Machbarkeitsstudie zu geeigneten Kandidaten für die Herstellung von CRM für die Bestimmung von Wasserstoff in Festkörpern

V.-D. Hodoroaba,[a] D. Klemm,[b] U. Reinholz,[a] E. Strub,[c]
J. Röhrich,[d] W. Bohne,[d] V. Hoffmann[b] and K. Wetzig[b]

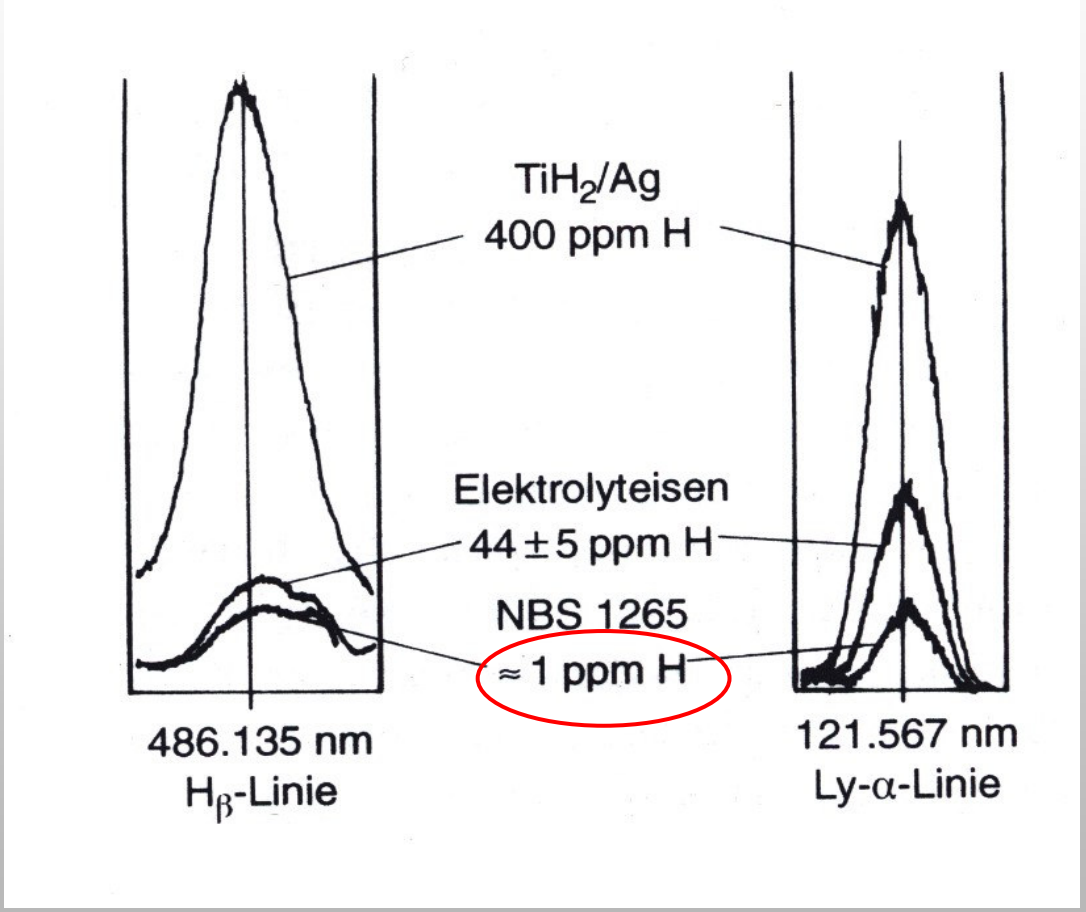
[a] Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin
[b] Leibniz Institute for Solid State and Materials Research Dresden
[c] Universität zu Köln
[d] Hahn-Meitner Institute (HMI), Berlin

Overview on analytical methods for the analysis of hydrogen in solid samples

Analytical Method	Detection of H	Quantification of H	Limitations
HotE	√	√	no local information (i.e., no depth profiles)
NRA	√	√	analysed depth of up to only 1-2 µm LoD_H ~10 ppm
ERDA	√	√	„
SIMS	√	–	lack of H-CRM, thin layers
GD-OES	√	–	lack of H-CRM

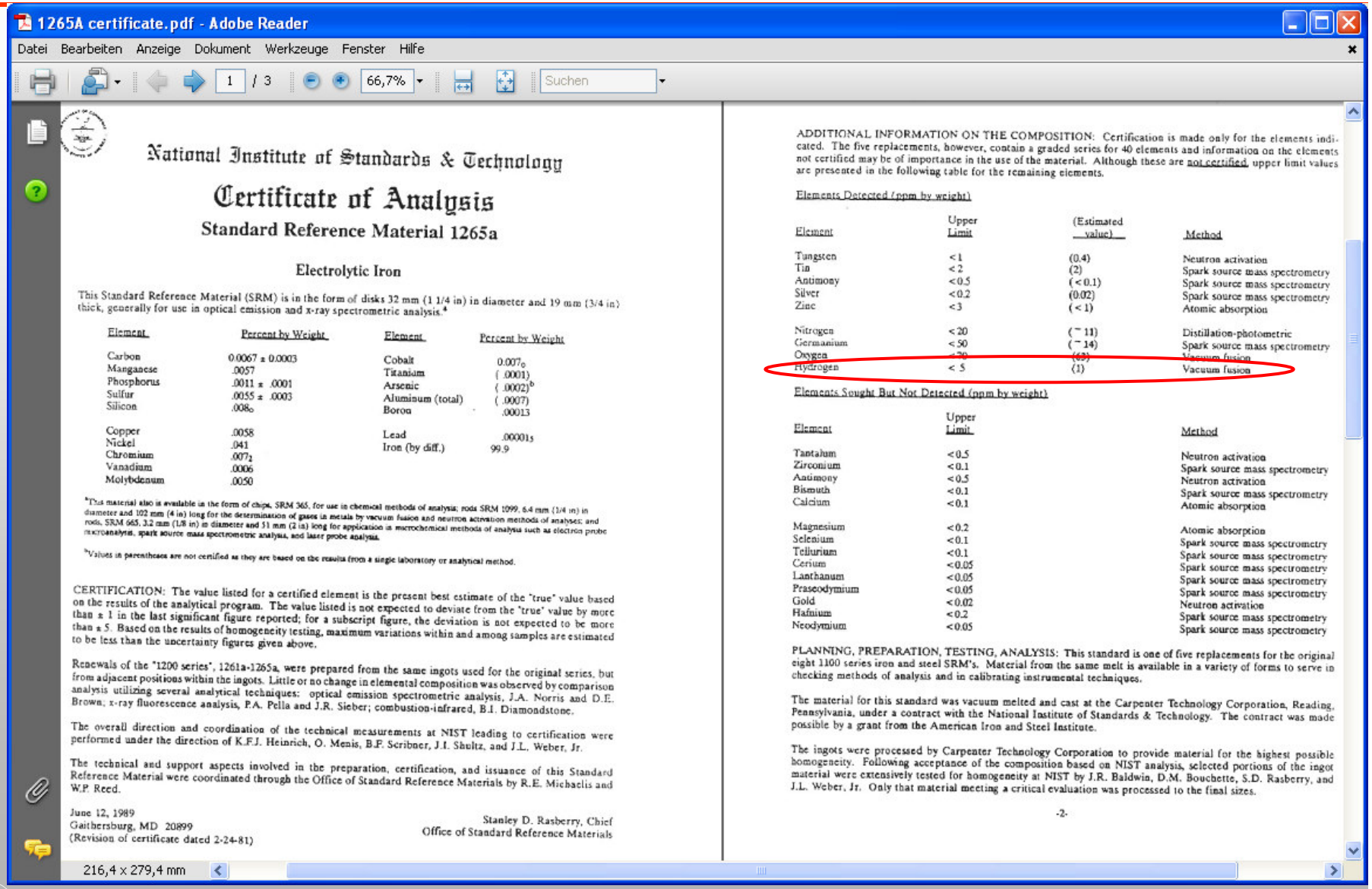
(www.comar.bam.de)

Analytical figures of merit in GD-OES: Limit of Detection (LoD) of H



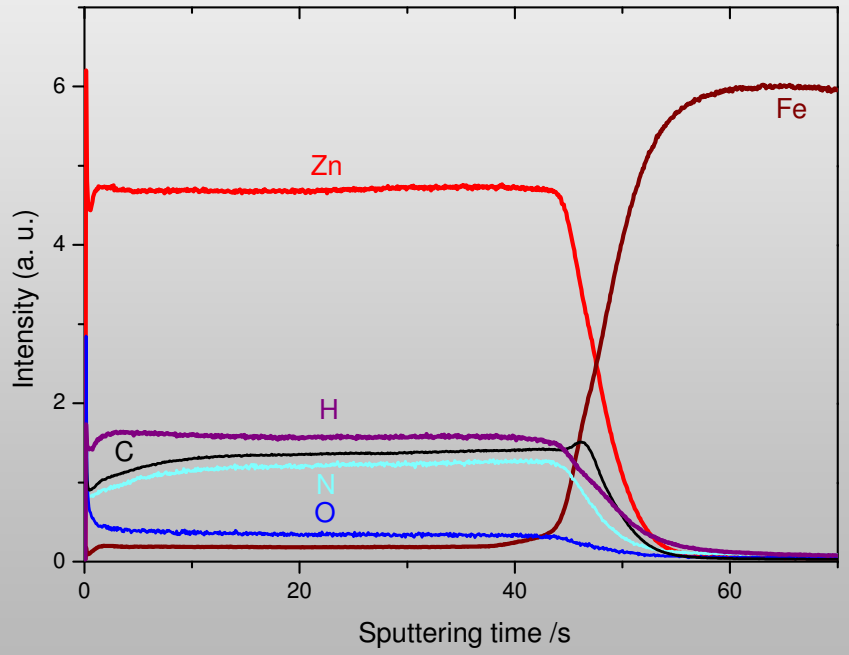
GD-OES-Lines for Hydrogen Detection
(Werkstoffanalytische Verfahren, H.-J. Hunger, Ch. 12: *Glimmentladungsspektroskopie*, 1995).

Analytical figures of merit in GD-OES: Limit of Detection (LoD) of H



Electrolytically deposited Zn on Steel

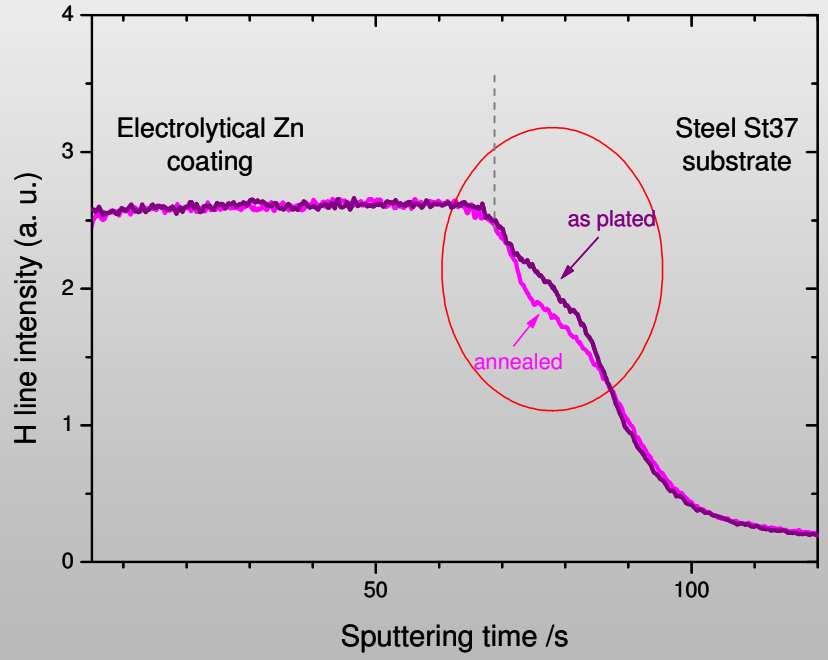
GD-OES element depth profile



$\varnothing_{GD\text{-}anode}$= 4 mm; V_{dc}= 800 V; p≈ 700 Pa;

Zn I 330.2 nm; Fe I 371.9 nm; H I 121.5 nm; C I 156.1 nm; N I 149.2 nm; O I 130.2 nm; Ar I 415.8 nm

H depth profile before and after heat treatment



$\varnothing_{GD\text{-}anode}$= 4 mm; V_{dc}= 700 V; I_{dc}= 20 mA;

H I 121.5 nm

Samples: OTEK GmbH, Brieselang

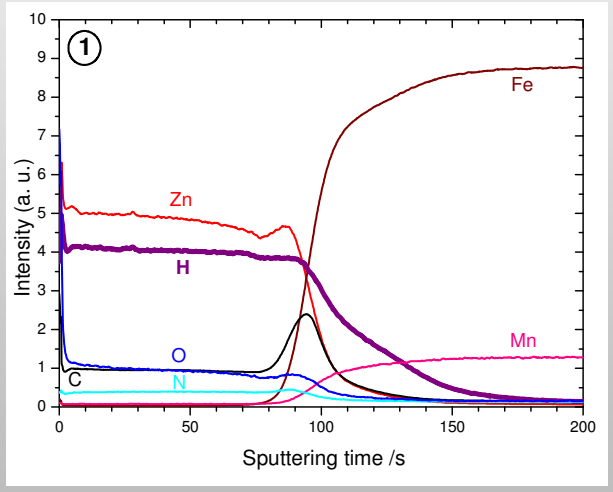
Requirements for H-CRM (CRC)

- Homogeneity of the H concentration in the *coating* (as an alternative to *bulk*)
  - lateral
  - in-depth

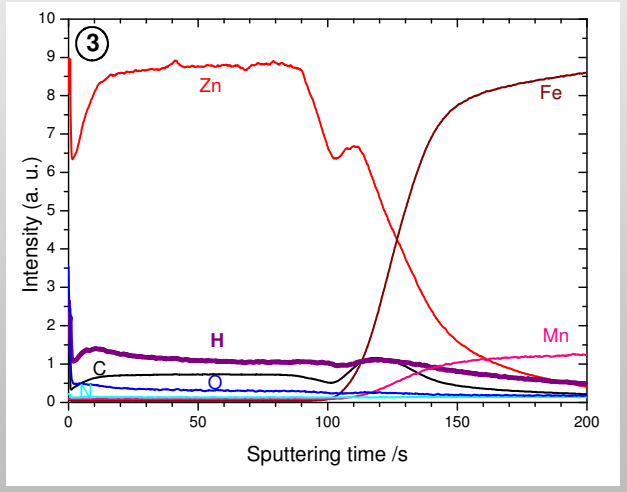
- **Stability** (!) of the H concentration over longer periods of time (i.e. years)

Coating as candidates for H-CRM (CRC): (i) Electroplated Zn(H) on steel

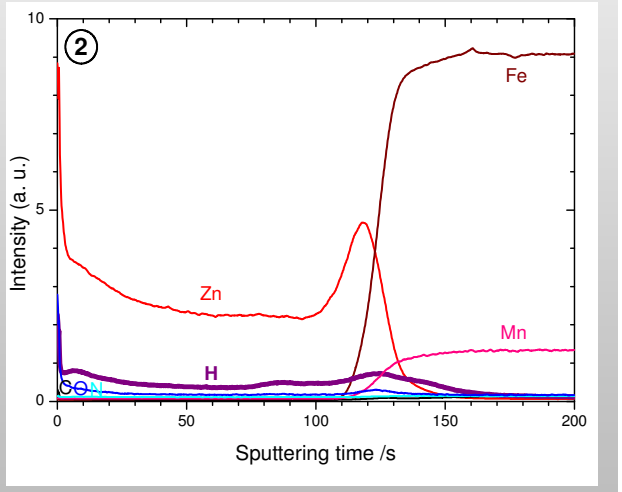
Cyanide-free alkaline Zn electrolyte, low additive concentration



Cyanide Zn electrolyte, without additives



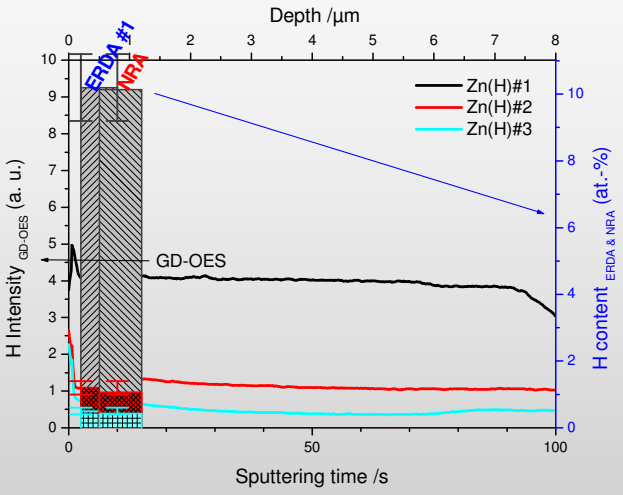
Acid Zn electrolyte, without additives



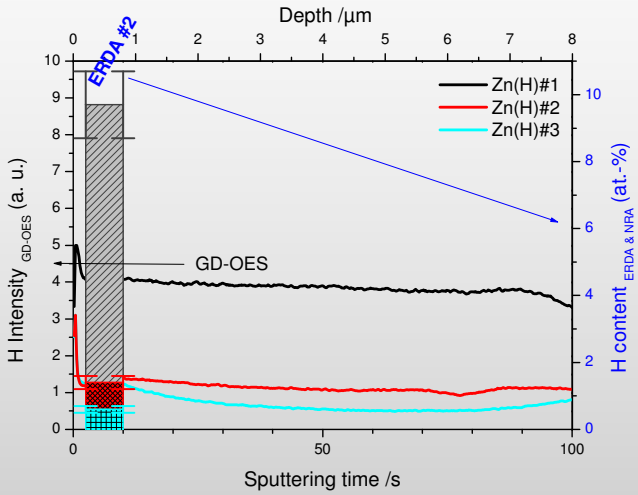
Samples: SurTec, Zwingenberg

Electroplated Zn(H) on steel; Determination of the H concentration by ERDA & NRA; Stability tests

immediately after the deposition



after 8 months



after further 6 months

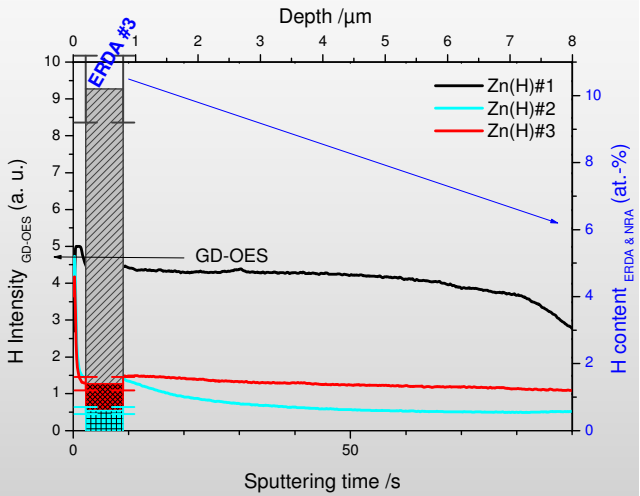
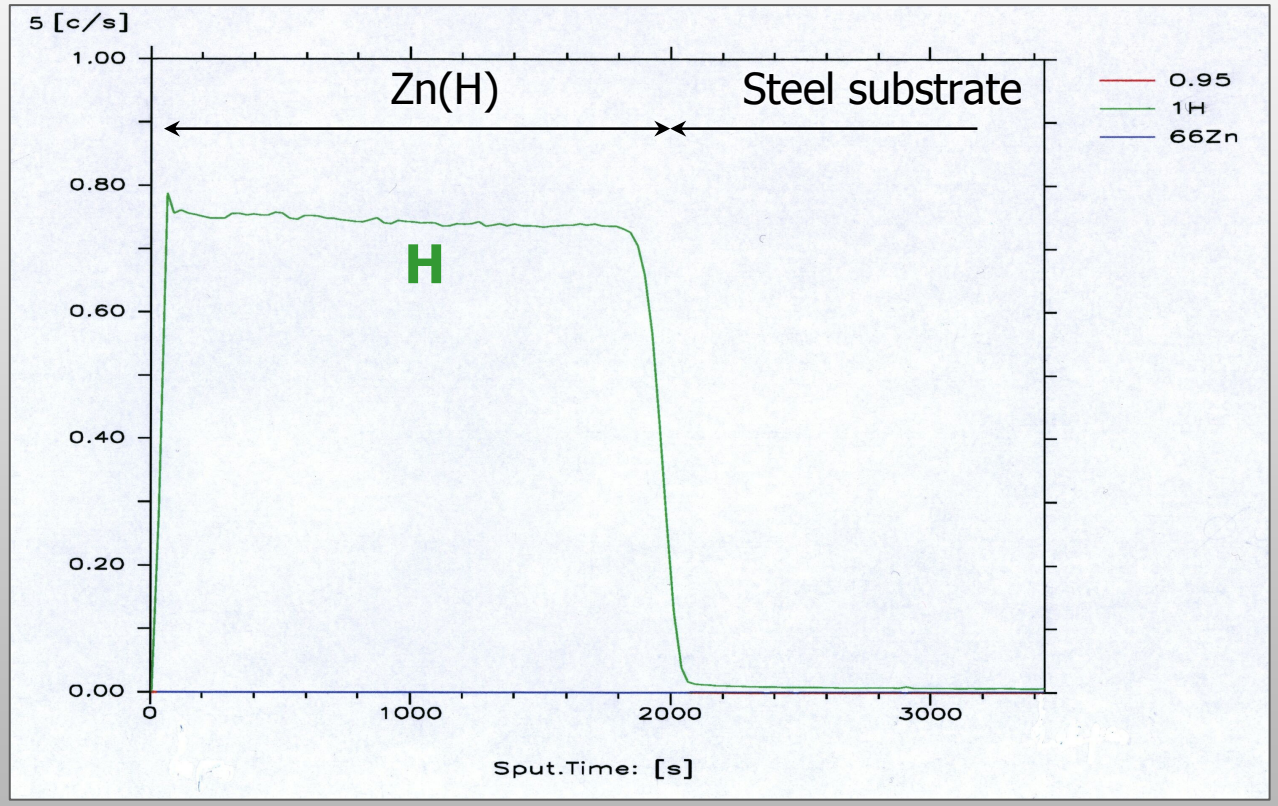


Table 1 Stability tests of the hydrogen concentration in at.-% in three electrolytically deposited zinc coatings determined by ERDA.

Sample	immediately after the deposition	after 8 months	after further 6 months
Zn(H) #1	10.2 ±1.0	9.7 ±1.0	10.2 ±1.0
Zn(H) #2	1.2 ±0.2	1.4 ±0.2	1.4 ±0.2
Zn(H) #3	0.5 ±0.1	0.6 ±0.1	0.6 ±0.1

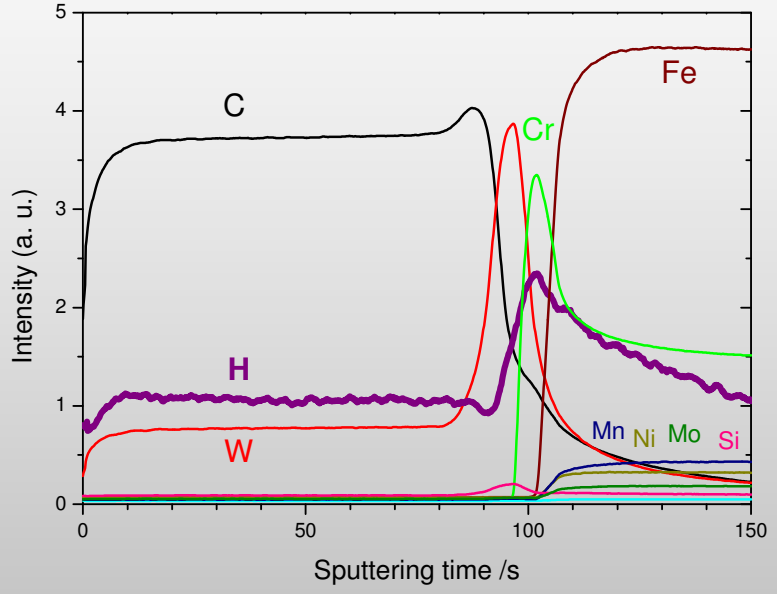
Samples: SurTec, Zwingenberg

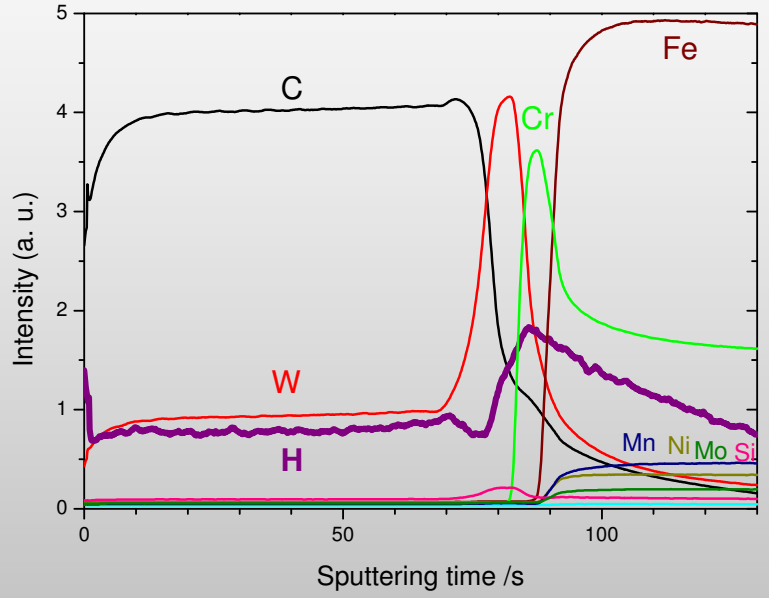
Electroplated Zn(H) on steel; Homogeneity tests; SIMS depth profile of H, $\varnothing_{Pl}$=10 µm



Samples: SurTec, Zwingenberg

Coating as candidates for H-CRM (CRC): (ii) Carbon-rich hard coatings, WC(H) / steel





The corresponding hydrogen concentrations found by ERDA are 22.1 ±2.0 and 18.4 ±2.0 at.-%.

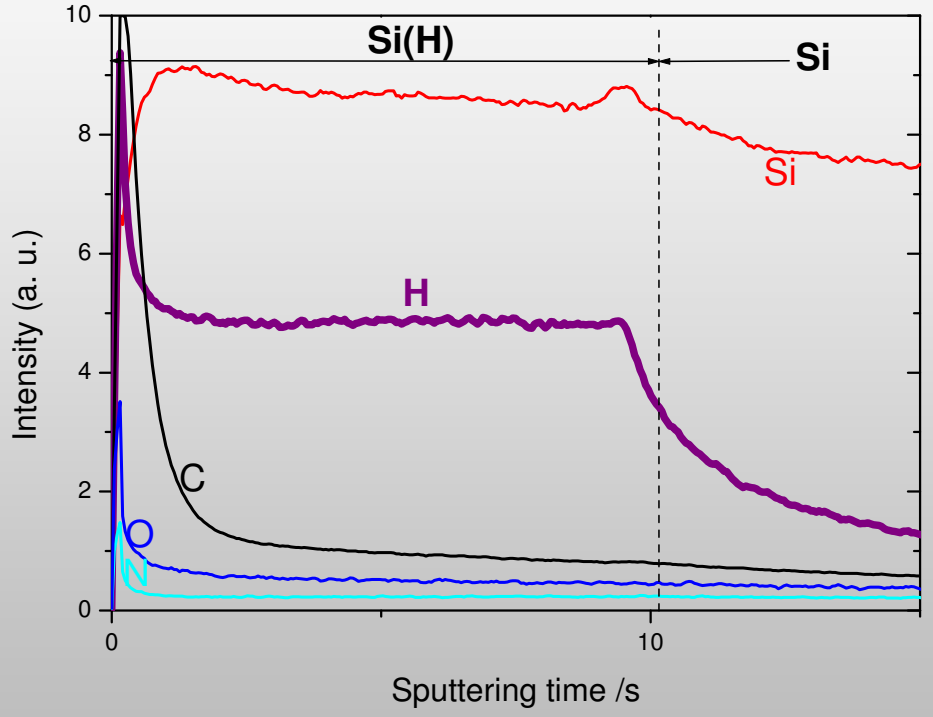
$\varnothing_{GD\text{-}Anode}$= 4 mm; V_{dc}= 700 V; I_{dc}= 20 mA;

C I 156,1 nm; W I 400,8 nm; H I 121,5 nm;

Fe I 371,9 nm; Cr I 425,4 nm; Mn I 403,4 nm; Ni I 349,2 nm; Mo I 386,4 nm; Si I 288.1 nm

Proben: FhG-IST, Braunschweig

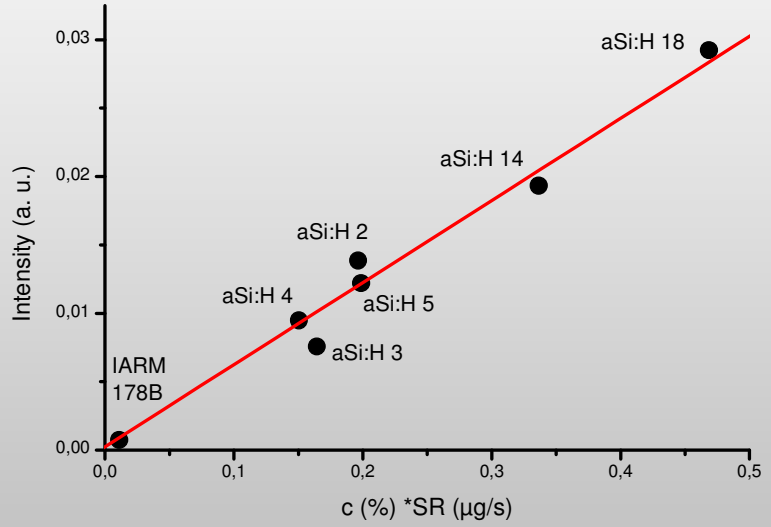
Coating as candidates for H-CRM (CRC): (iii) Amorphous Si layers, a:Si(H) / Si



$\varnothing_{GD\text{-}anode}$= 4 mm; V_{dc}= 700 V; I_{dc}= 20 mA;
H I 121.5 nm

Samples: HMI, Berlin & AXO, Dresden

Coating as candidates for H-CRM (CRC): (iii) Amorphous Si layers



$\varnothing_{GD\text{-}anode}$= 4 mm; V_{dc}= 1000 V; I_{dc}= 18 mA (IFW Dresden)

H I 121.5 nm

Table 2 Samples used for the calibration curve in Fig. 4

Sample	Sputter factor SR (µg/s)	H (at.-%)	H (mass-%)
aSi:H 2	0.40	12.14	0.493
aSi:H 3	0.34	11.89	0.482
aSi:H 4	0.31	12.06	0.490
aSi:H 5	0.43	11.54	0.466
aSi:H 14	0.57	14.23	0.592
aSi:H 18	0.56	18.80	0.824
IARM 178B	1.15	0.144	0.003

Samples: HMI, Berlin & AXO, Dresden

Coating as candidates for H-CRM (CRC): (iii) Amorphous Si layers

BAM

BAM Fachthemen | Referenzmaterialien - Windows Internet Explorer

http://www.bam.de/de/fachthemen/referenzmaterialien/index.htm

Datei Bearbeiten Ansicht Favoriten Extras ?

Google Los geht's! Lesezeichen 3 blockiert Rechtschreibprüfung Übersetzen Senden an Einstellungen

BAM Fachthemen | Referenzmaterialien

Seite Extras

BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung

Kompetenzen | Fachthemen | Service |

Startseite > Fachthemen > Referenzmaterialien

Kompetenzen
Fachthemen
Themen-Index
Fachthemen, Portale
Information und Dokumentation
Referenzmaterialien
Referenzverfahren
Service
Aktuell
Über uns

Referenzmaterialien

Referenzmaterialien (RM) sind der Schlüsse
chemischer Analysen und technischer Mes

Leitfaden für die Entwicklung von BAM-Refe

In der BAM sind zertifizierte Referer

- Eisen und Stahl (EURONORM)
- Reinstoffe
- Gasgemische
- physikalische Eigenschaften
- Nichteisenmetalle
- Umwelt
- Elastomermaterialien
- optische Eigenschaften

- BAM ZRM Übersicht
- Preisliste (PDF)
- Zertifikate und Reports (PDF)
- RM Aktuell
- RM in der Entwicklung
- Weitere Informationen zu ZRM
- BAM ZRM Webshop
- Anwendungshinweise (PDF)

Der englischsprachige ZRM-Katalog 2008 (P
EURONORM-ZRM deutschen Ursprungs. Z
ZRM (PDF, 2500 KB) englischer, französisc
KB) für die Bestimmung von Schwermetalle
und Quellungsmessungen vertrieben.

COMAR

BAM Fachthemen | Referenzmaterialien | RM Aktuell - Windows Internet Explorer

http://www.bam.de/de/fachthemen/referenzmaterialien/rm_aktuel

Live Search

Datei Bearbeiten Ansicht Favoriten Extras ?

Google Los geht's! Lesezeichen 3 blockiert Einstellungen

BAM Fachthemen | Referenzmaterialien | RM Aktuell

Seite Extras

Wasserstoff in einer amorphen Siliciumschicht BAM-S110

Bei dem Referenzmaterial BAM-S110 handelt es sich um eine wasserstoffhaltige, amorphe Siliciumschicht auf Siliciumsubstrat mit zertifiziertem Wasserstoffanteil X_H. Es ist für den Einsatz als Kalibrierprobe für die zerstörende Wasserstoffanalytik mittels Glimmentladungs-Spektrometrie (GDOES) und Sekundärionen-Massenspektrometrie (SIMS) vorgesehen.

Wasserstoff in einer amorphen Siliciumschicht BAM-S110

BAM-S110 report (PDF, 100 KB)

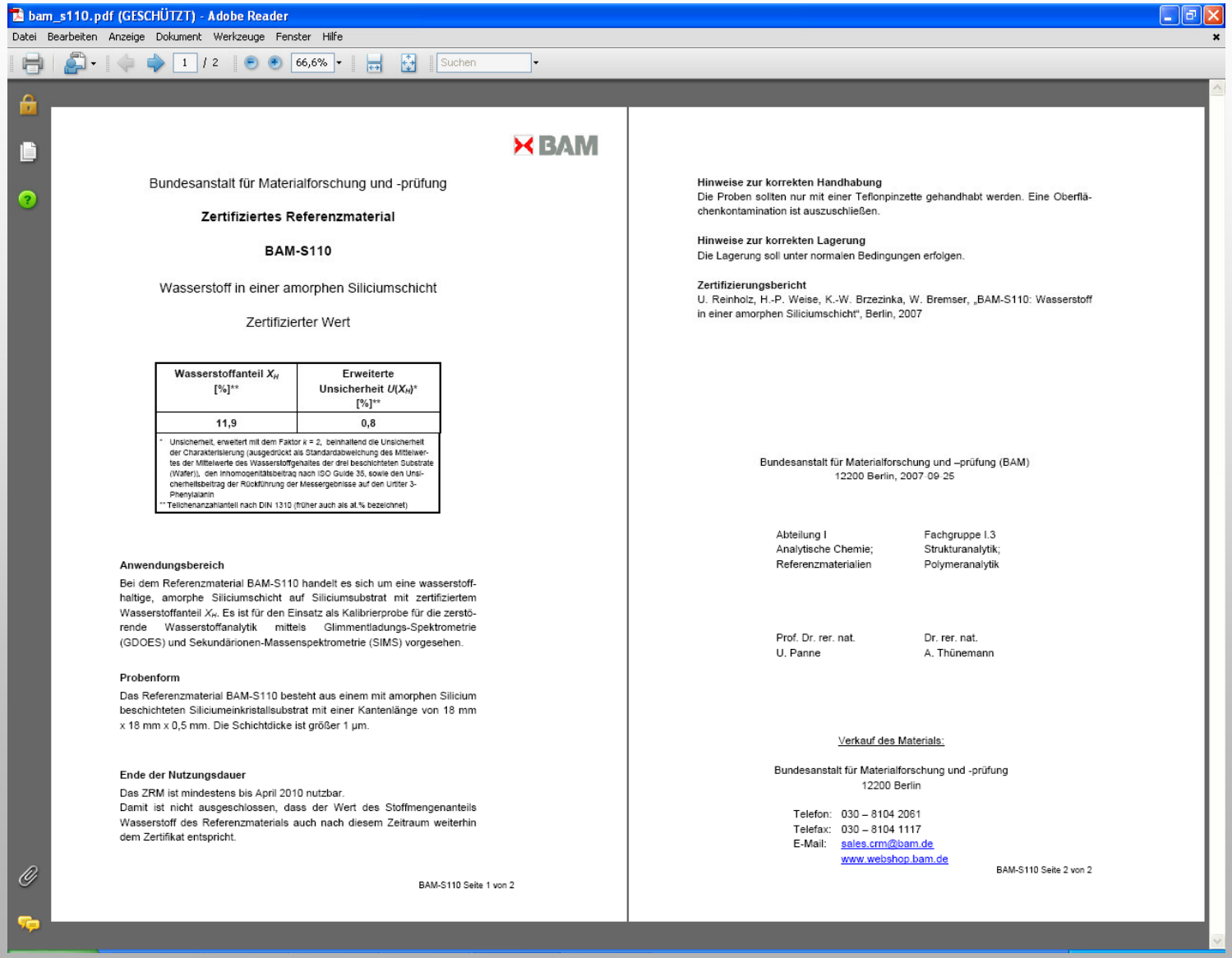
Ansprechpartner:

Dr. rer. nat. Uwe Reinholz Fachgruppe I.3; Telefon: +49 30 8104-4110 Fax: +49 30 8104-1137; E-Mail: uwe.reinholz@bam.de

2007-12-18

Internet 100%

Coating as candidates for H-CRM (CRC): (iii) Amorphous Si layers



bam_s110.pdf (GESCHÜTZT) - Adobe Reader

Datei Bearbeiten Anzeige Dokument Werkzeuge Fenster Hilfe

1 / 2 66,6% Suchen

BAM

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung

Zertifiziertes Referenzmaterial

BAM-S110

Wasserstoff in einer amorphen Siliciumschicht

Zertifizierter Wert

Wasserstoffanteil X_H [%]**	Erweiterte Unsicherheit $U(X_H)$* [%]**
11,9	0,8

* Unsicherheit, erweitert mit dem Faktor $k = 2$, beinhaltend die Unsicherheit der Charakterisierung (ausgedrückt als Standardabweichung des Mittelwertes der Mittelwerte des Wasserstoffgehaltes der drei beschichteten Substrate (Wafer)), den Inhomogenitätsbeitrag nach ISO Guide 35, sowie den Unsicherheitsbeitrag der Rückführung der Messergebnisse auf den Urtiter 3-Phenylalanin

** Teilchenanzahlanteil nach DIN 1310 (früher auch als at.% bezeichnet)

Anwendungsbereich

Bei dem Referenzmaterial BAM-S110 handelt es sich um eine wasserstoffhaltige, amorphe Siliciumschicht auf Siliciumsubstrat mit zertifiziertem Wasserstoffanteil X_H. Es ist für den Einsatz als Kalibrierprobe für die zerstörende Wasserstoffanalytik mittels Glimmentladungs-Spektrometrie (GDOES) und Sekundärionen-Massenspektrometrie (SIMS) vorgesehen.

Probenform

Das Referenzmaterial BAM-S110 besteht aus einem mit amorphen Silicium beschichteten Siliciumeinkristallsubstrat mit einer Kantenlänge von 18 mm x 18 mm x 0,5 mm. Die Schichtdicke ist größer 1 µm.

Ende der Nutzungsdauer

Das ZRM ist mindestens bis April 2010 nutzbar.
Damit ist nicht ausgeschlossen, dass der Wert des Stoffmengenanteils Wasserstoff des Referenzmaterials auch nach diesem Zeitraum weiterhin dem Zertifikat entspricht.

BAM-S110 Seite 1 von 2

Hinweise zur korrekten Handhabung
Die Proben sollten nur mit einer Teflonpinzette gehandhabt werden. Eine Oberflächenkontamination ist auszuschließen.

Hinweise zur korrekten Lagerung
Die Lagerung soll unter normalen Bedingungen erfolgen.

Zertifizierungsbericht
U. Reinholz, H.-P. Weise, K.-W. Brzezinka, W. Bremser, „BAM-S110: Wasserstoff in einer amorphen Siliciumschicht", Berlin, 2007

Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung (BAM)
12200 Berlin, 2007-09-25

Abteilung I Analytische Chemie; Referenzmaterialien	Fachgruppe I.3 Strukturanalytik; Polymeranalytik
Prof. Dr. rer. nat. U. Panne	Dr. rer. nat. A. Thünemann

Verkauf des Materials:

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung
12200 Berlin

Telefon: 030 – 8104 2061
Telefax: 030 – 8104 1117
E-Mail: sales.crm@bam.de
www.webshop.bam.de

BAM-S110 Seite 2 von 2

Resümee / Ausblick

At least three classes of reference coatings as successful candidates for upcoming certification of the H concentration:

- *Electrolytically Zn(H) / steel*
- *Carbon-rich hard coatings, WC(H) / steel*
- *Amorphous Si layers, a:Si(H) / Si*

- V.-D. Hodoroaba, D. Klemm, U. Reinholz, E. Strub, J. Röhrich, W. Bohne, V. Hoffmann and K. Wetzig, Potential candidates of Certified Reference Material for determination of hydrogen concentration with Glow Discharge Optical Emission Spectrometry (GD-OES) - a feasibility study, *J. Anal. At. Spectrom.*, 2008, **23**, 460 – 462.