

Bild 1: Schematischer LIBS-Versuchsaufbau. Die elementspezifischen Emissionen aus dem Plasma werden detektiert und die erhaltenen Spektren für die qualitative und quantitative Analyse herangezogen.

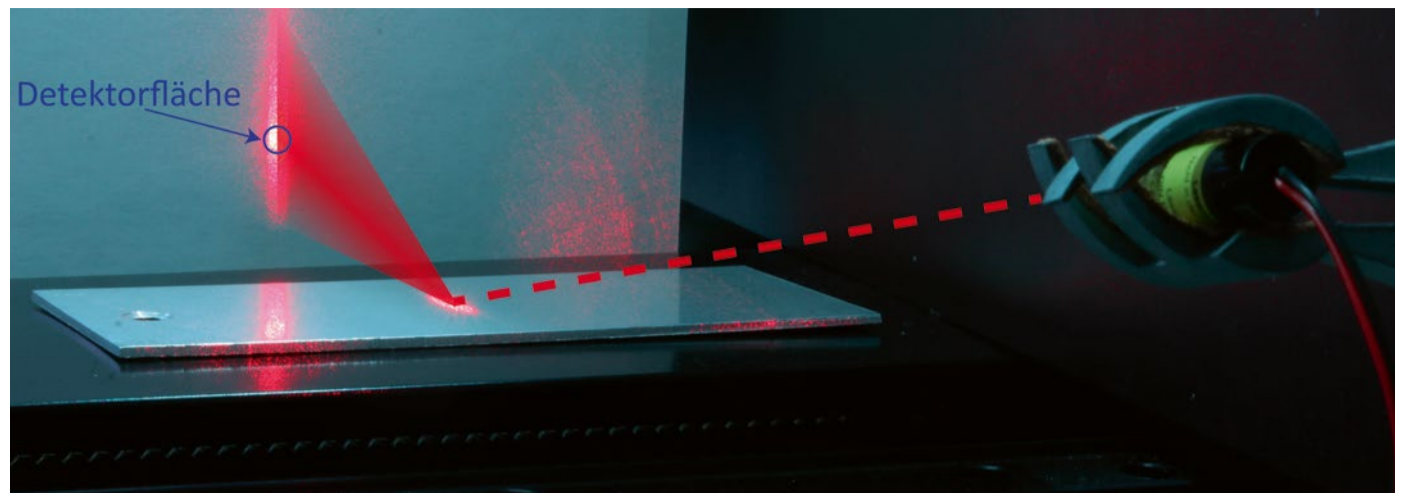


Bild 2: Versuchsaufbau für die Reflektanzmessung. Unter einem flachen Winkel beleuchtet der Strahl eines Laserpointers die Aluminiumprobe und wird von dort gestreut, wobei der konkrete Strahlweg mit roten Linien schematisch gekennzeichnet ist. Die Leistung des hellen Punkts im Streulicht wird mit einem Lichtleistungsmessgerät detektiert und dient als Maß für die Probenqualität.

Fotos/Grafiken: IFAM

Konversionsschichten

Qualitätskontrolle sehr dünner Schichten in der Aluminium-Dünnschicht-Vorbehandlung

MAREIKE SCHLAG,
HAUKE BRÜNING, KAI BRUNE,
JÖRG RISCHMÜLLER,
YANNIC TOSCHKE, MIRCO IMLAU

Innerhalb des Verbundvorhabens „InQuaNa“ („Entwicklung einer Methode zur Inline-Qualitätssicherung nasschemischer, Cr(VI)-freier Konversions- und Anodierschichten“, IGF Vorhaben Nr. 19579 N) wurden neuartige Methoden für eine einfache und kostengünstige Qualitätssicherung von Konversionsschichten getestet und entwickelt. Das Fraunhofer-Institut für Fertigungstechnik und Angewandte Materialforschung (IFAM) und die Uni Osnabrück haben zwei schnelle und zuverlässige Messmethoden entwickelt, welche prozessintegrierbar und vielversprechend für die Inline-Qualitätskontrolle sind.

Messmethoden

Das Fraunhofer IFAM hat die für die Analyse von Metalllegierungen bekannte Methode der Laserinduzierten Plasmaspektroskopie (LIBS) auf ihre Anwendbarkeit zur Detektion von Konversionsschichten untersucht und optimiert. Bei diesem Verfahren wird ein kurzer Laserpuls mit Nanosekunden-Pulsdauer auf die zu messende Oberfläche fokussiert. In dem sich bildenden Plasma wird ein Teil der Probe verdampft und angeregt. Bei der darauffolgenden Relaxation wird elementspezifische Strahlung ausgestrahlt, welche sich mit einem hochauflösenden Spektrometer detektieren und für die quantitative Analyse auswerten lässt.

Parallel hierzu wurde an der Universität Osnabrück ein neues optisches Verfahren entwickelt, das auf einem Laserpointer und dem Prin-

zip der Reflektanzmessung beruht. Bei dieser Messmethode fällt der Lichtstrahl unter einem sehr flachen Winkel auf die Probenoberfläche und wird dort gestreut. Das Streulicht wird mit einem einfachen Lichtleistungsmessgerät detektiert und enthält Informationen über die Qualität der Konversionsschicht.

Methodenoptimierung

Nach der Demonstration der grundsätzlichen Machbarkeit beider Messmethoden zur Detektion von Konversionsschichten unterschiedlicher chemischer Zusammensetzung auf verschiedenen Al-Substraten erfolgte eine Verfahrensoptimierung auf Grundlage von Messreihen mit unterschiedlichen Vorbehandlungsschritten bzw. Qualitäten der Konversionsschichten auf ausgewählten Substraten. Anhand der erzielten Ergebnisse konnte gezeigt werden, dass beide Messmethoden geeignet sind, eine schnelle Messung der Probeneigenschaften vorzunehmen. So ist in beiden Fällen eine sehr gute Korrelation mit dem Schichtgewicht gegeben. Bild 3 zeigt dies exemplarisch für den Fall einer Cr³⁺/Zr⁴⁺-basierten Konversionsschicht („SurTec 650“) auf dem Substrat AA3003. Der gefundene Zusammenhang von Streulicht- bzw. LIBS-Signal mit dem Schichtgewicht stellt dabei die Grundlage für das neue Messverfahren zur Qualitätssicherung dar, das sich insbesondere durch eine hohe Geschwindigkeit, Prozessintegrierbarkeit und großen Messabstand zwischen Lichtquelle/Detektor und Realbauteil auszeichnet.

Die Methoden arbeiten komplementär: Die Reflektanzmessung überzeugt durch ihren einfachen und preiswerten Aufbau. Als Messergebnis gibt

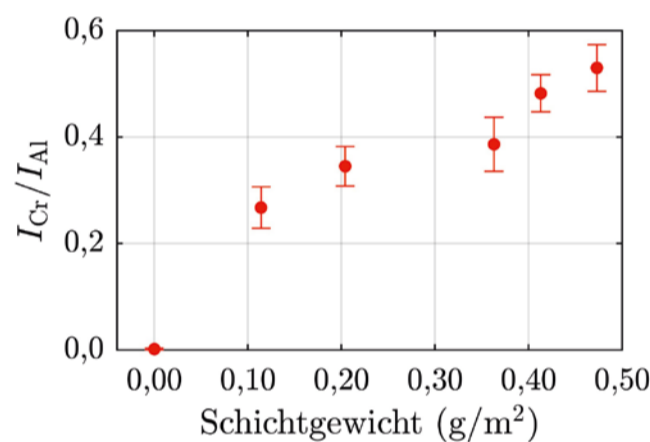


Bild 3a: LIBS-Messergebnisse für die Messung an einer Versuchsreihe mit Laborproben (AA3003 mit Konversionsschicht auf Cr³⁺- und Zr⁴⁺-Basis). Die LIBS-Intensitäten korrelieren gut mit dem nasschemisch bestimmten Schichtgewicht (X-Achse).

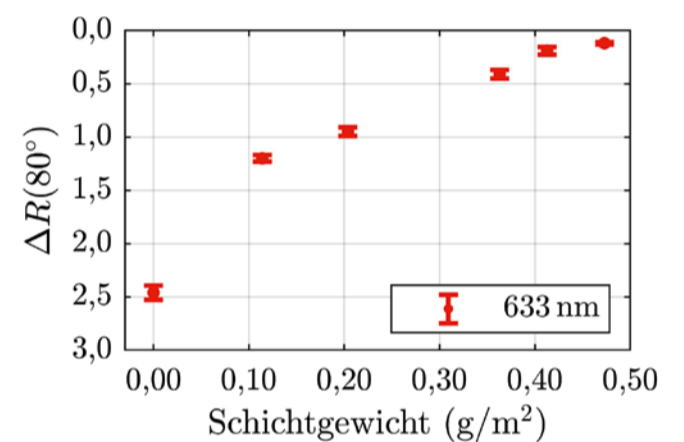


Bild 3b: Ergebnisse der Reflektanzmessung an dem gleichen Probenatz. Auch hier korrelieren die Messergebnisse mit den Schichtgewichten. Die Y-Achse zwecks ist besserer Vergleichbarkeit mit den LIBS-Daten invertiert.

Warum das wichtig wird

Durch die REACH-Verordnung müssen Cr⁶⁺-haltige Vorbehandlungen auf Aluminium durch Alternativen ersetzt werden. Dies gelingt z.B. durch Konversionsschichten auf Cr³⁺- und Zr⁴⁺-Basis. Diese Schichten sind jedoch nur wenige Nanometer dick, was eine Herausforderung für die Qualitätssicherung darstellt. So ist u.a. die visuelle Kontrolle über den Farbeindruck nicht mehr anwendbar. Zusätzlich sind die Anforderungen an die Prozessführung im Vergleich zur Chromatierung höher, um z.B. vergleichbare Ergebnisse bezüglich des Korrosionsschutzverhaltens zu erhalten. Die Laserinduzierte Plasmaspektroskopie (LIBS) und die Reflektanzmessung bieten den Vorteil, dass sie direkt am Bauteil zerstörungsfrei (Reflektanz) bzw. zerstörungsarm (LIBS) eingesetzt werden können.

es ein „i.O.“ oder ein „n.i.O.“, wobei die Analyse der Ursache für eine geringere Schichtqualität nicht ermöglicht wird. Die LIBS-Messtechnik liefert detaillierte Informationen über die chemische Zusammensetzung der Probenoberfläche. Einzelne Elemente können einschließlich ihrer Konzentration bestimmt werden. Dies ermöglicht die simultane Bestimmung von Ursachen für die Abweichungen vom Idealzustand der Oberfläche.

Die Reflektanzmessung stellt somit eine einfache und

kostengünstige Messmethode dar, welche Abweichungen vom Soll-Zustand einer Konversionsschicht schnell detektiert. Die LIBS ist hierzu eine komplementäre, vom Aufbau komplexere, sehr oberflächensensitive Messmethode mit hohem Informationsgehalt, welcher auch über die Ursache einer möglichen Abweichung Aufschluss geben kann.

Neben der bereits technisch weit entwickelten und komplexen LIBS-Messtechnik wurde ein neues Konzept für die schnelle, kostengünstige und

berührungslose Qualitätssicherung von sehr dünnen Konversionsschichten erarbeitet.

Ausblick

Die Reflektanz-Messung zeigt in den Versuchen ein großes Potential für die Erstbewertung der Schichten und wurde bereits erfolgreich an Realbauteilen getestet. Zudem kann man die sehr schnelle Messung auch für das Scannen großer Flächen verwenden. Durch das Abrastern von Oberflächen kann diese inline-fähige Methode orts aufgelöste, flächige Informationen über Schichtqualitäten liefern. Für die detailliertere Betrachtung der chemischen Zusammensetzung und möglicher Abweichungen ist die LIBS-Messtechnik als komplementäre Methode besonders geeignet. Mit nur einer Messung lassen sich viele chemische Informationen über die Probe erhalten. Die Messung ist ebenfalls sehr schnell, so dass mehrere Messungen über eine Probenoberfläche leicht zu realisieren sind und z.B. Konzentrationsgradienten leicht detektiert werden können. Die beiden Verfahren bieten den Vorteil, dass sie direkt am Bauteil zerstö-

rungsfrei (Reflektanz) bzw. zerstörungsarm (LIBS) eingesetzt werden können. Als nächstes steht die Erforschung eines modularen Baukastensystems für die laserbasierte Sensorik im Mittelpunkt, mit dem die maßgeschneiderte Anwendung der neuen Verfahren für sehr unterschiedliche technologische und organisatorische Randbedingungen schnell und kostengünstig gelingen soll. Ausgangspunkt dieser Forschungsaktivität ist das Agile Prototyping, das sich insbesondere durch eine geringe Fehleranfälligkeit beim Transfer vom Laborgerät zum Inline-Prüfsystem auszeichnet.

Zum Netzwerken:
Fraunhofer-Institut für Fertigungstechnik und Angewandte Materialforschung IFAM, Bremen, Mareike Schlag, Tel. +49 421 2246-410, mareike.schlag@ifam.fraunhofer.de, www.ifam.fraunhofer.de; Universität Osnabrück, Fachbereich Physik, Osnabrück, Mirco Imlau, Tel. +49 541 969-2654, mimplau@uni-osnabrueck.de, www.mimplau.de