

Laagdiktemeting van metallische deklagen

i Helmut Fischer Meettechniek BV
Johan Nieuwlands

Er zijn diverse redenen te bedenken waarom het correct meten van de laagdikte van groot belang is. Vaak draait het om besparing van materiaal en (daarmee kosten), maatvoering, het bereiken van specifieke eigenschappen zoals corrosiewering, hardheid, slijtvastheid, uitstraling of combinaties van deze kenmerken. Soms zijn de belangen zelfs tegenstrijdig, waardoor gezocht moet worden naar de juiste balans. Ook kunnen de lagen een complexe opbouw hebben, denk hierbij aan multilayer-systemen zoals bijv. sierchroom of gelegerde coatings zoals NiZn.

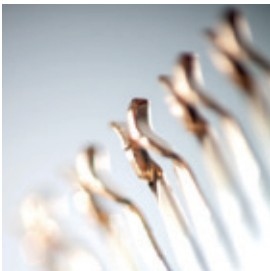
Om te bepalen welke methode geschikt is voor het proces, dient te worden gekeken naar de eigenschappen van zowel de coating als het basismateriaal. Ook het meetbereik is van belang bij deze afweging, net zoals de nauwkeurigheid, precisie en

eventuele gebruikersinvloed. Om te bepalen of de gekozen methode voldoet aan alle eisen kan bijvoorbeeld een gauge-R&R studie worden uitgevoerd. Het is daarbij aan te bevelen om zowel de gebruikers, de belanghebbenden als de instrument-leverancier te betrekken, zodat zij samen kunnen meedenken aan verbeteringen in de testopstelling. Een en ander wordt verduidelijkt in aan de hand van enkele voorbeelden.

ELEKTROLYTISCH VERZINKEN.

Omdat dit proces voornamelijk wordt toegepast op ijzer zijn er diverse meetmethodes om de laagdikte te kunnen controleren. De meest voor de hand liggende is **Magnetische Inductie (MI)** waarbij de

coating niet magnetiseerbaar mag zijn en de ondergrond juist wel. Door met een sonde contact te maken met het oppervlak kan de afstand tot het magnetische materiaal worden bepaald. Hierbij dient rekening te worden gehouden met eventuele krommingen in het te meten oppervlak omdat deze invloed hebben op de kalibratie. De mate van invloed hangt sterk samen met het gekozen sonde-type. Het meetbereik kan met de juiste sonde-keuze reiken van 2 à 3µm tot snel 1mm. Voor zeer dunne lagen gaat natuurlijk de nauwkeurigheid een grote rol spelen. De beste sondes halen een nauwkeurigheid van 0,5µm in ideale omstandigheden waarbij ook nog rekening dient te worden gehouden met de onzekerheid van de kalibratiefolies die worden gebruikt. Door overige omstandigheden zoals de gebruikersinvloed, eventuele ruwheid van het



FISCHERSCOPE® X-RAY XDAL® 600

Een XRF-analyzer voor bijna elke toepassing: de FISCHERSCOPE® X-RAY XDAL® 600. Dit compact en veelzijdig meetinstrument is perfect geschikt voor niet-destructieve analyses van metaallegeringen en geavanceerde laagdiktemetingen.

Nog krachtiger dankzij DPP+

De XDAL 600 is standaard uitgerust met de in eigen huis ontwikkelde digitale pulsprocessor DPP+. Dat betekent: u krijgt dezelfde meetnauwkeurigheid bij een kortere meettijd of nauwkeurigere metingen in dezelfde meettijd.

Uw voordelen

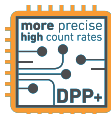
- Analyse van (edel-)metaal, laagdiktemeting en de bepaling van lichte elementen zoals aluminium, silicium of fosfor
- Bijzonder goede energieresolutie en hoge detectiegevoeligheid vanwege SDD detectie
- 3-voudige wisselbare primaire filters en 4-voudige wisselbare collimators

Neem contact op:

+31 40 2482255

info.nl@helmut-fischer.com

www.helmut-fischer.com/nl



fischer®

materiaal en vorminvloeden kan de onzekerheid nog verder oplopen. In de praktijk kan er prima gemeten worden op relatief vlakke en grote materialen vanaf ca 5µm.



Elektrolytisch zink met MI

Voor kleine producten kan de fase-gevoelige wervelstroom- ofwel **Phase-Sensitive-Eddy-Current methode (PS-EC)** uitkomst bieden bij dit proces. Hierbij wordt de zinklaagdikte bepaald op basis van de mate van geleidbaarheid van het zink. Deze methode is veel minder gevoelig voor vorm en ruwheid maar zal altijd moeten worden gekalibreerd met vergelijkbaar verzinkt materiaal, bij voorkeur samples uit hetzelfde proces, met een alternatieve methode gemeten zoals ED-XRF of elektronenmicroscopie.

Een derde methode is **Coulometrie**, waarbij een klein stukje van het materiaal met een elektrolyt onder een constante stroom wordt opgelost, om aan de hand van de tijd die hiervoor nodig blijkt vast te stellen wat de laagdikte is. Deze methode is uiteraard destructief, maar bij bulkprocessen, zoals vaak toegepast bij bevestigingsmaterialen is het opofferen van een paar samples meestal geen bezwaar.



Meten met EDXRF

De meest nauwkeurige en betrouwbare, maar tevens ook de duurste methode is echter **Röntgenfluorescentie (ED-XRF)**. Deze desktopinstrumenten worden meestal ingezet voor zeer kleine objecten met relatief dunne lagen. De methode kan gebruikt worden voor laagdiktes vanaf enkele tientallen nanometers tot ongeveer 30µm.

ELEKTROPLATING VOOR DECORATIEVE TOEPASSINGEN

Nagenoeg alle metalen lagen kunnen elektrolytisch worden gecoat, echter de laagdikte die wordt afgezet hangt sterk af van hoe en waar de elektrische stromen lopen. Typisch neemt de laagdikte toe naar de randen van het object waardoor de methode wat minder geschikt is voor maatvasten objecten. De **MI methode** kan dan enkel nog worden toegepast als een niet magnetiseerbare laag wordt aangebracht op ijzer, denk daarbij aan (hard)chroom of koper. Ook de **PS-EC methode** kan slechts beperkt worden ingezet, bij bijvoorbeeld koper of nikkel op staal. De **coulometrische methode** is wel uitermate geschikt voor alle plating-processen omdat het hier om een de-plating proces gaat, echter een destructieve meting ligt natuurlijk niet zo voor de hand als het om decoratieve coatings gaat. Daarom wordt voor elektroplating bijna altijd **ED-XRF** gebruikt. Bij deze methode worden de metalen op atoomniveau geanalyseerd en gekwantificeerd, waardoor de instrumenten zowel de laagdikte kunnen bepalen van metallische lagen als de samenstelling van metalen of gelegeerde coatings. Afhankelijk van de metaalsoort loopt het meetbereik van enkele nanometers tot enkele tientallen micrometers. Vaak worden elektrolytische deklagen ook opgebouwd uit meerdere metalen. Zo wordt nikkel vaak aangebracht als tussenlaag voor een be-



Sierchroom meten met coulometrie

tere hechting of om interferentie tussen de deklaag en het substraat te voorkomen. Voor de ED-XRF instrumenten met de huidige detectietechnieken is dit geen enkel probleem en kunnen in 1 meting alle lagen worden bepaald. Enkele voorbeelden zijn: Cr/Ni/Cu/plastic (sierchroom), Au/Ni/Cu, Ag/Ni/Al, Sn/Ni/CuSn, enz.

NIKKEL-ZINK COATINGS

Vanwege het verbod op cadmium als technische coating wordt het nikkel-zink proces als alternatief volop toegepast. Vaak worden deze lagen gemeten met de **MI methode**, echter men dient waakzaam te zijn voor meetafwijkingen door de lichtmagnetische effecten bij dunne lagen en wat hogere nikkelpercentages. Veiliger is het om ook hier de röntgen methode toe te passen, mede omdat met de **ED-XRF methode** ook gelijktijdig het Ni-percentage kan worden bepaald.

CHEMISCH VERNIKKELEN

Vanwege de gelijkmatige laagdikteopbouw, wordt deze methode vooral toegepast als technische coating bij maatvasten samples zoals machineonderdelen. Vanwege de bijzondere magnetische eigenschappen van de NiP coatings is het meten met de **MI methode** enkel mogelijk bij een fosforgehalte van minimaal 12%. Hoewel het fosfor niet gemakkelijk is te detecteren met **ED-XRF**, heeft deze methode toch de voorkeur vanwege de hoge nauwkeurigheid. Meestal worden de meetresultaten door de software gecompenseerd voor het aanwezige fosfor. Bij geavanceerdere systemen is het zelfs mogelijk om gelijktijdig het fosforpercentage te bepalen in de laag. **Coulometrisch meten** is ook een mogelijkheid bij NiP lagen. Meestal wordt dan referentiemateriaal mee gecoat om het eindproduct niet te hoeven beschadigen. Ook in de printplaatproductie wordt NiP vaak toegepast, meestal in gestandaardiseerde methodes zoals ENIG (Electroless Nikkel Immersion Gold) en ENEPIG (Electroless Nikkel Electroless Palladium Immersion Gold). **Geavanceerde XRF systemen** zijn in staat om het fosforgehalte nog te bepalen onder een dunne goud en palladium laag.

PVD EN CVD COATINGS

De typisch harde en slijtvaste PVD coatings worden vaak toegepast in gereedschappen zoals boorkoppen en schroefbitjes. In deze vacuüm processen wordt stikstof en/of koolstof in de coatings ingebouwd. Typische voorbeelden zijn titaannitride (TiN), chroomcarbide (CrC) en wolframcarbide (WC). Hoewel de stikstof en koolstof componenten niet te detecteren zijn met XRF, kan deze methode toch worden toegepast. Door aanpassingen te maken in de dichtheid, kunnen de lagen nauwkeurig worden gemeten op basis van de goed meetbare titaan, chroom of wolfram component. CVD coatings bestaan typisch uit zuivere metalen. De sputtertechnieken zijn vooral geschikt voor extreem dunne lagen zoals toegepast in bijvoorbeeld chip-productie. Klassiek worden zulke lagen vaak gemeten met profilometrie, ook wel staphoogtemeting genoemd, echter ED-XRF is een goed en betrouwbaar alternatief met de huidige Silicon Drift detectietechnieken (SDD). De lagen zijn vaak niet meer dan enkele tientallen nanometers dik en worden vaak aangebracht op wafers of plastics.

THERMISCH OF DOMPEL VERZINKEN

Hier wordt zink toegepast als corrosiewering voor ijzer dat wordt blootgesteld aan buitenlucht en vocht. Anders dan bij elektrolytisch verzinken worden grote ijzeren onderdelen na reiniging gedompeld in een zinkbad. Door de chemische reactie

vermengt het ijzer zich met het gesmolten zink waardoor de uiteindelijke laag ontstaat met diverse ZnFe legeringen (fases). Dicht bij het oppervlak is de zinklaag nagenoeg zuiver, maar dichterbij het ijzer neemt het Fe percentage sterk toe. De lagen zijn relatief dik variërend van zo'n 80µm tot wel 200. Het meten kan uitsluitend met de **MI methode** en dit is als zodanig ook vastgelegd in EN en ISO normen. Vaak worden zulke systemen van een poedercoating voorzien. Met speciale duplexmeetsondes kunnen beide lagen eventueel gelijktijdig worden gemeten.

METALLISATIE

Met vlamspuittechnieken kunnen diverse metalen en metaalmengsels worden aan-

gebracht op meestal grote stalen constructies. Het meten van zulke lagen is een uitdaging! Niet magnetische mengsels kunnen worden gemeten op magnetiseerbaar staal met de **MI methode**. Echter vaak worden de lagen aangebracht op bijvoorbeeld RVS/INOX of anders gelegerde constructies. Voor zulke combinaties is vaak geen oplossing voorhanden. Daarnaast zijn de lagen vaak erg ruw waardoor het meten met de MI methode met een relatief kleine meetpool tot hoge variatie in de meetresultaten zullen leiden. In enkele speciale gevallen zijn er speciale meetsondes ontwikkeld voor specifieke meetapplicatie. Denk hierbij aan thermisch opgespoten aluminium (TSA), wat als aangebracht op RVS kan worden gemeten met de **PS-EC methode** en een speciale TSA-sonde.

CONCLUSIE

Voor het meten van metallische lagen zijn, afhankelijk van het proces, diverse methodes beschikbaar. Welk instrument het meest geschikt is voor uw applicatie hangt o.a. af van het proces, het coatingtype, het basismateriaal, de vorm en het formaat. Ook de verwachte laagdikte en de gevraagde nauwkeurigheid spelen een belangrijke rol bij de bepaling van de juiste methode. Het advies is dan ook om bij twijfel altijd advies in te winnen bij uw leverancier of coatingspecialist.



Metallisatie meten met PS-EC



Thermisch zink met MI