Leibniz-Institut für
Festkörper- und
Werkstoffforschung
Dresden

Massive H-Standards zur Kalibration

Volker Hoffmann

Gliederung

Bisheriger Stand

Gesinterte Cu-TiH_2 Proben

- Tiefenprofile – Stabilität
- H-Effekt
- H-Bestimmung mit Trägergas Heißextraktion
- Kalibrationskurven
- derzeit verfügbare Proben

Zusammenfassung

Leibniz-Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung Dresden

Gegenwärtiger Stand - 2008

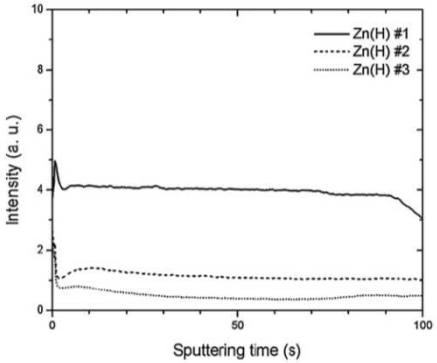


Fig. 1 GD-OES depth profiles of the hydrogen 121.5 nm emission line for three different concentrations of hydrogen in Zn coatings; analysis conditions: anode diameter = 4 mm; 700 V and 20 mA. Sample preparation: SurTec, Zwingenberg, Germany.

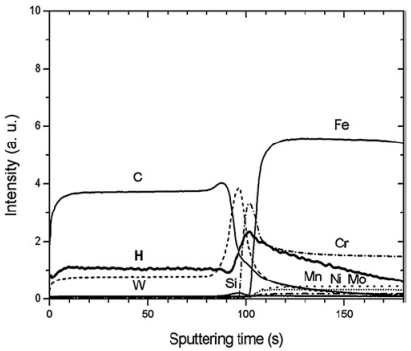


Fig. 2 GD-OES depth profile of a WC(H) hard coating (~ 2 μm thick) deposited by PVD on a steel substrate; analysis conditions: anode diameter = 4 mm; 700 V and 20 mA. Sample preparation: Dr J. Brand, FhG IST Braunschweig, Germany.

Elektrolyt-Zn-Schichten

WC-Hartstoffschichten

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

Leibniz-Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung Dresden

Gegenwärtiger Stand - 2008

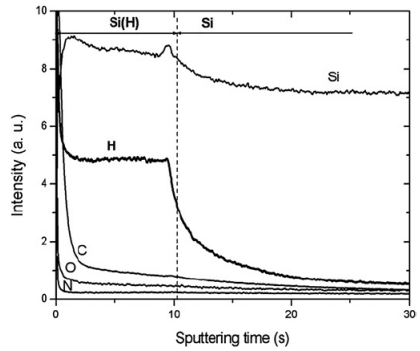


Fig. 3 GD-OES depth profile of an amorphous silicon layer (185 nm thick) containing hydrogen on a monocrystalline silicon substrate; analysis conditions: anode diameter = 4 mm; 700 V and 20 mA. Sample preparation: HMI, Berlin, Germany.

amorphe Si-Schichten

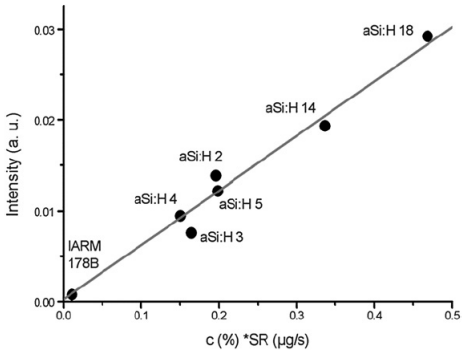


Fig. 4 Calibration curve for determination of H ($\lambda = 121.5$ nm), analysis conditions: anode diameter = 4 mm; 1000 V and 18 mA. Sample preparation: HMI, Berlin & AXO GmbH, Dresden, Germany.

Kalibrationskurve

IARM
178 B 30 µg/g

Claxton
5-2-5 160 µg/g
6-6-2 50 µg/g
6-4 54 µg/g

TiH_2 auf Ti
nicht stabil
nicht homogen

Leibniz-Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung Dresden

Mischung von Cu-Pulver mit TiH_2

Erste Tests in einem gemeinsamen EGKS-Projekt mit A. Bengtson und L. Wilken

⇒ prinzipiell möglich, aber schlecht reproduzierbar und hoher Untergrund durch adsorbierte Gase

⇒ **Sintern dieses Materials** (Patent eingereicht)

- Zusammensetzung: 0.13 - 1.5 m% H in Cu Matrix
- Reproduzierbarkeit: 5%
- Durchmesser: 20 mm
- Höhe:5 mm

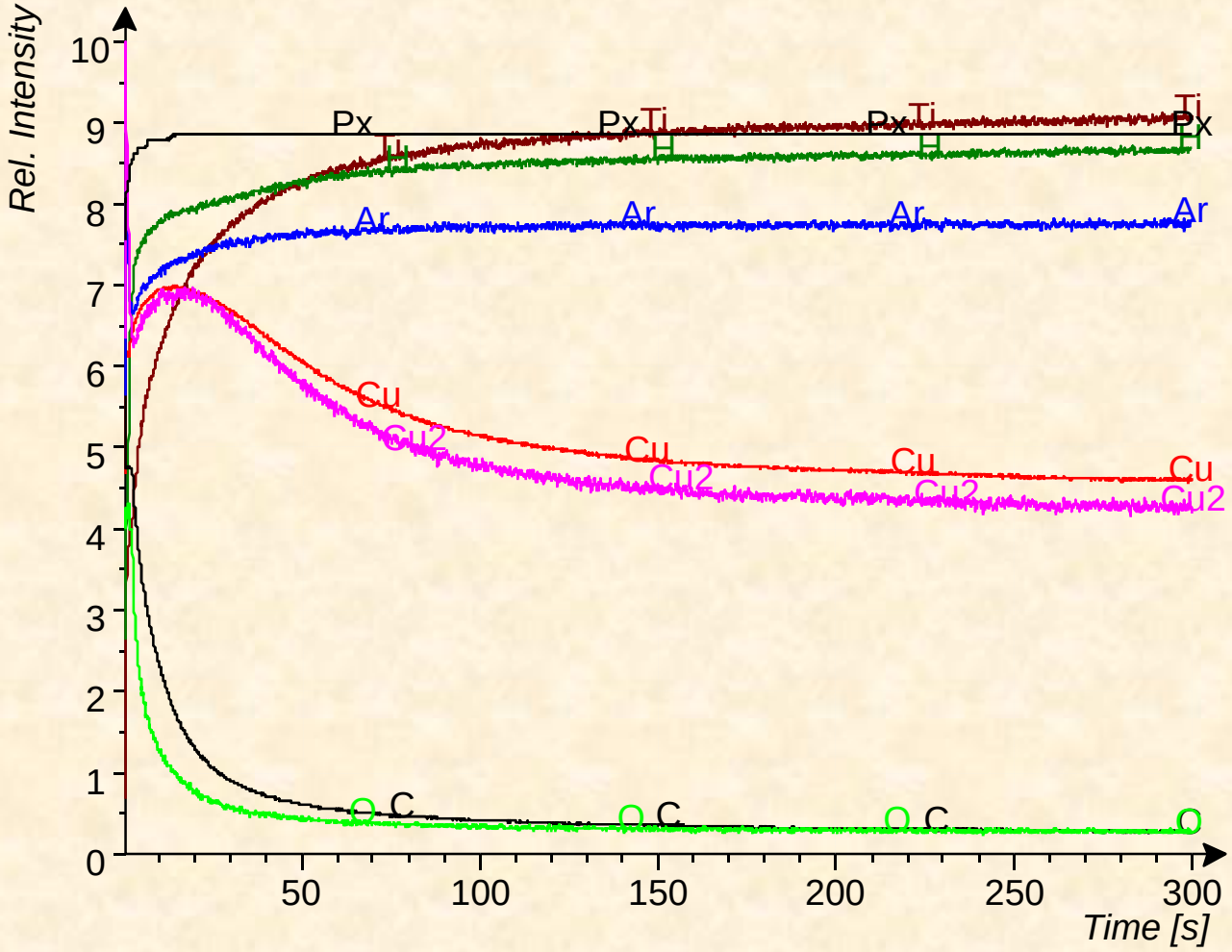
Die Kalibrationsproben sind

- vakuumdicht
- oberflächlich schleifbar
- gut lagerfähig
- homogen in der Konzentration

Report EUR 20220 „Rapid quantitative analysis of non-conductive surface layers of steels by RF GD-OES – Phase II“, p. 58, European Commission, technical steel research, ISBN 92-894-3252-7)

Leibniz-Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung Dresden

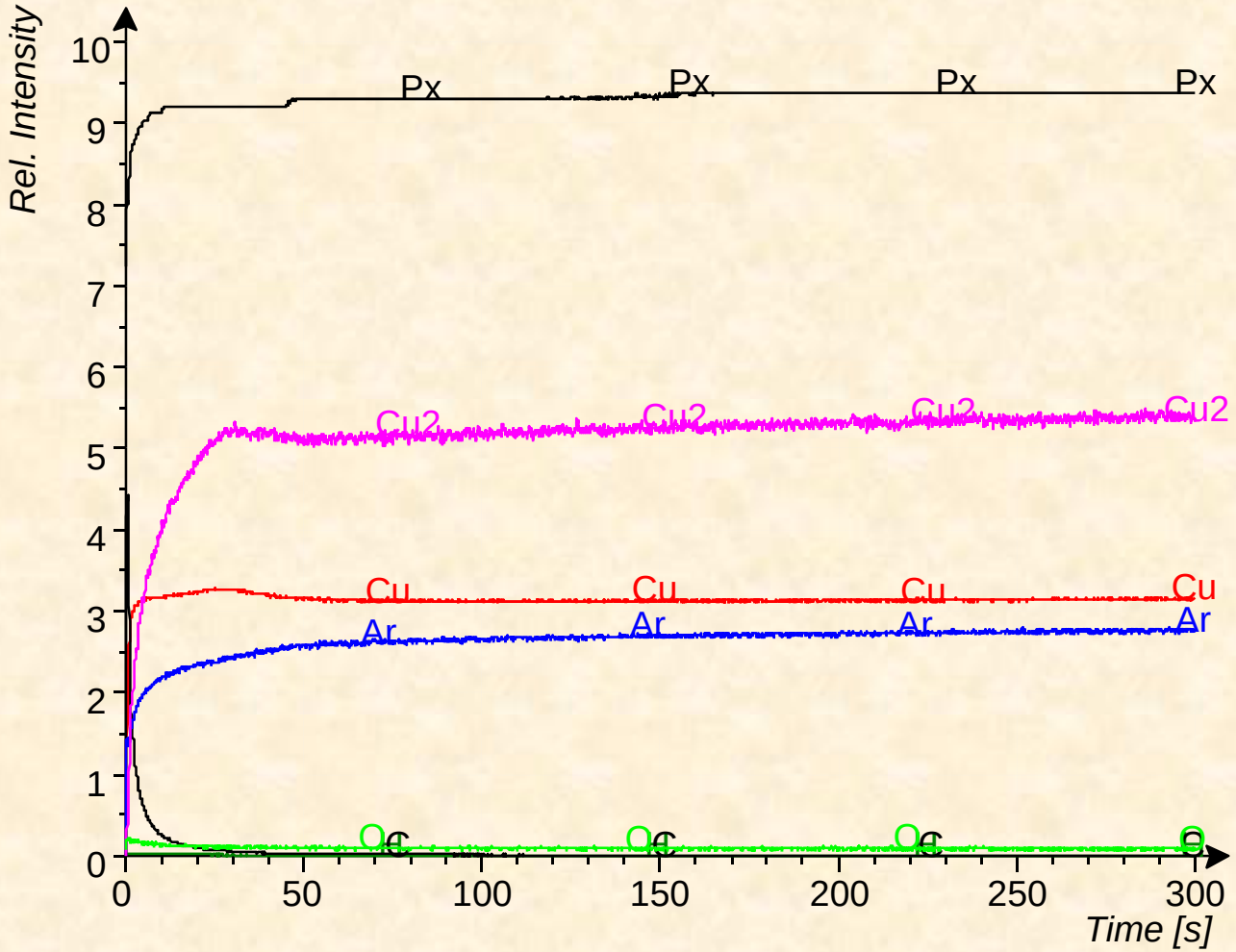
Tiefenprofil der Probe mit 1.2 m% H (geschliffen)



700 V
20 mA
3.28 hPa
4 mm
DC

Leibniz-Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung Dresden

Tiefenprofil von Reinstkupfer

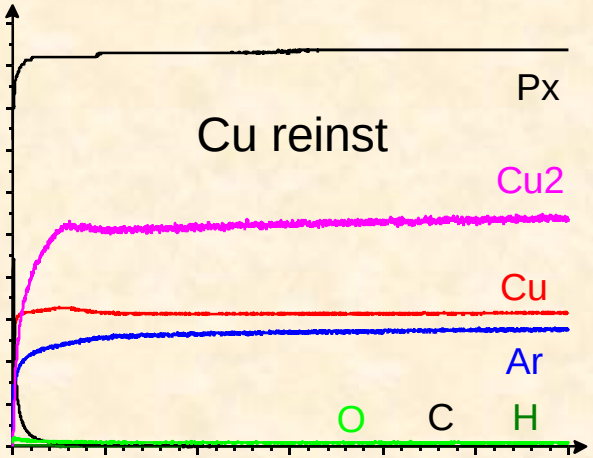


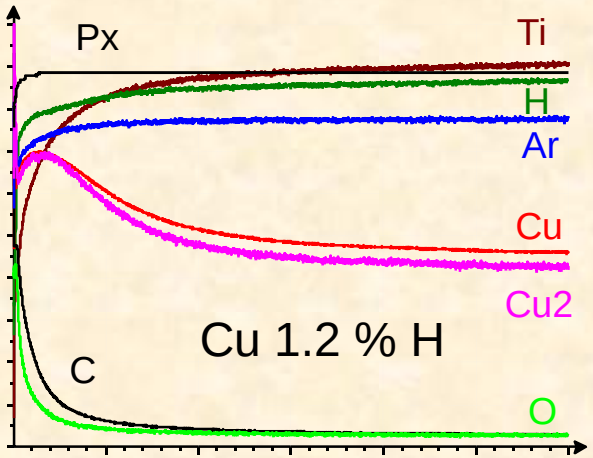
700 V
20 mA
3.1 hPa
4 mm
DC

Leibniz-Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung Dresden

H-Einfluss

- Stabilität der Signale nach ca. 100 s
- Kalibration zwischen 200 und 300 s
- Cu 324 und Ar 415 stark vom H beeinflusst
- C- und O-Signale sind leicht erhöht





Leibniz-Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung Dresden

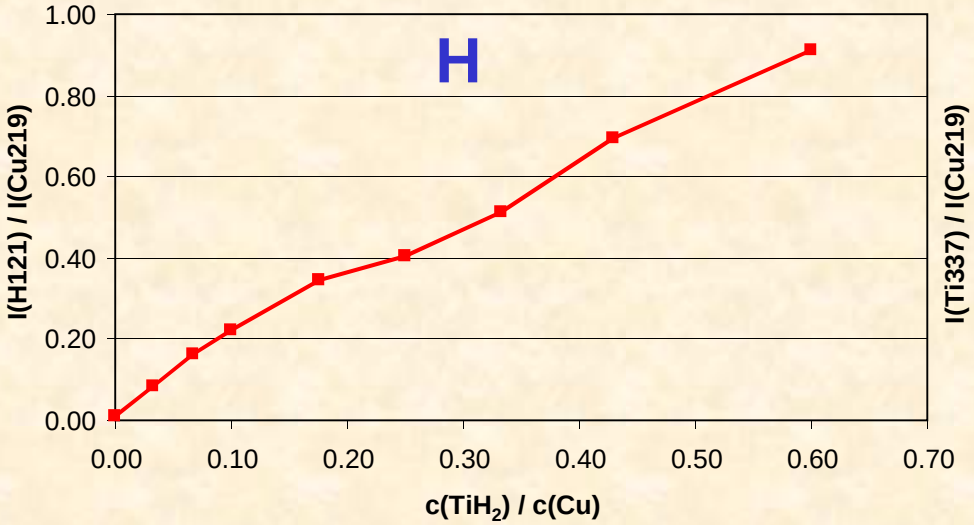
H-Bestimmung mit Trägergas Heißextraktion

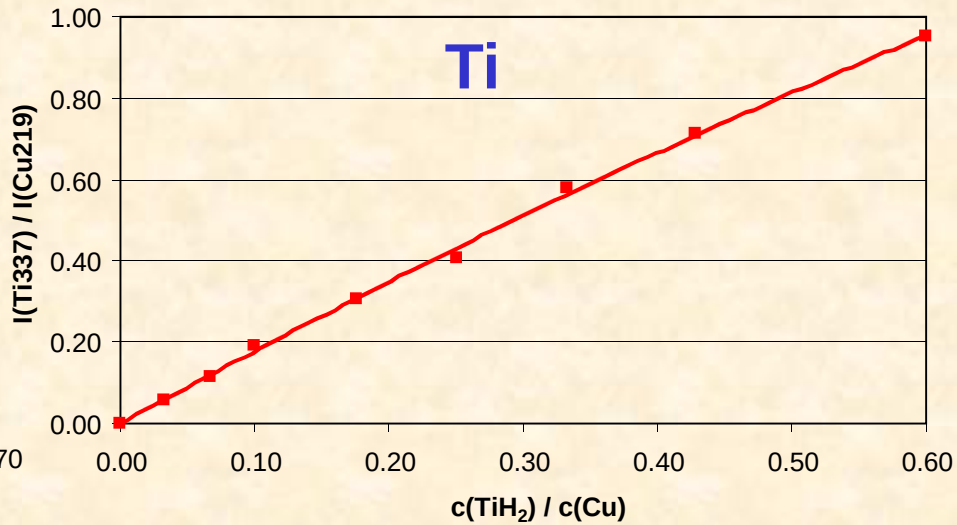
Material	H-Gehalt, µg/g	H-Gehalt theoretisch, µg/g	Differenz, %
Cu - gesintert	6 ± 0.8	0	
30:1		1293	
30:2		2506	
10:1	3463 ± 47	3673	-5.7
8.5:1.5	6305 ± 47	6060	+4.0
4:1		8019	
6:2	9191 ± 128	10100	-9.0
7:3	11924 ± 644	12121	-1.6
10:6	14810 ± 323	15151	-2.2
TiH_2	41015 ± 3121	40402	+1.5

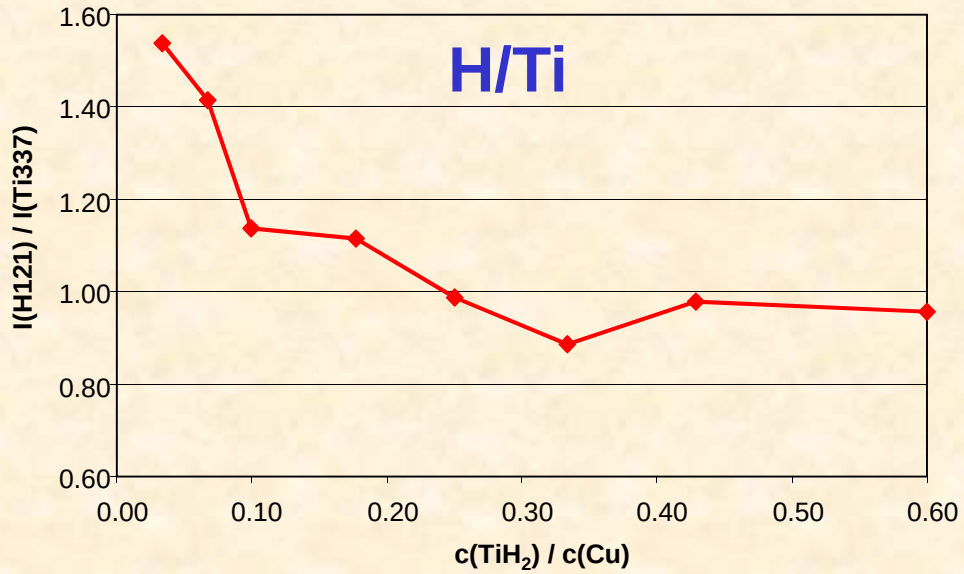
schwarz: 1. Serie
grün: 2. Serie
rot: verfügbar

Leibniz-Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung Dresden

Kalibrationskurven



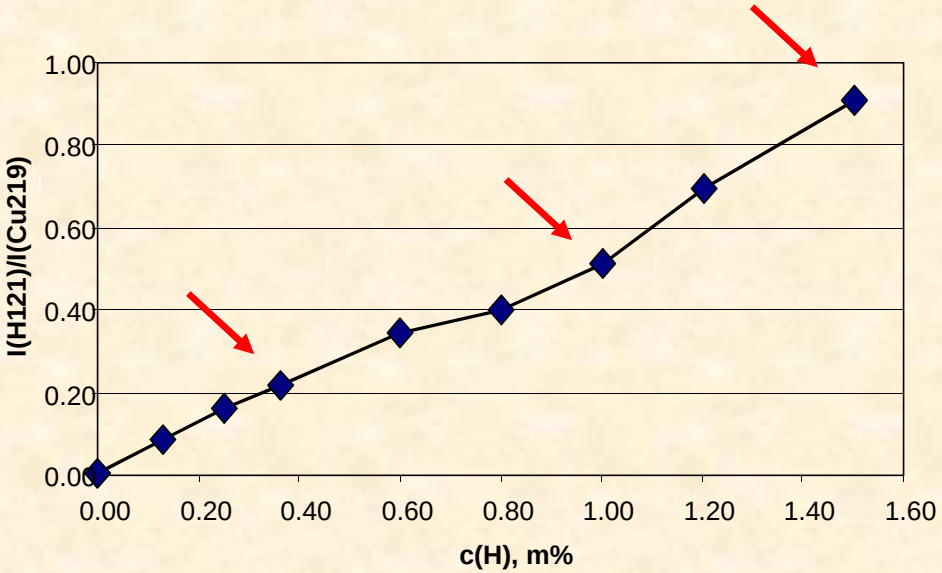




- leichtes Abknicken bei H
- lineare Kurve für Ti
- H/Ti-Verhältnis ändert sich

Leibniz-Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung Dresden

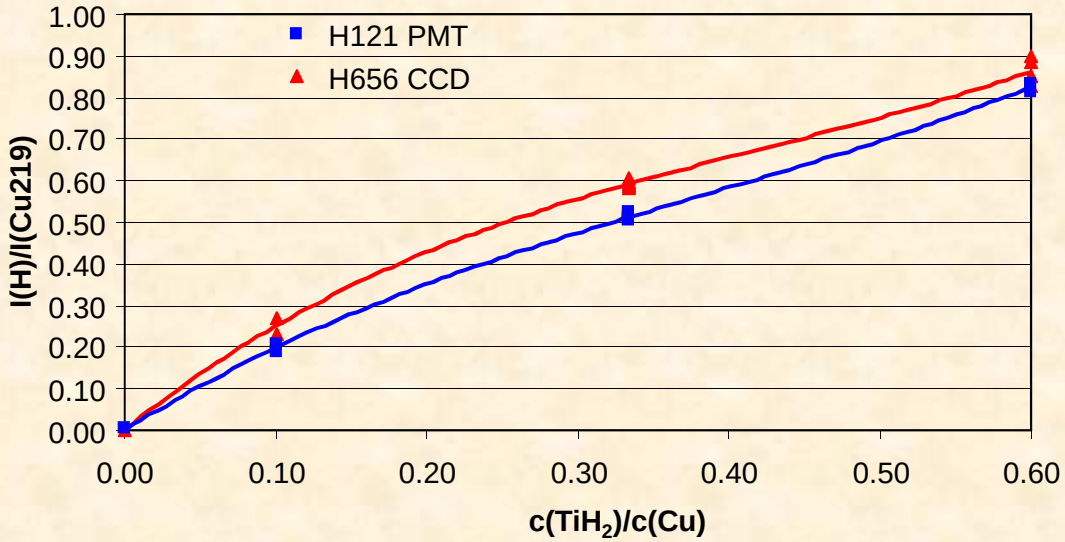
H-Kalibrationskurve bezogen auf m% H



In der Hochprobe sind 36% Ti enthalten und führen bei Nichtberücksichtigung zur „Linearisierung“.

Leibniz-Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung Dresden

H-Kalibrationskurve des 3er Satzes



CuTi 8.73H0.36
CuTi24.00H1.00
CuTi36.00H1.50

Die Kurven für 121 nm und 656 nm sind identisch und stimmen mit der „großen 8er Serie“ überein.

Vertrieb über Evico GmbH (www.evico.de).

Leibniz-Institut für
Festkörper- und
Werkstoffforschung
Dresden

Zusammenfassung

- gesinterte Cu -TiH_2-Proben eignen sich als H-Kalibrationsproben für die Glimmentladungsspektrometrie
- Untersuchung des H-Effekts ist möglich
- positiver Test zwischen 0.13 und 1.5 m% H
- Proben mit 0.1 m%, 1.0 m% und 1.5 m% H sind verfügbar (Ø 20 mm, h 5 mm)

Leibniz-Institut für
Festkörper- und
Werkstoffforschung
Dresden

Danksagung

Romy Keller
Heiko Schulze
Harald Merker
Swen Donath
Margitta Uhlemann
Kerstin Hennig

Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit!