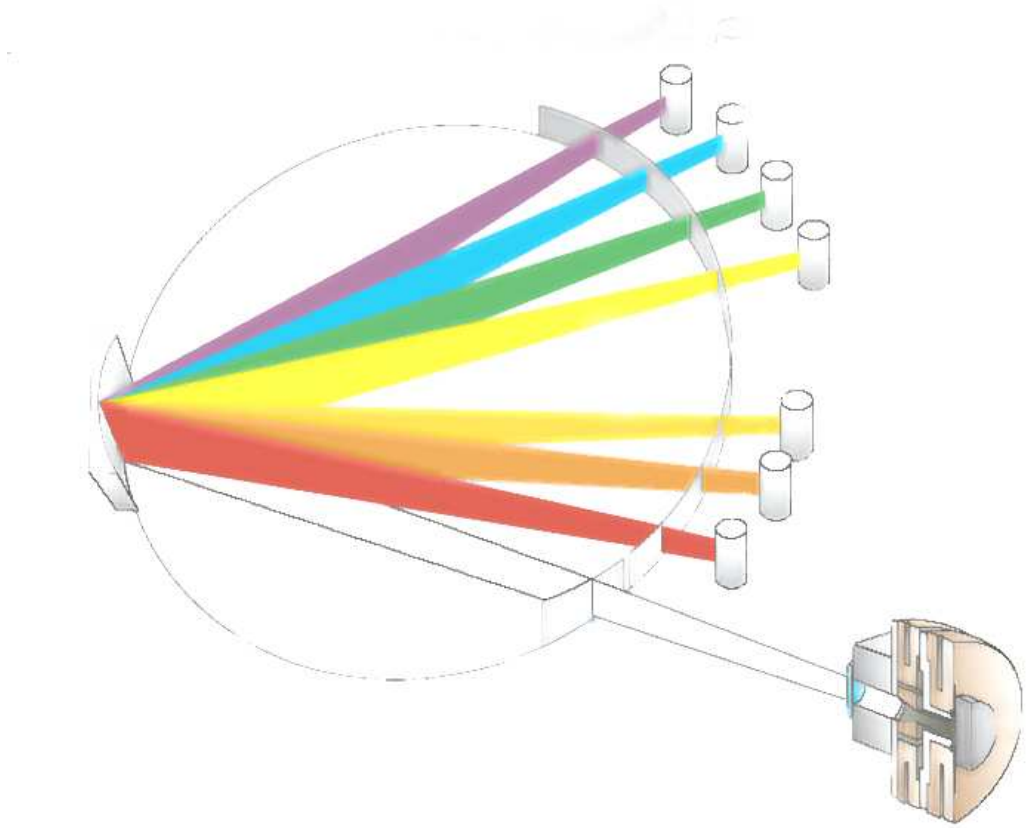
Einsatz der Glimmentladungsspektroskopie im Alltag einer Materialprüfanstalt

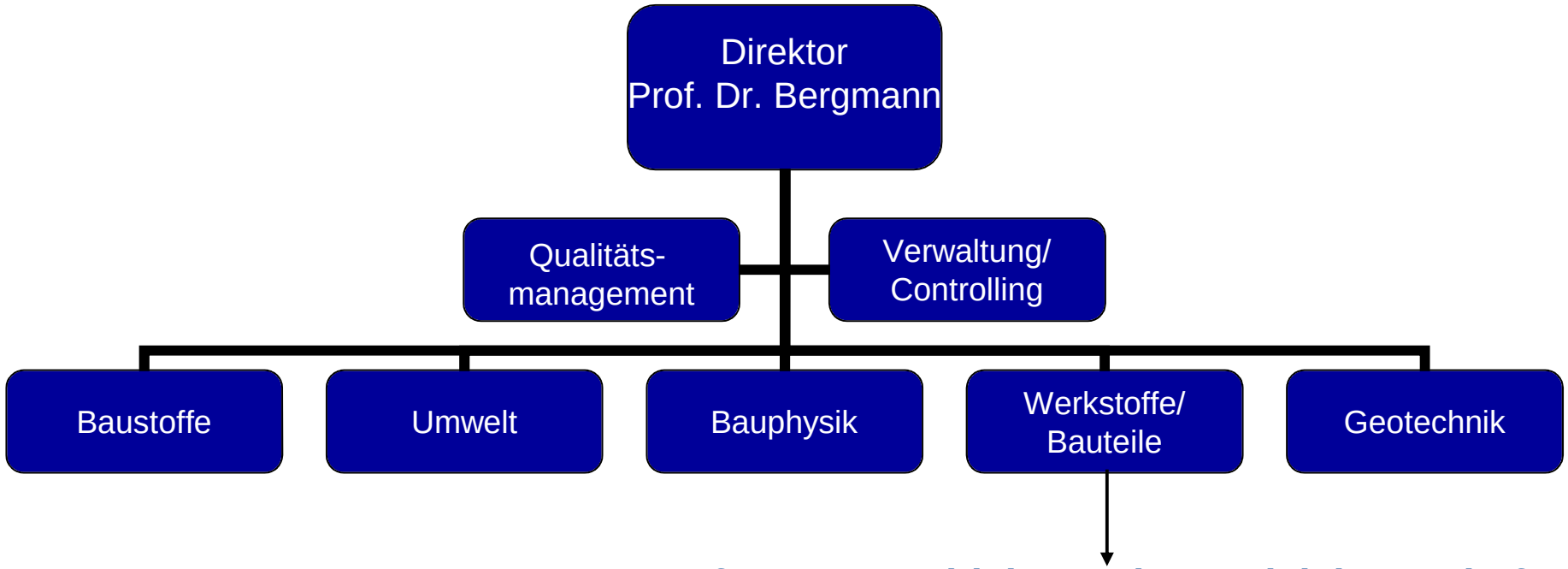
Dr. G . Teichert, Dipl.-Ing. M. Wilke



Gliederung

- Materialforschungs- und –prüfanstalt Weimar (MFPA)
- Prüfzentrum Schicht- und Materialeigenschaften der MFPA Weimar an der TU Ilmenau
- Einsatz GD-OES in der Prüfung
  - Bulk-Analyse
  - Schichten
- Einsatz GD-OES im Bereich F/E
  - Dispersionschichten
  - Konversionsschichten
  - MAX-Phasen
- Zusammenfassung

Organigramm: Materialforschungs- und –prüfanstalt an der Bauhaus-Universität Weimar



Amtliche Materialprüfstelle
des Freistaates Thüringen

Mitarbeiter: 98

Prüfzentrum Schicht- und Materialeigenschaften der MFPA Weimar an der TU Ilmenau

Wiss. Leiter: Prof. Dr. P. Schaaf,
Betriebsleiter: Dr. G. Teichert
QM-Beauftragter: Prof. Dr. Spieß

Blick auf Ilmenau und den Universitätscampus

Blick auf ein Gebäude des Institutes für Werkstofftechnik

Bulk-Analyse

Breites Spektrum an Werkstoffanalysen

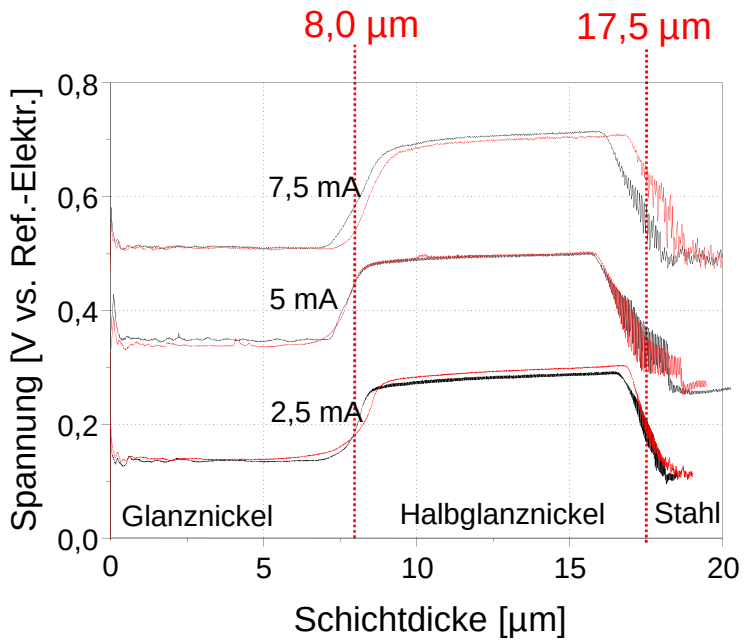
- Niedriglegierte Stähle
- Hochlegierte Stähle
- Gußeisen
- Zink und Zinklegierungen
- Aluminium und Aluminiumlegierungen
- Kupfer und Kupferlegierungen
- Titan und Titanlegierungen
- Nickel und Nickellegierungen usw.

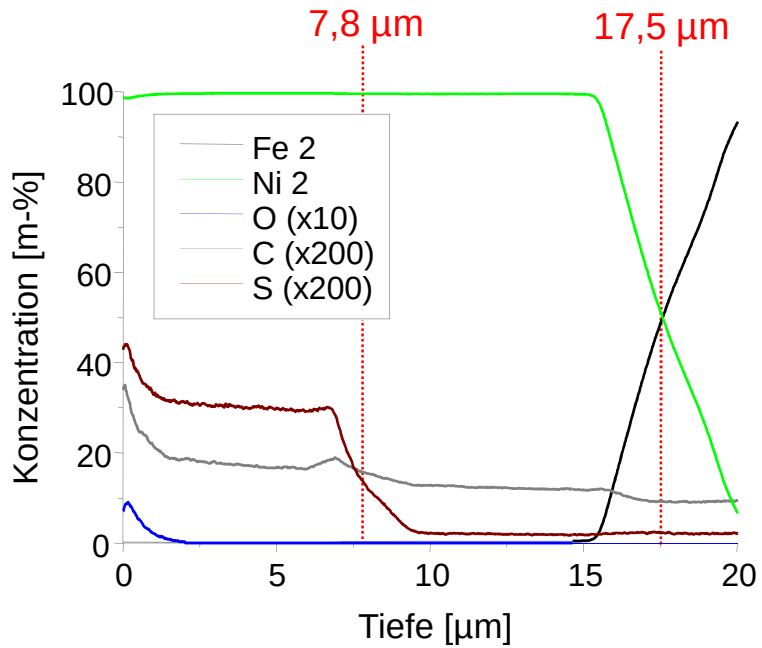
- Problem – bis jetzt Bestimmung Wasserstoff; Verfügbarkeit zertifizierte Referenzmaterialien im Bereich spezieller Nickelbasislegierungen

Duplexnickelschichten

- Abscheidung aus kommerziellen Glanz- und Halbglanznickelelektrolyten (Fa. Atotech)
- unterschiedliches Korrosionsverhalten aufgrund S-Gehalt kann mittels STEP-Test (Messzelle Helmut Fischer GmbH) detektiert werden

  → Potentialsprung von 140-180 mV infolge Differenz im S-Gehalt von 0,14 m-%
- sehr gute Vergleichbarkeit der bestimmten Schichtdicken zwischen GD-OES und STEP-Test



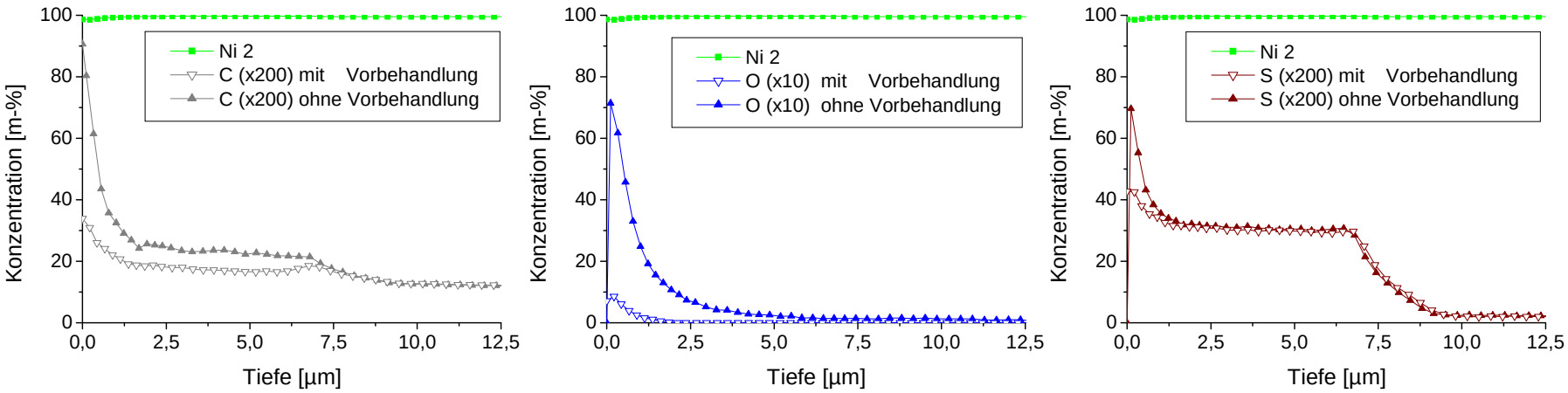


Einfluss der Probenvorbereitung auf die Spurenanalytik

- Kontaminations- sowie Adsorptionsschichten auf der Probenoberfläche und innerhalb der Quelle führen speziell für die leichten Elemente zu Fehlern in der Quantifizierung

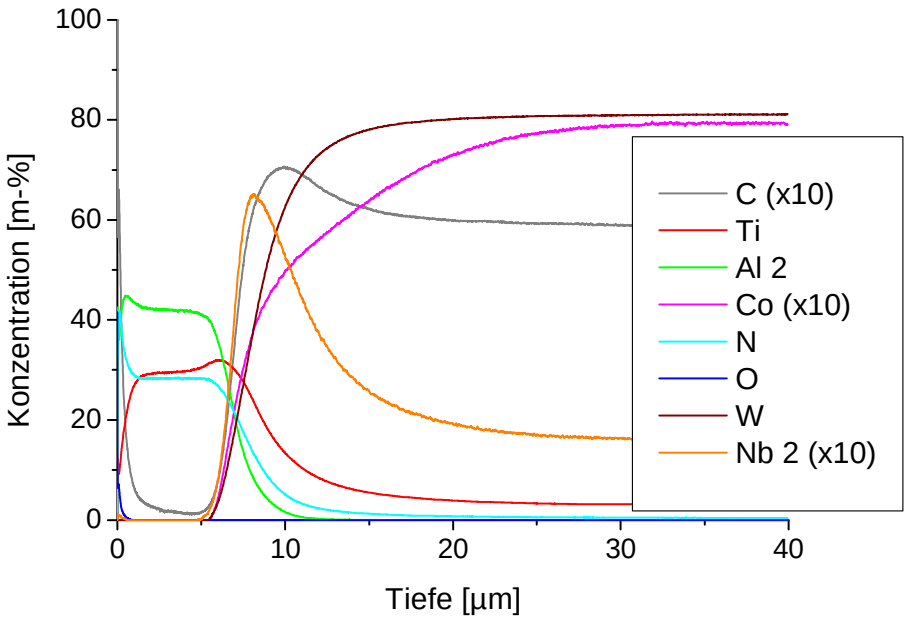
- Abhilfe:
  - Probenreinigung (Lösungsmittel zur Beseitigung organischer Verunreinigungen)
  - Abpump- und Spülzyklen mit Argon vor Messung
  - Vorsputtern von Si

Einfluss auf: C - Bestimmung O - Bestimmung S - Bestimmung



Gradientenhartmetall

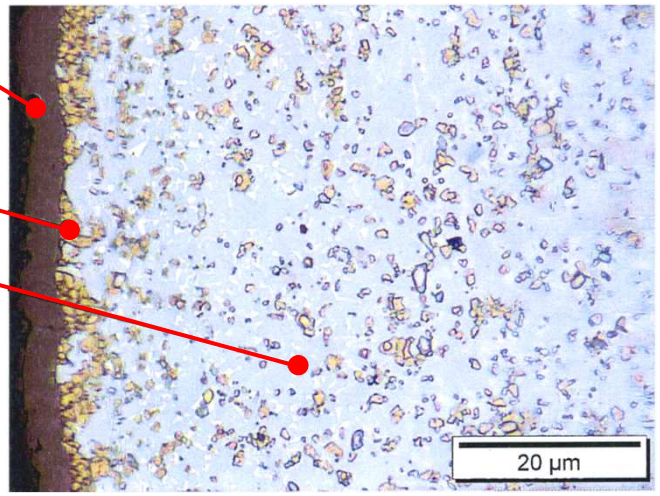
- TiAlN - Schicht auf Mischcarbid (TiC, NbC, TaC, + TiN) haltigem WC - Substrat
- Fehler: mangelnde Standzeiten im Einsatz sowie in Verschleißtests
- Ergebnis: Anreicherung von NbC und TiN im oberflächennahen Bereich des Hartmetallsubstrates
- GDOES ermöglicht schnelle Aussagen zu Stöchiometrie und Anreicherungen



TiAlN (PVD)

Mischcarbid-anreicherung

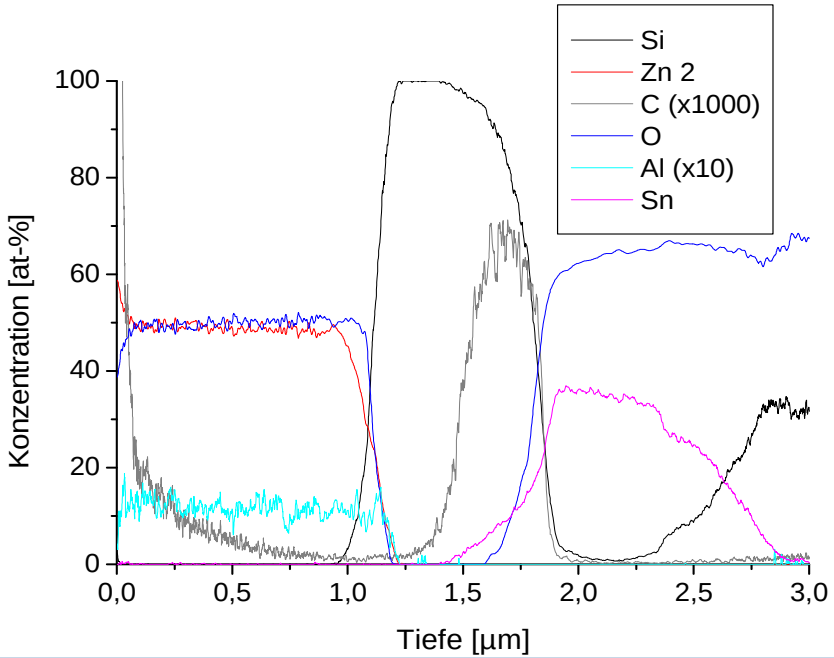
Substrathart-metall



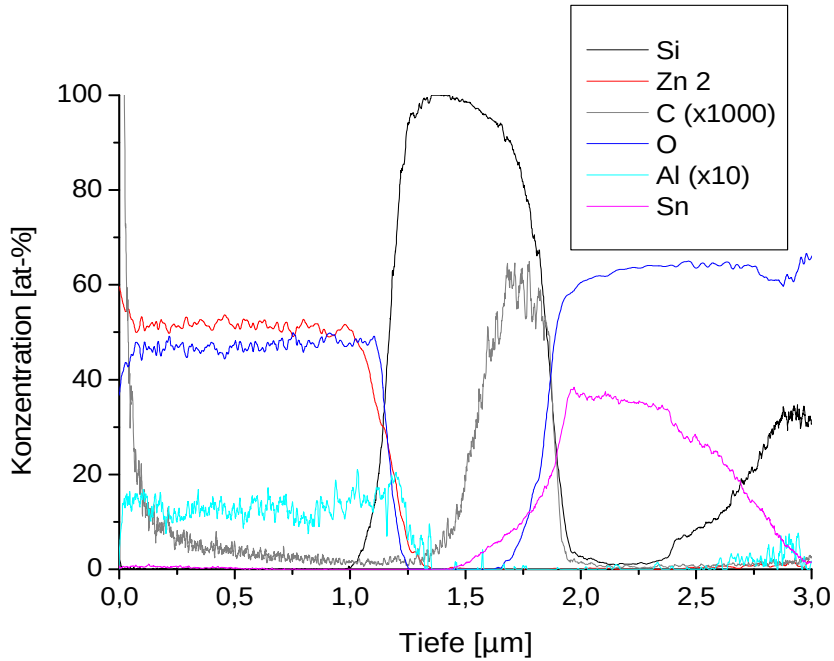
Dünnschichtsolarzelle

- Fehler: Unterschiede in elektrischer Leitfähigkeit sowie Transmissionsverhalten AZO
- Ergebnis: AZO Schicht weist unterschiedliches O-Verhältnis auf (durch unterschiedlichen O-Gehalt Sputteratmosphäre bzw. Al_2O_3 Gehalt)
- Degradationserscheinungen infolge Oxidation sehr gut nachweisbar

AZO – i.O.

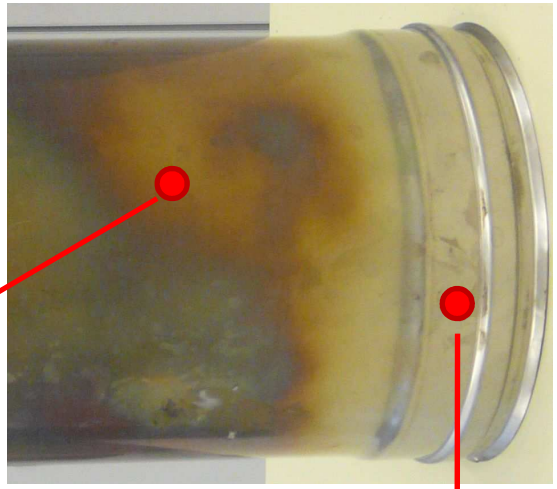


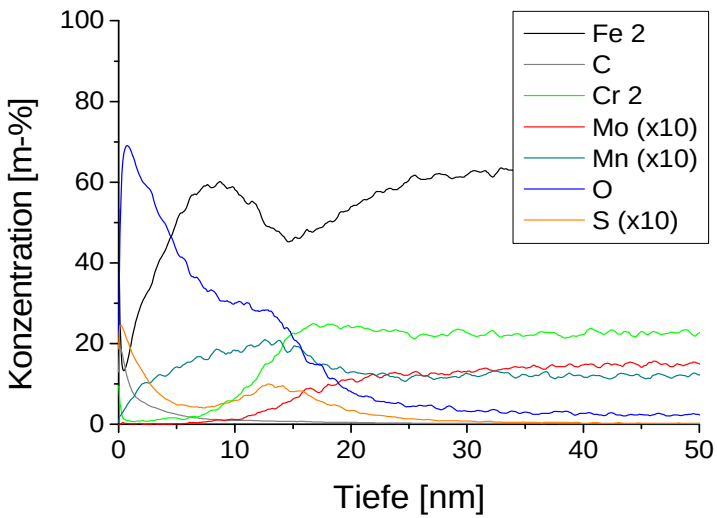
AZO – n.i.O.

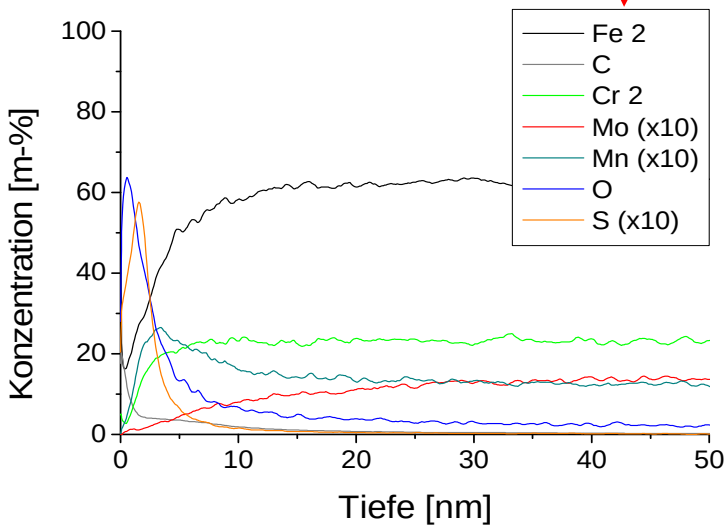


Abgasrohr einer Pellet-Heizungsanlage

- Oberflächenkontaminationen sowie Oxidschichtdicken im Nanometerbereich können problemlos nachgewiesen werden
- genaue Aussagen zur Oxiddicke innerhalb 5 s
- über Wärmeleitfähigkeit 1.4401 und Kinetik für Oxidbildung Abschätzung Temperaturprofil in Abgasrohr





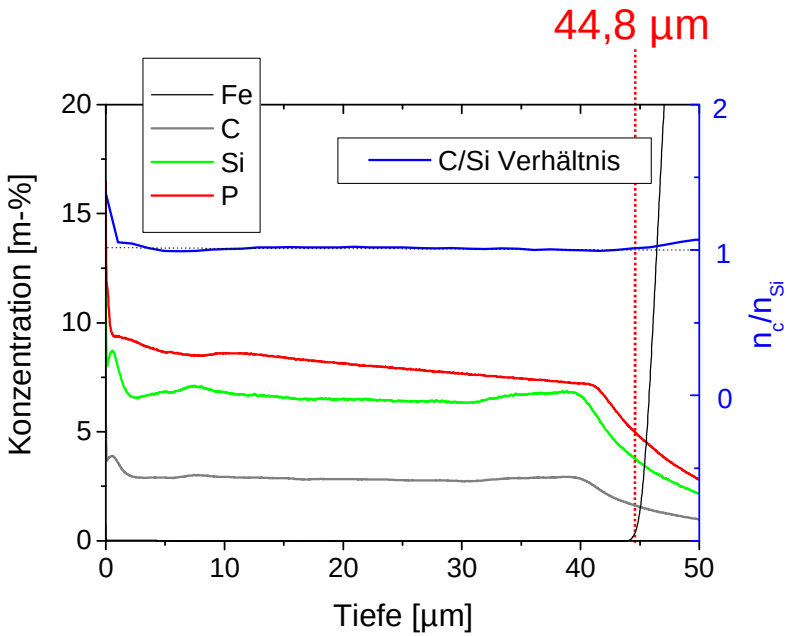


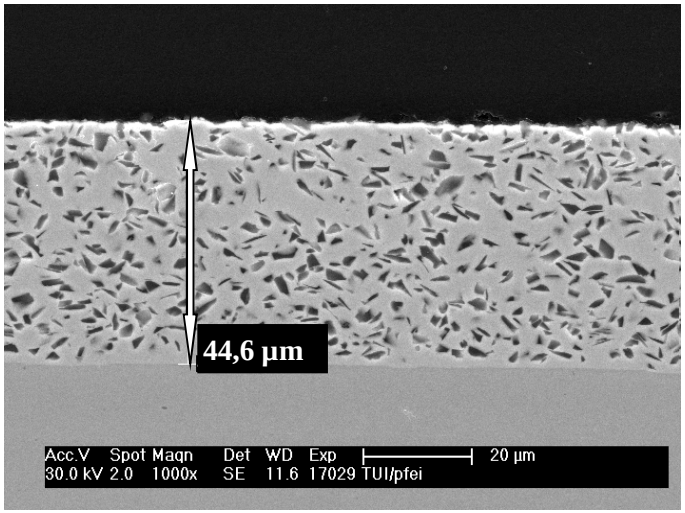
Nickel-Phosphor-Dispersionsschichten

- Milchsäureelektrolyt mit 25 g/l SiC Partikeln (ESK Ceramic GmbH & Co. KG) mittlere Partikelgröße 2 µm
- auch der makroskopische Einbau von Zusatzstoffen kann untersucht werden

  → gleichmäßiger SiC Einbau in die NiP-Schicht

  → P-Konzentrationsgradient infolge Laborabscheidung

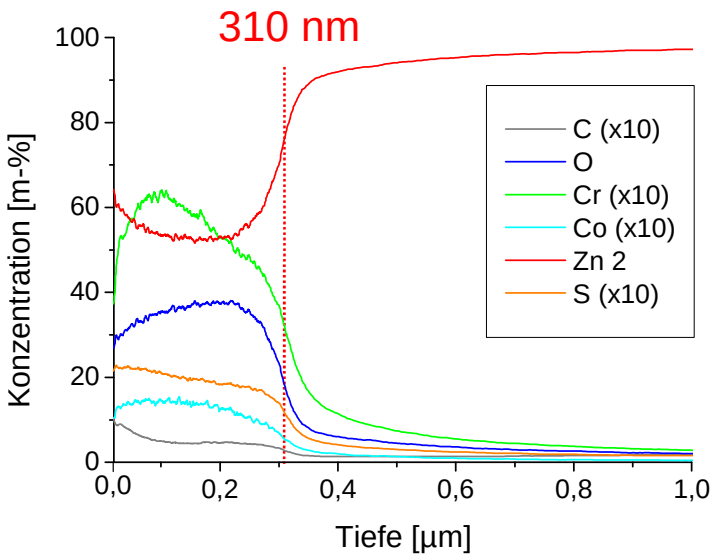


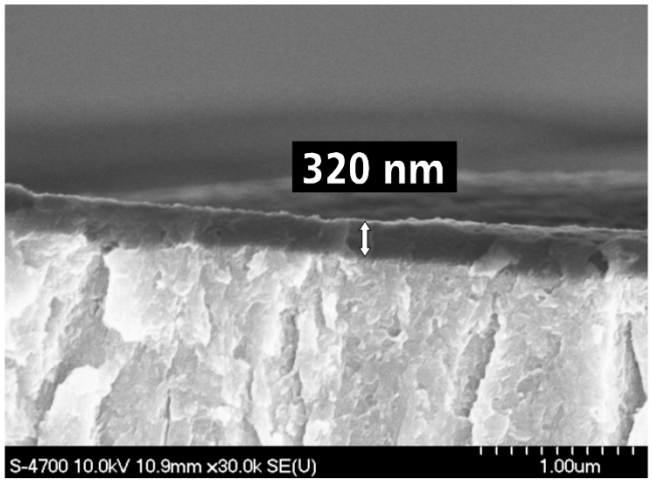


Konversionsschichten - Einbau von Hartstoffpartikeln

- Zinkschichten (Slotanit OT-1) passiviert mit Dickschichtpassivierungslösung HK31 (beide Fa. Dr.-Ing. Max Schlötter GmbH & Co. KG)
- hohe Tiefenauflösung ermöglicht Nachweis von Schichten im Submikrometerbereich
- gute Übereinstimmung der GD-OES Ergebnisse mit Referenzverfahren

Tauchzeit	Bruchkante - REM	Ellipsometrie	GDOES
75 s	254 nm	260 nm	250 nm
120 s	326 nm	330 nm	320 nm
300 s	578 nm	630 nm	610 nm



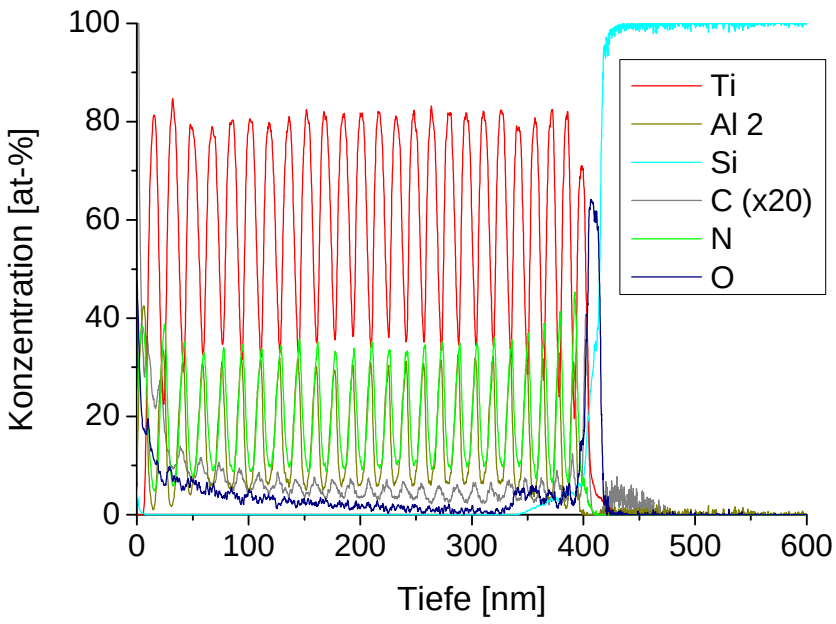


MAX-Phasen

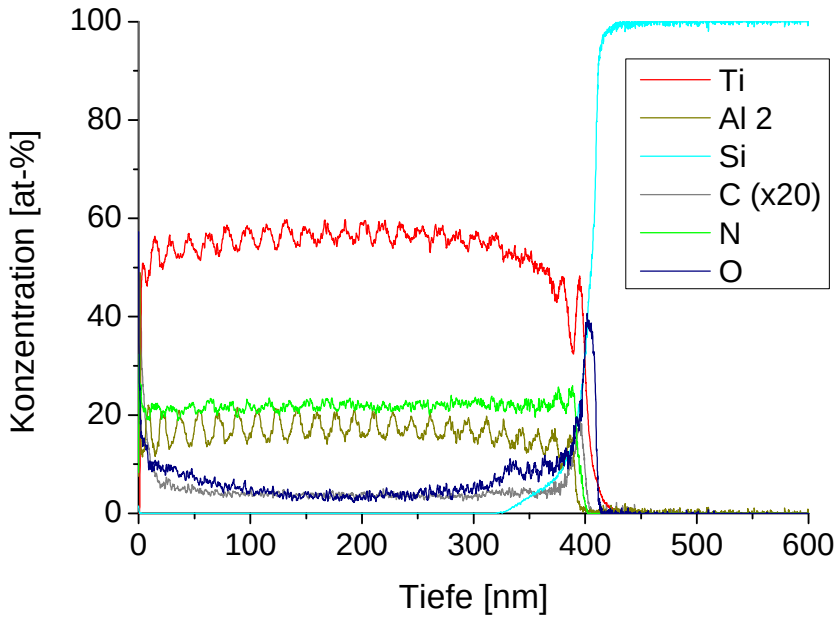
1. MAX-Phasen (z. B. Ti3SiC2) vereinen gegensätzliche keramische und metallische Eigenschaften
2. Nanolaminare Kristallstruktur
3. bisher überwiegend als bulk-Material hergestellt – u.a. als Einkristalle (BA Freiberg)
4. Beständig gegen Oxidation und thermische Zersetzung bei Temperaturen über 1300 °C, gute thermische und elek trische Leitfähigkeit, hohe Festigkeit, duktil und schockbeständig
5. Einsatz als „funktionelle Keramik“
6. Herstellung und Anwendung als MAX-Schichten kaum untersucht
7. DFG-Projekt – Nanolaminate werden mit PVD-Verfahren (Sputtern, laserunterstützte Verfahren - PLD) als Schichten abgeschieden

MAX-Phasen

25 Wechsellagen Ti – AlN
gesputtert



Ti2AlN
Nach Temperprozess



Zusammenfassung

1. Glimmentladungsspektrometer arbeitet seit seiner Inbetriebnahme im Jahr 2004 im wesentlichen fehlerfrei bei Dauerbetrieb, seit wenigen Wochen neuer RF-Generator (Freischwingersystem) und Probenkühlung

2. GD-OES ist neben den Methoden RFA, XRD und Metallographie das „Arbeitspferd“ des Prüfzentrums, insbesondere in der Schadensanalyse

3. Das Glimmentladungsspektrometer macht uns nach wie vor zu einem attraktiven Partner für andere Forschungseinrichtungen bei F/E-Projekten – Voraussetzung: es muss ein Wissenschaftler ständig das Gerät betreuen

Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit !

Technische Daten GDA 750

- Spektrometer: Rowland-Kreis mit 750 mm Brennweite

- Photomultiplier, montiert 45 (max. Anzahl 63), 110 - 600 nm

H																	He
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn
Fr	Ra	Ac	Rf	Db	Sg	Bh	Hs										

- CCD-Optik ermöglicht die Aufnahme von Spektren zwischen 200-800 nm

- Analysegas Ar 99,999 % (5.0)