# Tiefenprofilanalytik von
# 1. oxidierten
# 2. Sol Gel beschichten –
# nicht leitenden Materialien

Präparation

Kalibration

Ergebnisse

# Ausgangspunkt

Diplomarbeit Jürgern Völker; Georg Simon Ohm Hochschule Nürnberg (2009); Arbeitskreis. Prof. Hornfeck (Materialwissenschaften)

* Insgesamt wenig Daten zur Vermessung von Gläsern / Keramiken mit Tiefenprofil via GDS

* Entscheidene Vorteile GDS vs. anderen Techniken hier
    * Leichte Elemente (N2;O2) messbar
    * Tiefenprofil in einem weiten Bereich zugänglich

* Herausforderungen
    * Homogene Präparation geeigneter Schichten
    * Kalibration mit geeigneten Werkstoffen (Verfügbarkeit)
    * Bestimmung der Sputterrate
    * ggf. Probenvorbereitung (Oxidationsprozesse)

# Verwendete Instrumente / Materialien

* GDS 850 DGR mit RF Anregung
* Si3N4 Keramiken (Abmessungen in mm B/H/D 20x50x32mm)
* Glasobjektträger (Firma Menzel Gläser: 20x76x1)
* Trägermaterial zur Fixierung: Cu Blech
* Kleber: Artic Silver K (2 Komponenten Wärmeleitkleber)
* Ausgangsmaterial für die Beschichtungen
  a) Tauchbeschichtungsanlage (Eigenbau)
     Dipgeschw. Von 2,5 bis 20 cm/min
  b) Sol Gele auf Zr, Si, Ti Basis

# Probenpräparation

Eigenbau einer Tauchbeschichtungsanlage

* Dip-Geschwindigkeiten:
  2,5 bis 20 cm /min

* Laminare Luftströmung entlang beider Probenseiten

* Trocknung im Ofen
  (Gläser bei 450 Grad (2h))
  (Keramiken bei 1300 Grad (1h))

# Kalibration

Messeinstellungen

* Druck 4 Torr, Leistung 8 Watt (RF), 90 Sek. Preburn

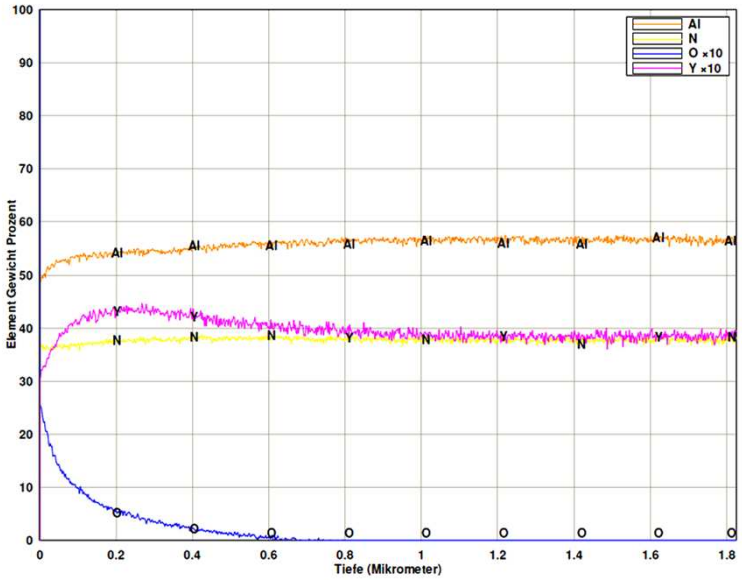
* Standards: $TiO_2$ (Hausintern, Kontrolle über XRF, teilw. ICP)
  $Al_2O_3$, AlN (Hausintern, Kontrolle XRF, ICP)
  $Si_3N_4$ Wafer (z.T. mit versch. Sinteraditiven: Al,Y,Mg..)
  $ZrO_2$ (in Kooperation mit Firma “Kerafol”)

# Oxidationsprozesse in Keramiken

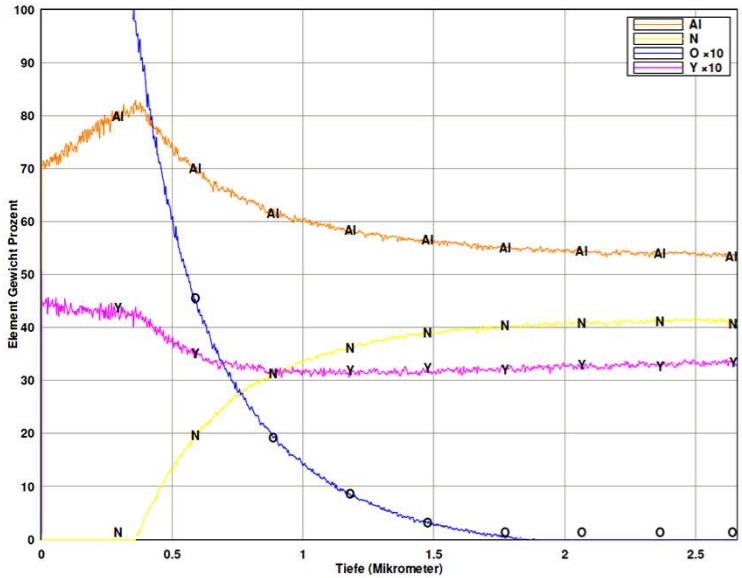
(Basis für elektronische Hochleistungsbauteile)

BSP: AlN (62 % Al, 33 % N, 3,2 % Y, 0,9 % O2)

im Ausgangszustand




nach Oxidation bei 1380 Grad

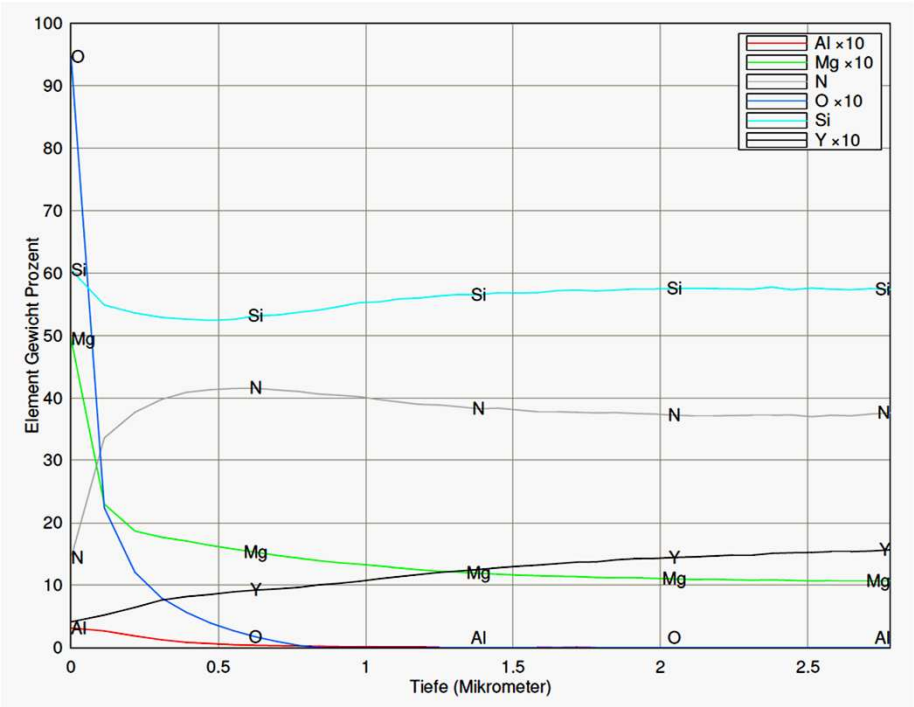



Messung bei 4 Torr Druck, 8 Watt Leistung

# Oxidationsprozesse in Keramiken

Mg,Y,Al dotiertes Si3N4 Ausgangssubstrat, 400 sec Messzeit

* Aufheizung im Ofen bis 1200 Grad (Keine Haltezeit)

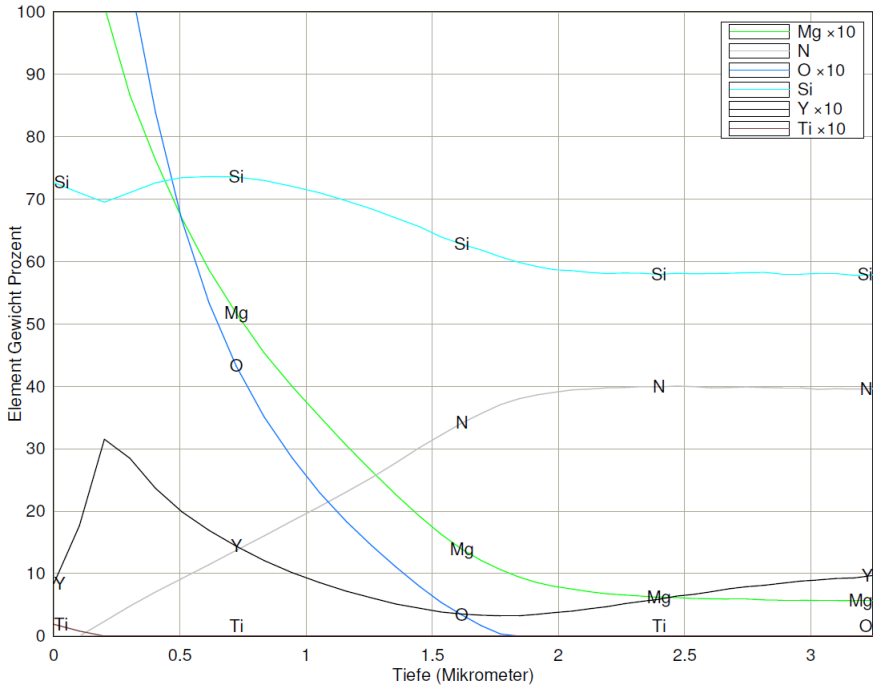



Oxidationsschicht
ca. 0.7 µm

# Oxidationsprozesse in Keramiken

Mg,Y, (Al) dotiertes Si3N4 Ausgangssubstrat

* Aufheizung im Ofen bis 1380 Grad (Keine Haltezeit)




Verdickung der Oxidationsschicht auf ca. 1.7 µm

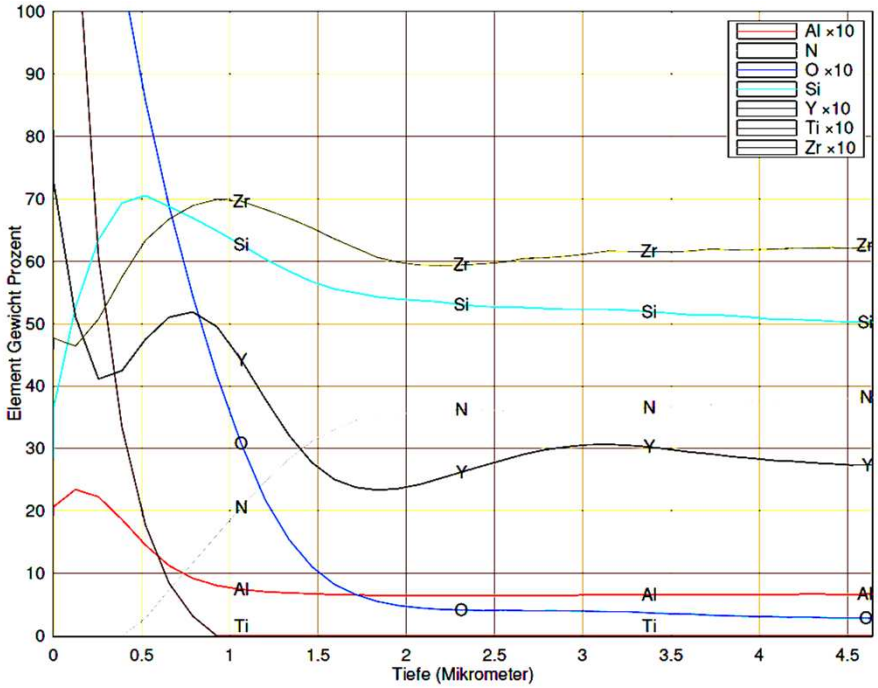
Diffusion von Y

Oxidation an Oberfläche

partielle Zersetzung Si3N4

# Beschichtung mit Titan Sol I

Ausgangssubstanz Y,Zr,Al dotiertes Si3N4;  2 Durchgänge Titan Sol Auftragung , Trockung bei 1300 Grad (1 h)



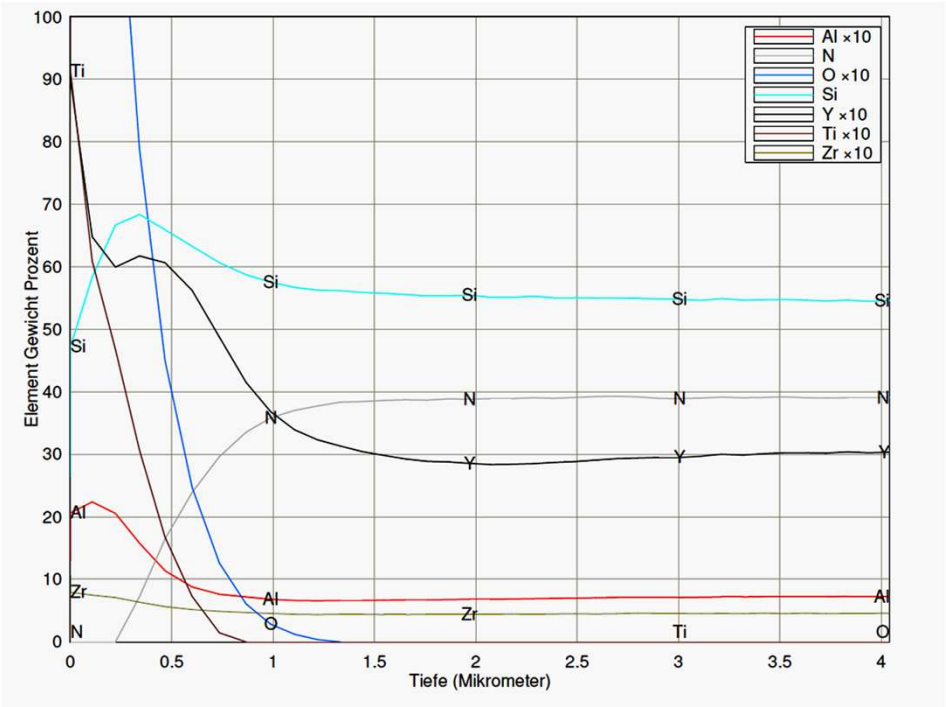

Schichtdicke Ti: 0.9 µm
Diffusion von Al,Y,Si.. (N)

Zusammensetzung Basis

Al: 0.96 %
Si: 50.78 %
Zr: 6.38 %
Y: 3.95 %
O: 4.16 %
N: 33.77%

# Beschichtung mit Titan Sol II

Ausgangssubstanz Al,Y dotiertes Si3N4; Sol Auftragung (2fach),Trocknung




Schichtdicke Ti: 0.9 µm
Diffusion von Al,Y,Si.. (N)

Zusammensetzung Basis

Al: 1.06 %
Si: 55.86 %
Y: 3.94 %
O: 2.00 %
N: 37.14%

# Examplarische Sputterraten

Messung über Gewichtsverlust:
Messzeiten von ca. 2000 Sec

| Substanz | Sputterrate µg/sec |
|---|---|
| TiO2 Standards | Von 0,2083 bis 0,35 |
| Y Si3N4 | 0,0015 |
| Mg Si3N4 | 0,0011 |
| Y, ZR Si3N4 | 0,0065 |

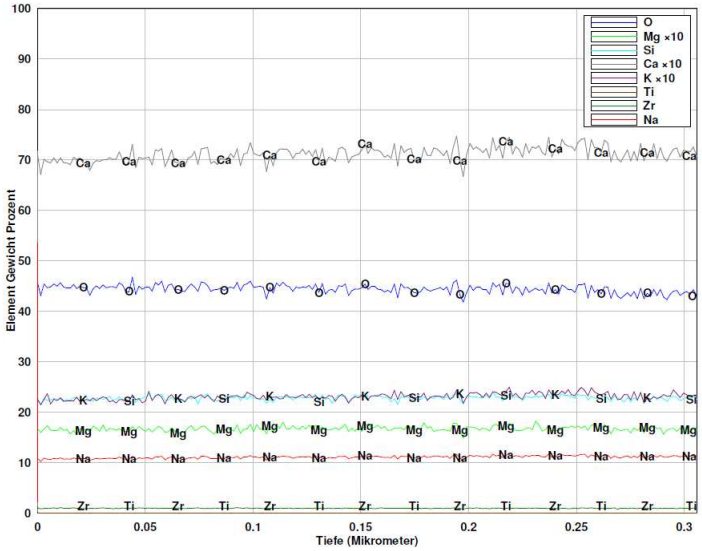
# 1. Fazit

Oberflächeneffekte (Temperaturabhängig)

- GDS generell tauglich zum Nachweis von Oberflächeneffekten bei Keramiken
- Diffusion von Dotierungen bzw.
- Zersetzung von Nitriden an der Oberfläche (1-2 µm)
- Im gleichen Tiefenbereich lassen sich Sole auftragen und nachweisen

# Analyse von Gläsern

Analyse Ausgangsmaterial mit der gleichen Methode; lediglich anderer Kalibrationsfaktor

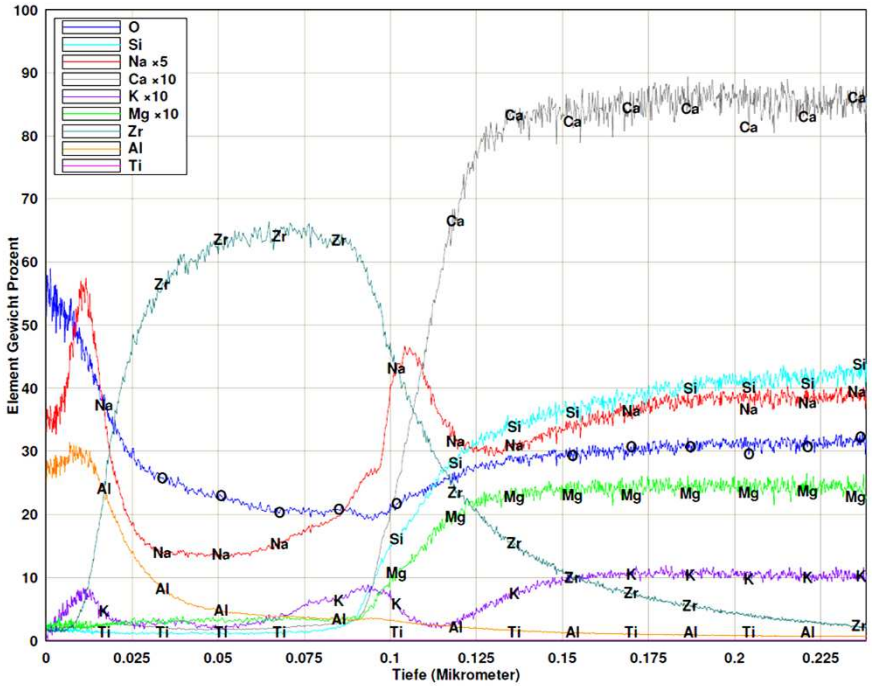



Zusammensetzung
Si: 23 % (33 ?)
K : 2.2 %
Ca: 7%
Mg: 1.8 %
Na: 11 %
O: 49 %

Messung bei 5 Torr Druck, 6.5 Watt Leistung

# Analyse von beschichteten Gläsern I

1. Reinigung mit Salzsäure, Spülen
2. Zr Sol (Dipg: 20cm/min), Trocknen 450 Grad (1h), Al Sol (12cm/min), Trocknen 450 Grad (1h)

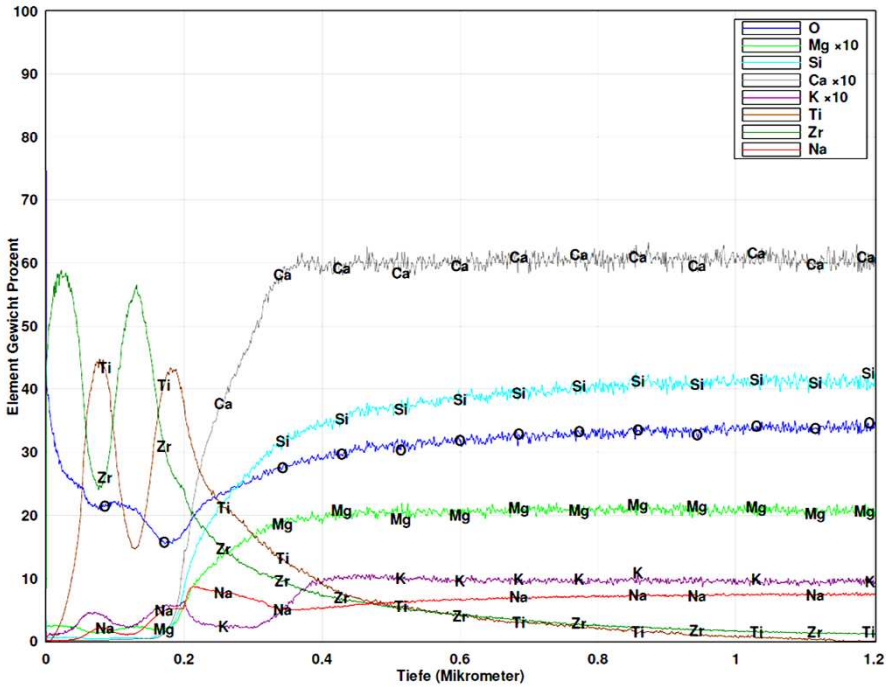



Schichtdicken:
Al 0.02 µm
Zr 0.1 µm

Verunreinigung durch Na
(HCl, Anätzen Oberfläche)

# Analyse von beschichteten Gläsern II

1. Reinigung mit Salzsäure, Spülen
2. Abwechselnd Zr,Ti Sol (jeweils mit Dipgeschw. 12 cm/min und Trockunung bei 450 Grad Cels. (1h)




Schichtdicken:
Ti 0.04 µm
Zr 0.07 µm

Verunreinigung durch Na

Dünnere Zr Schichten durch langsamere Dipgeschw.

# 2. Fazit

* Verwendung einer Einheitsmethode für eine erste Charakterisierung möglich

* Sol Gel Verfahren auch hier geeignet, um Schichten aufzutragen (Sauberkeit, Probenpräparation, Anätzen)..

-> Insgesamt ergeben sich für die GDS neue Möglichkeiten, die kundenspezifisch hohe Anforderungen an Standards, Kalibrationen, Bestimmung von Sputterraten stellen.

# Ausblick

Aktuell arbeitet Prof. Hornfeck an GDS Messungen mit keramischen Pulvern (Vergleichsmessungen GDS / XRF)

Ergebnisse folgen….

# Aktuelle Entwicklungen

Neuer ONH Analysator

TCH 600

ONH 836

# Aktuelle Entwicklungen

Neuer CS Analysator

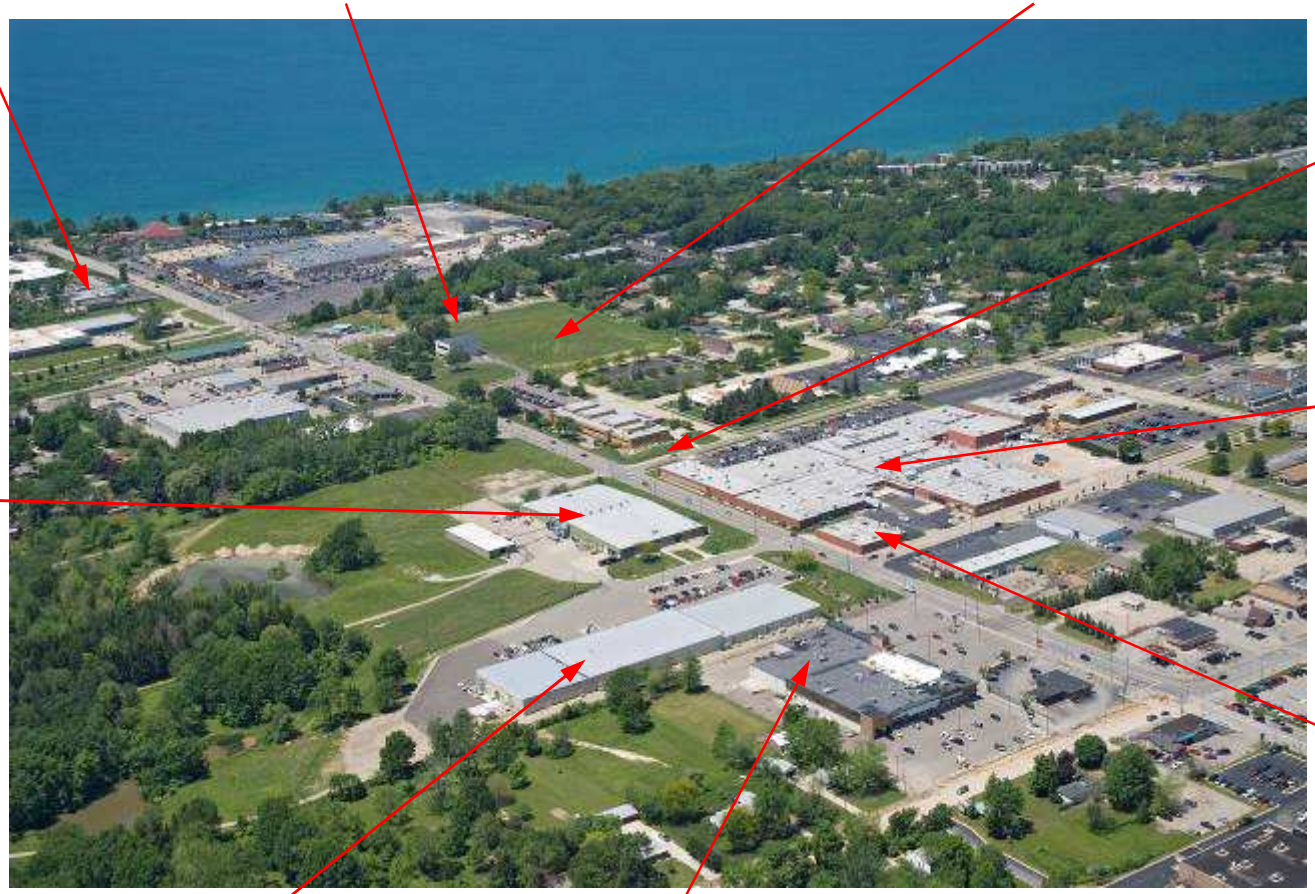
CS 600

CS 844

# Aktuelle Entwicklungen ??

?

# Facilities


Life Science and Chemical Analysis Centre
CE Compliance and Anechoic Chamber
Future Site of Separation Science R&D Center
Research and Development
Manufacturing
Machine Shop
Technical Services Laboratory
Consumables Manufacturing
Global Support Center

# For More Information

**Contact LECO at:**

World Headquarters/United States
In United States: 800-292-6141 or 269-985-5496
Outside U.S.A.: 269-983-5531

Email: info@leco.com
www.leco.com