

**Laborprotokoll**  
der LVA  
**Chemische Technologie Anorganischer Stoffe (161.006)**

zum Thema:

***Diffusion***

Betreuender Assistent

Ao.Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Walter **Lengauer**

Datum: 21.11.2009

Verfasser: SVATUNEK Dennis, 0725292

Gruppenpartner: Felix BIEGGER  
Hermine SCHMIDTBAUER  
Christian WEISSENSTEINER

# 1. Übungsziel

Herstellung und Charakterisierung einer TiN-Schicht auf Titan durch eindiffundieren von Stickstoff bei hohen Temperaturen.

## 2. Einleitung

Diffusion ist ein Vorgang des Stofftransportes welcher stark von der Temperatur abhängig ist und kann in allen Aggregatzuständen erfolgen. Die Triebkraft für die Diffusion ist eine Differenz des Chemischen Potentials  $\mu$ . So ein Potentialdifferenz kann z.B. durch einen Konzentrationsgradienten entstehen.

In unserem Fall wird Diffusion in einem Festkörper betrachtet. Aufgrund der engen und starren Anordnung der Teilchen in einem Festkörper kann hier Diffusion nur sehr langsam und schwer erfolgen. Essentiell sind (atomare) Leerstellen im Material in welche die Teilchen springen können. So bewegt sich einerseits die Leerstelle durch das Material, andererseits können Teilchen durch den Feststoff wandern.

Diffusion ist oft ein ungewünschtes Phänomen in der Herstellung und Verwendung von Werkstoffen wie z.B. bei der H<sub>2</sub>-Versprödung, allerdings wird es auch gezielt eingesetzt, um Schichten mit bestimmten Eigenschaften herzustellen die z.B. als Verschleißschutz, Korrosionsschutz oder zur optischer Veredelung dienen.

## 3. Durchführung der Übung

Zur Herstellung der Titannitridschicht muss Titan unter Stickstoffatmosphäre sehr hoch erhitzt werden. Dazu wurde ein Induktionsofen verwendet. Dieser bestand im Wesentlichen aus einem Quarzglasrohr mit Luftkühlung und Induktionsspule im Probenbereich. Der Ofen konnte über eine Drehschieberpumpe evakuiert werden und es war möglich verschiedene Gasatmosphären zu erzeugen. Quarzglas wird verwendet, da es sich durch eine hohe Temperatur- und Temperaturwechselbeständigkeit auszeichnet. Die induktive Beheizung des Ofens hat den wesentlichen Vorteil, dass sich rasch Temperaturwechsel erzeugen lassen. Zusätzlich ist noch ein Quadrupol-Massenspektrometer an das System angeschlossen, welches zur Analyse eventuell entstandener Reaktionsgase eingesetzt werden kann. Bei der Übung kam es jedoch nicht zum Einsatz.

Zur Durchführung der Übung wurde ein Titanstück mit Zirkoniumfolie umwickelt, welche das Titan vor eindiffundieren von Kohlenstoff aus dem Tiegel sowie vor Sauerstoff schützen soll. Diese Probe wurde auf eine Hartmetallplatte in einen Graphittiegel gelegt welcher als Suszeptor dient und durch die Induktion aufgeheizt wird. Die Hartmetallplatte welche als Probenträger diente wurde mit Graphitspray besprüht und diente als Strahler für die Infrarottemperaturmessung. Durch die ständig erneuerte Graphitbeschichtung muss das Infrarotpyrometer, welches zur Temperaturmessung verwendet wird nicht neu kalibriert werden. Der Tiegel wurde mit einem Deckel, welcher ein Loch für die Temperaturmessung besaß, verschlossen

und in das Quarzrohr eingeführt, sodass er inmitten der Induktionsspule stand. Von oben wurde mithilfe des Infrarotpyrometer durch das Loch im Deckel die Temperatur im inneren des Tiegels gemessen. Anschließend wurde der Ofen evakuiert und drei mal mit Stickstoff, bis zu einem Druck von 100mbar, gespült. Anschließend wurde eine 300mbar Stickstoffatmosphäre eingestellt. Dann wurde mit einer Rampe von 50°/min auf 600°C aufgeheizt und weiters mit 10°/min auf 1400°C. Diese Temperatur wurde 60 min gehalten, anschließend wurde die Heizung abgestellt und die Probe konnte sich abkühlen.

Aufgrund von Zeitmangel wurde eine schon vorbereitete Probe zu Charakterisierung verwendet, welche auf selbe Weise hergestellt wurde. Diese wurde mit einer Diamantsäge geschnitten und anschließend geschliffen und poliert.

#### 4. Ergebnisse und Interpretation

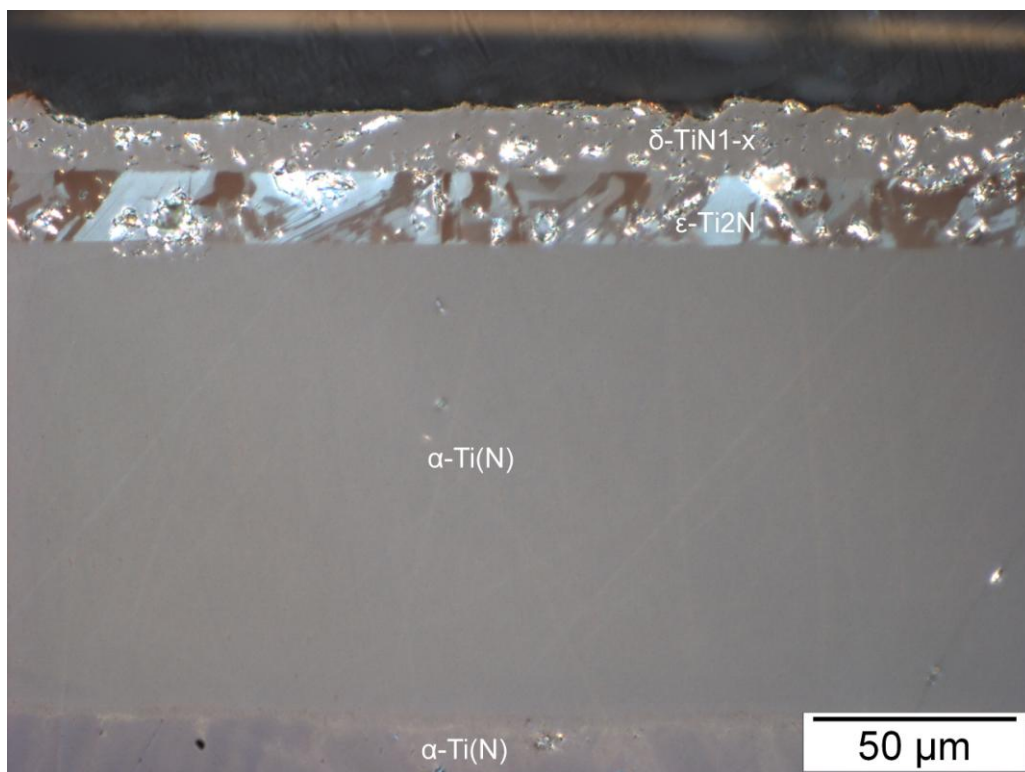


Abbildung 1 Schliffbild bei 500facher Vergrößerung

Abbildung 1 zeigt das Schliffbild der Probe. Ganz oben sieht man das Material in welchem die Probe zum Schleifen eingebettet wurde. Darunter ist eine  $\delta\text{-TiN}_{1-x}$  – Phase zu sehen welche eine Dicke von etwa 14  $\mu\text{m}$  besitzt. Sie zeichnet sich durch einen hohen Stickstoffgehalt aus.

Danach folgt die  $\epsilon$ -Ti<sub>2</sub>N-Phase mit einer Schichtdicke von etwa 17  $\mu\text{m}$ .

Anschließend folgen zwei  $\alpha$ -Ti(N)-

Phasen. Diese haben gleiche

Kristallstruktur allerdings kann man eine

Grenzfläche beobachten. Dies kommt

dadurch zustande, dass sich während

der Reaktion bei 1400°C eine  $\beta$ -Ti(N)-

Schicht bei geringen Stickstoffanteil

bildet, welche sich beim Abkühlen in

eine  $\alpha$ -Ti(N)-Phase umwandelt wie in

Abbildung 2 deutlich zu sehen ist. Bei

der Reaktionstemperatur von 1400°C

sind die drei Phasen  $\alpha$ -Ti(N),  $\beta$ -Ti(N)

sowie  $\delta$ -TiN<sub>1-x</sub> stabil. Im Schliffbild ist

allerdings auch eine  $\epsilon$ -Ti<sub>2</sub>N-Phase zu sehen. Diese ist unter etwa 1300°C stabil.

Allerdings bildet sich diese Phase nicht aus der  $\delta$ -TiN<sub>1-x</sub> Phase, wie es bei Betrachtung des Phasendiagramms zu erwarten wäre sondern aus der  $\alpha$ -Ti(N)-Phase.

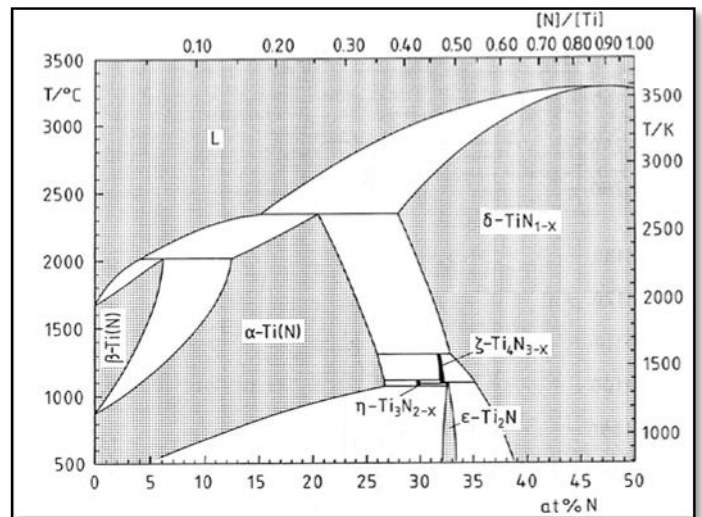


Abbildung 2 Phasendiagramm Titan Stickstoff

Zur Bestimmung des Schichtdickenwachstumss nach dem Tammann'sches Zundergesetz wurden die bei 1400°C gebildeten Phasen verwendet. Hier bildete sich die  $\delta$ -TiN<sub>1-x</sub>-Phase mit einer Dicke von 14  $\mu\text{m}$ . Die gebildete  $\alpha$ -Ti(N)-Phase wies während der Bildung eine Dicke von 135  $\mu\text{m}$ . Die Schichtdicke der  $\beta$ -Ti(N)-Phase konnte nicht bestimmt werden, da sie keine scharfe Abgrenzung zum reinen Titan besaß.

Aus der Steigung der Geraden (Abbildung 3) lassen sich die Zunderkonstanten  $k$  berechnen. Sie sind in Tabelle 1 verzeichnet.

Tabelle 1 Zunderkonstanten

	$k$ in $\text{cm}^2/\text{s}$
$\delta$ -TiN <sub>1-x</sub>	$2,3 \cdot 10^{-9}$
$\alpha$ -Ti(N)	$2,55 \cdot 10^{-8}$

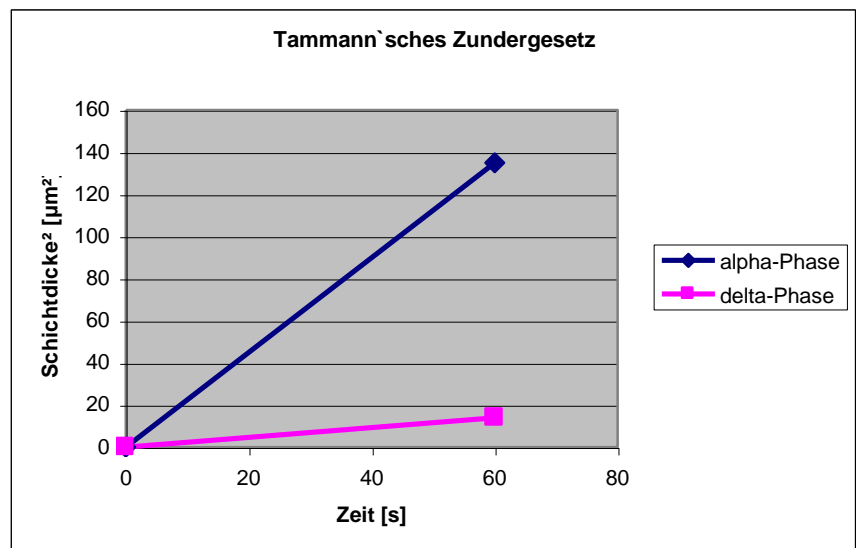


Abbildung 3 Tammann'sches Zundergesetz