

Mikrostrukturelle Charakterisierung von durch anodische Oxidation hergestellten Oxidfilmen auf Al- und Ti-Legierungen

In dieser Arbeit wurden anodische Oxide der Übergangsmetalle Titan, Aluminium und Wolfram auf Bulkproben wie auch auf Dünnschichten hergestellt. Weiter wurde deren resultierende Mikrostruktur detailliert untersucht. Die anodischen Oxide der Übergangsmetalle haben einen weitläufigen Applikationsbereich, z.B. als Verschleiss-/Korrosionsschutzschichten und werden zunehmend auch als funktionale Oberflächen eingesetzt.

Die Herstellung der anodischen Oxide wurde mithilfe eines Elektrolyten auf Zitronensäurebasis durchgeführt. Die Mikrostruktur der Oxide wurde mithilfe von bildgebenden Verfahren wie der Rasterelektronenmikroskopie (REM) und Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) untersucht. Zusätzlich wurden Zusammensetzung und die verschiedenen Phasen mittels spektroskopischen Methoden wie der spektroskopischen Ellipsometrie, der energiedispersiven Röntgenstrahlanalyse (EDS) und der Röntgendiffraktion (XRD) analysiert.

Für Aluminium konnte gezeigt werden, dass die Elektrolytlösung basierend auf Zitronensäure eine gute Alternative zum Standardelektrolyten Schwefelsäure ist. Die potentiostatisch gewachsenen Oxide in einem Potenzialbereich von $U = 150 - 350$ V weisen über den ganzen Bereich eine amorphe Struktur auf. Die in dieser Arbeit gemessenen Wachstumsfaktoren für anodisches Aluminiumoxid betragen $f = 1.1 - 1.4$ nm/V.

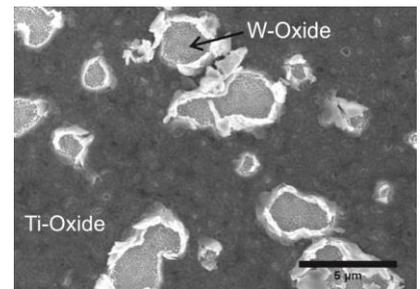
Die Titanproben wurden bis zu einem Potenzial von 375 V potentiostatisch anodisiert. Die Struktur der Oxide ist unterhalb einer Polarisation 200 V amorph, oberhalb dieses Potenzials konnte die zusätzliche Bildung einer kristallinen Anatas-Phase nachgewiesen werden. Die gewachsenen Oxide weisen im ganzen Bereich eine hohe Defektdichte (Poren und Blasen) auf. Für Titan konnten Wachstumsfaktoren von $f = 1.4 - 2.4$ nm/V ermittelt werden. Der Wachstumsfaktor zeigt eine Abhängigkeit vom Anodisationspotenzial. Die durchgeführten Versuche auf Wolfram haben gezeigt, dass ein Wachstum von anodischem Wolframoxid mittels der verwendeten Zitronensäurelösung möglich ist. Die Durchschlagsspannung des Wolframoxides unter Verwendung dieser Elektrolytlösung wurde bei einem Potenzial von $U \approx 60$ V festgestellt.

Es wurden Versuche zur Anodisation von überlagerten Titan/Wolfram-Dünnschichten durchgeführt. Es hat sich gezeigt, dass eine anodische Oxidation beider Dünnschichten nicht trivial ist. Die Untersuchung der Mikrostruktur lassen den Schluss zu, dass die Haftung des anodischen Titanoxides und die hohe Defektdichte kritische Faktoren für diesen Prozess sind.

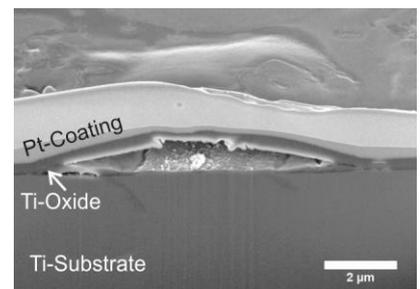


Diplomand
Michael Stiefel

Dozent
Dirk Penner



REM-Bild einer Ti/W-Dünnschicht-Doppelschicht nach der galvanostatischen Anodisation - Sichtbare Delamination des anodischen Titanoxides



REM-Bild eines FIB-Querschnittes durch eine Titanoxidschicht hergestellt durch potentiostatische Anodisation bei einem Potential von 200 V - Delamination der anodischen Titanoxid-Schicht durch mechanische Spannungen