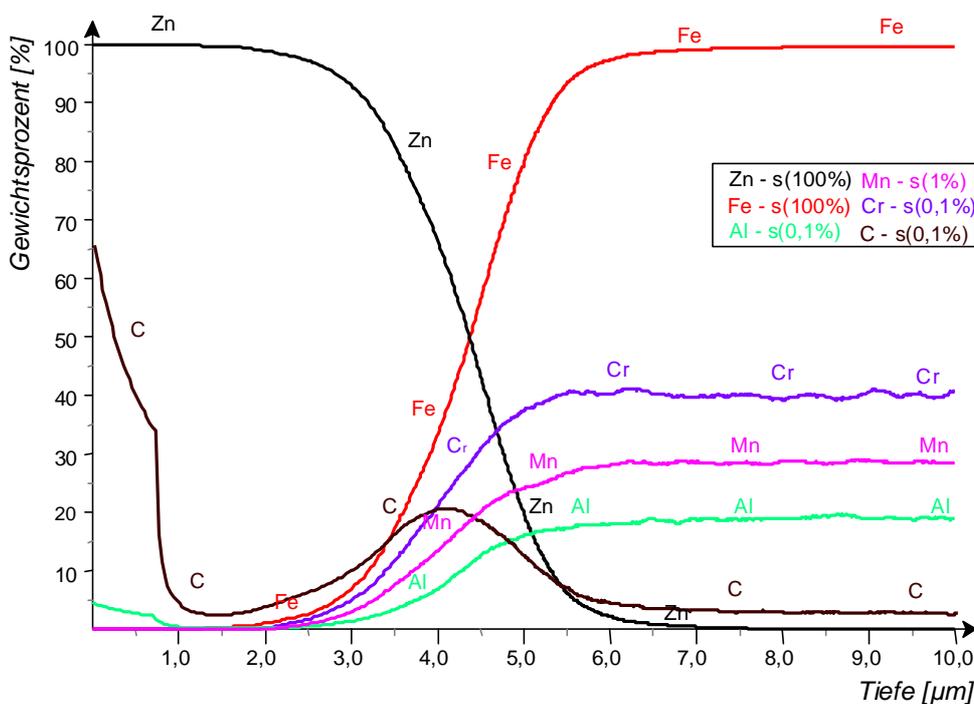


Bild 14: GDOES-Tiefenprofil eines elektrolytisch verzinkten Stahlbleches mit Kohlenstoffanreicherung auf der ursprünglichen Stahlblechoberfläche

Die Fläche unterhalb der Kohlenstoffkurve stellt nach der entsprechenden Segmentierung die Kohlenstoffmassenbelegung dar. Somit läßt sich die Oberflächensauberkeit in Form einer numerischen Größe charakterisieren. Durch eine unzureichende alkalische Entfettung befinden sich noch Rückstände in Form von Kohlenstoffanreicherungen auf der ehemaligen Stahloberfläche, die sich als Haftungsprobleme und nachfolgenden Lackfehler makroskopisch bemerkbar machen und zum Totalausfall des Bauteils führen können, **Bild 15**.

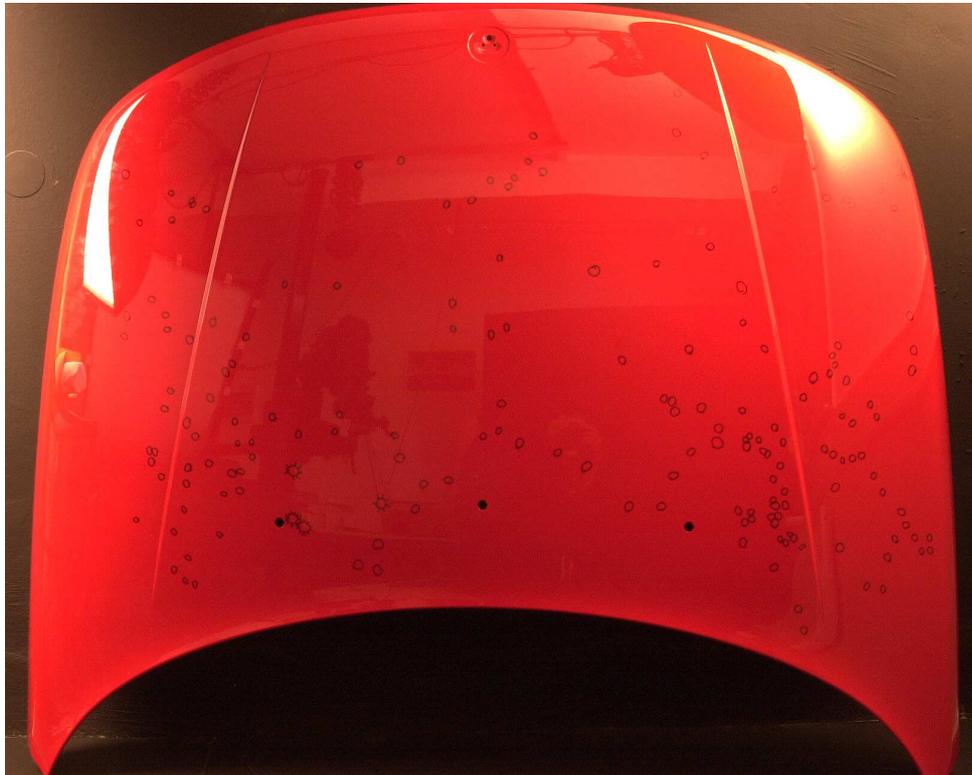


Bild 15: Frontdeckel mit schwarz umkreisten Lackfehlern

Ursache für diese Lackfehler ist nicht primär der Kohlenstoff, doch führt dieser zu unvollständig ausgebildete Zinkschichten, die Feuchtigkeit aus der KTL-Vorbehandlung aufnehmen und beim Trocknen der Lackschichten verdampfen und bei sensiblen Lacksystemen zu Fehlern führen.

4 Interpretation von Konzentrations-Tiefenprofilen

Für den werkstofforientierten Auftraggeber muß das Meßergebnis und dessen Interpretation eine vertrauenswürdige Entscheidungshilfe darstellen, um daraus Produktentwicklung und Qualitätsverbesserungen abzuleiten. Somit muß das Ergebnis in einer Form gestaltet werden, die eine Vergleichbarkeit zu anderen Geräten und sogar zu anderen analytischen Verfahren ermöglicht. So sind zur Charakterisierung von technischen Oberflächen folgende Kenngrößen zu beachten:

- Kalibrierung des Analysenwertes (z.B. Massenanteil)
- Angabe der nachgewiesenen Elemente
- Angabe der Nachweisgrenze bei Nichtdetektion eines Elementes
- Genauigkeit der Analysenwerte mit Angabe des Stichprobenumfanges
- Laterale Auflösung
- Informationstiefe

- Kalibrierung der Analysentiefe
- Änderung der Tiefenauflösung mit der Tiefe

Voraussetzung für die Beschreibung der chemischen Zusammensetzung von Werkstoffen und Werkstoffsystemen ist die Kalibrierung des verwendeten Analyseverfahrens. Das Ziel einer quantitativen Analyse ist die Ermittlung von Massenanteilen. Die Kalibrierung erfolgt zur Zeit mit klassischen Massivproben, wobei sich hier die Frage nach geeigneten Standards für die Schicht- und Oberflächenanalytik stellt. Deren Charakterisierung sollte möglichst umfassend sein und deren Eigenschaften auch über lange Zeiträume unverändert bleiben. Hier liegt der entscheidende Schlüssel für die Quantifizierung, der einen besonderen Platz einnimmt.

Ein besonderes Thema bei der Interpretation von Tiefenprofilen ist die Änderung der Tiefenauflösung mit zunehmender Tiefe, die durch sputterinduzierte Effekte (Konenbildung, Aufrauhung) bedingt ist und in **Bild 16** dargestellt ist.

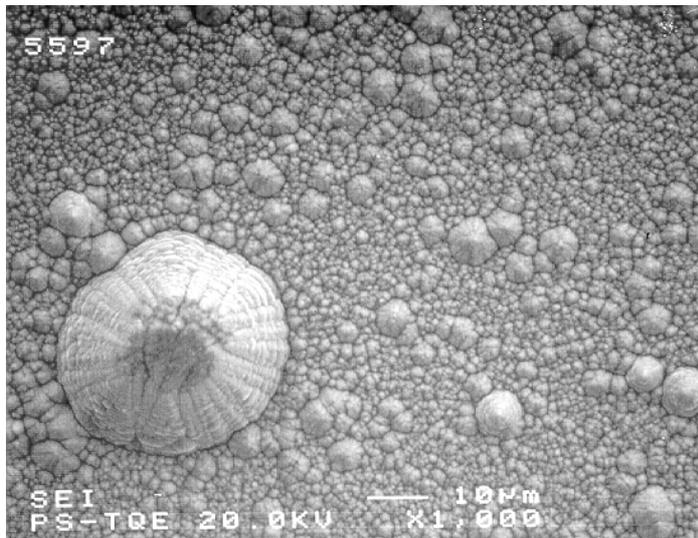


Bild 16: Sputterinduzierte Konen in der Zinkschicht bei 1000-facher Vergrößerung

Daraus ergeben sich Übergangsbreiten, die mit steigender Analysendauer zunehmen und die Schichten in Konzentrations-Tiefenprofilen größer erscheinen lassen als sie tatsächlich sind. Hier liefert auch die produktbedingte Rauheit einen additiven Beitrag. Die Ermittlung der Analysentiefe gestaltet sich nicht einfach, da die materialspezifischen Abtragsraten meistens nicht bekannt sind und zur näherungsweisen Berechnung verschiedene Rechenmodelle verwendet werden. Ein praktikabler Lösungsansatz zur Tiefenkalibrierung ist die Verwendung von Stoffmengenbelegungen, die sich bei Oberflächen und Schichten als Massenbelegung oder Schichtgewicht aus dem Kurvenintegral des entsprechenden Elementes ergeben [1, 7].

Mit den heutigen Möglichkeiten lassen sich technische Werkstoffsysteme hinreichend gut charakterisieren. Am Beispiel von elektrolytisch verzinktem Feinblech mit einer Zinkschichtdicke von 7,5 µm ergibt sich eine Übereinstimmung von +/- 3 % absolut zwischen den nasschemischen Referenzanalysen und den mit GDOES bestimmten Zinkschichtgewichten, **Bild 17**.

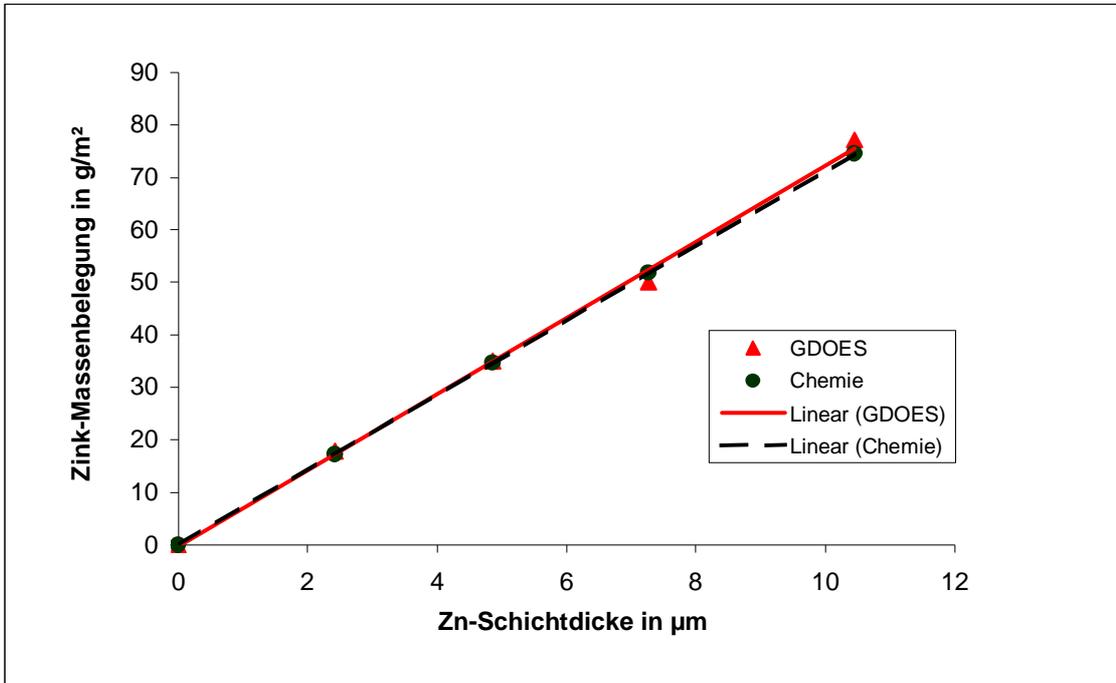


Bild 17: Vergleich von nasschemisch und mit GDOES ermittelten Zinkschichtgewichten

Dies gilt auch für die Ermittlung von sehr geringen Massenbelegungen aus dem Bereich der Chromatspülungen, wo die Werte üblicherweise zwischen 10 und 15 mg/m² liegen, ergibt sich eine Übereinstimmung von +/- 3 % absolut zwischen den nasschemischen Referenzanalysen und den mit GDOES bestimmten Chrommassenbelegungen, **Bild 18**.

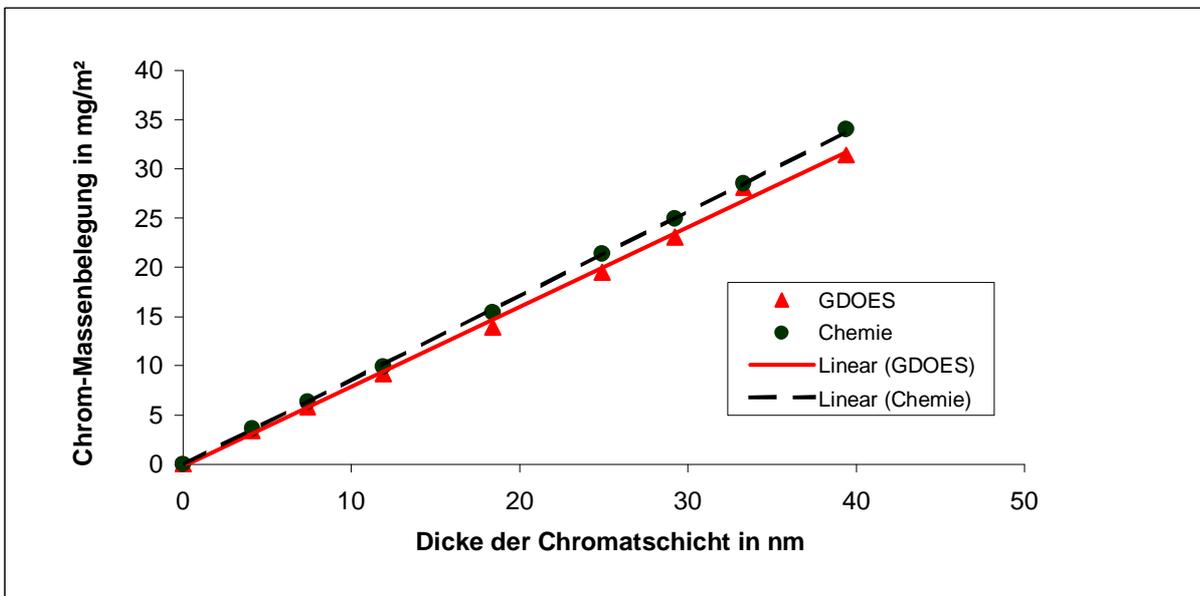


Bild 18: Vergleich von nasschemisch und mit GDOES ermittelten Chromatauflagen

5 Zusammenfassung

Die Glimmentladungsspektrometrie liefert als direktes Verfahren laterale Durchschnittsanalysen mit hoher Tiefenauflösung und wird sehr erfolgreich bei der chemischen Charakterisierung technischer Werkstoffsysteme angewendet. Durch die rechnergestützte Umrechnung von Intensitäts-Zeit-Verläufen in Konzentrations-Tiefenprofile ist die GDOES zu einem bedeutenden Verfahren der Schicht- und Oberflächenanalytik geworden. Mit der Verwendung von Massenanteil und Massenbelegung lassen sich Schichten und Auflagen beschreiben und mit anderen analytischen Verfahren vergleichen. Damit lassen sich sowohl unbeschichtete Stahlbleche, wie auch die in den nachgeschalteten Oberflächenveredelungsbetrieben beschichteten Bleche gut beschreiben.

Für die Zukunft sind für beschichtetes Stahlblech gezielte Optimierungen wahrscheinlicher als grundsätzlich neue Metallüberzüge. Dabei ist der Trend zu geringeren Schichtdicken vorhanden, um der Wirtschaftlichkeit und der Umweltverträglichkeit zu entsprechen. Durch die steigenden Anforderungen an beschichtetes Stahlblech nehmen aber auch die Anforderungen an die Oberflächen- und Schichtanalytik zu. Dies sind zum einen die absoluten Gehalte im Hinblick auf die Nachweisgrenze und zum anderen die komplexeren Werkstoffsysteme (z.B. schweißbare Korrosionsschutzprimer).

Im Vergleich zu anderen analytischen Methoden besticht die GDOES durch den geringen Präparationsaufwand und einem hohen Informationsgehalt der Analysen. Grundsätzlich lassen sich alle metallischen Werkstoffsysteme, angefangen bei un-, niedrig- und hochlegierten Stählen, Nickelbasislegierungen, Kupfer/Zink-Werkstoffen bis zu Aluminium- und Magnesiumlegierungen analysieren. Aufgrund der hohen Reproduzierbarkeit ist es möglich, auch große Probenserien mit vertretbarem Aufwand zu quantifizieren und somit eine effiziente und wirtschaftliche Schicht- und Oberflächenanalytik zu gewährleisten, um die Produktion von oberflächenveredeltem Stahlblech zu begleiten.

6 Literatur

- [1] Angeli, J.: Moderne Methoden der Mikrobereichsanalyse im Vergleich, Sonderband der praktischen Metallographie Nr. 29, Werkstoff-Informationsgesellschaft, 1997
- [2] Blümel, G.; Vogt, A.: Einfluß von Oberflächenkohlenstoff auf den Korrosionswiderstand von Karosserieblech, Stahl u. Eisen Nr. 103 (1984); S. 813-818
- [3] EGKS-Projekt 7210.GD/111-Abschlußbericht, 1995
- [4] Imlau, K.-P.; Ehlers, K.-D.; Göklü, S.; Mohr, K.-P.; Wolfhard, D.: Herstellung, Eigenschaften und Anwendung von elektrolytisch veredeltem Band und Blech, Stahl u. Eisen 113 (1993), Nr. 5, S. 69-76
- [5] Schwarz, W.; Furken, L.; Brisberger, R.; Litzke, H.; Petsch, N.: Herstellung, Eigenschaften und Anwendung von schmelztauchveredeltem Band und Blech, Stahl u. Eisen 113 (1993); Nr. 3, S. 91-98
- [6] Schwarz, W.: Einführende Übersicht über oberflächenveredeltes Band und Blech; Stahl u. Eisen Nr. 113 (1993), Nr. 5, S. 41-43
- [7] Veters, H.; Hunger H.-J. (Herausgeber): Werkstoffanalytische Verfahren, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 1995