

■ GaN-Dickschichtsensoren für die H₂-Analyse in Nitrier- und Nitrocarburierprozessen

GaN thick film sensor for the hydrogen analysis in the nitriding and nitrocarburizing process

Semiconducting materials as TiO₂ and GaN show interesting sensibilities regarding hydrogen and other gas components. They are stable even at higher temperatures. So an interesting application is the use as sensing devices in thermochemical processes. In a first step GaN will be examined for hydrogen sensing in nitrocarburizing atmospheres.

Im vorliegenden Projekt wurden Sensoren zur Messung der Wasserstoffkonzentration in thermochemischen Prozessen, im Speziellen für das Nitrieren und Nitrocarburieren, entwickelt. Mit diesen Sensoren sollen später Regelungskonzepte aufgestellt werden, um den Prozess besser regelbar und reproduzierbarer zu gestalten. Die extremen Randbedingungen beim Nitrieren und Nitrocarburieren bei 500 °C bis 600 °C in NH₃, H₂, N₂, CO, CO₂, H₂O Gasgemischen erfordern ein robustes Sensorsystem und Sensorhousing, was es ermöglicht, im heißen Prozess direkt zu messen.

Ausgehend von Keramiksubstraten mit Platin-Interdigitalstrukturen und den sensitiven Materialien GaN und ZrO₂ wurden systematische Entwicklungen bezüglich der Elektrodenstruktur und der Beschichtung aus den erwähnten Materialien sowohl in Dickschichttechnik als auch in Dünnschichttechnik sowie auch in Kombinationen aus beiden durchgeführt. Dabei wurde für die Dünnschichttechnik das Sol-Gel-Verfahren und in der Dickschichttechnik das Siebdruckverfahren entwickelt, verfeinert bzw. angewandt.

Um die Anwendung der Sensoren in thermochemischen Prozessen von vornherein bei der Entwicklung zu berücksichtigen, wurde bereits zu Beginn ein Schwerpunkt auf das Sensorhousing so gelegt, dass die anschließenden Messungen in einer kleinen industriellen Nitrieranlage realisierbar wurden. Die Sensoren wurden auf etwa 800 mm lange 4-Loch-Kapillare aufgebracht, durch die die elektrischen Zuleitungen bis in den kalten Bereich geführt werden konnten. Die systematischen Untersuchungen an verschiedenen Beschichtungen auf unterschiedlichen Substraten wurden auf diese Weise direkt in einer kleinen industriellen Anlage vorgenommen.

Es zeigt sich, dass sowohl die Kombination aus GaN und ZrO₂ als auch die reinen ZrO₂-Schichten eine hohe Sensitivität bezüglich der Wasserstoffkonzentration aufweisen. Im Bild 1a ist ein typischer Signalverlauf bei wechselnder Wasserstoffkonzentration dokumentiert. Zur Kalibrierung wurde der Mittelwert des Gleichstromwiderstandes in den Wasserstoffbegasungsphasen ermittelt und gegen die Wasserstoffkonzentration aufgetragen, siehe Bild 1b. Im untersuchten Konzentrationsbereich zwischen 5 und 25 Vol.-% H₂ ergibt sich ein linearer Zusammenhang.

Die entwickelten Sensoren sind in Ofenatmosphären zwischen 500 °C und 600 °C erprobt und funktionsfähig. Die Lebensdauer sowie die Kalibrierkurven der Sensoren sind entsprechend dem vorwettbewerblichen Entwicklungsstand noch stark schwankend, was durch die manuellen Einzelanfertigungen bedingt ist. Es konnte gezeigt werden, dass die Sensoren geeignet sind, Wasserstoff in Nitrieratmosphären bei Temperaturen von 500 °C bis 600 °C ausreichend empfindlich zu messen. Eine mögliche Querempfindlichkeit zum Sauerstoff bei sehr geringen Sauerstoffpartialdrücken kann nicht abschließend ausgeschlossen werden. Weitere Entwicklungsarbeiten sind notwendig, um die Sensoren auch bei noch höheren Temperaturen von bis zu 1000 °C, wie sie beim Carbonitrieren und Aufkohlen üblich sind, einzusetzen.

Bearbeitung durch IWT-Werkstofftechnik
Förderung: AiF

Bild 1a: Sensorsignalverlauf während einer wechselnden Wasserstoffbegasung bei 550 °C

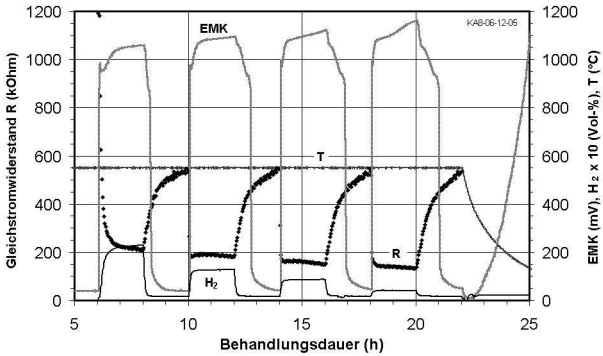


Bild 1b: Kalibrierkurve des Sensors

