

Nikkelfosfor lagen - Uitdaging voor laagdiktemeting en analyse

**Johan Nieuwlands,
Helmut Fischer Meettechniek B.V.**

Structuur

- Nikkel coatings
- Eigenschappen van Ni en hun beïnvloeding door P
- Methoden voor diktemetingen van Ni en NiP lagen
- XRF onderzoeken van NiP lagen

Nikkel coating systemen

- NiP/Fe (maatvaste delen)
- NiP/Al, NiP/Glas (magn. opslagmedia)
- Au/NiP/Cu/epoxy (printplaten)
- Cr/Ni.../Cu/ABS
μ-por. Cr / μ-por. Ni / Glansnikkel / hoogzwavel Ni / half-glans Ni / Cu / grondlak/ ABS
(corrosievaste decoratieve auto onderdelen)

Nikkel eigenschappen

- Ferromagnetisch
- El. geleidbaarheid 14 MS/m (Fe 10 MS/m, Zn 17 MS/m)
- Chem. eigenschappen: E^0 -0.28 V (Fe -0.44 V, Sn -0.14 V)
- Dichtheid: 8.9 g/cm³ (Fe 7.9 g/cm³)
- E-Modulus: 200 GPa (Fe 210 GPa)

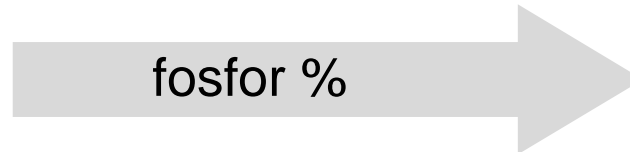
Meting van Ni-laagdikte

- | | |
|------------------------------|--|
| ■ Magneet-inductieve methode | Meting van de hoeveelheid ferromagnetisch Nikkel |
| ■ Wervelstroom methode | Electr. Impedantiemeting |
| ■ Coulometrisch | Meting van de elektrochemisch opgeloste hoeveelheid Ni |
| ■ Röntgenfluorescentie (XRF) | Meting van het aantal Ni Atomen per oppervlakte |

Analyse van Ni lagen: EDX, AAS, ICP, GDOS

Nikkelfosfor Eigenschappen

- ferromagnetisch
- geleidend
- onedel
- zacht
- dicht
- kristallijn



- diamagnetisch
- slecht geleidend
- edel
- hard
- minder dicht
- amorf

Eigenschappen instelbaar afhankelijk van toepassing

Nikkelfosfor beïnvloeding op de meetmethode

■ ferromagnetisch	■ diamagnetisch	Magnetische meth.
■ geleidend	■ slecht geleidend	Wervelstroom meth.
■ onedel	■ edel	Coulometrische meth.
■ zacht	■ hard	Micro hardheid
■ dicht	■ minder dicht	XRF
■ kristallijn	■ amorf	XRF

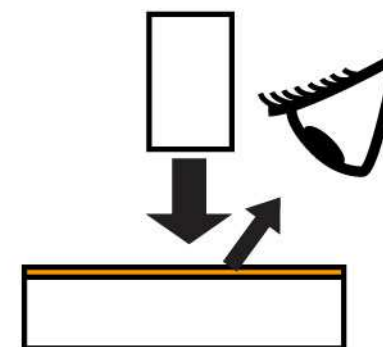
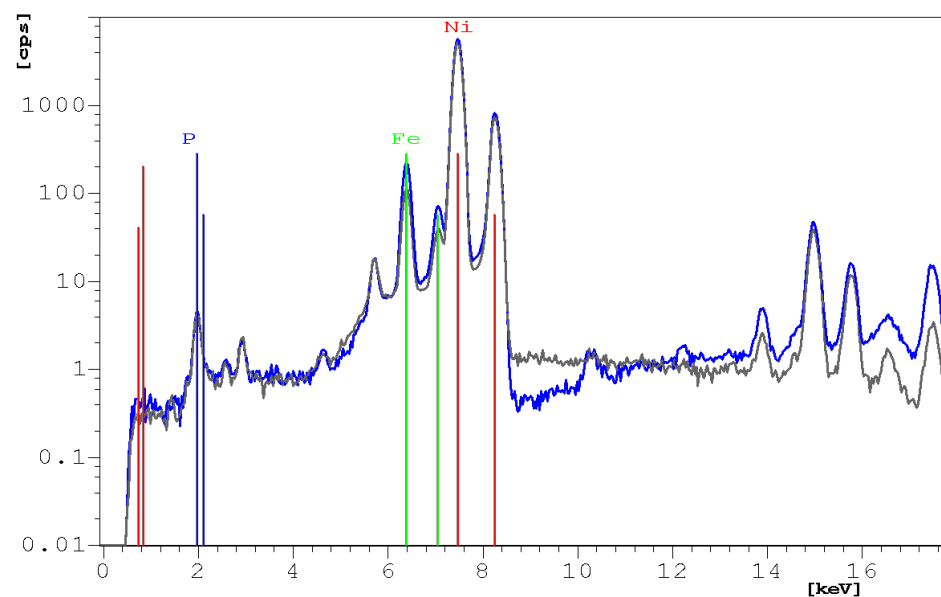
Veranderingen van de fysische eigenschappen zijn extreem!
Rekening houden met P% in de meettechniek is nodig!

Rekening houden met P% in de meettechniek

- Magnetische inductie
 - onder bepaalde omstandigheden niet meer bruikbaar (als diamagnetisch)
- Magneet inductieve, wervelstroom-, coulometrische en XRF methoden
 - Kalibreren met Standaarden met vergelijkbare P%
 - Gebruiken voor delen met vergelijkbare P%
- XRF Gelijktijdige bepaling van P% van de NiP diktemeting is mogelijk

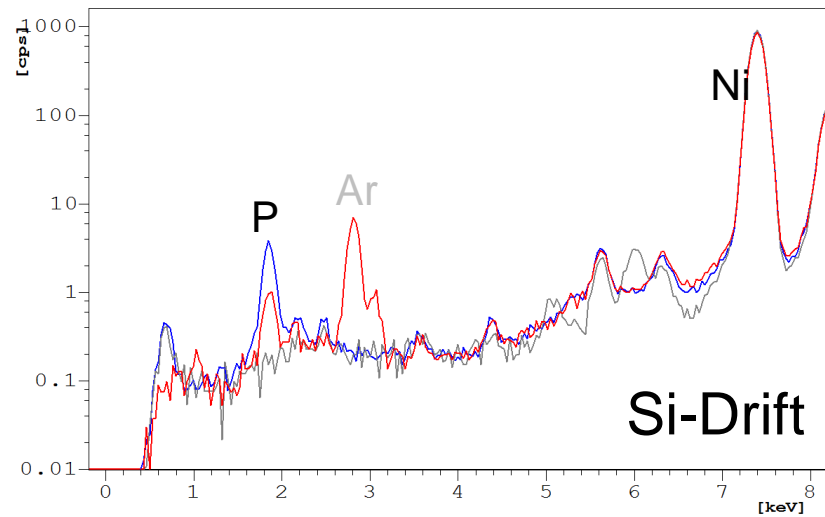
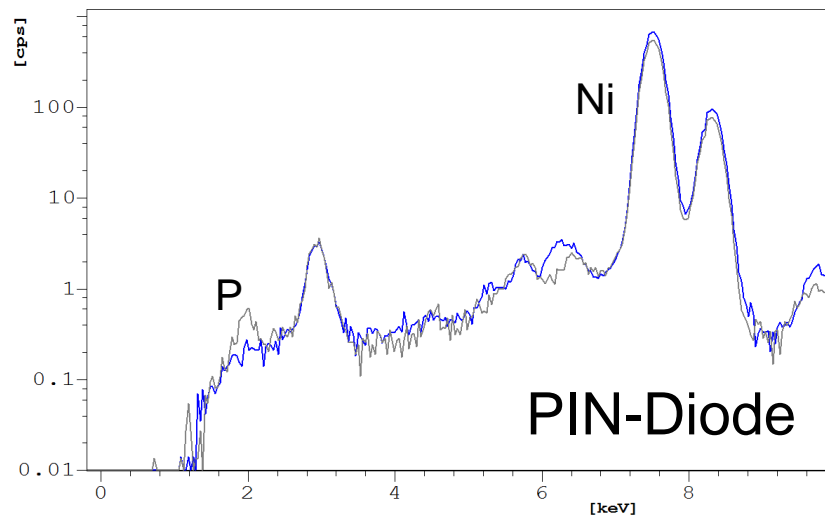
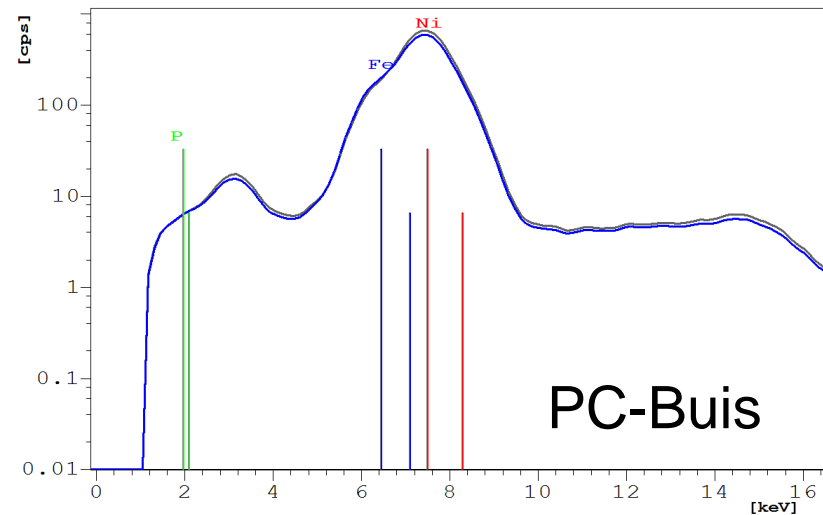
XRF: Meetmethoden

- Indirecte P%-bepaling (enkel bij fluorescerend basismateriaal)
- Directe P%-bepaling



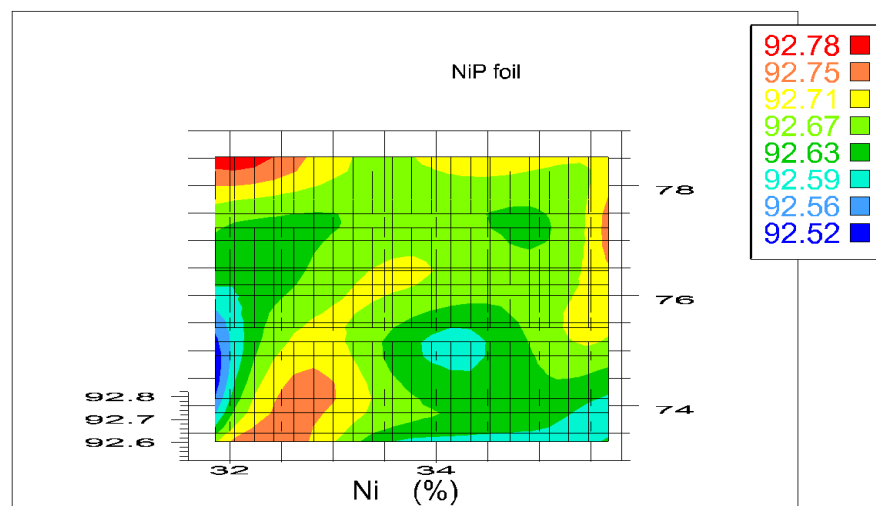
XRF: Detectoren

- PC-Buis (Gas Ionisatie)
- PIN-Diode (Halfgeleider)
- Si-Drift Detector (Halfgeleider)



XRF: Simultane meting van P%

- Laagdikte meetfouten veroorzaakt door dichtheidsfouten
ca. 1% laagdikte fout per P% afwijking
- Meten van de verdeling van het P% over het werkstuk



XRF Performance

2.28um NiP12.8

Calibration: Standard free

n= 1	NiP 1=	2.27 μm	Ni =	93.3 %	P =	6.70 %
n= 2	NiP 1=	2.27 μm	Ni =	93.2 %	P =	6.82 %
n= 3	NiP 1=	2.25 μm	Ni =	93.3 %	P =	6.67 %
n= 4	NiP 1=	2.28 μm	Ni =	93.2 %	P =	6.80 %
...						
n= 57	NiP 1=	2.24 μm	Ni =	93.4 %	P =	6.64 %
n= 58	NiP 1=	2.26 μm	Ni =	93.1 %	P =	6.91 %
n= 59	NiP 1=	2.24 μm	Ni =	93.1 %	P =	6.89 %
n= 60	NiP 1=	2.26 μm	Ni =	93.3 %	P =	6.73 %
n= 61	NiP 1=	2.26 μm	Ni =	93.1 %	P =	6.92 %
n= 62	NiP 1=	2.25 μm	Ni =	93.3 %	P =	6.72 %
n= 63	NiP 1=	2.25 μm	Ni =	93.3 %	P =	6.67 %
n= 64	NiP 1=	2.25 μm	Ni =	93.3 %	P =	6.73 %

Mean	2.260 μm	93.22 %	6.780 %
Standard deviation	0.009 μm	0.075 %	0.075 %
C.O.V. (%)	0.38	0.08	1.11

Men dient rekening te houden met:

- Informatiediepte van de directe P% meting
- Reiniging van de werkstukken / samplevoorbereiding
- Microstructuur van het coatingmateriaal

Absorptie van de P Straling in Nikkel

- Phosphor-K α Straling: 2.02 keV
- Absorptiedwarsdoorsnede van Ni bij 2.02 keV: 2150 cm²/g
- Transmissie = $\exp(-\rho \sigma x)$

- 90% Absorptie bij 1.2 μm
- 99% Absorptie bij 2.4 μm

Absorptie van de P Straling in nikkel

Directe P% Meting in NiP/Fe

- directe P-K α
vertegenwoordigd bovenste 1 μm
- indirecte: Sterkte van het basismateriaalsignaal
vertegenwoordigd gehele coating

In geval van P%-gradiënten

- Dilemma tussen directe en indirecte P% meting
- Dient te worden gewogen naar mate van invloed...

Inhomogeniteit voorbeeld NiP / Fe

NiP1		NiP2		NiP/Fe	
1 μm	15%	1 μm	5%	2.01 μm	10.4%
1		1	10	1.98	4.0
2	15	2	5	4.03	10.6
2		2	10	3.97	3.9
4	15	4	5	8.08	11.2
4		4	10	7.91	3.3

Inhomogeniteit voorbeeld NiP Folie

NiP1		NiP2		NiP	
1 μm	15%	1 μm	5%	2.2 μm	14.5%
1		1	10	1.8	0.4
2	15	2	5	4.5	14.9
2		2	10	3.6	0
4	15	4	5	...	
4		4	10		

Samenvatting

- Diverse methoden voor Ni en NiP laagdiktemeting
- XRF methoden: simultaan meten van laagdikte en fosfor-gehalte
- Complexe, niet homogene NiP lagen zijn interessant, maar uitdagend om te meten
- nieuwe SDD-detectoren verbeteren P% meting aanzienlijk

- Is chemisch nikkel meten uw uitdaging?

Helmut Fischer Meettechniek helpt u graag op weg..

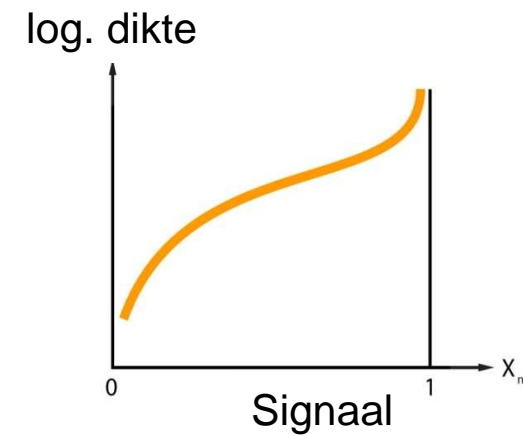
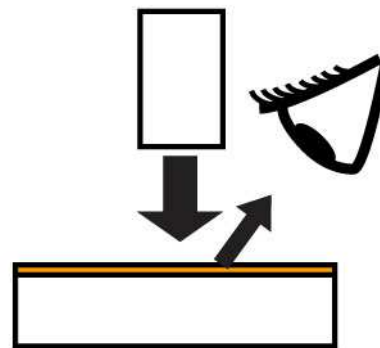
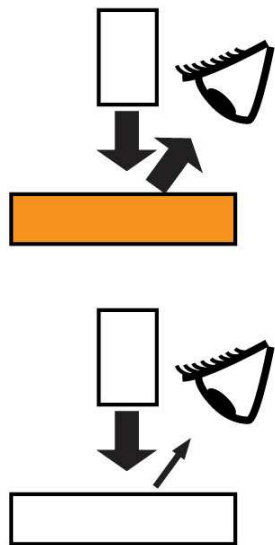
- U vindt ons op stand 564

- Bedankt voor uw aandacht

Meting van Ni laagdikte

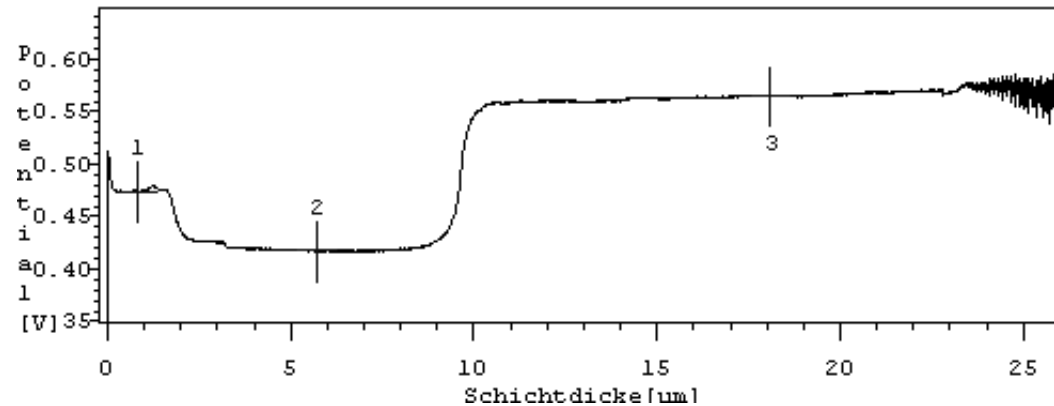
- Magnetische inductie

Meting van de hoeveelheid ferromagnetisch Ni



Meting van nikkel coatings

- Coulometrisch Meting van de elektrochemisch opgeloste hoeveelheid Ni
- STEP simultane laagdiktemeting en elektrochemische potentiaalmetingen



Laagsysteem: micro poreus Ni / glans Ni / hoog zwavelig Ni / half-glans Ni / Cu