

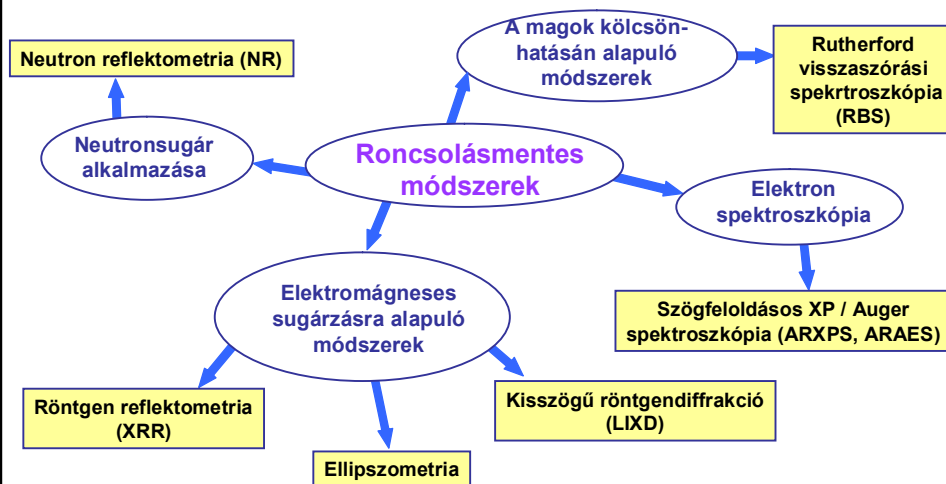
# Elektrokémiai fémleválasztás

## Elektrokémiai fémleválasztással készült anyagok mélységi komponens-eloszlásának vizsgálata

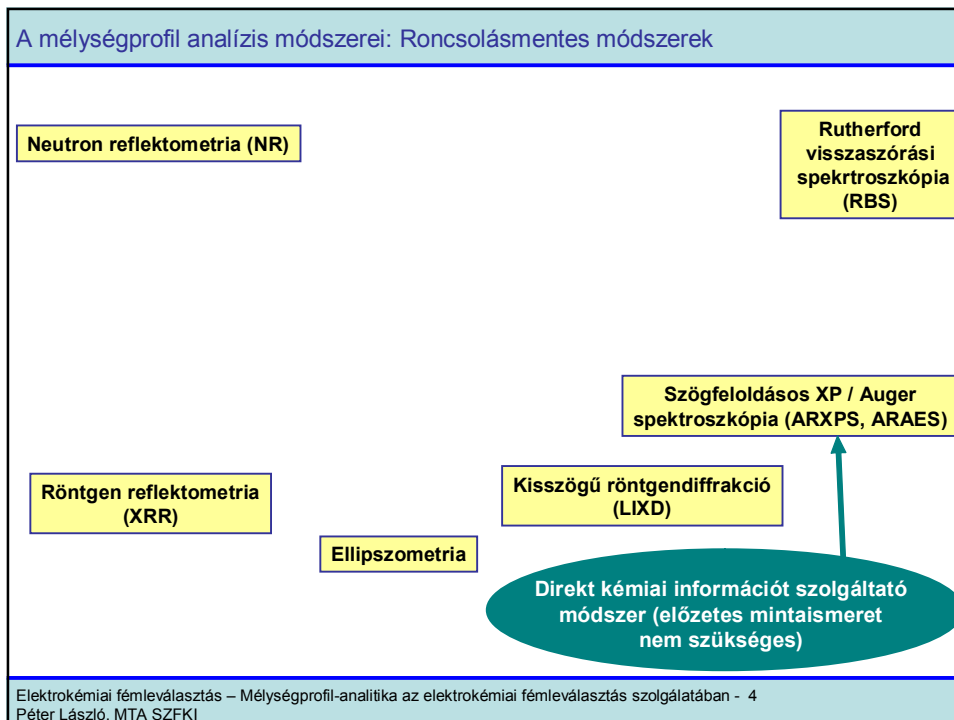
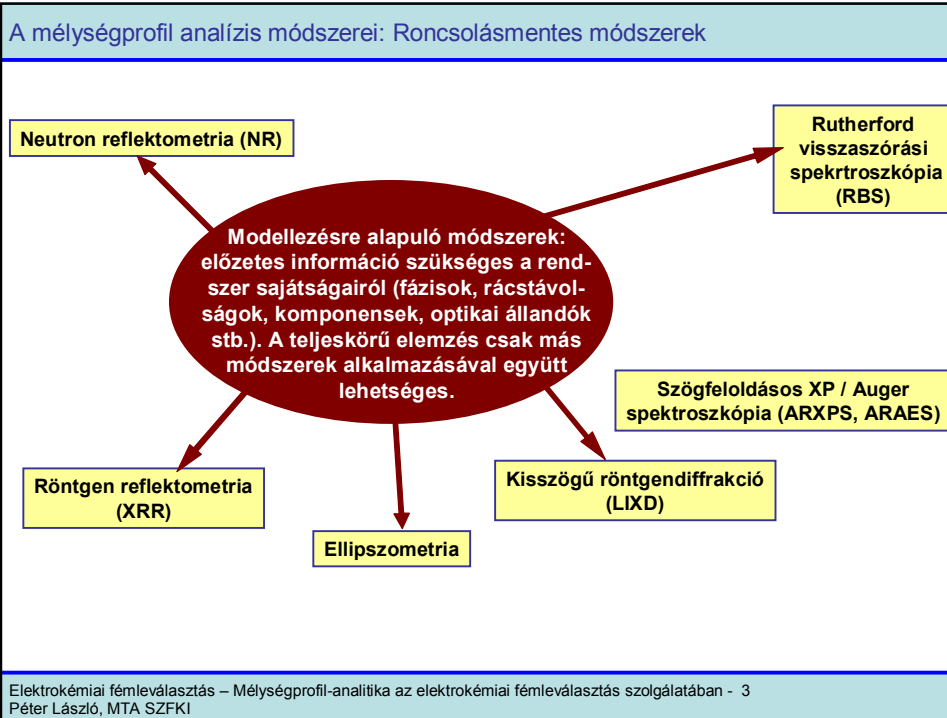
Péter László

Elektrokémiai fémleválasztás – Mélységprofil-analítika az elektrokémiai fémleválasztás szolgálatában - 1  
Péter László, MTA SZFKI

### A mélységprofil analízis módszerei: Roncsolásmentes módszerek



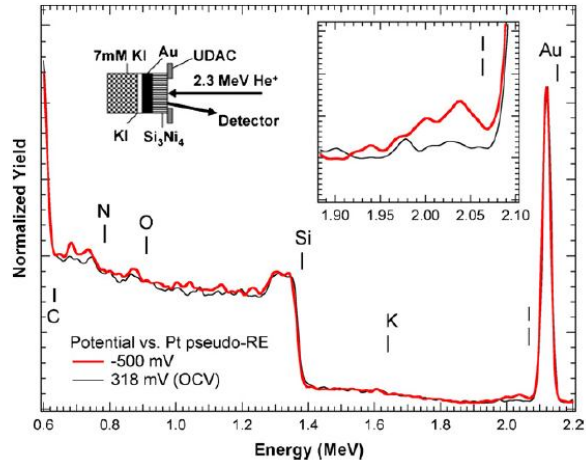
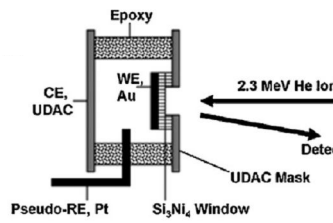
Elektrokémiai fémleválasztás – Mélységprofil-analítika az elektrokémiai fémleválasztás szolgálatában - 2  
Péter László, MTA SZFKI



**Adszorpciós réteg *in situ* (!) észlelése Au elektródon**

Detektálási módszer:  
Rutherford backscattering spectroscopy

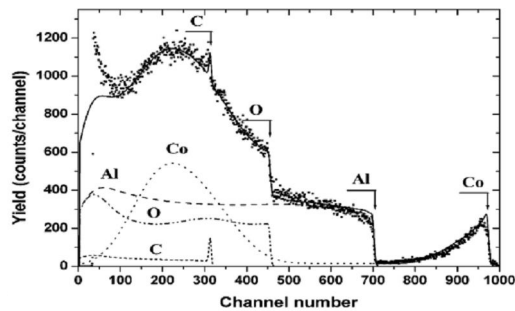
Az elektrokémiai cella:



Forrás:  
A. Hightower, B. Koelb, T. Felter, *Electrochimica Acta* **54** (2009) 1777–1783.

**Nanohuzalok és a sablon összetételének egyidejű észlelése RBS módszerrel**

Elsődleges eredmény:

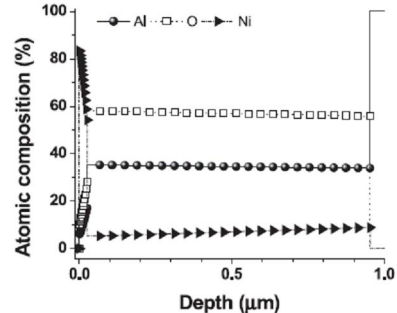


A visszaszórt ionok energiájának valószínűségi sűrűség függvénye (gyakori mérési mód: a sokcsatornás analizátor csatornáinak száma van az x tengelyen). Ezt kell illeszteni a mélységprofil modellel.

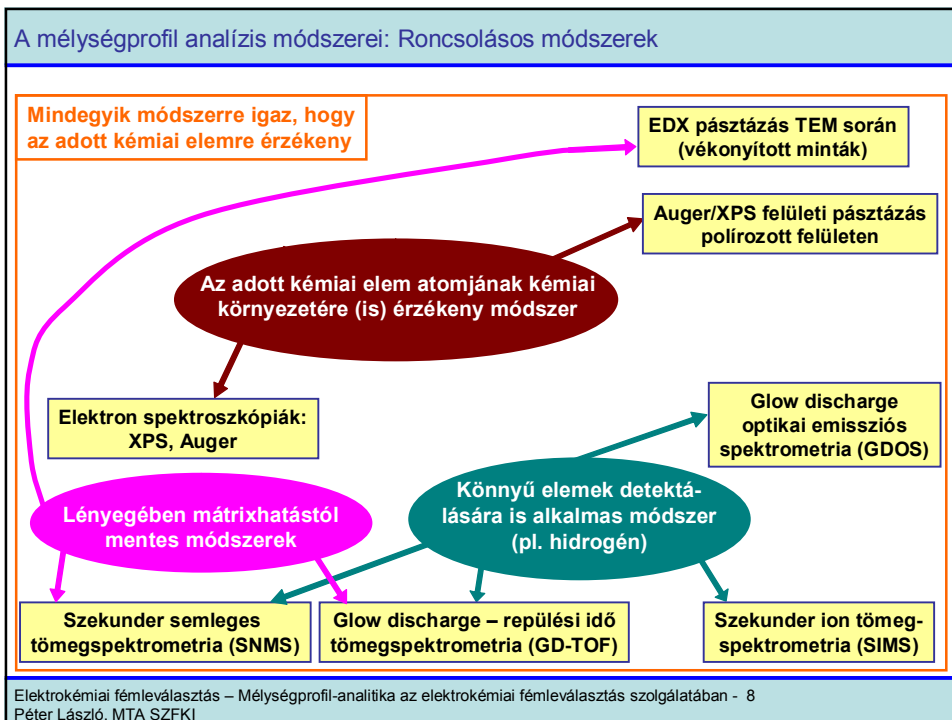
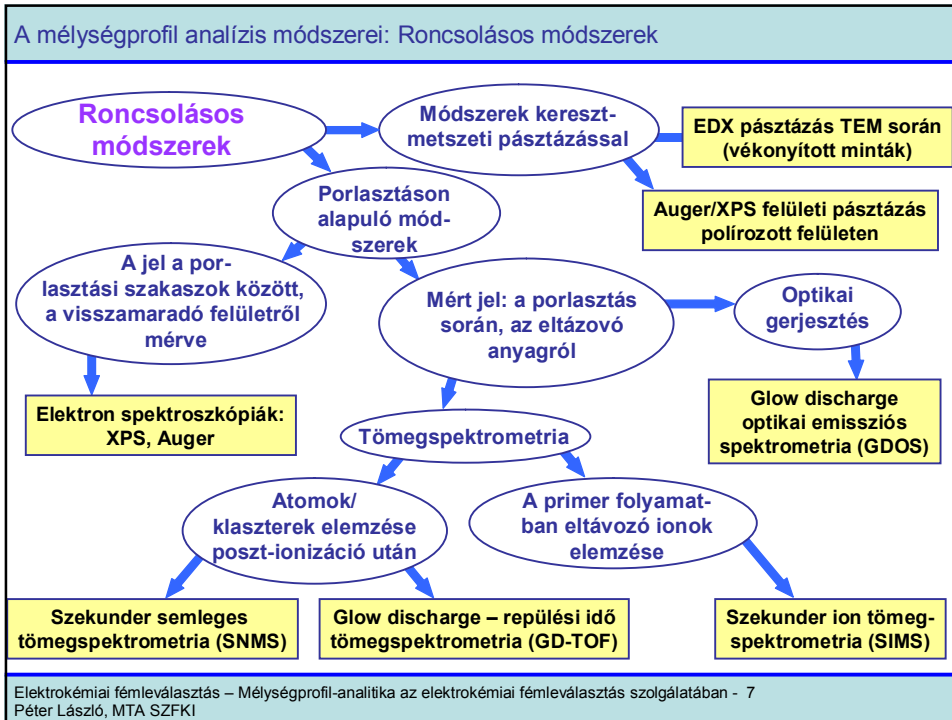
Forrás: M. Hernández-Vélez et al., *Appl. Phys. A* **80** (2005) 1701–1706.

Szarmaztatott eredmény:

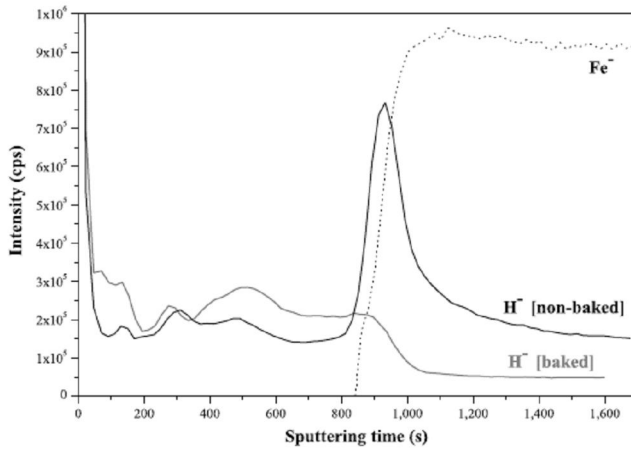
A komponensek mélységi eloszlása, ami a legjobban illeszkedik a mérési eredményekhez. Az alábbi ábra egy Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> membránra vonatkozik..



Forrás: M. Vázquez et al., *Eur. Phys. J. B* **40** (2004) 489–497.



**Cd leválasztás rozsdamentes acélra, hidrogén felhalmozódás a réteghatáron**



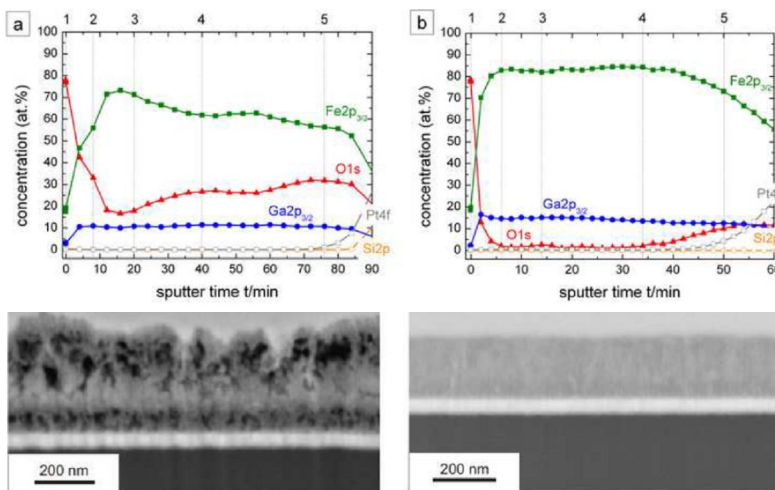
From: E. Kossoy et al., *Corrosion Science* **50** (2008) 1481.

H detektálás: SIMS (gyakorlatilag az egyetlen lehetőség)

SIMS: negatív ion módban is működik! (ez az egyetlen módszer ilyen lehetőséggel)

A kifizési feltételek igen lényegesek a felhalmozódott hidrogén eltávolítása szempontjából.

Mind a mélységprofil, mind a morfológia függ a hordozó előkezelésétől (Au hordozó, Fe-Ga ötvözet leválasztása)

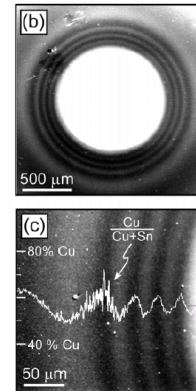
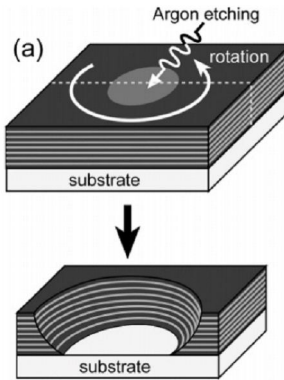
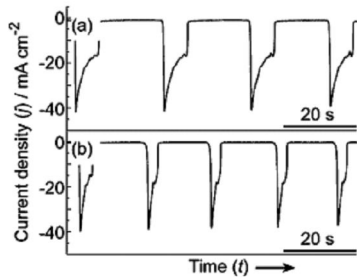


From: D. Iselt et al., *Electrochim. Acta* **56** (2011) 5178.

Roncsolásos mélységprofil-analízis: Ötvözetleválasztás, oszcilláló reakció

**Oscilláló reakció során végbemenő fémleválasztás tanulmányozása: a levált anyag keresztmetszeti csiszolatának pásztázó Auger spektroszkópiai vizsgálata**

Ötvözet leválasztása: Cu-Sn; változó ionkoncentrációk ( $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Sn}^{2+}$ )



Távolság-skála:  
néhány száz mikrométer

From: S. Nakanishi et al.,  
*J. Phys. Chem. B* **109** (2005) 1750-1755.

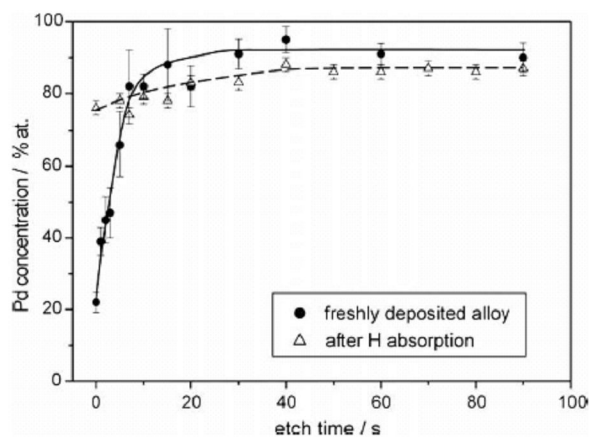
Elektrokémiai fémleválasztás – Mélységprofil-analítika az elektrokémiai fémleválasztás szolgálatában - 11  
Péter László, MTA SZFKI

Roncsolásos mélységprofil-analízis: Ötvözetleválasztás, hidrogén hatása

**Hidrogén abszorpció/deszorpció hatására végbemenő komponens-átrendeződés vizsgálata**

Ötvözet: Ag-Pd

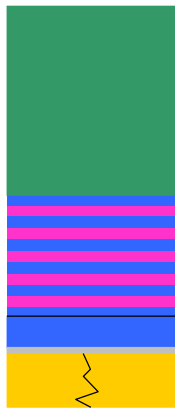
A hidrogén abszorpciója és deszorpciója akár az ötvözet komponenseinek átrendeződéséhez is vezethet.



From: M. Lukaszewski et al.,  
*J. Electroanal. Chem.* **637** (2009) 13–20 .

Elektrokémiai fémleválasztás – Mélységprofil-analítika az elektrokémiai fémleválasztás szolgálatában - 12  
Péter László, MTA SZFKI

Roncsolásos mélységprofil-analízis: Egy saját fejlesztésű technikai megoldás



2. fürdő:  
Mechanikai stabilitást  
adó Ni réteg  
leválasztása

1. fürdő:  
Co-Cu / Cu multiréteg  
leválasztása

Hordozó:  
Cr (5nm) / Cu (20nm)

A Si lapka ügyes eltörése után a mintát egyszerűen lehúzzuk a hordozóról.

A minta így önhordó, köszönhetően a második Ni réteg kellő szakítószilárdságának. A szükséges Ni réteg vastagság kb. 2  $\mu\text{m}$ .

A réteg lehúzása a hordozóról általában nem sikerül tökéletesen. Bár az eredeti Cr/Cu rétegből valamennyi ott marad a hordozón, mindig elég nagy területek állnak rendelkezésre a mélységprofil vizsgálatokhoz. A mélységprofil vizsgálathoz így igen sima kezdőfelületet kapunk.

Ha a vizsgálendő réteg tartalmaz nikkelt, az eljárás 3 lépéses:

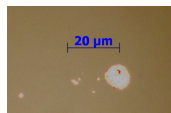
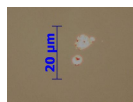
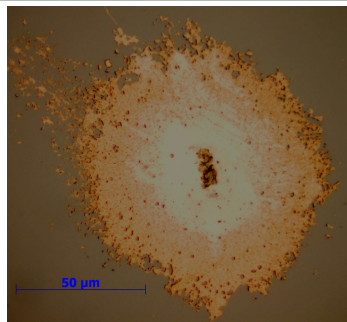
A 2. lépésben Zn réteget választunk le, majd a 3. lépésben Ni réteg következik.

Ha a hordozó Si/Cr(5nm)/Ag(30nm), a rétegek más határfelületnél válnak szét:

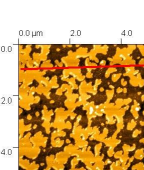
A krómréteg a Si lemezen marad!

Elektrokémiai fémleválasztás – Mélységprofil-analítika az elektrokémiai fémleválasztás szolgálatában - 13  
Péter László, MTA SZFKI

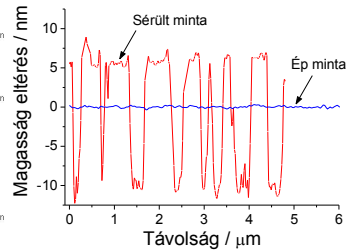
Roncsolásos mélységprofil-analízis: Egy saját fejlesztésű technikai megoldás



Optikai mikroszkópi felvételek a visszamaradó Si lemezről. (A Si-fém kontraszt jobb, mint a Cr-Co vagy Cu-Co kontraszt.)



AFM képek a visszamaradó Si lemezről



Elektrokémiai fémleválasztás – Mélységprofil-analítika az elektrokémiai fémleválasztás szolgálatában - 14  
Péter László, MTA SZFKI

A szekunder semleges tömegspektrometriás technika

Szekunder semleges tömegspektrometria:

ATOMKI (Debrecen)

Secondary Neutral Mass Spectrometry (SNMS)

Partner kutató: Vad Kálmán

Rétegek feloldása: 1 nm körül

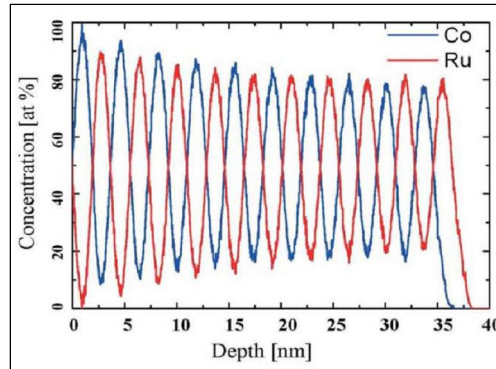
Bombázó ion: Ar<sup>+</sup>

Ion energia: 350 eV

(összehasonlítás: 2-10 keV az ionforrás tipikus energiája AES és XPS berendezésekben; ionimplantáció során az energia a MeV tartományig terjed)

Detektálási módszer:

kvadrupól tömegspektrometria

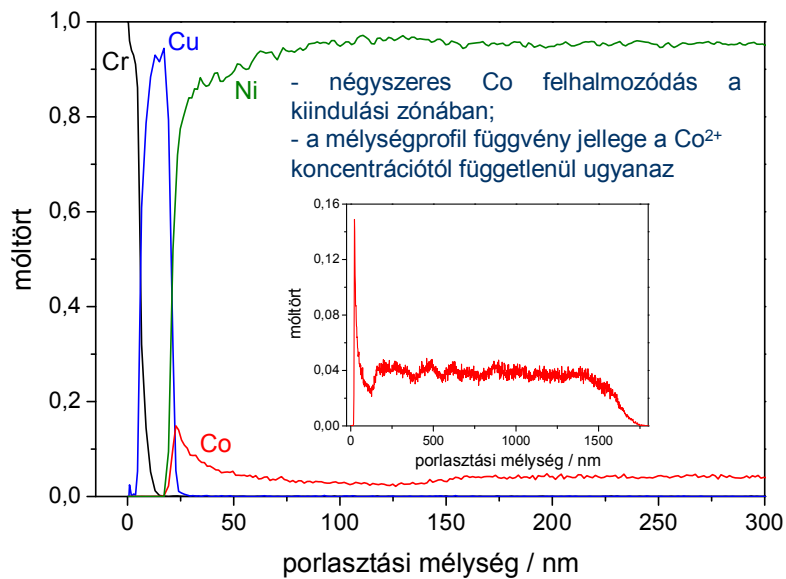


Forrás: K. Vad et al., *Spectroscopy Europe* 21 (2009) 13-17.

A **móltört** vs. **mélység** függvény számolása a **beütésszám** vs. **idő** függvényből gyakorlatilag automatikus – nincs márixhatás sem.

Elektrokémiai fémleválasztás – Mélységprofil-analítika az elektrokémiai fémleválasztás szolgálatában - 15  
Péter László, MTA SZFKI

Kétkomponensű ötvözet hordozó közeli komponens-eloszlása

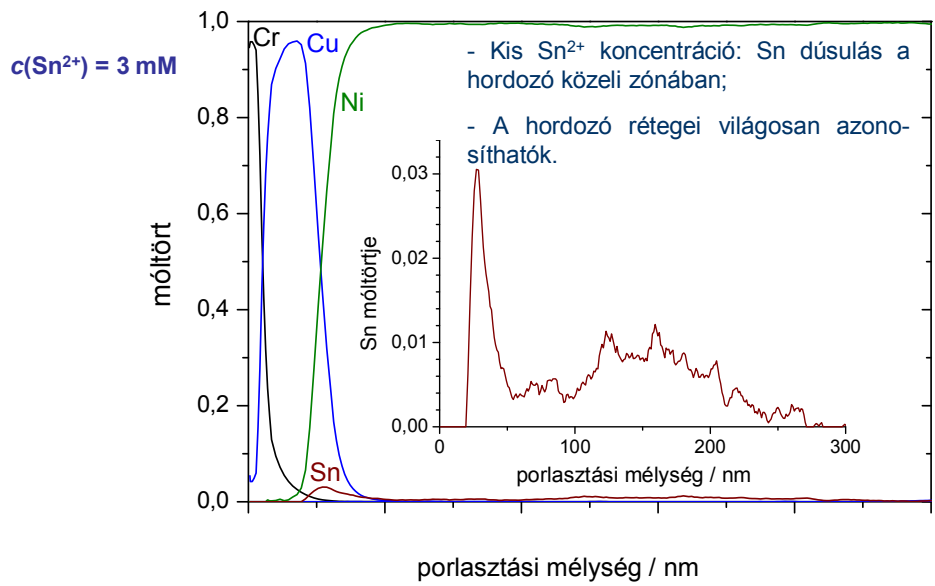


- négyszeres Co felhalmozódás a kiindulási zónában;  
- a mélységprofil függvény jellege a Co<sup>2+</sup> koncentrációtól függetlenül ugyanaz

Elektrokémiai fémleválasztás – Mélységprofil-analítika az elektrokémiai fémleválasztás szolgálatában - 16  
Péter László, MTA SZFKI

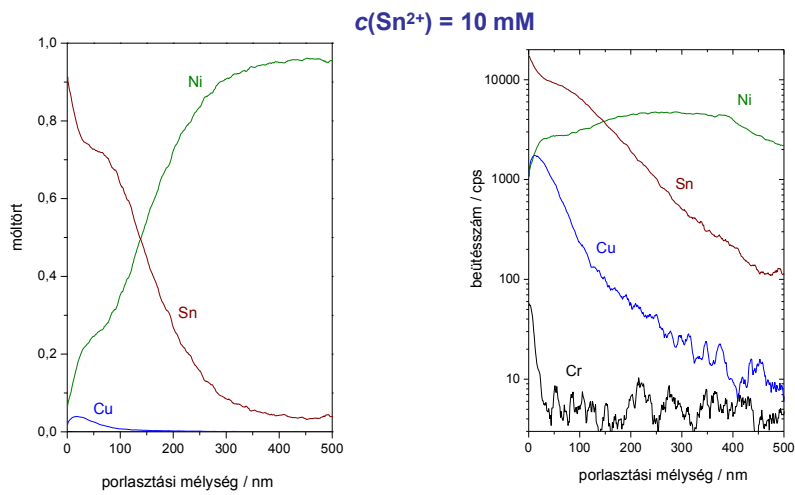


Kétkomponensű ötvözet hordozó közeli komponens-eloszlása



Elektrokémiai fémleválasztás – Mélységprofil-analítika az elektrokémiai fémleválasztás szolgálatában - 17  
 Péter László, MTA SZFKI

Kétkomponensű ötvözet hordozó közeli komponens-eloszlása



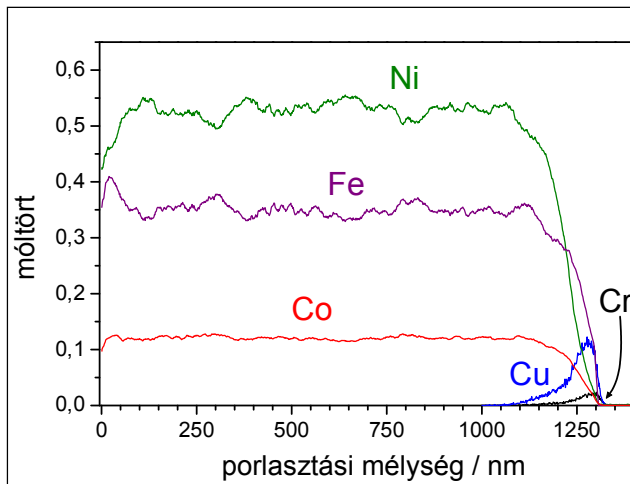
Elektrokémiai fémleválasztás – Mélységprofil-analítika az elektrokémiai fémleválasztás szolgálatában - 18  
 Péter László, MTA SZFKI

### Háromkomponensű ötvözet hordozó közeli komponens-eloszlása

Minta: Si /



Cr(5nm) / Cu(20nm) // Fe-Co-Ni(1250 nm)



**Hagyományos porlasztási irány:**

Gyakorlatilag nem kapunk információt a hordozóhoz közeli zónáról.

Az alaprétegek (Cu és Cr) látszólagos vastagsága igen nagy.

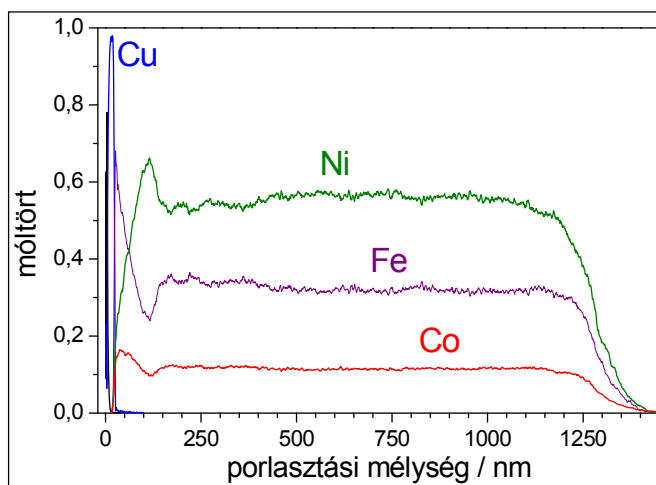
Úgy néz ki, mintha a minta nagyjából homogén lenne.

Elektrokémiai fémleválasztás – Mélységprofil-analítika az elektrokémiai fémleválasztás szolgálatában - 19  
Péter László, MTA SZFKI

### Háromkomponensű ötvözet hordozó közeli komponens-eloszlása

Minta: Si /

Cr(5nm) / Cu(20nm) // Fe-Co-Ni(1250 nm)



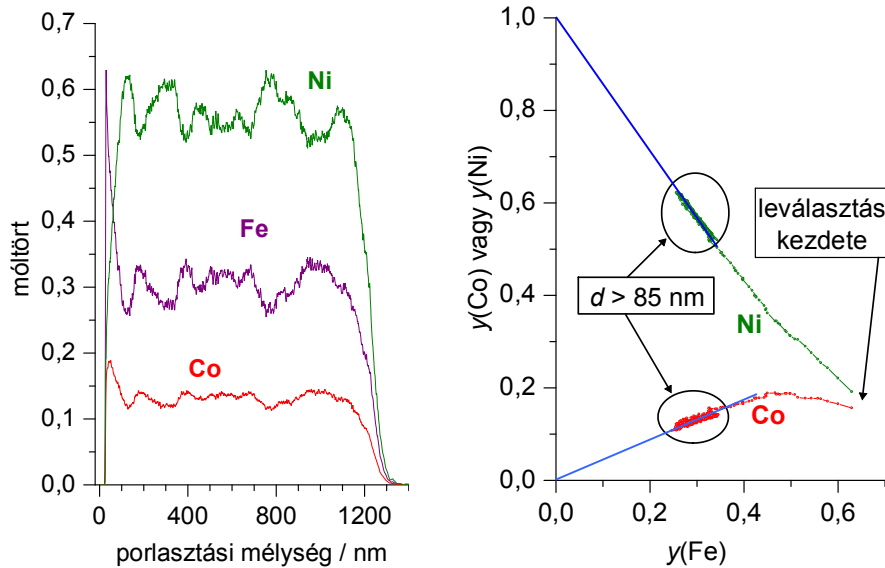
**Fordított porlasztási irány:**

Drasztikus koncentráció változások a hordozó közeli zónában.

A hordozó rétegeinek (Cr, Cu) látszólagos vastagsága a névleges értékekkel egyezik.

Elektrokémiai fémleválasztás – Mélységprofil-analítika az elektrokémiai fémleválasztás szolgálatában - 20  
Péter László, MTA SZFKI

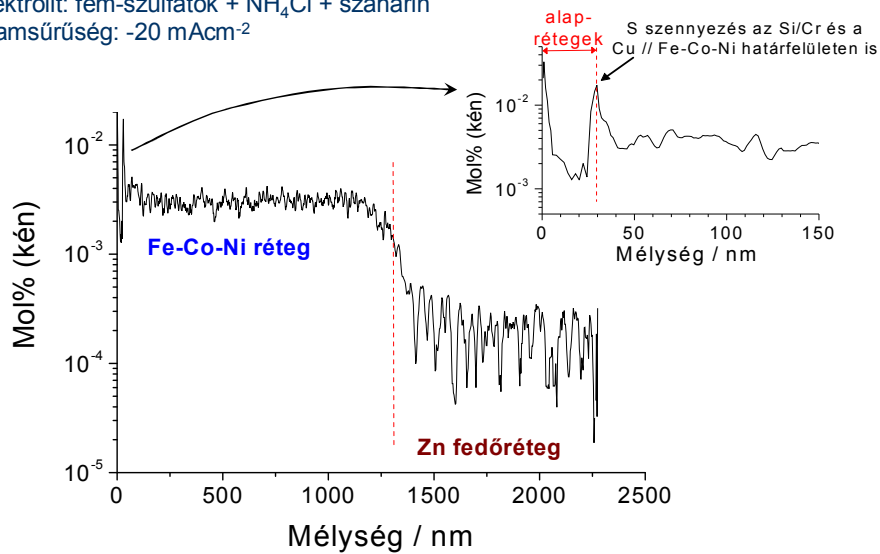
Háromkomponensű ötvözet, korrelációk az egyes komponensek mélységi eloszlásában



Elektrokémiai fémleválasztás – Mélységprofil-analítika az elektrokémiai fémleválasztás szolgálatában - 21  
Péter László, MTA SZFKI

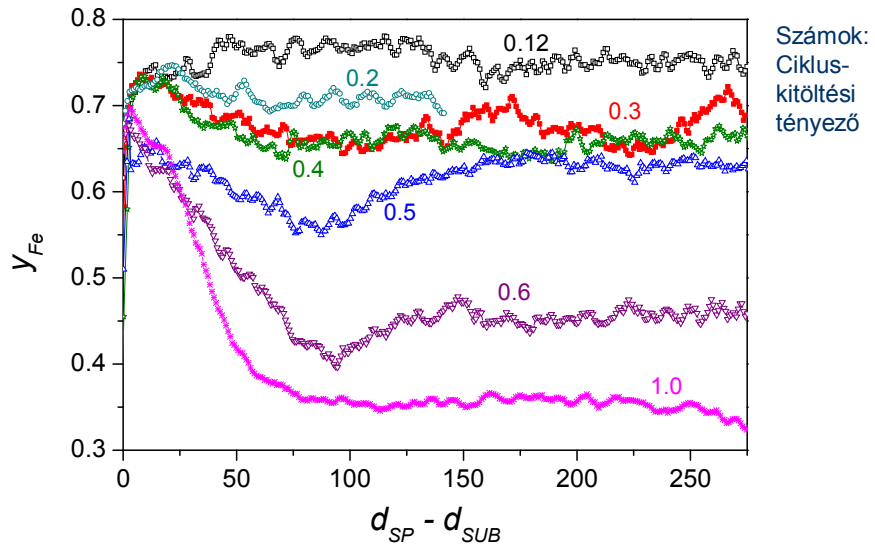
Ötvözet leválasztás, szennyezők kimutatása

Elektrolit: fém-szulfátok +  $\text{NH}_4\text{Cl}$  + szaharin  
Áramsűrűség:  $-20 \text{ mAcm}^{-2}$



Elektrokémiai fémleválasztás – Mélységprofil-analítika az elektrokémiai fémleválasztás szolgálatában - 22  
Péter László, MTA SZFKI

Ötvözet impulzusos módszerrel történő leválasztása



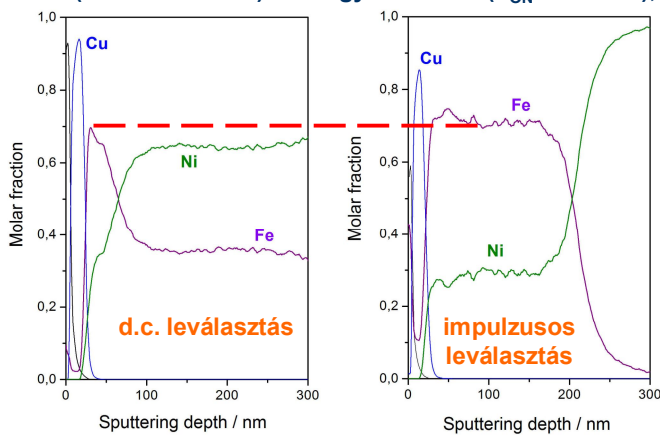
Elektrokémiai fémleválasztás – Mélységprofil-analítika az elektrokémiai fémleválasztás szolgálatában - 23  
Péter László, MTA SZFKI

Ötvözet impulzusos módszerrel történő leválasztása

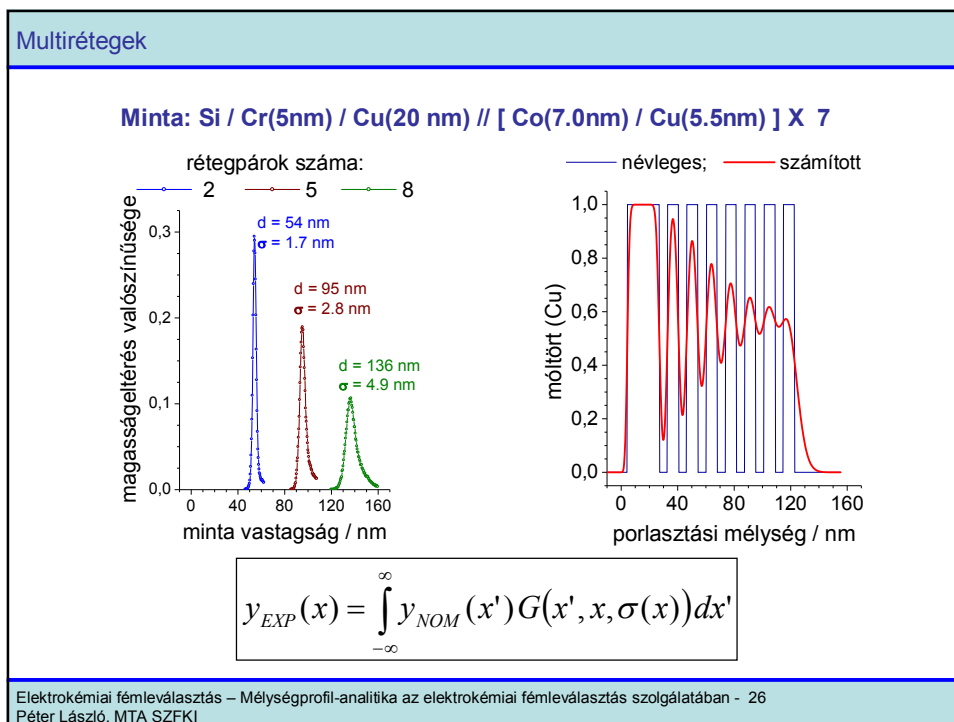
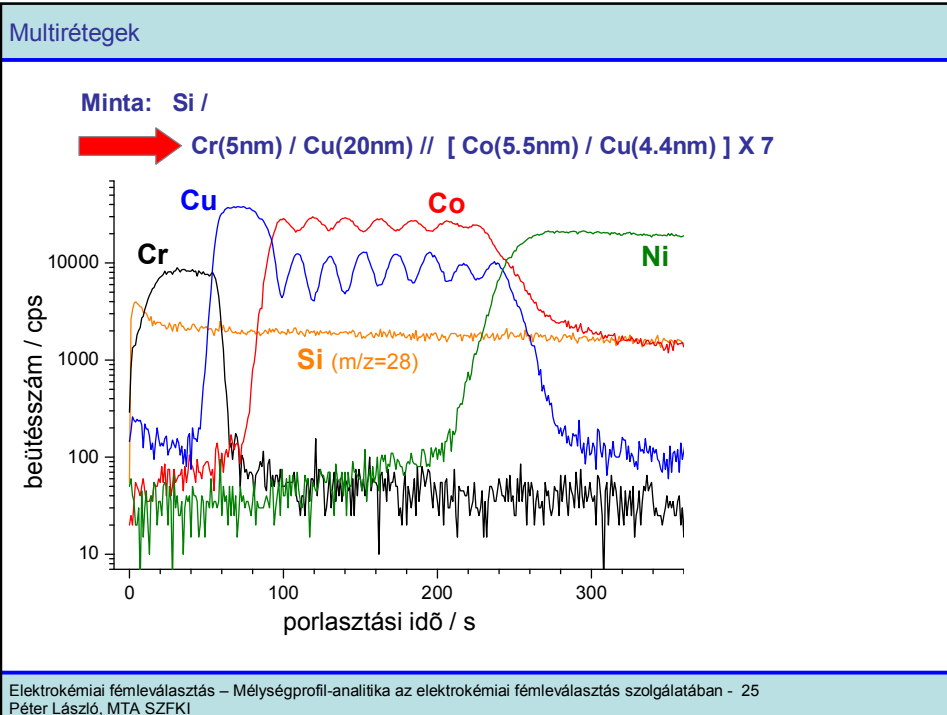
Minta: Si / Cr // Fe-Ni // Ni(Co)

Áramsűrűség:

-30 mA (d.c. leválasztás) vagy -30 mA ( $T_{ON} = 100$  ms), 0 mA ( $T_{OFF} = 400$  ms),



Elektrokémiai fémleválasztás – Mélységprofil-analítika az elektrokémiai fémleválasztás szolgálatában - 24  
Péter László, MTA SZFKI



Minta: Si / Cr(5nm) / Cu(20 nm) // [ Co(7.0nm) / Cu(5.5nm) ] X 7

