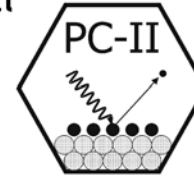




Friedrich-Alexander-Universität
Erlangen-Nürnberg

INSTITUT FÜR PHYSIKALISCHE
UND THEORETISCHE CHEMIE



Stoffübergang beim Vakuumaufkohlen – Untersuchungen zur Adsorption und Dissoziation von Acetylen auf Edelstahl

Reinhard Denecke

Andreas Bayer, Jürgen Rossa, Hülya Ünveren, Hans-Peter Steinrück

GEFÖRDERT VOM

DAVE

Durchbruch der breiten Anwendung von
Vakuumverfahren beim Einsatzhärten



Bundesministerium
für Bildung
und Forschung

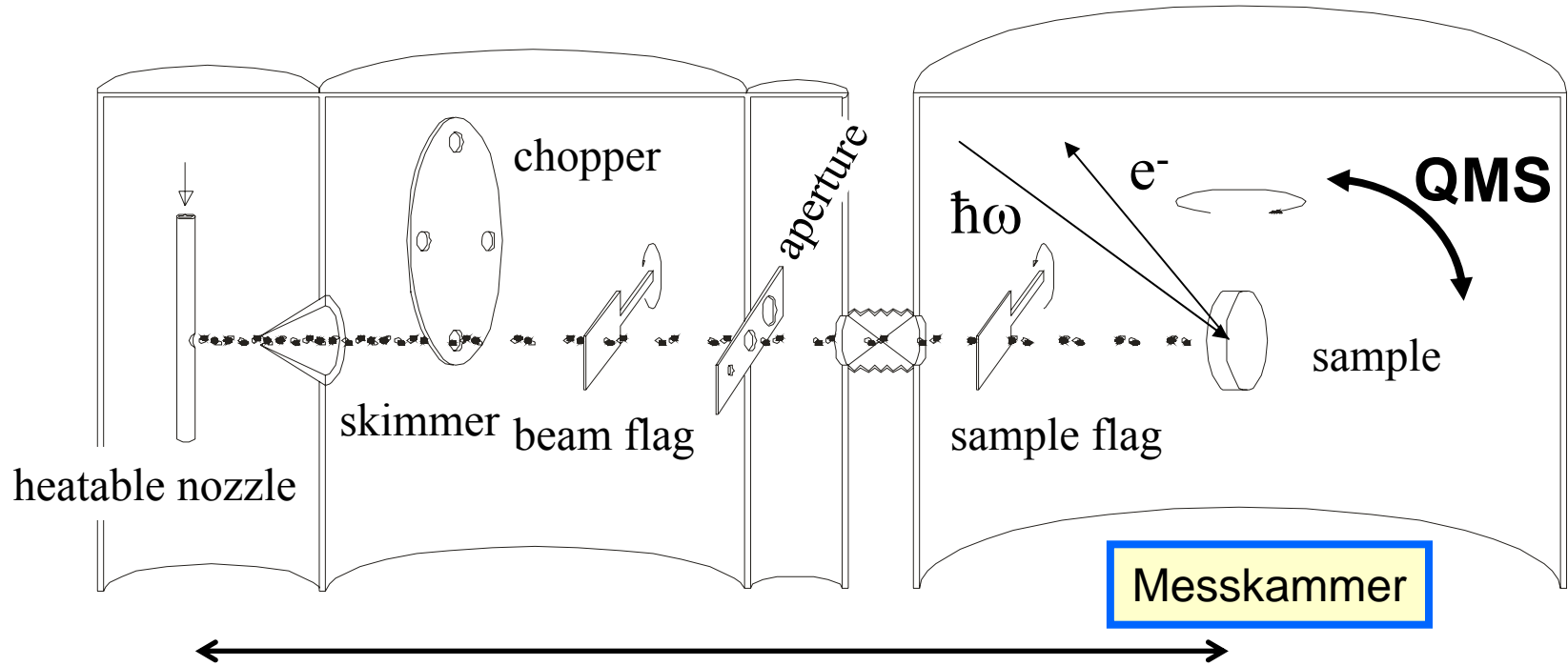


Unser Ziel im Rahmen des DAVE-Projekts

Mikroskopisches Verständnis des Adsorptions- und Dissoziationsschritts von C_2H_2 auf Stahloberflächen

- Modelluntersuchung mit einem Molekularstrahl ($p < 10^{-6}$ mbar)
 - Dissoziationswahrscheinlichkeit abhängig von
 - Oberflächentemperatur
 - Vorbelegung und Vorbehandlung
 - Gastemperatur
- Untersuchungen zur Zusammensetzung der Reaktionsprodukte in Reaktionszelle, gezielte Probenpräparation
 - Adsorption ohne Gasphasenpyrolyse
- XPS- und AES-Messungen der Oberflächenzusammensetzung
 - Reproduzierbarkeit, Stöchiometrie, Kohlenstoffbelegung

Molekularstrahl

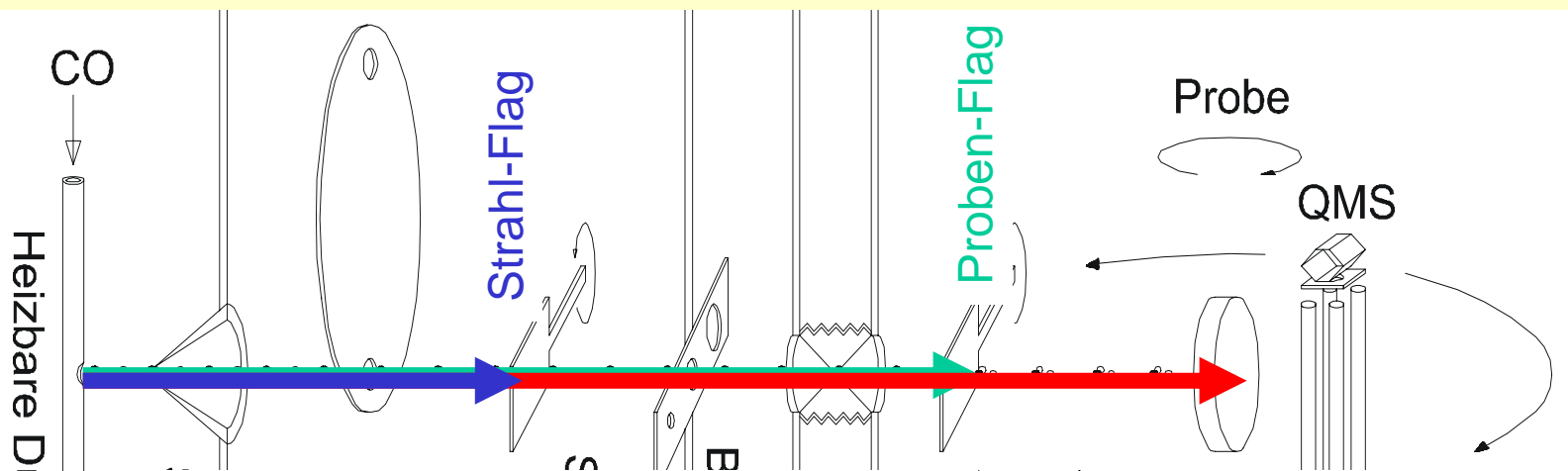


Überschalldüsenexpansion

⇒ Umwandlung von thermischer Energie & Rotationsenergie
in **gerichtete kinetische Energie**

- Schmale Energieverteilung ⇒ **monochromatisch**
- **Änderung der Energie** durch Heizen d. Düse & Mischen mit Trägergas
- **Räumlich begrenzter Strahl** (= lokaler **höherer** Druck) durch Blenden

Experimentelle Durchführung

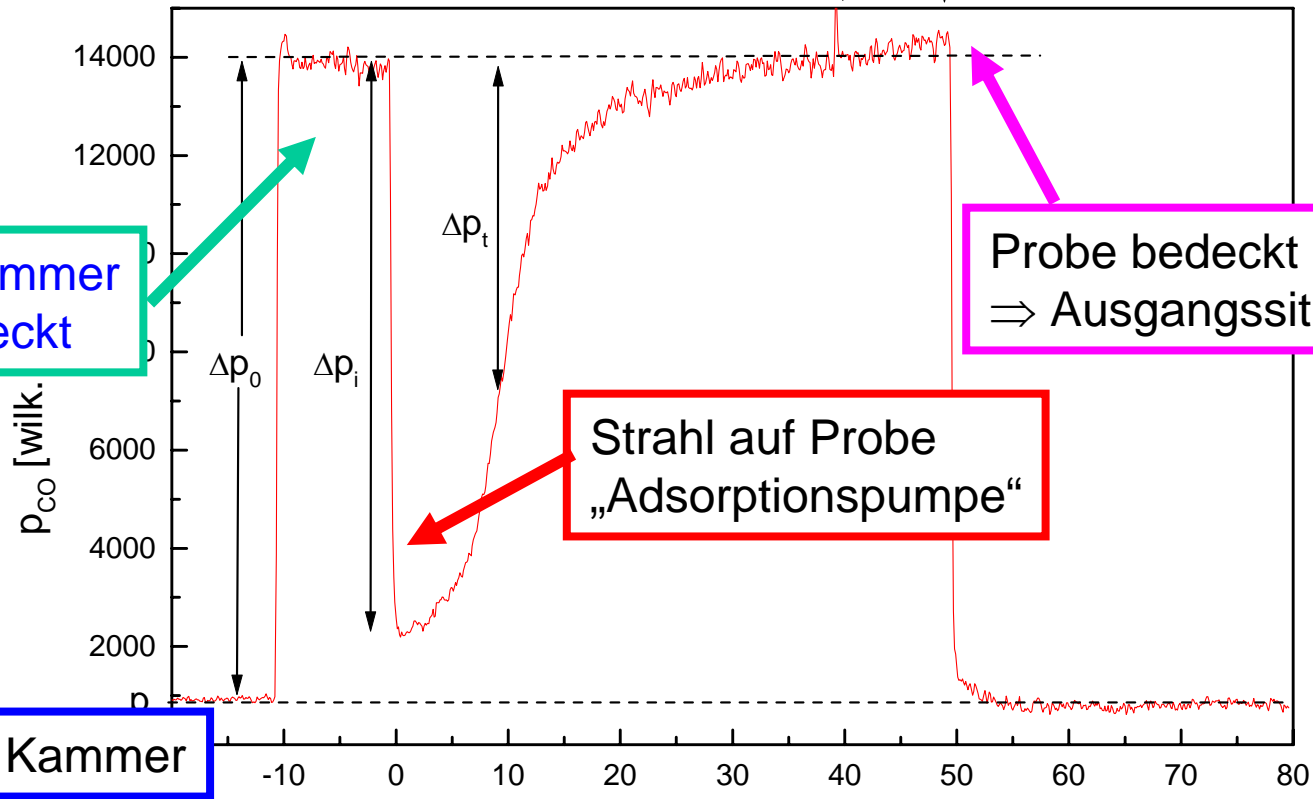


Strahl in Kammer
Probe verdeckt

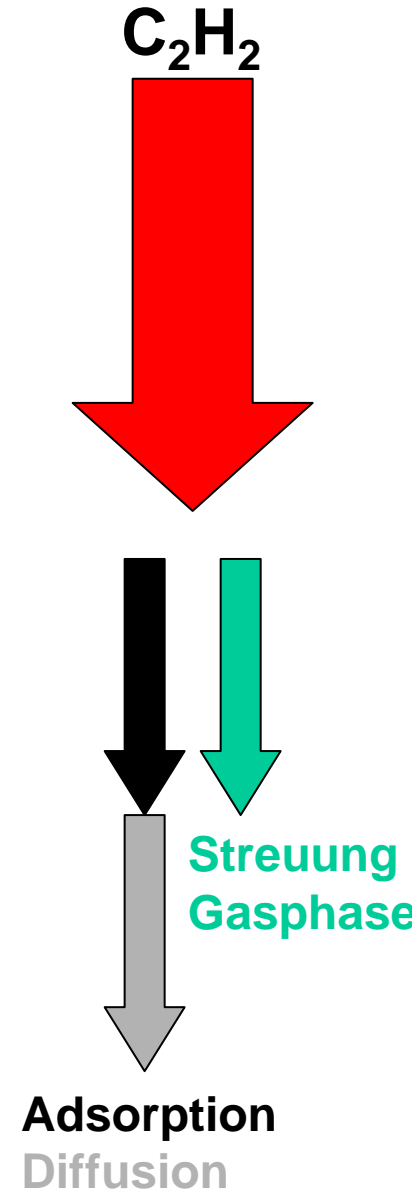
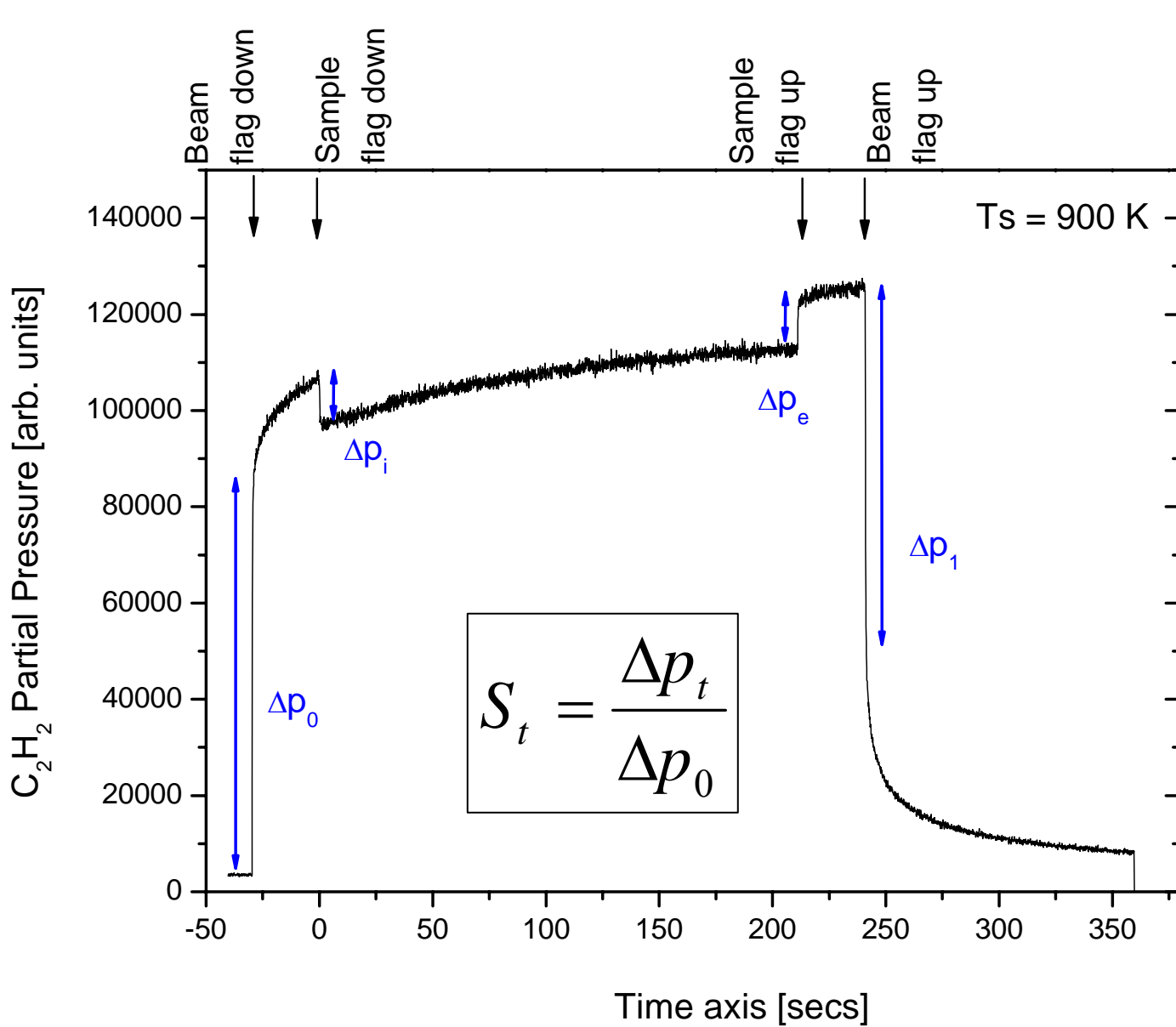
Probe bedeckt
⇒ Ausgangssituation

Strahl auf Probe
„Adsorptionspumpe“

Kein Strahl in Kammer



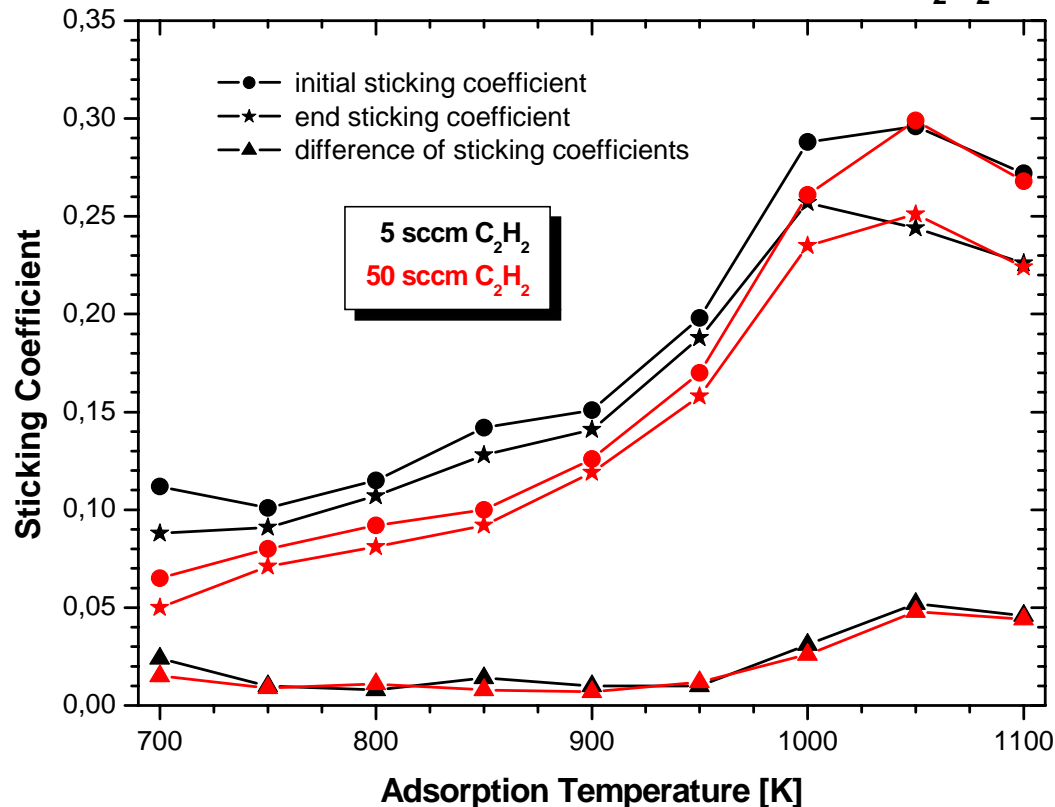
Reaktiver Haftfaktor



Ergebnisse mit Molekularstrahl

Haftwahrscheinlichkeit

Sticking Coefficients: 5 and 50 sccm C_2H_2



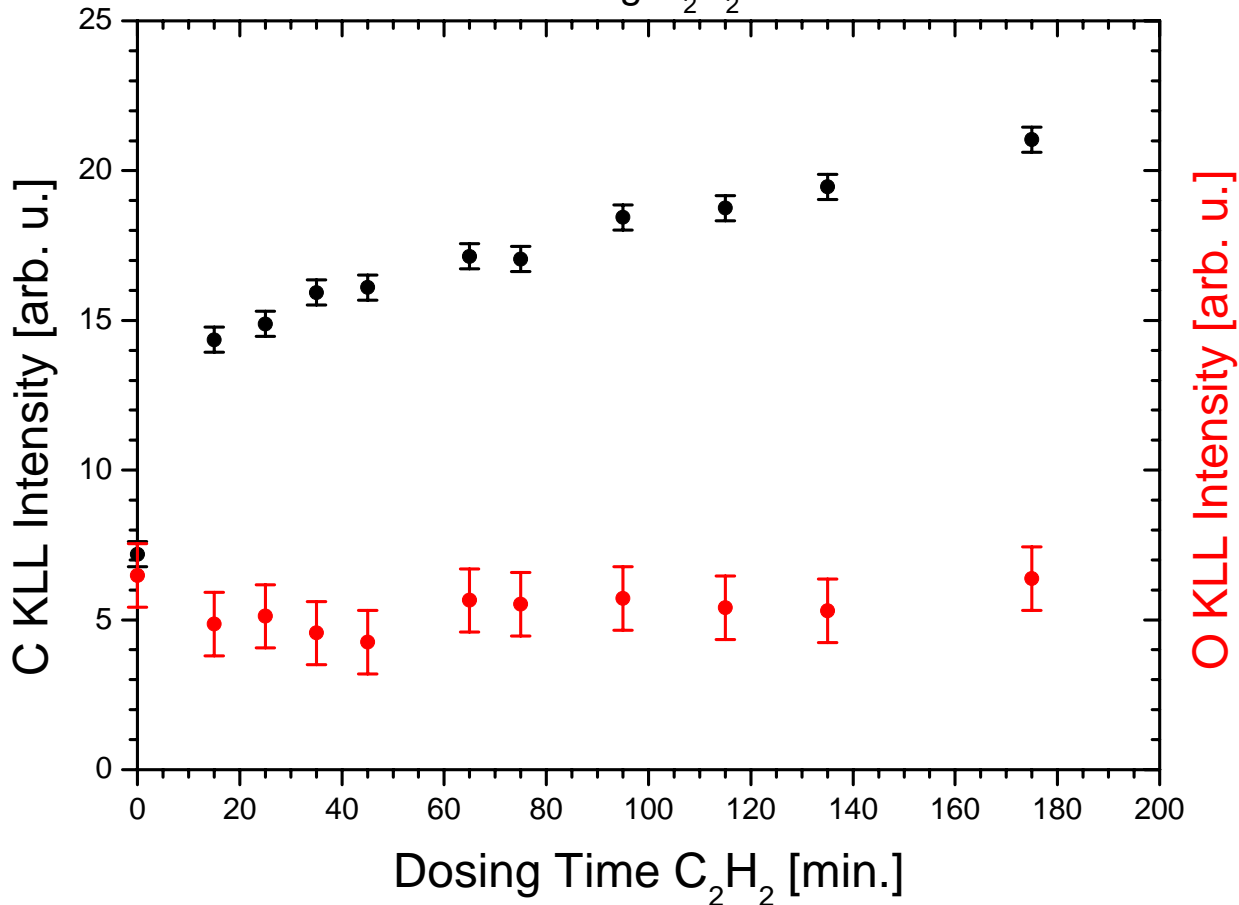
Zunahme mit Temperatur

- Ab 1100 K Probleme mit N
- Änderung durch Fluss gering, deutet auf Diffusionsbegrenzung
- Haftfaktor bis 30 %
- Fe(110) bei 573 K: 31 %
(Miyata, Hudson, J. Vac. Sci. Techn. A 3 (1985) 1535)

Maximaler Haftfaktor → Diffusionsbegrenzung

Ergebnisse mit Augerelektronenspektroskopie

Peak-to-Peak Intensity C (○) KLL Auger Peak
after dosing C_2H_2 at 500 K



Adsorption 500 K:

Kein Signal bei
Haftfaktor

Trotzdem schwache
Absorption

Thermisch stabil

Heizen auf 900 K:

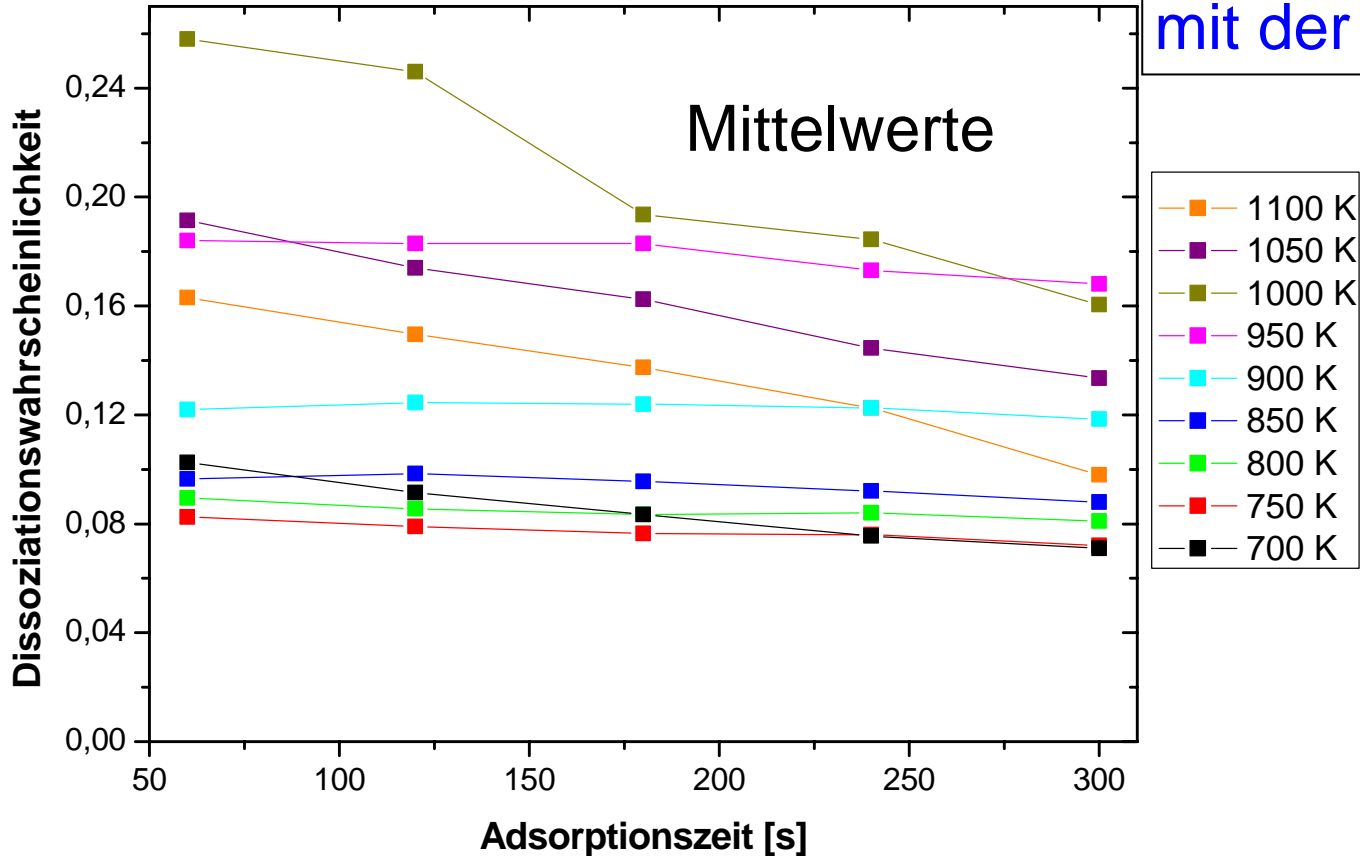
Starke Abnahme

→ Diffusion

Ergebnisse mit Molekularstrahl

Haftkoeffizienten: 2 sccm C₂H₂

Änderung des Haftfaktors mit der Dosierzeit



Nahezu konstant bis **950 K**

→ Gleichgewicht

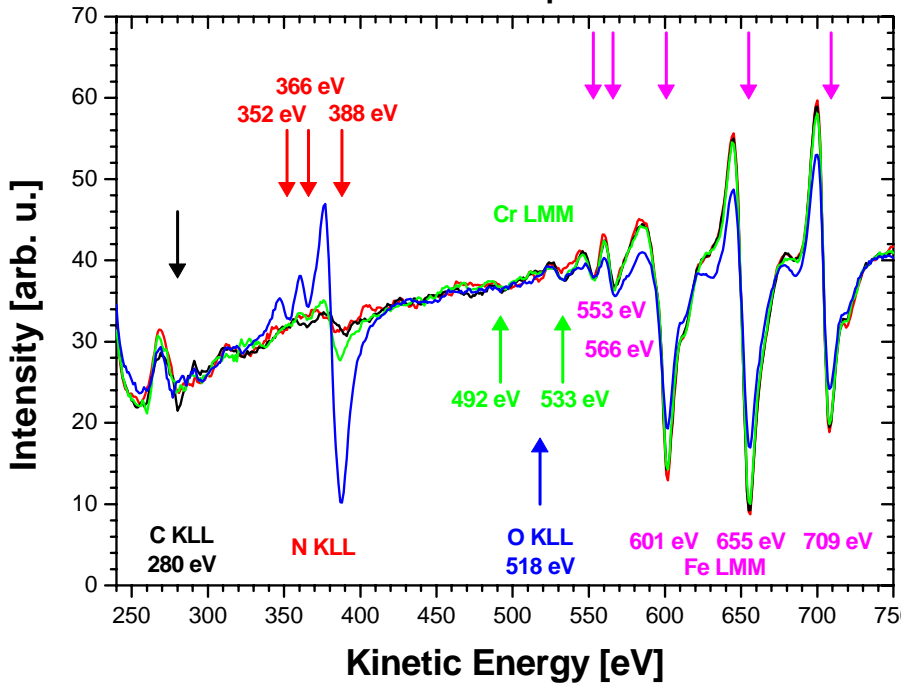
Stärkere Abnahme für $T > 950$ K

→ Beginn der N-Anreicherung

Ergebnisse mit Augerelektronenspektroskopie

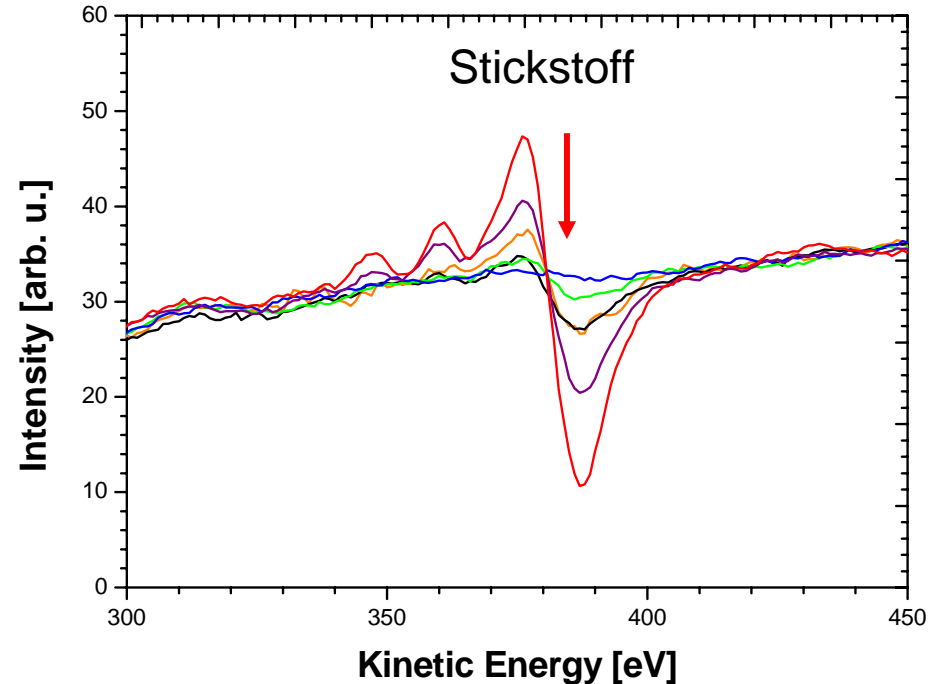
1100 K

Surface Composition



Heizen ohne Acetylen
in Schritten bis 22 min
(bis **blaues** Spektren = Maximum)

Stickstoff

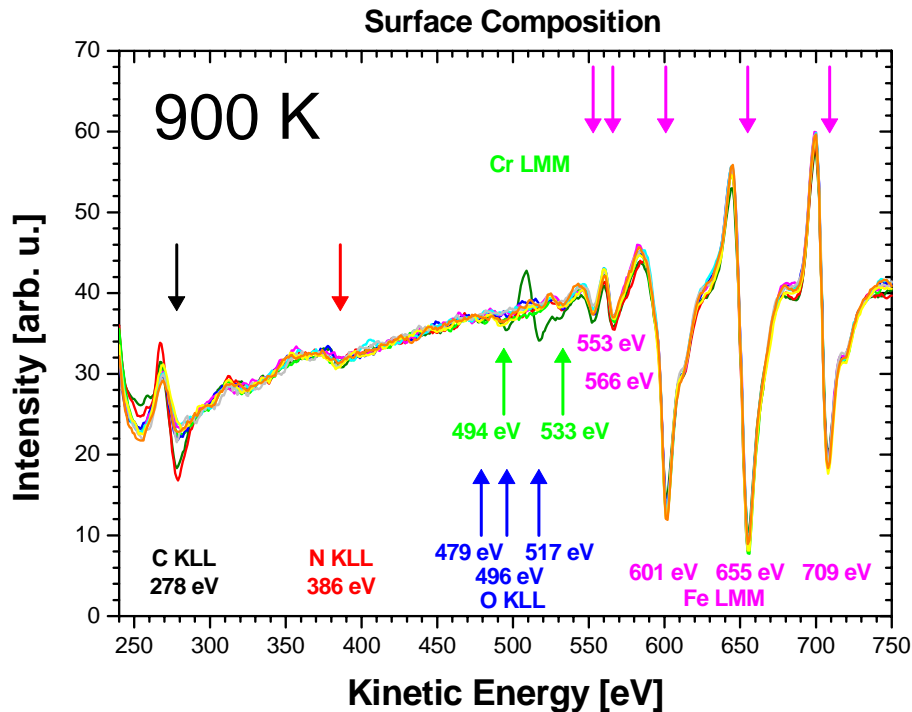


Fortsetzung mit
Acetylen bei 1000 K
in Schritten bis 107 min
(Reinigung ab **blauem** Spektrum)

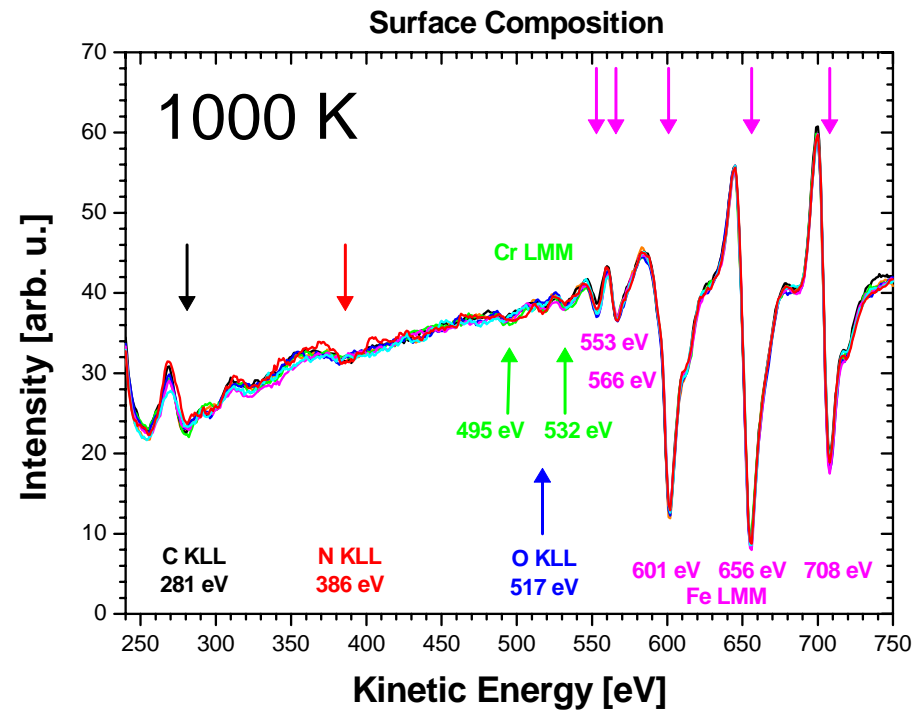
Bei 1100 K N-Anreicherung
durch Heizen (ohne Cr)

Acetylen reduziert N-Verunreinigung
durch Reaktion!

Ergebnisse mit Augerelektronenspektroskopie



Heizen ohne Acetylen
in Schritten bis 182 min
(erstes Spektrum vor Behandlung)

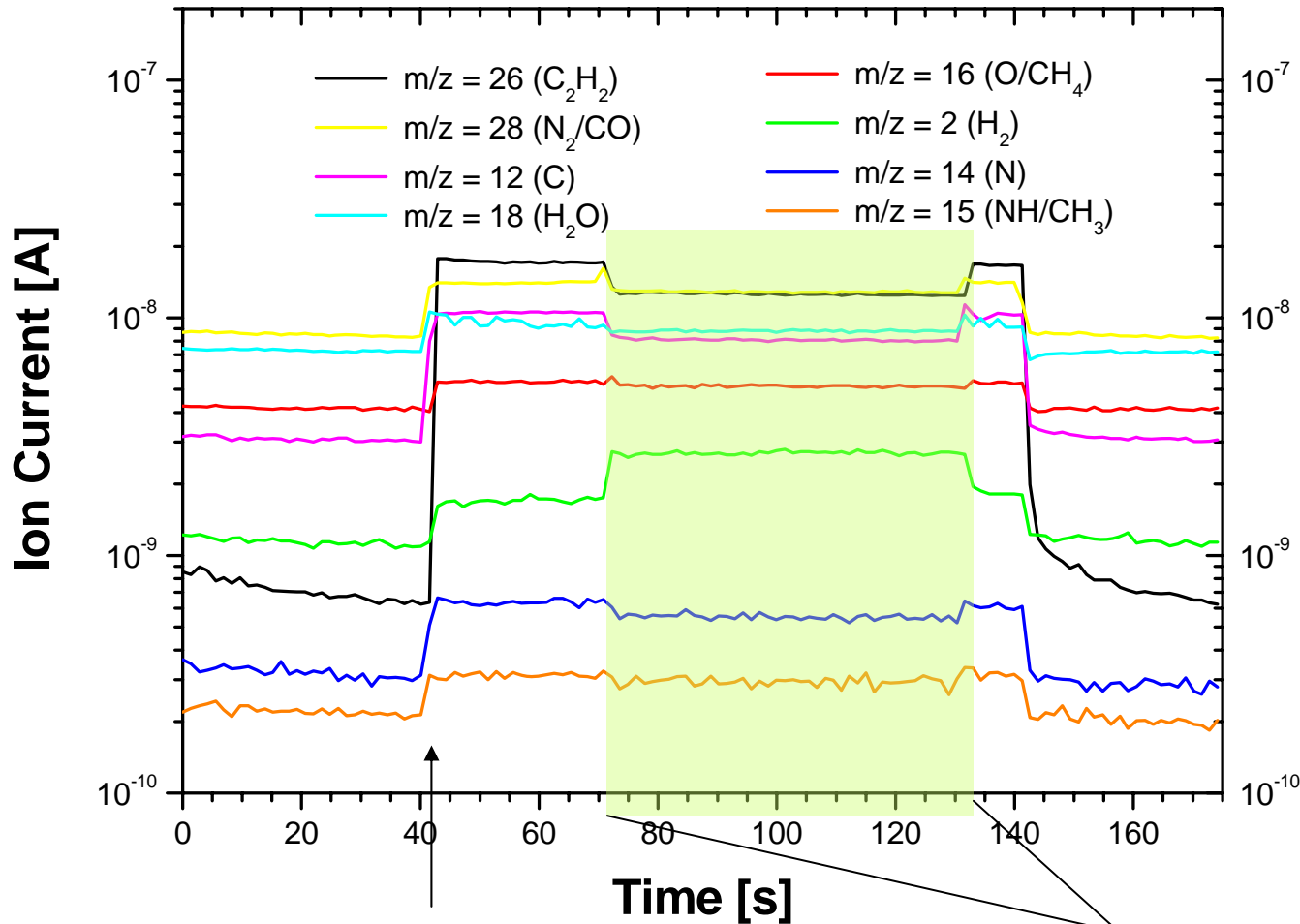


Heizen ohne Acetylen
in Schritten bis 112 min

Keine nennenswerte N-Kontamination nach bis zu 3 Stunden

Ergebnisse mit Massenspektrometrie

Several masses while dosing C_2H_2 at $T = 1000$ K



C_2H_2 verbraucht

H_2 entsteht

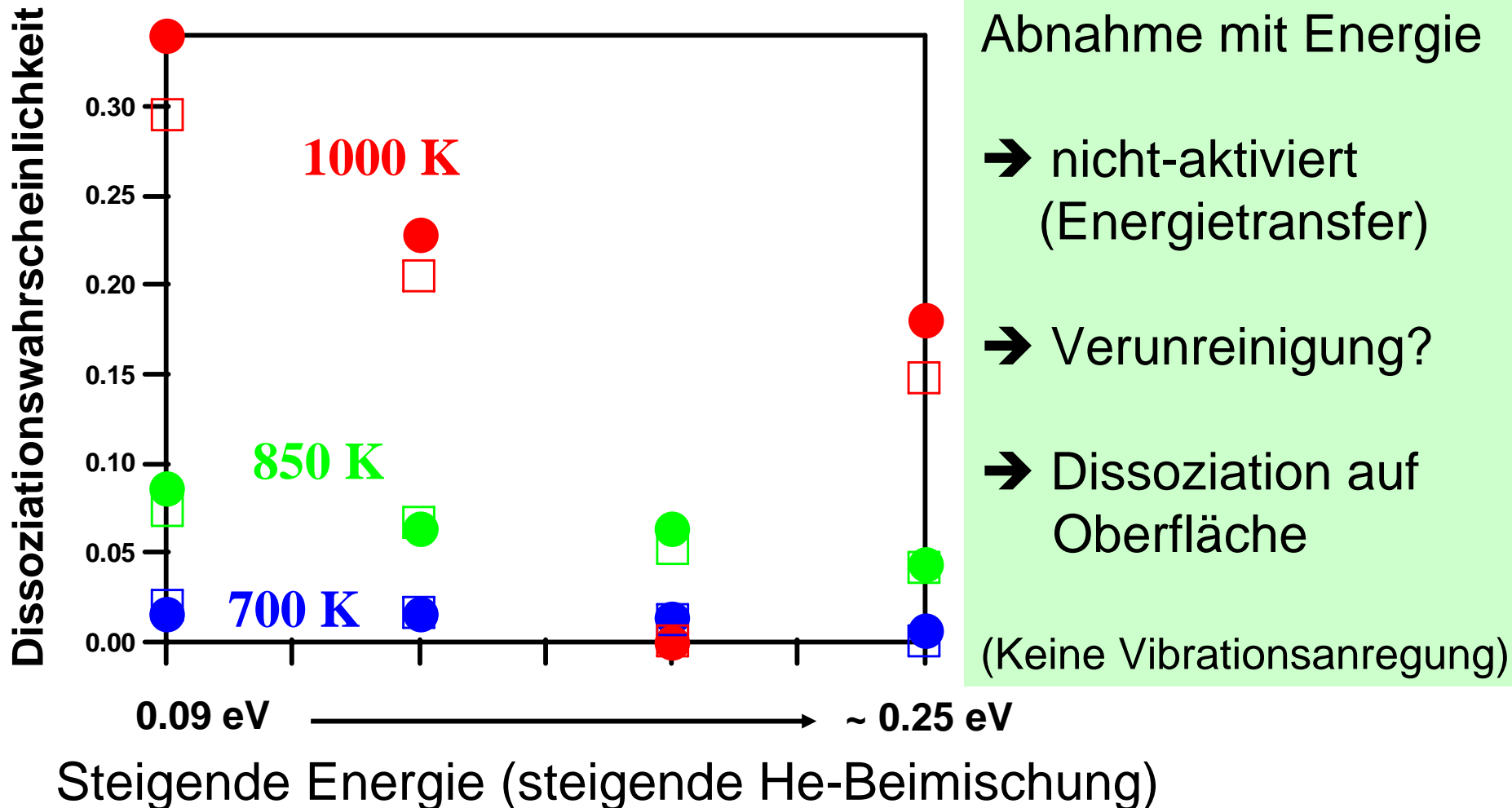
C_2H_2 -Strahl nicht ganz sauber

Acetylen in Kammer

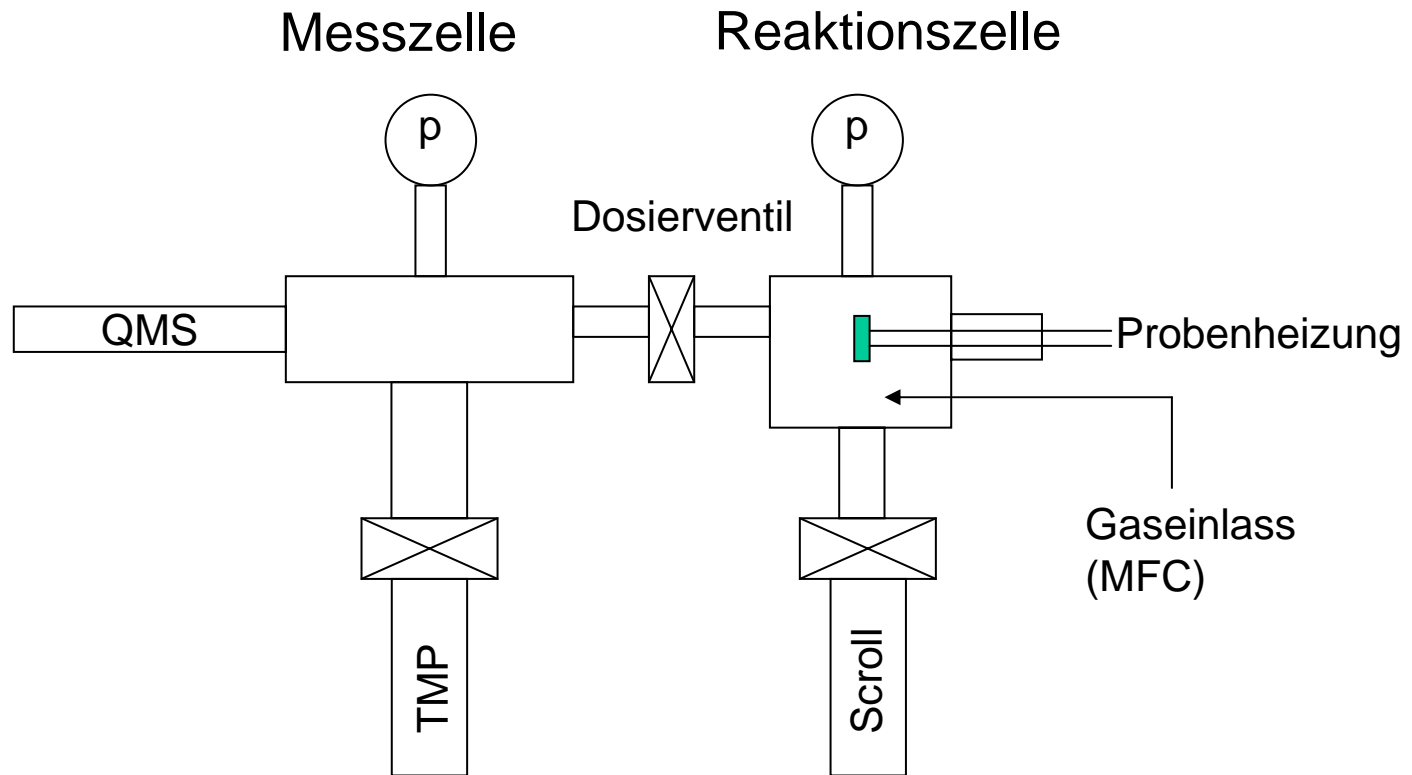
Probe wird getroffen

Ergebnisse mit Molekularstrahl

Variation der kinetischen Energie durch Seeding mit He



Reaktionszelle



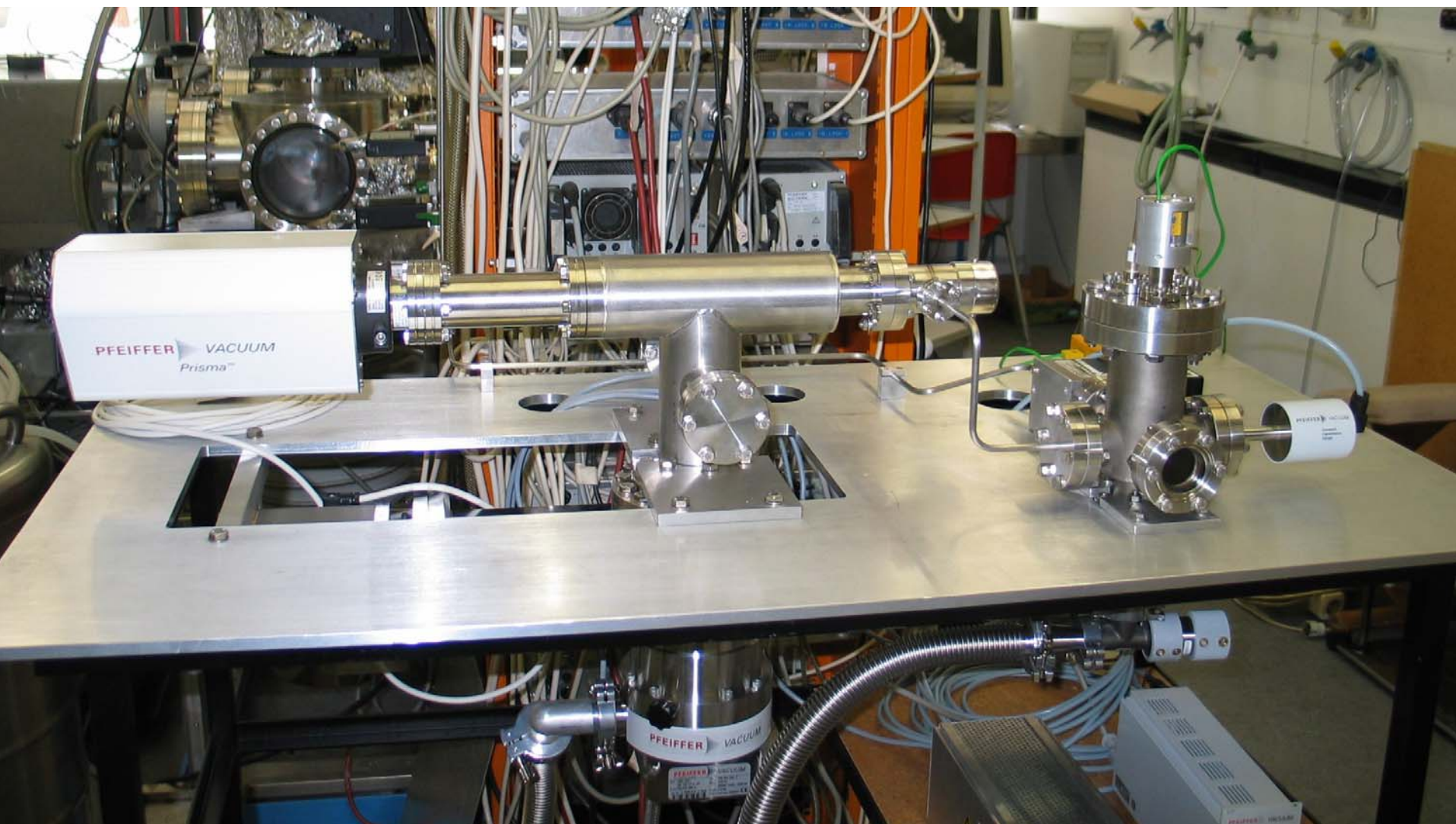
- Teile (Kammern, Halterungen) gefertigt
- Aufbau aus Einzelkomponenten

➔ **Aufkohlen ohne Pyrolyse, Gasanalyse**

QMS

Messzelle

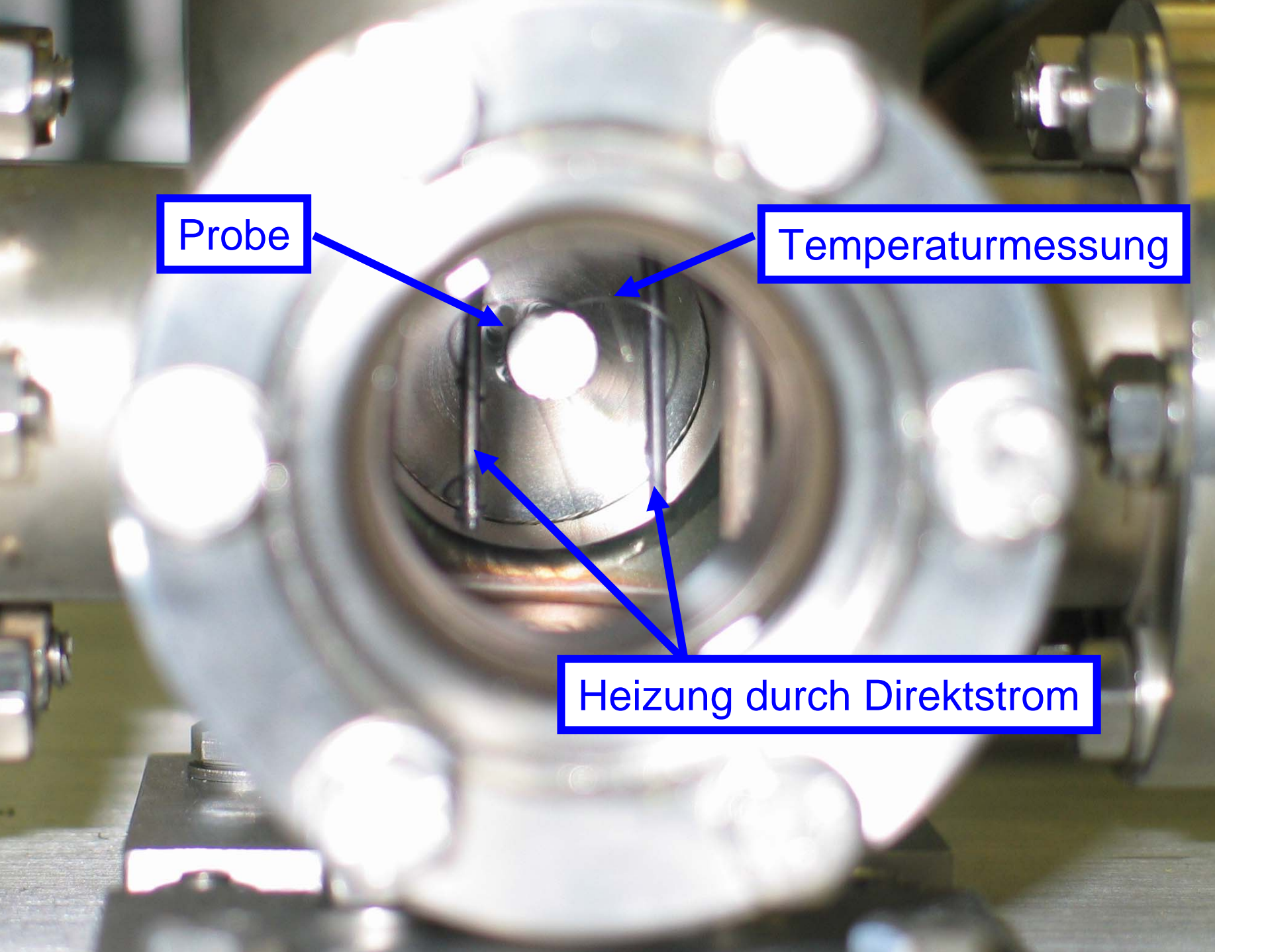
Reaktionszelle



Probe

Temperaturmessung

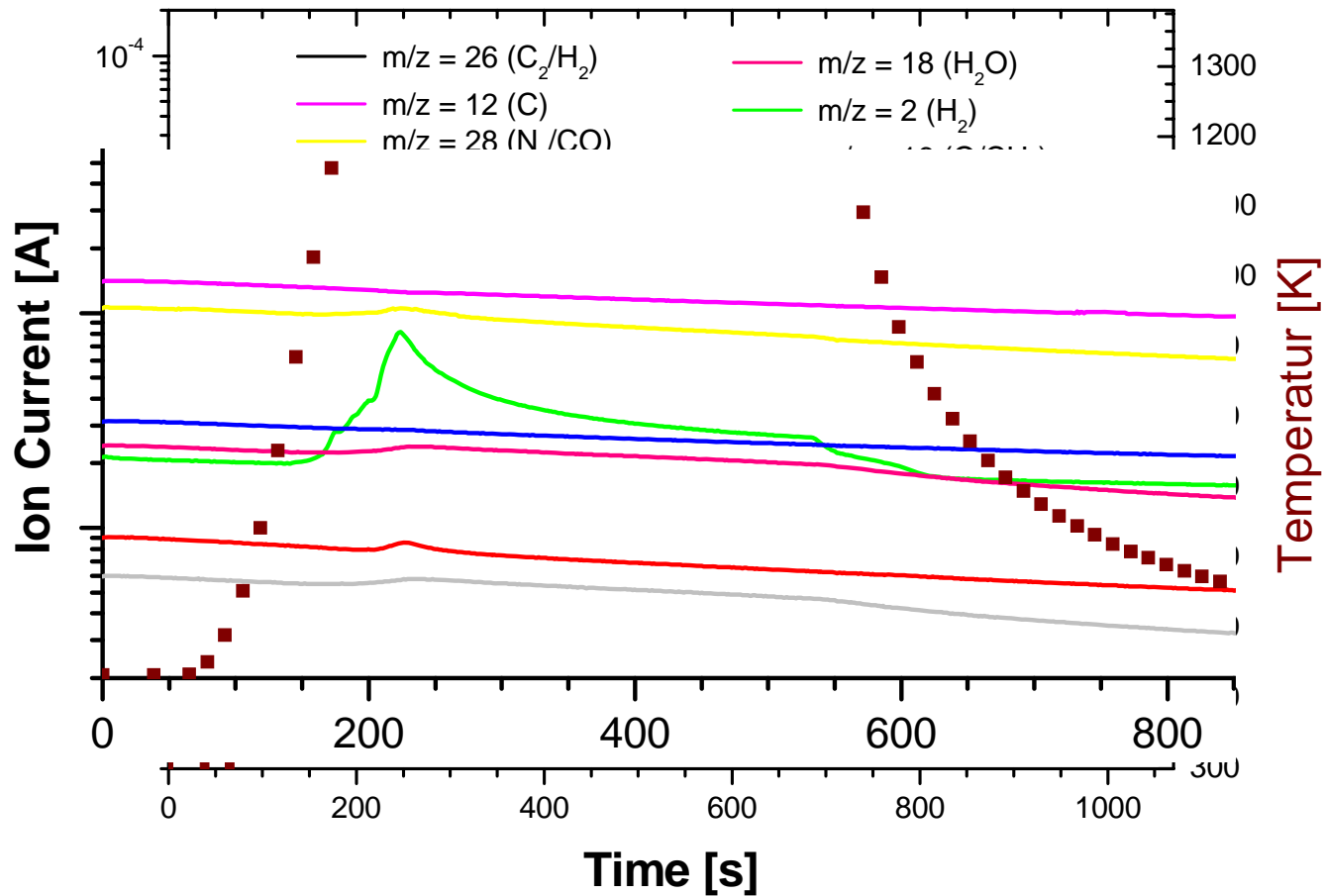
Heizung durch Direktstrom



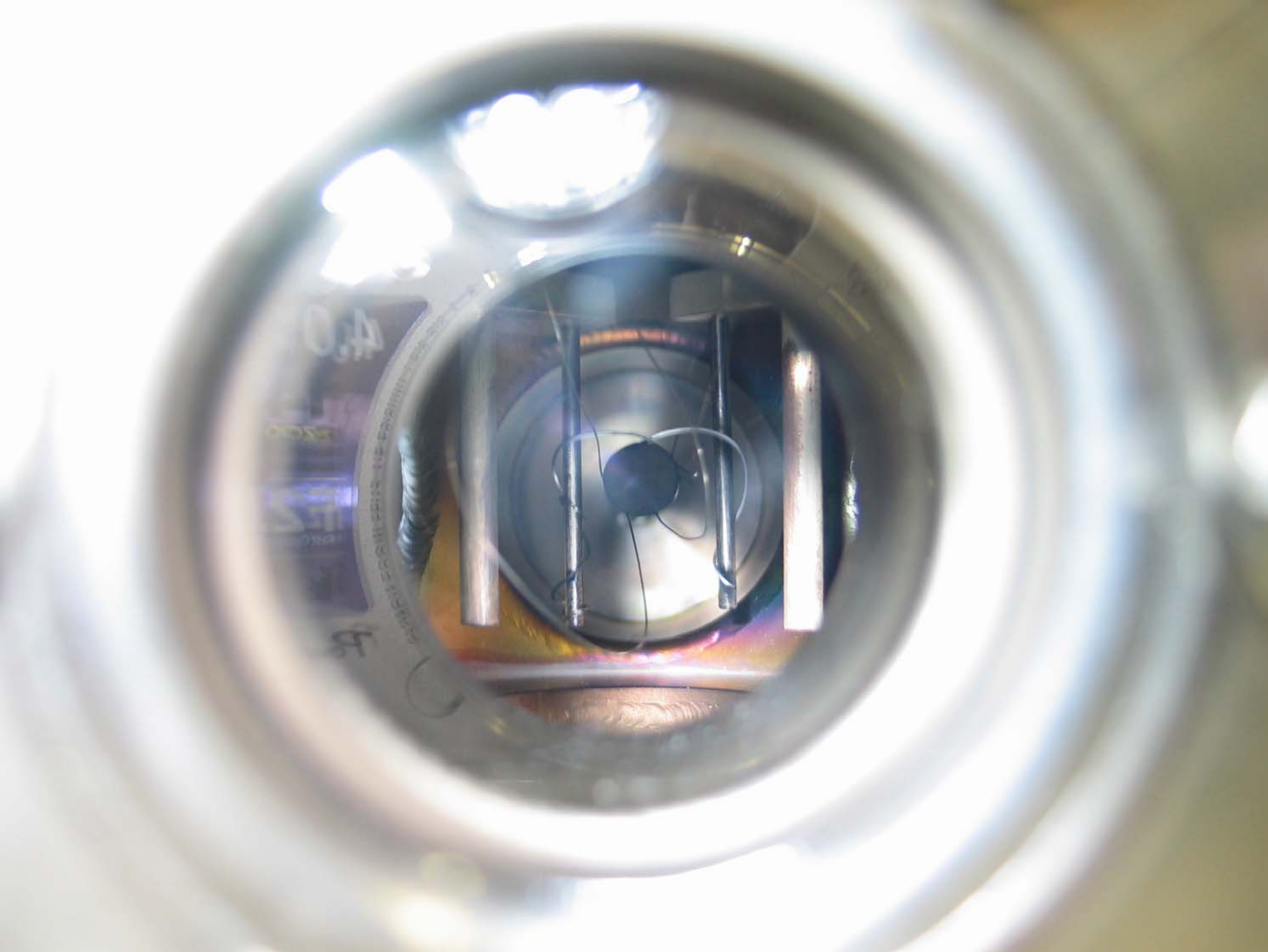
Aufkohlen in Reaktionszelle

Temperaturrampe mit C_2H_2 (1,04 mbar, C_2H_2 mit Aceton)

Several masses while dosing $C_2H_2 = 1.5$ sccm at $T = 303$ K \rightarrow 977 K \rightarrow 342 K



H_2 -Bildung, Methan-Bildung



Ergebnisse

- Erste Messungen des reaktiven Haftfaktors auf Stahl
- Anstieg mit Temperatur bis 1000 K
 - vermutlich diffusionsbegrenzt
- Stickstoffanreicherung oberhalb 1000 K
 - verhindert Messungen oberhalb 1000 K
 - wird durch Acetylen bei 1000 K abgebaut
- Kein Einfluss der Gastemperatur (kinetische Energie)
- Aufkohlung in Reaktionszelle mit kaltem Gas
 - Methanbildung (Rußbildung) beobachtet
 - **Wesentliche Ziele wurden erreicht**