

7 Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden anodische Oxidschichten auf Aluminium mit Hilfe der FT-IR-Spektrometrie charakterisiert. Hierbei wurden die Methoden der gerichteten Reflexion und der FT-IR-Ellipsometrie eingesetzt.

Der Schwerpunkt der Untersuchungen lag auf der physikalisch-chemischen Charakterisierung der anodischen Schichten. Im Gegensatz zur spektroskopischen Untersuchung von Absorptionen spielten hier die schwingungsbandenfreien Spektralbereiche die entscheidende Rolle. Mit Hilfe der dort auftretenden Interferenzen konnten die optischen Konstanten n und k ermittelt werden.

Bei den untersuchten Proben handelte es sich um GS-anodisierte¹⁹, teils weißanodisierte bzw. mit dem Spectrocolorverfahren 2000 gefärbte und teils nach unterschiedlichen Verfahren verdichtete Proben. Als Substrate wurden unterschiedliche Aluminiumlegierungen verwendet.

Die Interpretation der Infrarotspektren der anodischen Schichten wurde durch die Überlagerung der schwingungsspektroskopischen Absorptionen mit Interferenzen erschwert. Weiterhin kam es durch die amorphe Struktur der Schichten und der damit verbundenen Vielzahl von Bindungsenergien und -abständen zu relativ breiten und unstrukturierten Schwingungsbanden. Trotz dieser Problematik konnte eine weitgehende Zuordnung der auftretenden spektralen Charakteristika erfolgen.

Ein Hinweis auf eine durch die Porenstruktur der Schichten möglicherweise bedingte Anisotropie konnte nicht beobachtet werden. Auch die bei dem Spectrocolorverfahren in die Poren der anodischen Schichten eingelagerten Metallpartikel äußerten sich spektroskopisch nicht, so daß eine Unterscheidung zwischen gefärbten und ungefärbten Proben nicht möglich war.

Dagegen konnte sehr wohl zwischen verdichteten und unverdichteten Proben unterschieden werden. Dies konnte einmal durch die Ermittlung der Brechungsindizes (Interferenzmethode) erfolgen, die für die verdichteten Proben deutlich höher lagen als für die unverdichteten. Zusätzlich machte sich die Verdichtung auch in spektralen Besonderheiten der ellipsometrischen Δ -Spektren bemerkbar.

Mit Hilfe der Δ -Spektren war es außerdem möglich, die untersuchten Proben anhand der Interferenzmuster in zwei Gruppen einzuteilen (Typ I und Typ II). Proben des Typs I zeichneten sich durch relativ intensitätsschwache Interferenzbanden mit einer sinusartigen Form aus. Demgegenüber wiesen die Δ -Spektren des Typs II wesentlich intensivere und schärfere Interferenzen mit sägezahnförmiger Charakteristik auf. Auch bezüglich der Spektralbereiche, in denen Interferenzen auftraten, konnte eine klare Unterscheidung zwischen Typ I- und Typ II-Proben getroffen werden.

¹⁹ GS = Gleichstrom anodisiert im Schwefelsäure-Elektrolyten.

Weitere Untersuchungen zeigten, daß die charakteristischen Unterschiede der Interferenzmuster in den Δ -Spektren in Zusammenhang mit der verwendeten Legierung standen. Proben vom Typ I lag als Substrat die Legierung AlMgSi1 und Proben vom Typ II die Legierung Al 99,5 % zu Grunde. Anhand von Simulationsrechnungen konnte nachgewiesen werden, daß sich der Einfluß des Aluminiumsubstrats auf das Erscheinungsbild der Δ -Spektren nicht auf dessen unterschiedliche optische Konstanten gründete. Daraus konnte nur der Schluß gezogen werden, daß die Aluminiumlegierung einen spektroskopisch relevanten Einfluß auf Aufbau und Struktur der Oxidschichten beim Anodisierungsprozeß ausübt und so die resultierenden Schichteigenschaften in den charakteristischen Interferenzmustern zum Ausdruck kommen.

Auf der Basis dieser Erkenntnisse wurden mit Hilfe weiterer Simulationsrechnungen für die einzelnen Proben ellipsometrische Modelle entwickelt. Dabei handelte es sich um einschichtmodelle bestehend aus einer porösen Aluminiumoxidschicht auf einem Aluminiumsubstrat. Die entwickelten Modelle erlaubten eine weitergehende Charakterisierung der anodischen Schichten, indem nicht nur deren Brechungsindex n sondern auch der Absorptionskoeffizient k bestimmt werden konnte. Auch bezüglich des letzteren konnte wiederum eine Einteilung der Proben in Typ I und II erfolgen, wobei die k -Werte des Typs I etwa doppelt so groß waren, wie die des Typs II.

Die im Interferenzbereich ermittelten Absorptionskoeffizienten repräsentierten in diesem Fall keinen Absorptionseffekt, denn hier traten keine Absorptionsbanden auf, sondern sie stellten ein Maß für den bei der Reflexion der IR-Strahlung an der Schicht auftretenden Streuverlust dar. Dieser konnte nur auf gröbere Inhomogenitäten der Oxidschichten zurückgeführt werden. Je gröber diese Inhomogenitäten sind desto größer sind die Streuverluste. Dies ließ den Schluß zu, daß die Proben des Typs I eine inhomogenere Schichtstruktur aufwiesen als die Typ II-Proben.

Insgesamt stellen die entwickelten ellipsometrischen Schichtmodelle einen bezüglich des analytischen Diskriminierungspotentials über die Möglichkeiten der konventionellen Reflexionsspektrometrie deutlich hinausgehenden Ansatz dar. Allerdings muß berücksichtigt werden, daß die Modelle eine starke Vereinfachung der tatsächlichen Struktur der anodischen Schichten darstellen, und es traten spektrale Phänomene auf, die nach dem jetzigen Erkenntnisstand noch nicht vollständig erklärt werden können. Auch wurden einige Aspekte noch nicht in die Simulationsrechnungen mit einbezogen. So stellt sich die Frage, wie sich eine Anisotropie der Schichtstruktur auswirkt und welchen Einfluß ein Gradient des Brechungsindex innerhalb der Schichten hätte. Hier könnten Rechnungen nach der Effektiv-Medium-Theorie einen interessanten Ansatz zu weiteren Studien bieten.

In der vorliegenden Arbeit konnte gezeigt werden, daß die FT-IR-Ellipsometrie eine aussagekräftige Methode zur Charakterisierung anodischer Schichten auf Aluminium darstellt. Weitergehende Studien sollten es ermöglichen, den Aufbau und die Struktur der anodischen Schichten noch besser zu verstehen und die ellipsometrischen Modelle weiter zu verfeinern.

Ein Schwerpunkt künftiger Forschungen auf diesem Gebiet sollte auf der Präparation geeigneter Proben liegen. Eine Möglichkeit wäre es, sich über eine langsame Steigerung der Schichtdicke an die komplexe Problematik weiter heranzutasten. Auch sollte der Einfluß des Aluminiumsubstrats durch eine systematische und vergleichende Untersuchung einer größeren Vielfalt von Legierungen weiter herausgearbeitet werden.

Weiterhin wäre eine ergänzende Analytik durch andere Methoden, wie der Transmissions-elektronenmikroskopie (TEM) oder Augerelektronenmikroskopie (AES) sinnvoll.