

# **Der Einfluss des Mikro- und Nassstrahlens auf die Haftung und die tribologischen Eigenschaften von diamantähnlichen Kohlenstoffschichten (a-C:H) auf Stahl (100Cr6)**

Zur Erlangung des akademischen Grades

**Doktor der Ingenieurwissenschaften**

der Fakultät Maschinenbau  
Karlsruher Institut für Technologie (KIT)  
genehmigte

**Dissertation**

von

Dipl.-Ing. Matthias Kachel

Tag der mündlichen Prüfung:	16. November 2017
Hauptreferent:	Prof. Dr.-Ing. habil. Matthias Scherge
Korreferent:	Prof. Dr.-Ing. habil. Volker Schulze



# Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand am Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM im Geschäftsfeld Tribologie in der Arbeitsgruppe „Tribologische Schichtsysteme“. An dieser Stelle gebührt einer Reihe von Menschen Dank, die zu einem erfolgreichen Abschluss dieser Arbeit beigetragen haben.

Allen voran Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Matthias Scherge, der als Betreuer innerhalb vieler Diskussionen einen wesentlichen Beitrag zur wissenschaftlichen Qualität dieser Arbeit geleistet hat.

Außerdem Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Volker Schulze für die Übernahme des Korreferats und die überaus wertvollen Hinweise, insbesondere zu allen Bereichen des Strahlens.

Dipl. Phys. Bernhard Blug sei gedankt für die tägliche Betreuung und die kritischen Beurteilungen der Ergebnisse, die zu vielen der gewonnenen Erkenntnisse führten.

Ein besonderer Dank gilt meinen Arbeitskollegen Stefan Schnakenberg, Manuel Mee, Matthias König und Norman Virgens, die sowohl in wissenschaftlicher, als auch in technischer Hinsicht eine unverzichtbare Hilfestellung geleistet haben. Dominic Linsler (KIT Karlsruhe) sei gedankt für die Anfertigung der FIB-Schnitte.

Zuletzt gebührt meiner Familie ein besonderer Dank für die jahrelange Unterstützung, ohne die diese Arbeit nicht möglich gewesen wäre.

Diese Arbeit wurde finanziert durch die deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG, GZ: ME 3814) und die Dr. Axel Münch Stiftung.



# Kurzfassung

Die Strukturierung von Oberflächen ist eine weit verbreitete Methode, um die Haftung von Beschichtungen jeglicher Art zu verbessern. Besonders häufig wird diese Methode bei der Herstellung von Spritzschichten verwendet, bei CVD-Beschichtungen hingegen wird meist mit Zwischenschichten zur Verbesserung der Adhäsion gearbeitet. Innerhalb dieser Arbeit wurde bei der Abscheidung von wasserstoffhaltigen Kohlenstoffschichten (a-C:H) mittels PECVD auf Stahl die Verwendung von Zwischenschichten mit einer gezielten Oberflächenstrukturierung kombiniert und deren Auswirkungen auf die Schichteigenschaften untersucht.

Die Oberflächenvorbereitung erfolgte über ein kombiniertes Strahlverfahren aus Mikro- und Nassstrahlen. Das Mikrostrahlen mit Wolframkarbidkugeln (70 µm) sorgt für die Einstellung einer definierten Oberflächentopografie und die Implantation von Strahlmittelrückständen. Das Nassstrahlen entfernt lose Rückstände und reduziert einzelne Rauheitsspitzen. Innerhalb einer ausgedehnten Parameterstudie konnten Oberflächen generiert werden, die zu einer verbesserten Schichthaftung führen. Zum einen bewirkte die Oberflächentopografie eine verbesserte mechanische Verankerung der DLC-Schicht, zum anderen fungierten die implantierten Strahlmittelrückstände als Haftvermittler.

Zusätzlich konnte gezeigt werden, dass die aufgeraute Substratoberfläche ebenfalls das Schichtwachstum und somit die gesamte Schichtstruktur beeinflusst. Gegenüber polierten Oberflächen ist die Folge eine erheblich veränderte mikrostrukturelle Schichtschädigung, die die Tendenz zu kohäsiven Versagensanteilen erhöht. Die mikrostrukturelle Schädigung erfolgt aufgrund der veränderten Kontaktmechanik der rauen Schichtoberfläche unter Last in einer Art Segmentierung. So kann die DLC-Schicht höhere Lasten bis zum kritischen Versagen ertragen und kann der plastischen Verformung des Substrats besser folgen.

Die veränderte Kontaktmechanik und mikrostrukturelle Schädigung hat zusätzlich zu einer erhöhten Lebensdauer bei tribologischen Untersuchungen geführt, indem Delamination aufgrund von Grenzflächenermüdung später eintritt. Die DLC-Schichten auf gestrahlten Substraten zeigen gegenüber polierten im tribologischen Kontakt zudem ein ausgeprägtes Einlaufverhalten mit verringertem Reibwert und eine veränderte Tribochemie. Beides konnte mit den Oberflächeneigenschaften korreliert und mit den durch das Strahlen veränderten Schichteigenschaften begründet werden.

# Abstract

Surface roughening is a widely used method to improve the adhesion of a lot of different coatings. While it is common practice upon plasma spraying, the adhesion of CVD coatings is mostly improved by the deposition of a metal containing adhesion layer. In this work, both methods were combined to improve the adhesion of hydrogenated diamond-like carbon coatings (a-C:H) on steel deposited via PECVD.

Surface roughening was achieved by combining micro peening and wet abrasive blasting. Micro peening was performed using tungsten carbide globular grains with an average size of 70  $\mu\text{m}$ , in order to generate a defined surface topography and to implant peening residuals into the substrate surface. Abrasive blasting as post-treatment was used to remove loose residuals and smoothen high roughness peaks.

Within an extensive parameter study of the peening process, a variety of different surfaces were created which led to an improved adhesion. The increased roughness enhanced the mechanical interlocking between coating and substrate. The implanted peening residuals of tungsten carbide act as adhesion layer and therefore enhanced its chemical affinity to the steel substrate.

Beside, it was shown that the roughened surface influenced the coating growth in a manner that the coating surface as well as the coating structure was changed distinctly. As a consequence, the coating on peened surfaces showed a complete different microstructural damage under load and an increase in cohesive failure compared to coatings on polished surfaces. The microstructural damage arose alongside a segmentation of the coating that was able to withstand higher loads until critical failure occurred. Furthermore, the coating could follow plastic deformation of the substrate better.

It could be shown that the changed microstructural damage and a change of the contact mechanics on the rough surfaces can enhance the lifetime of the coating under cyclic load in tribological experiments. Moreover, DLC on the peened surfaces showed a pronounced running-in behaviour with a reduced coefficient of friction and a changed tribochemistry. Both effects could directly be correlated to the substrate surface properties and could be explained with the coating properties that were modified by the shot peening process.

## Inhaltsverzeichnis

<b>Vorwort</b>	i
<b>1 Motivation und Problemstellung</b>	1
<b>2 Grundlagen</b>	3
2.1 Das Strahlen . . . . .	3
2.1.1 Strahlverfahren und Anlagentypen . . . . .	4
2.1.2 Strahlparameter . . . . .	5
2.1.3 Bedeckungsgrad und Strahlintensität . . . . .	6
2.1.4 Auswirkungen des Strahlens . . . . .	8
2.2 Diamantähnliche Kohlenstoffschichten (DLC) . . . . .	15
2.2.1 Definition und Struktur . . . . .	15
2.2.2 Schichtwachstum von a-C:H-Schichten . . . . .	16
2.2.3 Adhäsion und Haftung . . . . .	18
2.3 Strahlen als Substratvorbereitung vor Beschichtungen . . . . .	21
2.4 Tribologie dünner Schichten . . . . .	23
2.5 Kontaktmechanik und mikrostrukturelle Schädigung . . . . .	26
<b>3 Material und Methoden</b>	29
3.1 Materialauswahl . . . . .	29
3.2 Oberflächenbearbeitung . . . . .	30
3.2.1 Kugelstrahlen (Mikrostrahlen) . . . . .	30
3.2.2 Nassstrahlen . . . . .	33
3.2.3 Ätzen nach Murakami . . . . .	34
3.2.4 Varianten der Oberflächenbearbeitung . . . . .	35

## INHALTSVERZEICHNIS

3.3	DLC-Beschichtung mittels PECVD auf Basis von Toluol . . . . .	36
3.3.1	Anlagenspezifikationen . . . . .	36
3.3.2	Prozessparameter und Prozessführung . . . . .	37
3.4	Analytische Methoden . . . . .	38
3.4.1	Tastschnittverfahren . . . . .	38
3.4.2	Rasterkraftmikroskopie . . . . .	39
3.4.3	Oberflächenenergie (OWRK-Methode) . . . . .	40
3.4.4	Nanoindentation . . . . .	41
3.4.5	Rockwellindentation zur Bewertung der Schichthaftung . . . . .	42
3.4.6	Akustische Rissdetektion und Weibullstatistik . . . . .	44
3.4.7	Rasterelektronenmikroskopie und Röntgenspektroskopie . . . . .	45
3.4.8	Ramanspektroskopie . . . . .	46
3.4.9	Mini Traction Machine . . . . .	48
3.4.10	Vakuumtribologie und Massenspektrometrie . . . . .	50
<b>4</b>	<b>Ergebnisse</b>	<b>53</b>
4.1	Der polierte Ausgangszustand . . . . .	53
4.2	Charakterisierung kugelgestrahlter Oberflächen . . . . .	54
4.2.1	Strahlintensität und Randschichthärte . . . . .	54
4.2.2	Oberflächentopografie . . . . .	56
4.2.3	Strahlmittelrückstände . . . . .	58
4.2.4	Oberflächenenergie . . . . .	60
4.3	Der Beschichtungsprozess . . . . .	61
4.3.1	Prozessdaten . . . . .	61
4.3.2	Schichtwachstum auf polierten Oberflächen . . . . .	62
4.3.3	Schichtwachstum auf rauen Oberflächen . . . . .	63
4.4	Einfluss des Strahlens auf die Schichthaftung . . . . .	68
4.4.1	Gestrahlte Oberflächen bei schlechter Adhäsion . . . . .	70
4.4.2	Schichthaftung ohne Haftschrift . . . . .	73
4.4.3	Gestrahlte Oberflächen bei guter Adhäsion . . . . .	74
4.5	Schädigungsmechanismen und Verformungsverhalten . . . . .	81
4.5.1	Akustische Rissdetektion - statisch . . . . .	81
4.5.2	Akustische Rissdetektion - kontinuierlich . . . . .	87
4.5.3	Variation der Haftschriftdicke . . . . .	90
4.5.4	Kraft-Eindring-Kurven . . . . .	92

4.6	Tribologie strukturierter DLC-Schichten . . . . .	94
4.6.1	Ermüdung durch Überrollversuche . . . . .	94
4.6.2	Tribochemie mittels Vakuumtribometer . . . . .	99
<b>5</b>	<b>Diskussion</b>	109
5.1	Strahlbehandlungen . . . . .	109
5.2	Die Schichthaftung auf gestrahlten Substraten . . . . .	112
5.3	Schichtschädigung auf gestrahlten Substraten . . . . .	115
5.4	Tribologische Untersuchungen . . . . .	119
5.4.1	Zyklische Ermüdung . . . . .	119
5.4.2	Tribochemie gestrahlter Oberflächen . . . . .	122
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	127
	<b>Literatur</b>	131
<b>A</b>	<b>Anhang</b>	I
A.1	Rauheitskenngrößen . . . . .	I
A.1.1	Messmethodik . . . . .	IV
A.1.2	Amplitudenparameter . . . . .	IV
A.1.3	Spatialparameter . . . . .	VI
A.1.4	Hybridparameter . . . . .	VII
A.1.5	Funktionalparameter . . . . .	VIII
A.2	Strahlmittelrückstände in der Übersicht . . . . .	XIII
A.3	Schichtwachstum und Strukturentwicklung . . . . .	XVI
A.4	Analysen zur Vakuumtribologie . . . . .	XIX
A.5	Methodenübersicht . . . . .	XX



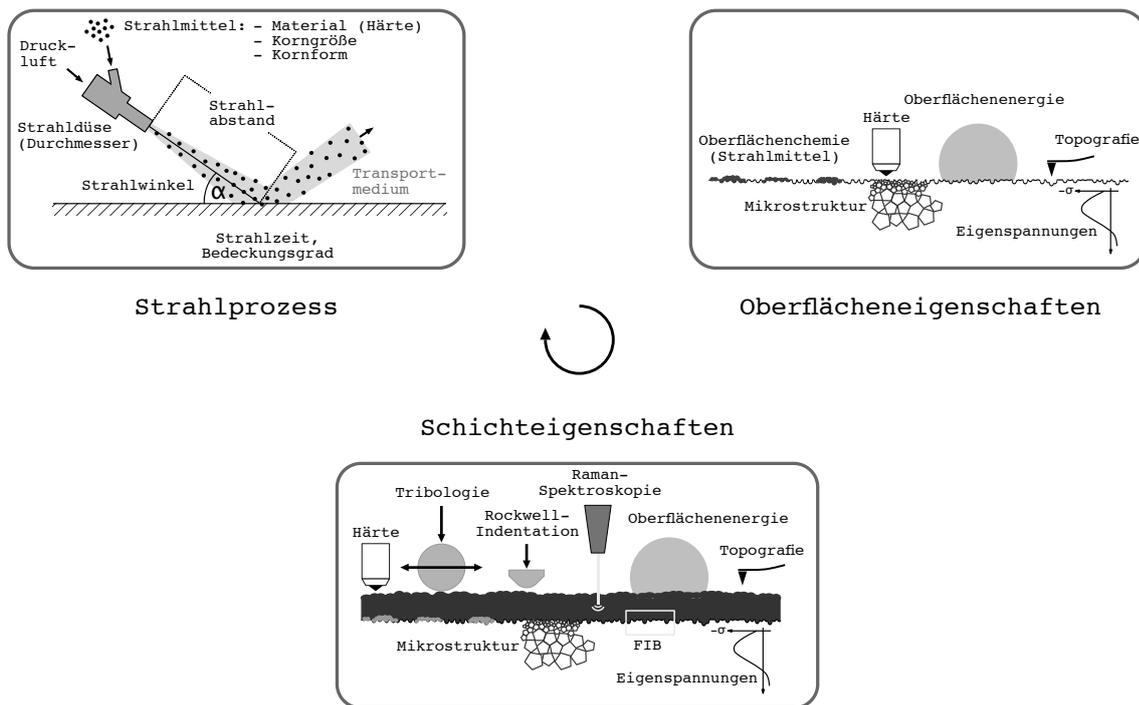
# Motivation und Problemstellung

Die Verwendung von Beschichtungen geht auf eine lange Historie zurück, denkt man an die Beschichtung gebrannter Tongefäße in der Antike. Bis heute ist das Spektrum von Beschichtungen auf eine beinahe unübersichtliche Fülle angestiegen. Diese reicht von Lacken und organischen Beschichtungen, über metallische und keramische Schichten, bis hin zu Hartstoffschichten und gegenwärtig komplexen, funktionellen Multilagenschichten. Das verfolgte Ziel von Beschichtungen ist dabei immer dasselbe. Die Verbesserung der oberflächennahen Eigenschaften eines Werkstoffs, seien es optische, elektrische, chemische, mechanische oder tribologische, um nur einige zu nennen. Im Rahmen intensiver Forschung wurden eine Reihe verschiedener Verfahren entwickelt, um Schichten mit den geforderten Eigenschaften herstellen zu können. Dabei ist die Schichthaftung in allen Belangen ein entscheidender Faktor, da die besten Schichteigenschaften ohne eine hinreichende Haftung zum Substrat keinen Mehrwert bieten.

Um die Haftung von Beschichtungen auf Oberflächen zu verbessern, werden letztere meist mit einer Adhäsionsschicht versehen, um die chemische Affinität zum Substrat zu steigern. Das ist besonders bei den Methoden der chemischen und physikalischen Gasphasenabscheidung (CVD, PVD) gängige Praxis. Um die mechanische Verankerung von Schichten und das Interface durch eine Oberflächenvergrößerung zu erhöhen, werden Oberflächen außerdem häufig aufgeraut, wofür sich das mechanische Aufrauen, die Laserstrukturierung, Ätzmethoden und Strahlbehandlungen besonders bewährt haben. Das Aufrauen ist üblich bei der Herstellung von Spritzschichten (thermisches Spritzen, Plasmaspritzen).

# 1 MOTIVATION UND PROBLEMSTELLUNG

Der Einfluss der durch das Strahlen erzeugten Oberflächeneigenschaften auf die Haftung von Beschichtungen, die mittels CVD hergestellt werden, ist hingegen wenig erforscht. Im Rahmen dieser Arbeit soll daher geklärt werden, inwieweit verschiedene Strahlprozesse sowohl das Wachstum, als auch die Haftung von diamantähnlichen amorphen Kohlenstoffschichten (DLC) beeinflussen, die mittels plasmagestützter chemischer Gasphasenabscheidung (*plasma enhanced chemical vapor deposition*; PECVD) abgeschieden wurden. Hierbei stehen die durch das Strahlen erzeugte topografische und die chemische Veränderung der Oberfläche im Fokus der Untersuchungen. Da DLC-Schichten aufgrund ihrer hervorragenden Eigenschaften hinsichtlich Reibung und Verschleiß vielfach in tribologischen Anwendungen eingesetzt werden, wird außerdem das Einlauf- und Reibverhalten der strukturierten DLC-Schichten beleuchtet. Daraus ergibt sich das in Abb. 1.1 gezeigte experimentelle Konzept dieser Arbeit, das sowohl die einzelnen Bearbeitungsschritte der Oberfläche, als auch die verwendeten analytischen Methoden zeigt. Dabei wird jeder der drei Teilbereiche zunächst für sich betrachtet, bevor anschließend die Eigenschaften miteinander korreliert werden.



**Abbildung 1.1:** Grafische Darstellung des Konzepts dieser Arbeit, in der die Zusammenhänge zwischen den durch das Strahlen erzeugten Oberflächeneigenschaften des Substrats und der Haftung einer darauf abgeschiedenen DLC-Schicht untersucht werden. Zusätzlich werden die Schichteigenschaften mit den Strahlparametern korreliert, um Vorhersagen für eine optimale Substratvorbereitung treffen zu können.

## 2.1 Das Strahlen

Das Strahlen ist ein Fertigungsverfahren zur Oberflächenbearbeitung, bei dem Partikel mit definierter Geschwindigkeit und Richtung auf das zu bearbeitende Werkstück beschleunigt werden. Bereits Ende des 19. Jahrhunderts wurden Strahlbehandlungen industriell eingesetzt, mit dem Ziel, Metalloberflächen von Schmutz und Oxidationsprodukten zu befreien [Newton, 1875; Brooksbank, 1896]. Aufgrund dessen hoher Verfügbarkeit und abrasiven Wirkung wurde Sand als Strahlmittel verwendet, weshalb dieser Prozess allgemein als Sandstrahlen bezeichnet wird. Später wurden Strahlbehandlungen mit dem Ziel der Oberflächenverfestigung durchgeführt [Moore, 1944], vergleichbar mit dem Hämmern beim Schmiedevorgang [Leghorn, 1957], welche durch kugelförmiges Strahlmittel (Metallkugeln) erreicht wird. Deshalb spricht man in diesem Fall vom Kugelstrahlen.

Beide Verfahren bewirken inhomogene plastische Verformungen innerhalb der Bauteilrandzone, die in Summe zu weitreichenden Veränderungen der oberflächennahen Eigenschaften führen. Dazu zählen die Oberflächentopografie (Rauheit, Oberflächenvergrößerung), die Oberflächenenergie, die randnahe Härte, die Mikrostruktur (Textur und Gefüge), die Gefügezusammensetzung sowie die Ausbildung von Makro- und Mikrospannungen [Scholtes, 1993]. Während beim Sandstrahlen nach wie vor die Reinigung und Aufrauung von Oberflächen im Fokus stehen, ist das Ziel des Kugelstrahlens hauptsächlich die Verbesserung der Werkstoffeigenschaften schwingend, korrosiv oder friktiv beanspruchter Bauteile.

## 2 GRUNDLAGEN

### 2.1.1 Strahlverfahren und Anlagentypen

Aufgrund der unterschiedlichen Anwendungsmöglichkeiten des Strahlens erfolgt die Unterteilung der gängigen Strahlverfahren in erster Linie nach deren Zweck. Man unterscheidet demnach das Reinigungsstrahlen, Strahlspanen, Umformstrahlen, Raustrahlen und Verfestigungsstrahlen, um nur einige Beispiele zu nennen. Diese Strahlverfahren sind neben einigen anderen in der Norm [VDMA 24379, 2011] zusammengefasst und lassen sich den allgemeinen Fertigungsverfahren der Norm [DIN 8580, 2003] zuordnen. Die Bezeichnung der Strahlverfahren steht also immer im Zusammenhang mit einem Zweck und sollte nicht mit den Strahlsystemen verwechselt werden, die Anlagentypen darstellen. Die wichtigsten hierzu sind ebenfalls in der Norm [VDMA 24379, 2011] aufgeführt.

Es gibt eine Vielzahl verschiedener Strahlanlagen, innerhalb derer die Einstellung der Prozessparameter realisiert wird. Sie unterscheiden sich primär in der Art der Partikelbeschleunigung [Leghorn, 1957]. Hier sei zum einen die Schleuderradanlage genannt, bei der ein rotierendes Schaufelrad die Partikel beschleunigt und eine von dessen Geometrie abhängige Geschwindigkeitsverteilung bewirkt [Kirk, 2007b]. Weiter verbreitet ist jedoch die sogenannte Injektorstrahlanlage, bei der das Strahlmittel durch Druckluft beschleunigt wird, die zum Partikelstrom meist kurz vor der Strahldüse injiziert wird. Dieser Anlagentyp ist durch den Aufbau mit Druckluftschläuchen sehr flexibel, was das Strahlen komplexer Geometrien ermöglicht. Der Partikelstrom weist aber aufgrund der Strömungseigenschaften der Druckluft eine breite Geschwindigkeitsverteilung auf [Kirk, 2007a]. Wird das Strahlmittel bei einer Injektorstrahlanlage mit Hilfe der Gravitation in einem Fallrohr zur Druckluftzuführung transportiert, spricht man von einer Gravitationsinjektorstrahlanlage. Eine Besonderheit unter den Injektorstrahlanlagen stellt die Nassstrahlanlage dar, bei der als Transportmedium für das Strahlmittel Wasser verwendet wird. Durch die Druckluft wird also eine Suspension aus Wasser und Strahlmittel in definiertem Verhältnis zum Werkstück beschleunigt. Dieses Verfahren zeichnet sich durch eine schonende Oberflächenbearbeitung infolge der dämpfenden Wirkung des mitgeführten Wassers aus [Kirk, 2013]. Der Begriff des Mikrostrahlens (*fine particle bombardement*; FPB) leitet sich aus der Verwendung von Strahlmitteln im  $\mu\text{m}$ -Bereich ab, die für feinste Strahlarbeiten an Präzisionsbauteilen verwendet werden [Kennedy, 2005; Harada, 2007]. Eine relativ neue Variante des Strahlens ist das Ultraschallstrahlen, bei dem sich das Strahlmittel in einer kleinen Kammer zwischen dem Strahlgut und einer starken Sonotrode befindet, sodass die Teilchenbeschleunigung durch untraschallinduzierte Stoßbewegungen erfolgt. Ein Vorteil dabei ist eine sehr lokale und schonende Oberflächenbearbeitung mit geringen Strahlmittelmengen [Thümmler, 2008].

### 2.1.2 Strahlparameter

Die gezielte Modifizierung der Bauteiloberfläche hinsichtlich ihrer Beanspruchung und die quantitative Bewertung gegenüber dem Ausgangszustand bedarf der Kenntnis der beim Strahlen entscheidenden Einflussgrößen. Diese werden unter dem Begriff Strahlparameter zusammengefasst und können in die Kategorien Strahlmittel, Strahlgut und Strahlanlage unterteilt werden, wie in Tab. 2.1 zusammengefasst ist [Scholtes, 1993].

Das Strahlmittel bezeichnet die zum Strahlen verwendeten Partikel, die in einer Vielzahl verschiedener Materialien (Keramik, Metall, Kunststoff, organisch), Kornformen (globular, scharfkantig) und Korngrößen (mm- bis  $\mu\text{m}$ -Bereich) erhältlich sind. Unter dem Strahlgut versteht man das zu strahlende Bauteil, dessen mechanische Eigenschaften in großem Maß für das Strahlergebnis mitbestimmend sind. Die Strahlanlage beinhaltet alle anlagentechnischen Parameter, die für die Partikelbeschleunigung zur Oberfläche relevant sind. Die Einhaltung der gewählten Parameter ist für eine reproduzierbare Prozessführung unerlässlich, da nur so die bereits genannten Oberflächenveränderungen gezielt gesteuert werden können. Unkontrolliertes Strahlen kann zu Poren, Rissen, Ausbrüchen und ungewolltem Verzug führen. Derartige Fehler wirken den Vorteilen des Kugelstrahlens entgegen und können ganze Bauteile schwächen, da deren Randschicht meist versagensbestimmend ist.

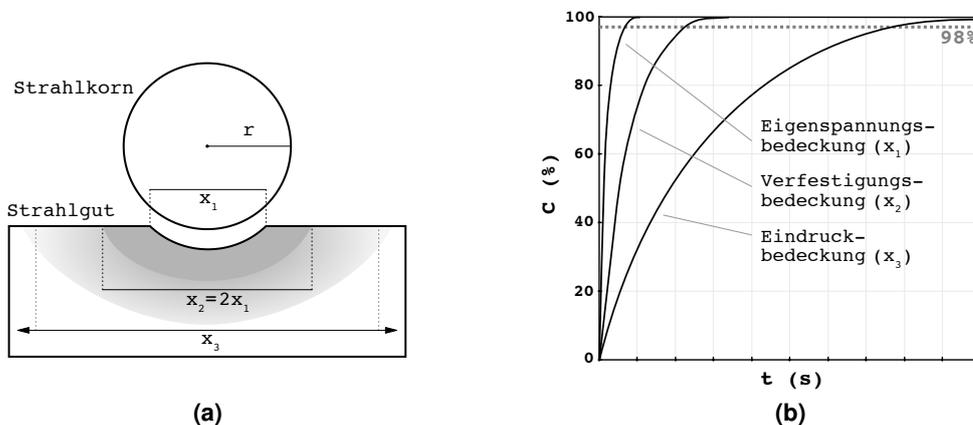
**Tabelle 2.1:** Relevante Prozessparameter für eine kontrollierte und reproduzierbare Strahlbehandlung [Scholtes, 1993].

Kategorie	Strahlparameter
Strahlmittel	Kornform Kornhärte Kornmasse Korngröße/-größenverteilung Kornwerkstoff Verschleißzustand chemische Zusammensetzung
Strahlgut	elast.-plast. Verformungsverhalten Härte chemische Zusammensetzung
Strahlanlage	Strahlmittelgeschwindigkeit Strahlwinkel Strahlzeit Strahlabstand Düsendurchmesser Massendurchsatz Transportmedium

## 2 GRUNDLAGEN

### 2.1.3 Bedeckungsgrad und Strahlintensität

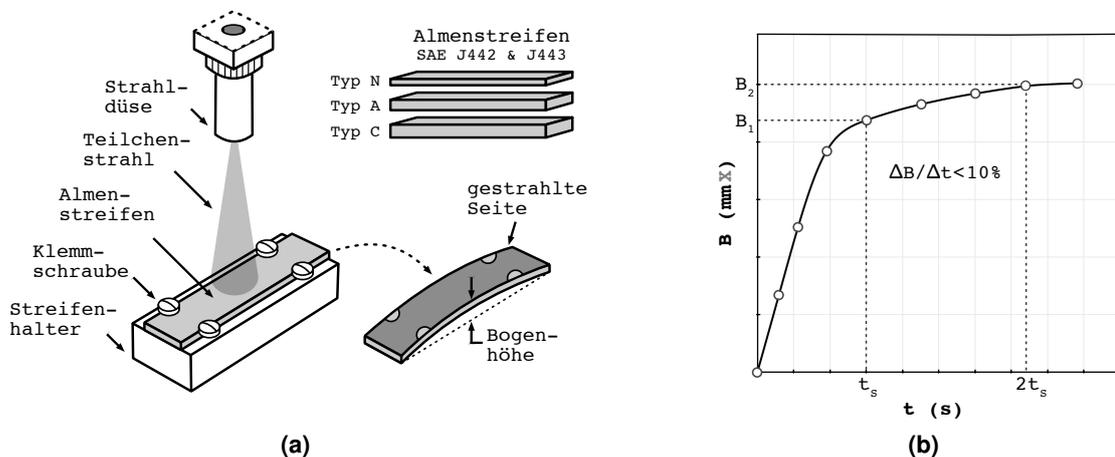
Eine im Zusammenhang mit dem Strahlen vielfach verwendete Größe ist der Bedeckungsgrad. Er ist definiert als der prozentuale Anteil der zu strahlenden Oberfläche, der näherungsweise einmal Kontakt mit dem Strahlmittel hatte [SAE J2277, 2013; Kirk, 2012]. Der Bedeckungsgrad ist von großer Bedeutung, weil er die Effektivität eines Kugelstrahlprozesses bestimmt. So wird das Optimum einer strahlbedingten Eigenschaftsänderung der Oberfläche bei etwa 98 % Bedeckung erwartet [Kirk, 2012]. Höhere Bedeckungsgrade sind sehr schwer zu verifizieren und verringern häufig die durch das Kugelstrahlen erzielten Oberflächenverbesserungen. Die Prozesskontrolle des Bedeckungsgrades ist aber nur möglich, wenn dieser mit einer gewissen Genauigkeit bestimmt werden kann [Kirk, 2009]. Dabei ist entscheidend, welcher Effekt des Kugelstrahlens zu dessen Bestimmung herangezogen wird. Zunächst hinterlässt jedes Strahlkorn auf dem Strahlgut einen Eindruck, der eine definierte Geometrie besitzt. Da die Eindrücke die Folge plastischer Verformung sind, sind sie jeweils von einer verfestigten Zone (Kaltverfestigung) und einer Eigenspannungszone umgeben, sodass der Bedeckungsgrad je nach betrachteter Oberflächeneigenschaft unterschiedlich ausfällt, wie in Abb. 2.1 illustriert ist. Zwar sind die Verfestigung und die Eigenspannungen eigenschaftsbestimmend, dennoch wird der Bedeckungsgrad wegen der einfachen Durchführung in der Praxis mikroskopisch über die Auswertung der Eindrücke pro Flächeneinheit bestimmt.



**Abbildung 2.1:** (a) Skizze zu den unterschiedlichen Zonen der Effekte des Strahlens.  $x_1$  bezeichnet den Eindruckdurchmesser des Strahlkorns mit Radius  $r$ ,  $x_2$  bezeichnet die Breite der kaltverfestigten Zone und  $x_3$  die Breite der Eigenspannungszone, deren Ausdehnung nicht eindeutig abzugrenzen ist. (b) Aus den unterschiedlichen Einflusszonengrößen ergeben sich unterschiedliche Raten für den Bedeckungsgrad. Die skizzierten Kurven sind in [Kirk, 2016] auf Basis der Avrami-Gleichung berechnet worden, unter der Annahme, dass die Strahlkorneindrücke rund und gleich groß sind.

## 2.1 Das Strahlen

Die zweite wesentliche Größe des Strahlens ist die Strahlintensität. Sie wird häufig als ein Maß für die durch den Strahlmittelstrom in das Strahlgut eingebrachte Energie definiert. Das würde aber unterstellen, dass sie vom Strahlmitedurchsatz abhängt, was nicht korrekt ist [Kirk, 2016]. Die Strahlintensität ist nach [Kirk, 2016] vielmehr ein Maß für die mittlere Fähigkeit der einzelnen Partikel des Strahlmittelstroms Eindrücke zu erzeugen. Eine weitere Definition der Strahlintensität leitet sich aus der Praxis ab und entspricht der Bogenhöhe eines gestrahlten Biegestreifens. Der Hintergrund hierzu ist ein 1944 von John Almen entwickelter Test [Almen, 1944], der weithin als Almentest bekannt ist und dessen Ziel die Bestimmung der Strahlintensität ist. Dazu wird ein so genannter Almenstreifen, dessen Maße und Härte streng definiert sind [Champaigne, 1997], in einem Halter fixiert und einer entsprechenden Strahlbehandlung unterzogen. Aufgrund einer inhomogenen Plastifizierung der Oberfläche bildet sich eine Zone oberflächennaher Druckeigenspannungen aus, die durch die Spannungsdifferenz mit der darunter liegenden Zone eine Durchbiegung des Streifens bewirkt (Abb. 2.2 (a)). Führt man diesen Test für verschiedene Strahlzeiten durch, bei ansonsten konstanten Strahlparametern, erhält man die Bogenhöhe als Funktion der Zeit (Abb. 2.2 (b)), aus der sich direkt die Almensättigung ablesen lässt. Das ist genau die Strahlzeit, bei deren Verdopplung sich die Bogenhöhe um nicht mehr als 10 % steigern lässt, was gleichbedeutend mit dem Maximum der erreichbaren Druckeigenspannungen ist.



**Abbildung 2.2:** (a) Skizze der Versuchsdurchführung zur Bestimmung der Almenintensität mittels Biegestreifen (Almenstreifen). (b) Diagramm zur Bestimmung der Sättigungspunkts aus der Strahlzeit  $t$ , mit der der Almenstreifen bearbeitet wird, und der sich aus den induzierten Eigenspannungen ergebenden Bogenhöhe  $B$ . Dabei ist der Sättigungspunkt als die Strahlzeit  $t_s$  definiert, bei der sich die Bogenhöhe unter Verdoppelung der Strahlzeit um nicht mehr als 10 % ändert. Die Almenintensität wird als Bogenhöhe in der Einheit (mm) angegeben, an die der Typ ( $X = N, A, C$ ) des verwendeten Almenstreifens angehängt wird, der entsprechend der erwarteten Durchbiegung zu wählen ist [Champaigne, 1992].

## 2 GRUNDLAGEN

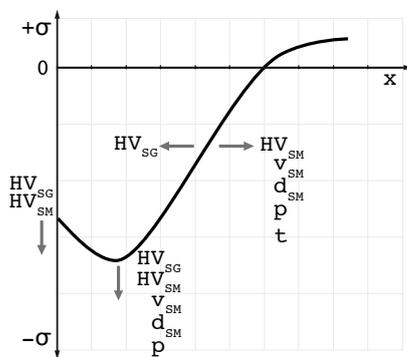
Da der Almentest sehr einfach durchzuführen ist und eine etablierte Methode für die Prozesskontrolle beim Kugelstrahlen darstellt, wird er nach wie vor vielfach in der Praxis eingesetzt. Zu erwähnen ist aber, dass es sich bei der Strahlintensität, wie auch bei dem Bedeckungsgrad, nicht um einen Elementarparameter des Strahlens handelt (vgl. Tab. 2.1), da für verschiedene Kombinationen der Elementarparameter gleiche Intensitäten oder Bedeckungsgrade möglich sind. Die Strahlintensität eignet sich also nur bedingt als Kriterium für die Prozessstabilität. Zudem ist die Strahlintensität im Gegensatz zum Bedeckungsgrad unabhängig von den Eigenschaften des Strahlguts, da sie über genau spezifizierte Almenstreifen ermittelt wird, deren Materialeigenschaften selten denen des Strahlguts entsprechen [Kirk, 2004]. Vor diesem Hintergrund ist es verständlich, dass von der Durchbiegung eines Almenstreifens nicht auf die erzielten Randschichteigenschaften geschlossen werden kann. Der Zusammenhang der Durchbiegung des Almenstreifens mit der Höhe der Eigenspannungen im Strahlgut ist insbesondere wegen des komplexen Spannungsprofils schwierig und wird unter anderem in [Herzog, 1996] kritisch diskutiert. Einige numerische Ansätze zur Korrelation der beim Kugelstrahlen erzeugten Eigenspannungen mit der Durchbiegung von Almenstreifen sind jedoch in den Arbeiten [Guagliano, 2001; Bhuvaraghan, 2011] zu finden. Die Strahlintensität und der Bedeckungsgrad sind nicht unabhängig voneinander und stehen über die Strahlkorneidrücke in einem Zusammenhang. So ist zum Beispiel für eine feste Korngröße und eine feste Strahlzeit bei hohen Strahlintensitäten auch mit einem hohen Bedeckungsgrad zu rechnen, da sich tiefe Eindrücke bilden. So wird in [Kirk, 2004] in Betracht gezogen, die Eindruckdurchmesser als ein Maß für die Prozesskontrolle zu etablieren.

### 2.1.4 Auswirkungen des Strahlens

Die Auswirkungen des Strahlens auf die Oberfläche von Werkstücken sind vielfältig und hauptsächlich inhomogenen plastischen Verformungen geschuldet. Zu deren Analyse ist es notwendig, dass die kugelstrahlbedingte Oberflächencharakteristik nicht gesondert, sondern immer in Bezug auf die zugrundeliegenden, eingestellten Strahlparameter betrachtet wird. Dabei sei erwähnt, dass sich komplizierte wechselseitige Abhängigkeiten der Oberflächeneigenschaften ergeben, die durch das Strahlen nicht getrennt voneinander verändert werden können. Aufgrund der langen Historie des Strahlens existieren mittlerweile eine ganze Reihe von Veröffentlichungen, die sich detailliert mit dessen Wirkungsweise und den speziellen Eigenschaftsänderungen befassen. An dieser Stelle seien die Arbeiten [Moore, 1944; Leghorn, 1957; Clausen, 1981; Scholtes, 1993; Schulze, 2002] wegen ihrer ganzheitlichen Betrachtungsweise hervorzuheben. Auf deren Basis werden im Folgenden die relevanten Oberflächenveränderungen kurz erläutert und zusätzlich Grundlagen zu deren Quantifizierung gegeben.

### 2.1.4.1 Eigenspannungen und Härte

Die wohl wichtigste kugelstrahlbedingte Werkstoffveränderung sind die induzierten oberflächennahen Druckeigenspannungen. Bei jedem Korneinschlag auf der Strahlgutoberfläche wird dessen kinetische Energie in Verformungsarbeit umgewandelt. Dies bewirkt lokal eine plastische Verformung, die zu lateralen Dehnungen und Verzerrungen führt, die der Ursprung der nach der elastischen Relaxation zurückbleibenden oberflächennahen Druckeigenspannungen sind [AlHassani, 1981]. Es handelt sich dabei meist um Eigenspannungen I. Art [Kloos, 1979], deren prinzipieller Tiefenverlauf in Abb. 2.3 dargestellt ist.



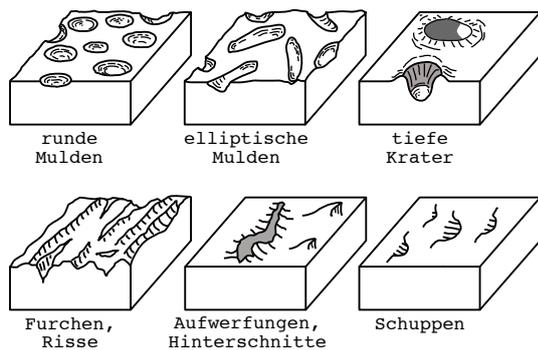
**Abbildung 2.3:** Prinzipieller Verlauf der durch das Kugelstrahlen induzierten Eigenspannungen  $\sigma$  mit zunehmendem Abstand von der Bauteiloberfläche  $x$ . Bestimmen lassen sich die Eigenspannungen mittels röntgenografischer Methoden. Das Maximum der Druckeigenspannungen liegt meist unter der Oberfläche und ist, wie der Verlauf des gesamten Profils, stark von den Strahlparametern abhängig. Dabei ist HV die Vickershärte,  $v$  die Strahlmittelgeschwindigkeit,  $d$  der Strahlmitteldurchmesser,  $p$  der Strahlendruck und  $t$  die Strahlzeit beziehungsweise der Bedeckungsgrad. Der Index *SG* bezeichnet das Strahlgut, während *SM* für das Strahlmittel steht [Vohringer, 1987; Scholtes, 1993].

Durch dieses Eigenspannungsprofil, das maßgeblich von der Streckgrenze des Strahlguts abhängt [Hills, 1983], lässt sich die Wechselfestigkeit von Bauteilen steigern, indem die Bildung und Ausbreitung von Oberflächenrissen durch die randnahen Druckeigenspannungen gehemmt wird. Da die Druckeigenspannungen Oberflächenfehlern entgegenwirken, weisen gestrahlte Oberflächen im Gegensatz zu ungestrahlten in der Regel geringere Eigenschaftsstreuungen auf. Kugelstrahlen zur Verbesserung der Randschicht ist allerdings nur zielführend, wenn der gestrahlte Werkstoff auch in der Lage ist, die hohen Druckeigenspannungen unter Last aufrecht zu erhalten [Schütz, 1986]. Da der Eigenspannungsabbau bei harten Stählen sehr gering im Vergleich zu weichen Stählen ist, ist eine Strahlbehandlung bei harten Stählen weitaus effektiver [Starker, 1983]. Außerdem können die Eigenspannungen bei hinreichend dünnen Bauteilen auch zu erheblichem Formverzug führen, was für die in Kap. 2.1.3 beschriebene Bestimmung der Almenintensität genutzt wird. Neben der Ausbildung der Druckeigenspannungen zeigen gestrahlte Oberflächen eine randnahe, verfestigte Zone, die mit einer Härtesteigerung verbunden ist. Bei niedrigfesten Stählen ändert sich die Randschichthärte aufgrund hoher Verformungsgrade deutlich, bei hochfesten Stählen allerdings kaum [Starker, 1983]. Zusätzlich beeinflussen die Eigenspannungen die Messung der Härte, da sie die Oberflächenverformung während der Indentation mit einem Prüfkörper hemmen.

## 2 GRUNDLAGEN

### 2.1.4.2 Oberflächentopografie und Strukturen

Die durch das Strahlen erzeugte Oberflächentopografie kann, abhängig von den Strahlparametern, sehr unterschiedliche Strukturen aufweisen [Clausen, 1999], wie Abb. 2.4 skizzenhaft dargestellt ist. Bei der Bildung dieser Strukturen sind die kinetische Energie des Strahlmittels, dessen Form und Größe, der Strahlwinkel und das elastisch-plastische Verformungsverhalten des Strahlguts von entscheidender Bedeutung. Die kinetische Energie bestimmt die Eindringtiefe des Strahlmittels und damit die Verformungsenergie des Strahlguts. Der Strahlwinkel bestimmt die Form der Einschlagkrater von rund bis ellipsenförmig. Runde Einschlagkrater werden nur von runden Kornformen erzeugt, während scharfkantige Körner hauptsächlich zum Aufreißen und Einschneiden der Oberfläche und damit zu Furchen und Rissen führen. Da der Strahlkegel meist über eine Geschwindigkeitsverteilung und leichte Winkeländerungen der beschleunigten Körner verfügt, sind häufig Überlagerungen dieser Effekte zu beobachten. Gestrahlte Oberflächen weisen bis auf wenige Ausnahmen eine stochastische Topographie ohne Vorzugsrichtung auf.



**Abbildung 2.4:** Charakteristische topografische Oberflächenstrukturen, die nach dem Strahlen auftreten können und durch die Strahlparameter beeinflusst werden. Diese Oberflächenstrukturen sind selten einzeln zu beobachten, sodass gestrahlte Oberflächen meist aus deren Kombination bestehen. Vorzugsrichtungen sind unter sehr flachen Strahlwinkeln und starr fixiertem Strahlgut möglich. So erzeugt man längliche, riefenartige Strukturen mit einer definierten Richtung. Die Skizze ist angelehnt an die Norm [DIN EN ISO 8785, 1999].

Durch gezielte Strahlbehandlungen können Oberflächen verschiedener Funktionalität (siehe Tab. A.3) generiert werden, da sich durch die Variation der Strahlparameter zwar alle Rauheitskennwerte (siehe Tab. A.1) verändern können, je nach Parameterwahl aber unterschiedlich stark. So kann beispielsweise durch Verwendung von scharfkantigem, abrasivem Strahlmittel bei steilen Strahlwinkeln ein Aufrauen der Oberfläche bewirkt werden, während bei flachen Strahlwinkeln und sonst gleichen Bedingungen eine Glättung von Rauheitsspitzen erfolgt, ohne nennenswerte Änderung der Rauheitstäler. Beides kann zum Beispiel für die Qualität adhäsiver Kontakte zwischen zwei Oberflächen von Bedeutung sein. Die Verwendung von kugelförmigem Strahlmittel unter steilen Strahlwinkeln führt je nach Teilchengeschwindigkeit zu mehr oder weniger stark ausgeprägten Kratern auf der Oberfläche, die zum Beispiel für tribologische Anwendungen wichtig sein können [Narten, 2014].

### 2.1.4.3 Oberflächenchemie und Strahlmittelrückstände

Während die meisten Arbeiten zum Strahlen die Veränderung der mechanischen und topografischen Eigenschaften des Strahlguts behandeln, schenkt man der chemischen Veränderung meist wenig Beachtung, obwohl diese nicht zu unterschätzen ist. Sie ist hauptsächlich Verunreinigung geschuldet, die verschiedenen Ursprungs sein können:

- Implantationen von ganzen Strahlmittelkörnern oder deren Bruchstücken.
- Mechanische Vermischung von Strahlgut und Strahlmittelabrieb.
- Einarbeitung von Fertigungsrückständen des Strahlguts (Schmier- oder Kühlmittel).
- Verunreinigung durch den Abrieb diverser Anlagenbestandteile.

Die Implantation von Strahlkörnern ist insbesondere dann zu beobachten, wenn das Strahlmittel eine sehr kleine Korngröße besitzt und deutlich härter als das Strahlgut ist. So wurden zum Beispiel beim Strahlen von Aluminium mit Hartmetall Strahlmittelkörner von mehreren Mikrometern Durchmesser in der Verformungszone gefunden [Horiuchi, 2010]. Selbst wenn sehr große Strahlkörner mit geringer Bruchneigung (Stahlkugeln) verwendet werden, so ist jedes Strahlkorn immer von winzigen Partikeln (im nm-Bereich) aus Materialabrieb umgeben, der durch den Kontakt der Körner untereinander während des Transports oder des Prozesses entsteht. Dieser Abrieb ist praktisch nicht zu vermeiden und wird beim Strahlvorgang zwangsläufig in die Oberfläche eingearbeitet. Derartige Rückstände wurden in [Yamauchi, 2006] nach dem Strahlen mit SiC und C-Partikeln mittels Röntgenbeugung (XRD) nachgewiesen. In einem weiteren Fall wurde sogar eine diffusionsgesteuerte Chromanreicherung an der Oberfläche durch chromhaltiges Strahlmittel beobachtet [Kameyama, 2007], deren Triebkraft die lokal sehr hohen Dehnraten und Temperaturen beim Strahlvorgang sind und die sich daraus ergebende Nanokristallisation der Randschicht. Diese Verunreinigungen sind nicht zu vernachlässigen, da sie für viele Anwendungen fatale Folgen haben können. So verursachen beispielsweise Bruchstücke von Stahlkugeln in gestrahlten Aluminiumbauteilen galvanische Korrosion und führen damit zu weitreichenden Oberflächenschäden [Schütz, 1986]. Auf der anderen Seite können diese Verunreinigungen durchaus gewollt sein, wenn sie als Haftvermittler für Beschichtungen dienen sollen (vgl. Kap. 2.3). Man kann festhalten, dass die Tendenz zur Implantation von Strahlmittel mit sinkender Korngröße und steigender Strahlintensität steigt [Harris, 1999] und das plastische Fließen beim Strahlprozess zur mechanischen Vermischung von Strahlgut und Strahlmittel führen kann.

## 2 GRUNDLAGEN

### 2.1.4.4 Mikrostruktur

Die Mikrostruktur gestrahlter Oberflächen ist geprägt von hohen Verformungsgraden und Kornverzerrungen, die durch die beim Kugelstrahlen auftretenden extremen Dehnraten entstehen (Abb. 2.5). Die Mikrostruktur weist eine Vermischung aller initialen Phasen auf, ähnlich wie beim mechanischen Legieren, wobei es bei metastabilen Werkstoffzuständen zusätzlich zu Phasenumwandlungen kommen kann. In martensitischen Stählen zum Beispiel kann eine dehnungsinduzierte Umwandlung von Restaustenit zu Martensit in der Bauteilrandzone beobachtet werden [Schulze, 2002], sodass das Strahlen auch die Zusammensetzung der vorliegenden Phasen beeinflussen kann. Dabei muss das entstehende Gefüge nicht zwangsläufig homogen sein, da die einzelnen Phasen bei Mehrphasengefügen eventuell sehr unterschiedlich auf die Verformungsenergie beim Kugelstrahlen reagieren.

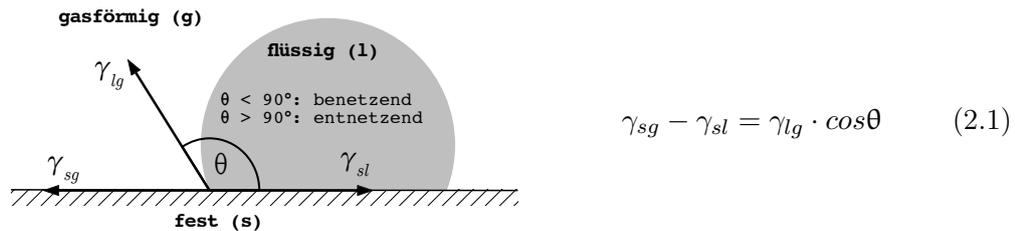
Werkstoffwissenschaftlich betrachtet führt das Strahlen zu einer immensen Erhöhung der Versetzungsdichte, was mittels Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) nachgewiesen werden konnte. Zusätzlich kommt es zu einer Verringerung der Kohärenzlänge durch Gitterverzerrungen, deren Nachweis über die Änderung der Halbwertsbreiten bei röntgenografischen Analysen erfolgte. Die nanokristalline Kornstruktur und die sich ausbildenden Vorzugsorientierungen konnten mittels Polfiguren nachgewiesen werden und zeigen eine charakteristische Strahltextur. Diese steht in engem Zusammenhang mit den aktivierten Gleitsystemen des gestrahlten Werkstoffs. Allerdings wird die Mikrostruktur durch das Strahlen oft ungewollt geschädigt. Durch Überstrahlen sind neben vermehrtem Oberflächenverschleiß häufig Ermüdungsrisse unter der Oberfläche zu finden, die trans- und interkristallin verlaufen können [Scholtes, 1993; Schulze, 2002].



**Abbildung 2.5:** Prinzipielle Zonen der kugelstrahlbedingten Mikrostruktur. Innerhalb der Bauteilrandschicht bildet sich eine gradierte Zone verformten Materials aus, in der sich die Korngröße zur Oberfläche hin verkleinert und dessen Tiefe stark von der Strahlintensität abhängt [Okolo, 2007]. Die Kornverfeinerung wird durch Scherung der Körner in Strahlrichtung bewirkt, die oberflächennah bis zu einem nanokristallinen Gefüge führen kann [Liu, 2007], das zusätzlich implantierte Strahlmittelrückstände enthält.

### 2.1.4.5 Oberflächenenergie und Kontaktwinkel

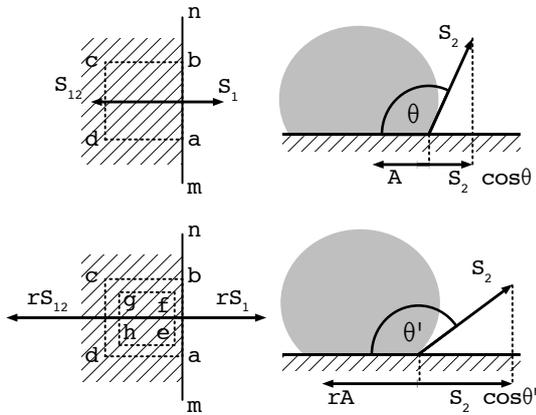
Eine Größe, die durch die Veränderungen bezüglich Topografie und Oberflächenchemie gleichermaßen beeinflusst wird, ist die Oberflächenenergie, die über Kontaktwinkelmessungen bestimmt wird. Die Oberflächenenergie von Festkörpern  $\gamma_{sg}$  ist definitionsgemäß die Energie  $E$ , die notwendig ist, um durch Trennen des Festkörpers zwei neue Oberflächen der Fläche  $A$  zu bilden [Atkins, 2010]. Die Energie  $\gamma_{sg}$  ist nicht direkt messbar, lässt sich aber über das Benetzungsverhalten der Festkörperoberfläche quantifizieren (Abb. 2.6). Die Verknüpfung der Oberflächenenergie mit dem Kontaktwinkel einer Flüssigkeit auf der Festkörperoberfläche liefert die Young'sche Gleichung (Gl. 2.1). Gilt  $\gamma_{sg} > \gamma_{sl}$ , neigt ein Tropfen zur Spreitung, wobei die Grenzfläche  $sl$  unter Energieabgabe und die Grenzfläche  $lg$  unter Energieaufnahme vergrößert werden, bis sich zwischen beiden ein Gleichgewichtszustand einstellt. Die Differenz der Energien ergibt in diesem Fall eine Abnahme der Gesamtenergie, die die Benetzungscharakteristik der Oberfläche beschreibt und die Triebkraft der Benetzung darstellt.



**Abbildung 2.6:** Illustration des Kräftegleichgewichts der drei Phasen, fest (s), flüssig (l) und gasförmig (g), sowie der sich daraus ergebenden Grenzflächenenergien  $\gamma_i$ . Die Verknüpfung der Grenzflächenenergien mit dem Kontaktwinkel  $\theta$  liefert die Young'sche Gleichung [Atkins, 2010].

Zum einen beeinflussen die strahlinduzierten Veränderungen der Oberflächenchemie (Phasenumwandlungen, Strahlmittelimplantationen) die Oberflächenenergie und Benetzbarkeit deutlich [Harris, 1999], zum anderen spielt die erzeugte Oberflächentopografie eine entscheidende Rolle. Wenzel erläutert in [Wenzel, 1936] die theoretischen Grundlagen der Benetzung von Festkörperoberflächen unter Berücksichtigung der Rauheit. Betrachtet man analog zu oben eine identische Zunahme der Grenzfläche  $lg$  eines Tropfens auf einer rauen Oberfläche, so bedeckt der Tropfen dabei eine größere Oberfläche, was in einer stärkeren Abnahme der Gesamtenergie und damit in einer schnelleren Benetzung resultiert. Entsprechendes gilt für  $\gamma_{sg} < \gamma_{sl}$ . Hier würde eine raue Oberfläche die Entnetzung beschleunigen, da bei gleicher Tropfenveränderung die Rauheit eine größere Grenzfläche  $sl$  bedeckt. Eine Beschreibung dieser Zusammenhänge gibt Abbildung 2.7. Eine raue Oberfläche verändert ihre Benetzungscharakteristik also nicht gegenüber einer glatten Oberfläche, sondern verstärkt diese.

## 2 GRUNDLAGEN



**Abbildung 2.7:** Illustration der Veränderung des Kräftegleichgewichts eines Wassertropfens auf einer glatten Oberfläche (oben, Grenzflächenenergie  $A$  bezogen auf die Fläche  $abcd$ ) gegenüber einer rauhen Oberfläche (unten, Grenzflächenenergie  $rA$  bezogen auf die Fläche  $efgh$ ). Die Berücksichtigung der Rauheit und der sich verändernden Grenzflächenenergie von  $A$  zu  $rA$  und des Randwinkels von  $\theta$  zu  $\theta'$  bei konstanter Energie  $S_2$  und konstanter Kontaktoberfläche beschreibt der Wenzel'sche Rauheitsfaktor  $r$  [Wenzel, 1936].

Zur Quantifizierung der Abweichung der idealen geometrischen Oberfläche von einer rauhen realen Oberfläche, führt Wenzel den Wenzel'schen Rauheitsfaktors  $r$  als das Verhältnis der Kontaktwinkel dieser beiden Oberflächentypen ein. Setzt man  $r$  als Verhältnis des Kontaktwinkels der wahren Oberfläche  $\theta'$  zum Kontaktwinkel der geometrischen Oberfläche  $\theta$  in die Young'sche Gleichung ein, erhält man

$$r \cdot (\gamma_{sg} - \gamma_{sl}) = \gamma_{lg} \cdot \cos \theta' \quad \text{mit} \quad r = \frac{\cos \theta'}{\cos \theta} \quad (2.2)$$

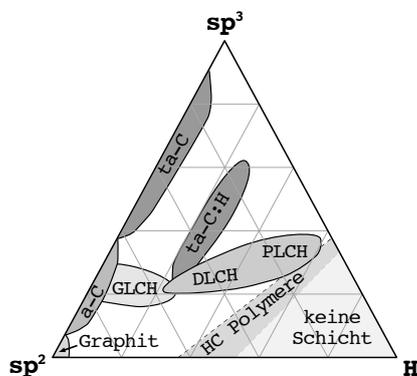
Wie in [Shuttleworth, 1948] angegeben, gilt die Definition von  $r$  nur für Kontaktwinkel  $\theta < 90^\circ$ , bei denen die Flüssigkeit auch Rauheitstäler, also die gesamte Oberfläche geschlossen benetzt. Bei Kontaktwinkeln  $\theta > 90^\circ$ , bei denen die Flüssigkeit auf den Rauheitsspitzen aufliegt und die Oberfläche nicht vollständig bedeckt, muss ein zusätzlicher Term eingefügt werden. Spitzen und Erhöhungen bei größeren Rauheiten sollen dabei das Spreiten eines Tropfens maßgeblich behindern. Kapillareffekte können auf der anderen Seite dafür sorgen, dass ein Tropfen Täler ausfüllt und somit eine weitere Spreitung begünstigt [Harris, 1999]. Bikerman gibt an, dass die Benetzbarkeit unabhängig von der Rauheit ist, da der wahre Kontaktwinkel bezogen auf die Oberflächennormalen der Rauheitsspitzen konstant bleibt [Bikerman, 1949]. Dagegen spricht die These von Wenzel, die besagt, dass vielmehr die Größe der effektiven Oberfläche, die mit dem Tropfen interagieren kann, als deren topographische Charakteristik, die Benetzbarkeit beeinflusst [Wenzel, 1936]. Harris und Beevers zeigen in [Harris, 1999] weiter, dass die Änderung der Oberflächenenergie durch das Strahlen kein rein geometrischer Effekt ist, sondern seinen Ursprung auch in der veränderten Oberflächenchemie hat, die durch Strahlmittelrückstände entsteht. Einen Hinweis darauf liefern nicht nur chemische Analysen der Oberfläche, sondern auch die Veränderung des Verhältnisses des dispersiven und polaren Anteils der Oberflächenenergie durch das Strahlen.

## 2.2 Diamantähnliche Kohlenstoffschichten (DLC)

### 2.2.1 Definition und Struktur

Diamantähnliche Kohlenstoffschichten (*diamond-like carbon*; DLC) stellen eine metastabile Modifikation des Kohlenstoffs dar, die aus einer amorphen Struktur von  $sp^3$ - (diamantartig),  $sp^2$ - (graphitisch) und  $sp^1$ -gebundenem Kohlenstoff besteht, die zusätzlich einen Wasserstoffanteil von bis zu 60 % enthalten kann [Ferrari, 2000]. Je nach Herstellungsverfahren und Prozessführung lassen sich durch Variation des  $sp^2/sp^3$ -Verhältnisses und des Wasserstoffgehalts Schichten unterschiedlichster Eigenschaften herstellen. Das ohnehin schon breite Eigenschaftsspektrum lässt sich durch Zugabe von Dotierungselementen (Cr, W, Si) zusätzlich erweitern, weshalb DLC-Beschichtungen aktuell in einer sehr großen Zahl verschiedenster Anwendungen zu finden sind. Besonders hervorzuhebende Eigenschaften sind die hohe Härte, die optische Transparenz, die elektrische Isolation, die chemische Beständigkeit sowie die niedrige Reibung. Somit reicht der Einsatz von tribologischen Anwendungen (Lager, Dichtungen, Motoren) [Grill, 1997; Jarry, 2009; Kano, 2014] über magnetische Speichermedien [Ferrari, 2004] und mikroelektromechanische Bauteile (MEMs) [Peiner, 2007], bis hin zu Biomaterialien [Grill, 2003] und Anwendungen in der Medizintechnik [Hauert, 2013]. Dementsprechend ist die Fülle an Forschungsarbeiten zu DLC sehr umfangreich, wobei die viel zitierten Arbeiten von J. Robertson [Robertson, 1994; Robertson, 2002], wie auch die Arbeiten von A. Grill [Grill, 1999a; Grill, 1999b], Y. Lifshitz [Lifshitz, 1999], J. Vetter [Vetter, 2014] und die Norm [VDI 2840, 2005] detaillierte Übersichten liefern.

Die verschiedenen bekannten Typen von DLC, die im ternären Phasendiagramm in Abb. 2.8 skizziert sind, leiten sich aus dem Verhältnis der oben angesprochenen Bestandteile ab. Die wasserstoffhaltigen amorphen Kohlenstoffschichten a-C:H (DLCH) wurden im Rahmen dieser Arbeit verwendet.



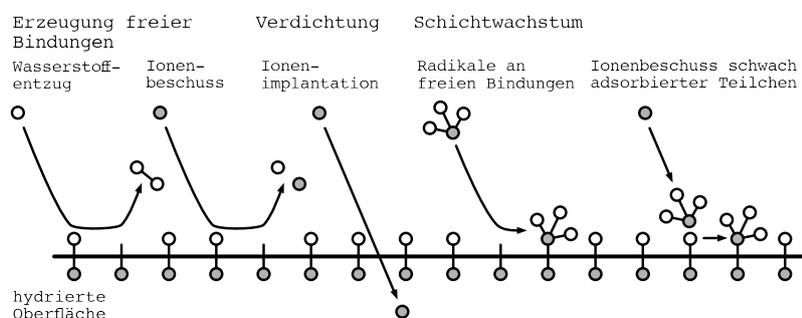
**Abbildung 2.8:** Ternäres Phasendiagramm des amorphen Kohlenstoffs [Casiraghi, 2005a], der in einer Vielzahl verschiedener Modifikationen synthetisiert werden kann, die sich hauptsächlich durch das Verhältnis ihrer Bestandteile (Wasserstoff,  $sp^2$ - und  $sp^3$ -hybridisierte C-C-Bindungen) unterscheiden. Die Phasengrenzen wurden anhand von Schichten bestimmt, deren Struktur und mechanische Eigenschaften bekannt sind und die sich maßgeblich voneinander unterscheiden. Dennoch können selbst innerhalb einer Phase große Eigenschaftsunterschiede auftreten, sodass bei a-C:H (DLCH) Härten von 500-4000 HV möglich sind.

## 2 GRUNDLAGEN

### 2.2.2 Schichtwachstum von a-C:H-Schichten

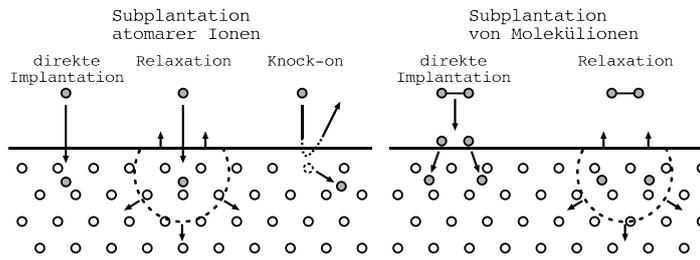
Die Deposition von a-C:H-Schichten mittels PECVD findet unter Verwendung von Precursoren (Methan, Ethin, Ethen, Benzen, Toluol) statt, die als Kohlenwasserstofflieferanten dienen. Sobald die Reaktanden aus dem Plasma die Oberfläche erreichen, findet die Schichtbildung durch thermisch oder durch Ionenbeschuss induzierte Oberflächenreaktionen statt. Im Speziellen, Adsorptions- und Desorptionsvorgänge, Reaktionen von adsorbierten Teilchen untereinander oder mit dem Gas, Keimbildung oder Stufenwachstum, Bildung einer kontinuierlichen Schicht durch Zusammenwachsen der Keime, Oberflächendiffusion, Umwandlungsprozesse und Diffusion innerhalb der Schicht.

Die dominanten Prozesse zur Bildung von a-C:H-Schichten sind in Abb. 2.9 gezeigt. Zunächst wird die Substratoberfläche durch Ionenbeschuss oder Ätzen mit atomarem Wasserstoff aktiviert, indem Wasserstoff von der Oberfläche entfernt wird, der eine reaktive freie Bindungsstelle (*dangling bond*) zurücklässt, die durch Monoradikale oder Ionen aus der Gasphase wieder abgesättigt werden kann. Diradikale sind ebenfalls in der Lage, eine freie Bindungsstelle zu schaffen und tragen so direkt zum Schichtwachstum bei. Durch den geringen Ionisierungsgrad bei der PECVD, trägt die Adsorption von Neutralteilchen (Physisorption) einen wesentlichen Anteil am Schichtwachstum. Diese können durch Stöße von Ionen hoher Energie fest an die Oberfläche gebunden werden (Chemisorption). Dem Ionenbeschuss, speziell der Ionenenergie, kommt eine besondere Bedeutung zu, da diese die Bildung von  $sp^3$ -Bindungen und damit die Eigenschaften der Schicht dominiert. Hintergrund hierzu ist das Subplantationsmodell (*low energy subsurface implantation*) aus [Lifshitz, 1990; Robertson, 1994], auf dessen Basis ein weiteres Modell zur Bildung von  $sp^3$ -gebundenen Kohlenstoffstrukturen in DLC in [Robertson, 2005] vorgestellt wurde. Die grundlegenden Mechanismen der Subplantation von Atomen und Molekülen bei der Schichtbildung von DLC sind in Abb. 2.10 dargestellt.



**Abbildung 2.9:** Skizze der maßgeblichen Oberflächenprozesse, die bei der Deposition von a-C:H-Schichten mittels PECVD auftreten [Robertson, 2002; Grotjahn, 2015].

## 2.2 Diamantähnliche Kohlenstoffschichten (DLC)



**Abbildung 2.10:** Skizze der grundlegenden Mechanismen der Subplantation. Die Subplantation von atomaren Ionen und Molekülionen erfolgt direkt oder indirekt über einen Stoßprozess (Kaskaden), wobei es in beiden Fällen zur Relaxation der Struktur kommen kann [Robertson, 2002].

Innerhalb vieler experimenteller Arbeiten konnte gezeigt werden, dass hohe Ionenenergien gegenüber niedrigen meist sehr glatte Oberflächen liefern. Dazu wurde in [Peng, 2001] eine kritische Ionenenergie von  $\sim 50$  eV für die Rauheitsentwicklung angegeben. Ab diesem Wert ist die Energie für die Ionenimplantation ausreichend und es werden Oberflächen mit einer kontinuierlichen Topografie erzeugt. Unter 50 eV sind die Ionen energetisch nicht mehr in der Lage die Wachstumsfront zu durchdringen und sie lagern sich an der Oberfläche an. Über Oberflächendiffusion agglomerieren die abgeschiedenen Teilchen und bilden thermodynamisch stabile  $sp^2$ -Cluster, die zu dem Rauheitsanstieg führen. Erhöhte Substrattemperaturen begünstigen zwar die Oberflächendiffusion und die Bildung rauer Oberflächen, im Vergleich zur Prozesstemperatur ( $\approx 80$  °C) sehr hohe Temperaturen ( $> 400$  °C) führen aber unter erheblichem Wasserstoffentzug der Schicht wieder zu einer deutlichen Einglättung.

Makroskopisch adaptieren DLC-Schichten aber die Substrattopografie, weshalb deren Endbearbeitung entscheidend für die Zielrauheit der Beschichtung ist. Außerdem spielen Kantenefekte und die Positionierung dreidimensionaler Geometrien innerhalb der Beschichtungskammer eine große Rolle, wie in [Nishimura, 2003; Nelson, 2014] gezeigt werden konnte. Bei DLC-Schichten ist meist eine Rauheit auf verschiedenen Größenskalen zu beobachten (Blumenkohlstruktur), was auf Abschattungseffekte [Hormann, 2009] und eine kolumnare Wachstumsstruktur zurückzuführen ist, wie in [Thornton, 1977] anhand des dort eingeführten Strukturzonenmodells erläutert wurde.

Der Einfluss der gewählten Gasart ist insofern wichtig, als dass sie die Größe der an der Beschichtung beteiligten Moleküle bestimmt, durch die unterschiedliche Topografien erzeugt werden können. So bewirkt die Beschichtung mit Toluol deutlich rauere Oberflächenstrukturen als mit Methan oder Ethen [Meier, 2007]. Der Zusammenhang der Rauheit mit dem Gasdruck ist vergleichbar mit dem der Ionenenergie, da der Druck die mittlere freie Weglänge der Ionen und damit deren Energie mitbestimmt [Sun, 2000]. Um die Oberfläche von DLC-Schichten nachträglich zu glätten, haben sich das Sputtern mit Argon und das Wasserstoffätzen aufgrund der kontinuierlichen Abtragsrate als nützlich erwiesen [Peng, 2001].

## 2 GRUNDLAGEN

### 2.2.3 Adhäsion und Haftung

Die besten Schichteigenschaften bringen für ein beschichtetes Bauteil keinen Mehrwert, wenn die Haftung der Beschichtung unzureichend ist. Daher wurden in der Vergangenheit große Anstrengungen unternommen, um die Mechanismen guter Haftung aufzudecken und diese dadurch gezielt kontrollieren zu können.

Bisweilen wird der Begriff der Adhäsion als Synonym für die Haftung verwendet, obwohl beide Begriffe physikalisch sehr unterschiedliche Bedeutungen haben. Daher werden zunächst die Definitionen beider Begriffe vorgestellt, die sinngemäß aus [Bischof, 1989] entnommen wurden, in ähnlicher Form aber in verschiedenen Arbeiten zu finden sind.

**Adhäsion** Als Adhäsion bezeichnet man den Zustand einer Grenzschicht, die zwischen zwei in Kontakt tretenden kondensierten Phasen entsteht und die durch den von atomaren oder molekularen Wechselwirkungskräften hervorgerufenen mechanischen Zusammenhalt gekennzeichnet ist. Die Adhäsion stellt damit eine Energie pro Flächeneinheit (Kontaktfläche) dar, kann aber auch als Arbeit zur Überwindung des Widerstands gegen die Trennung der Grenzschicht aufgefasst werden.

**Haftung** Als Haftung oder Haftfestigkeit  $\sigma_H$  wird das Ergebnis der Adhäsion bezeichnet, das man durch Bestimmung der mechanischen Festigkeit der Grenzflächenschicht erhält und dessen Wert als innere Kraft  $F_i$  pro wahrer Bruchfläche  $A_w$  definiert ist. Der Begriff Haftung ist aber vielmehr als Verbundfestigkeit  $\sigma_V$  zu verstehen, da die Haftkräfte (Summe der Bindungspunkte und Bindungsart) selten zugänglich sind, sodass diese durch die messbare äußere Kraft  $F_a$  und die wahre Bruchfläche gegen die geometrische  $A_g$  ersetzt werden.

$$\sigma_H = \frac{F_i}{A_w} \quad ; \quad \sigma_V = \frac{F_a}{A_g} \quad (2.3)$$

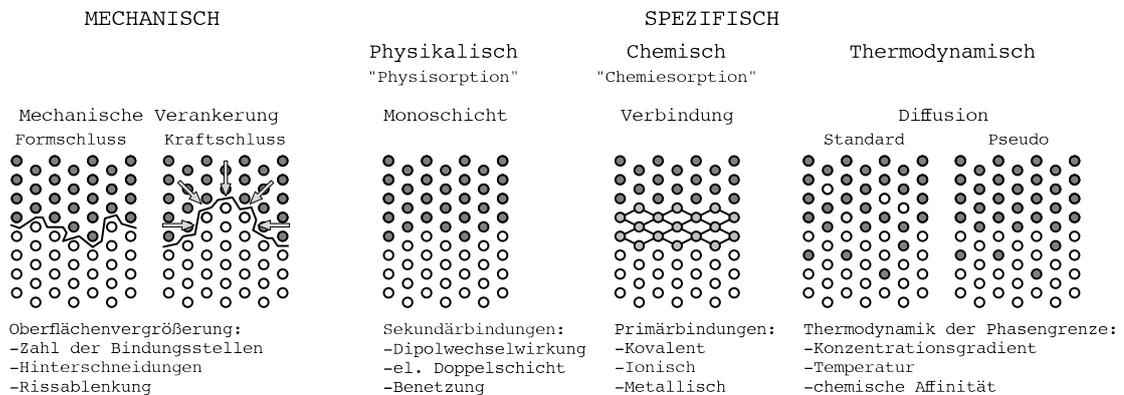
Die grundsätzlichen Mechanismen der Adhäsion und die zugrunde liegenden Wechselwirkungen sind in Abb. 2.11 skizzenhaft dargestellt. Wichtig zu erwähnen ist, dass es sich in der Realität immer um eine Kombination der gezeigten Modelle handelt und die einzelnen Effekte messtechnisch schwer getrennt voneinander betrachtet werden können.

Die Bewertung der Haftung von Beschichtungen findet immer zerstörend statt, weshalb für qualitative sowie quantitative Aussagen zur Haftung der Schädigungsmechanismus der Schicht als Antwort auf die Belastung des Hafttests immer in Betracht gezogen werden muss [Mattox, 1965; Hetzner, 2008; Schaufler, 2011].

## 2.2 Diamantähnliche Kohlenstoffschichten (DLC)

Die Versagensmechanismen wurden in [Thouless, 1991] in vier Typen unterteilt. Die Delamination am Interface, Schichtwölbung durch lokale Delamination, multiple Risse in der Schicht und Ausbrüche der Substratoberfläche unterhalb des Interface. Unterschiedliche Hafttests zeigen bei gleichen Schichtsystemen häufig stark unterschiedliche Ergebnisse. Da die Schichtschädigung immer eine Funktion der Schichteigenschaften (Eigenspannungen, Schichtdicke) ist, ist auch beim Vergleich der Haftung verschiedener Schichtsysteme mit dem gleichen Hafttest Vorsicht geboten. Zudem sollte ein Hafttest eine Belastung induzieren, die möglichst nah an der Belastung im Anwendungsfall liegt. Aus diesem Grund wurde ein Vielzahl an Hafttests entwickelt, von denen die bekanntesten in Kap. 3.4.5 gelistet sind.

Ist die Schichthaftung diamantähnlicher Kohlenstoffschichten schlecht, sind die Gründe meist deren hohe Eigenspannungen, die fehlende chemische Affinität zwischen den Bindungspartnern, Verunreinigung der Substratoberfläche, mangelnde Aktivierung oder zu geringe Abscheideenergien (Ionenenergie) der reaktiven Spezies. Gerade auf Metalloberflächen ist die Haftung von DLC-Schichten üblicherweise schlecht, weshalb hier vor der Deposition fast immer Methoden zur Adhäsionssteigerung angewandt werden.



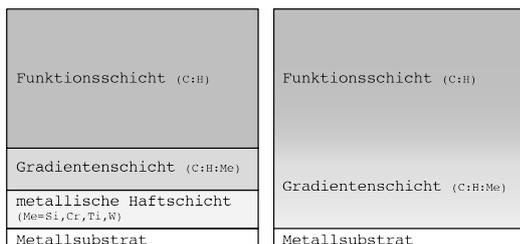
**Abbildung 2.11:** Modelle der Oberflächenwechselwirkungen zwischen zwei in Kontakt stehenden kondensierten Phasen. Mechanische Wechselwirkungen beinhalten keine atomare Interaktion und beschreiben lediglich den Formschluss der Schicht mit der Substratopografie, wodurch diese Scherkräfte und, bei zusätzlichen Hinterschneidungen, auch Normalkräfte aufnehmen kann. Erfolgt nach der Deposition eine Schrumpfung der Schicht oder liegen Eigenspannungen vor, ist auch eine kraftschlüssige Verbindung möglich. Die spezifischen Wechselwirkungen beschreiben alle grundsätzlichen Arten der atomaren und molekularen Interaktion, die von einer stabilen stöchiometrischen Verbindungsbildung bis hin zu schwachen elektrostatischen Bindungen und Diffusionsvorgängen reicht. Diese Übersicht soll als grobe Hilfestellung zur Identifikation der Mechanismen dienen, ist aber bei weitem nicht vollständig, da die Adhäsion in der Realität meist aus einer Kombination verschiedener Bindungszustände besteht und dadurch sehr komplex ist. [Mattox, 1965; Mittal, 1977; Bischof, 1989; Bobzin, 2013].

## 2 GRUNDLAGEN

Die bedeutendsten Verfahren sind dazu in [Capote, 2006] zusammengefasst, wobei unten stehende Auflistung um einige Punkte ergänzt wurde:

- Abscheidung einer metallischen Zwischenschicht [Bentzon, 1994; Weber, 2006]
- Oberflächenimplantation [Flege, 2014]
- dotierte Zwischenschichten (Si,W,Ti,Cr) [Zhao, 2000; Lee, 2000; Cemin, 2016]
- Variation der *self-bias* zu Beginn der Beschichtung [Weber, 2006]
- thermische Oberflächenbehandlung vor der Beschichtung [Trakhtenberg, 2000]
- Reinigung der Oberfläche über Sputtern mit Ar [Koski, 1996; Ronkainen, 1997]

Die Reinigung der Metalloberfläche mittels Ar-Sputtern ist mittlerweile Standard vor vielen Beschichtungen und sorgt für die Entfernung von oxidhaltigen Passivschichten, wodurch die Haftung um einen Faktor von bis zu zehn verbessert werden kann [Peng, 1998c]. Die anschließende Abscheidung metallischer Adhäsionsschichten oder dotierter Gradientenschichten sind die am weitesten verbreiteten Methoden zur Adhäsionssteigerung (Abb. 2.12).



**Abbildung 2.12:** Prinzip zur Verbesserung der Schichthaftung von DLC auf Metallsubstraten über die Deposition von metallischen Zwischenschichten in Form einer Multilagen- oder Gradientenschicht.

Die dotierten Zwischenschichten sind integrierte Adhäsionsschichten, da sie zum großen Teil aus Kohlenwasserstoffen und nur zu einem kleinen Teil aus metallischen Zusätzen bestehen (vgl. Tetramethylsilan). Die Metallzusätze führen zur Karbidbildung am Interface und erhöhen so die chemische Affinität der Schicht. Siliziumhaltige Gradientenschichten haben sich als besonders effektiv bei der Adhäsionsverbesserung erwiesen [Zhao, 2000]. Sehr scharfe Gradienten beim Übergang von der Adhäsionsschicht zur Funktionsschicht sollten allerdings vermieden werden, da sie sich durch ein ungünstiges Eigenspannungsprofil nachteilig auf die Schichthaftung auswirken können [Schaufler, 2011].

Ein weiterer wesentlicher Aspekt der Schichthaftung ist die Stützkraft des Substrats, da sie bei Haftungstests das Schichtversagen verringert. Sie wird neben dem Einfluss der Oberflächentopografie auf die Schichthaftung im folgenden Kapitel beleuchtet.

### 2.3 Strahlen als Substratvorbereitung vor Beschichtungen

Allgemein beobachtet man eine Verbesserung der Haftung adhäsiver Verbindungen durch Strahlen der tragenden Oberfläche, speziell mit abrasivem Korn. Dadurch werden einerseits Verunreinigungen entfernt, andererseits wird die Rauheit erhöht, was eine Vergrößerung der effektiven Oberfläche bewirkt und die mechanische Verankerung der Verbindungspartner begünstigt. Diese Effekte macht man sich in einer Reihe verschiedener Anwendungen (Klebeverbindungen, Lackieren) zu nutze, aber speziell bei Beschichtungen ist die Verbreitung des Strahlens stark vom verwendeten Verfahren abhängig.

Beim Plasmaspritzen zum Beispiel wird das Strahlen zur Oberflächenstrukturierung schon seit einiger Zeit erfolgreich praktiziert [Wigren, 1988; Mellali, 1997; Amada, 1998; Staia, 2000; Sen, 2010]. Neben der Haftungsverbesserung kann auch die Härtesteigerung durch die mikrostrukturelle Veränderung der Oberfläche Vorteile mit sich bringen [He, 2008]. Die implantierten Strahlmittelverunreinigungen werden aber weitgehend als Problem betrachtet, da sie in den meisten Fällen zu einer Verschlechterung der Haftung führen [Amada, 1999], vor allem, wenn zu deren Entfernung kein nachgelagertes Verfahren angewandt wird. Das Strahlen in Verbindung mit CVD, insbesondere der DLC-Beschichtung mittels PECVD, ist hingegen weitgehend unerforscht. Im Folgenden werden die Ergebnisse einiger Arbeiten zu diesem Thema zusammengefasst, die den aktueller Stand der Technik abbilden.

Neben den haftungsverbessernden Eigenschaften des Abrasivstrahlens, wird im Zusammenhang mit CVD-Beschichtungen häufig die Verbesserung der mechanischen Stabilität der Oberfläche durch Kugelstrahlen angestrebt. In [Schütz, 1986] werden die Vorteile der beim Kugelstrahlen erzeugten Druckeigenspannungen hervorgehoben. Diese können die Zugeigenspannungen im Substrat kompensieren, die durch die angesprochenen Druckeigenspannungen der DLC-Beschichtung induziert werden und eine vorzeitige Substratschädigung bewirken können.

Die Erhöhung der Randschichthärte, insbesondere weicher Werkstoffe [Yamauchi, 2006], sorgt für eine verbesserte Stützkraft durch das Substrat, wodurch die von der Schicht unter Belastung aufgenommene elastische Energie verringert und die Delaminationstendenz gesenkt wird [Kameyama, 2007]. Die verbesserte mechanische Stabilität der Substrate stellt also einen wichtigen Faktor für eventuell auftretende Schichtschädigung im Einsatz dar. Die durch das Strahlen erzeugte Oberflächentopografie wird von Beschichtungen weitgehend adaptiert, was eine veränderte Schichtstruktur über die gesamte Schichtdicke hinweg nach sich zieht und neben der verbesserten mechanischen Verankerung in jedem Fall eine große Auswirkung auf die Kontaktmechanik und Tribologie der Beschichtung hat.

## 2 GRUNDLAGEN

Die in Kap. 2.2.3 beschriebene Haftungsverbesserung durch metallische Zwischenschichten ist nicht immer zufriedenstellend, da zwischen Haftschrift und Substrat oft eine chemisch scharfe Grenze besteht. Durch das Strahlen hingegen findet eine intensive mechanische Vermischung der Substratoberfläche und der Strahlmittelrückstände statt, die als Haftvermittler fungieren können, sofern diese eine gewisse Affinität zu DLC aufweisen. In [Kameyama, 2007] wird dazu eine diffusionsgesteuerte Chromanreicherung in Stahloberflächen mit chromhaltigem Strahlmittel erzielt.

Für eine homogene Durchmischung und gleichmäßige Bedeckung ist eine sehr kleine Korngröße notwendig, weshalb meist das Mikrostrahlen mit Korngrößen im  $\mu\text{m}$ -Bereich angewandt wird. Die Strahlmitteleinbettung erlaubt es in einigen Fällen sogar auf die Haftschrift zu verzichten. Das hat den Vorteil, dass Eigenschaftsgradienten innerhalb der Schicht vermieden werden können, da kein Multilagenaufbau mehr vorhanden ist. Anwendungsbeispiele sind das Strahlen von Motorkomponenten aus Aluminium mit Wolframkarbid zur Verbesserung der randnahen mechanischen Eigenschaften von Substrat und Beschichtung [Kano, 2014] und die Verbesserung der tribologischen Eigenschaften von DLC-Schichten durch Beeinflussung deren Wechselwirkung mit  $\text{MoS}_2$ -Schmierstoffadditiven [Komori, 2014].

Die Haupteinflüsse des Strahlens auf die Haftung und die mechanische Stabilität des Schichtsystems lassen sich damit wie folgt zusammenfassen:

- Oberflächenverfestigung → Erhöhung der Stützkraft des Substrats unter mechanischer Belastung
- Reinigung → Verbesserung der Haftung, Vermeidung von Fehlstellen in der Schicht
- Aufrauung, Oberflächenvergrößerung → Verbesserung der mechanischen Verankerung der Schicht
- Strahlmittelimplantationen → Erhöhung der chemischen Affinität der Schicht zum Substrat

## 2.4 Tribologie dünner Schichten

*„Tribologie ist die Wissenschaft und Technik von Wirkflächen in Relativbewegung und zugehöriger Technologien und Verfahren“*

---

Horst Czichos, BAM

Die Tribologie kann als Reibungslehre verstanden werden und befasst sich mit den durch Reibung und Verschleiß bedingten energetischen und stofflichen Verlusten in technischen Systemen, deren Wirkflächen in Relativbewegung zueinander stehen. Es sei erwähnt, dass es sich bei Reibung und Verschleiß um sehr komplexe Vorgänge handelt. Deren Elementarprozesse aus dissipativen, nichtlinearen und dynamisch-stochastischen Vorgängen laufen in zeitlich und örtlich variablen Mikrokontakten innerhalb der Wirkflächen ab [Czichos, 2010]. Wegen des hohen Potentials energetischer Optimierung, kommt der Tribologie technologisch eine besondere Bedeutung zu.

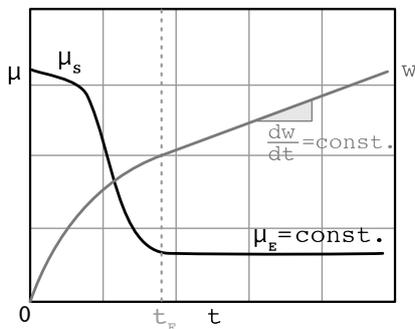
Die Dissipation der eingebrachten Energie findet im Reibkontakt auf verschiedene Arten statt, zum Beispiel initial in Form von Wärme (Phononen), durch Emission von Strahlung, die als Tribolumineszenz oder Triboplasma bekannt ist [Nakayama, 2004; Nakayama, 2006], oder durch Evaporation von Oberflächenmolekülen. Ferner kommt es in einer oberflächennahen Zone zu einer Veränderung der Mikrostruktur durch Versetzungsbewegungen oder Phasenumwandlungen, deren Tiefe von der Höhe und der Dauer der Belastung sowie der Art der Relativbewegung abhängt. Im Reibkontakt entstehen durch mechanische Trennung oder Ermüdung Verschleißpartikel und es kommt im Zuge der Belastungsdauer zu einer mechanischen Vermischung der Oberflächenzonen beider Kontaktpartner, die zur Bildung des dritten Körpers führt [Godet, 1984; Godet, 1990]. Bei amorphen Kohlenstoffschichten findet die Bildung des dritten Körpers unter dem Übertrag von Verschleißpartikeln der Schicht auf den Gegenkörper statt [Erdemir, 1995; Erdemir, 1996], vor allem wenn dieser unbeschichtet ist. Dieser Transferfilm ist das Resultat der Energiedissipation durch Umwandlung der metastabilen  $sp^3$ - zur stabileren  $sp^2$ -Phase, die als graphitartiger Film eine gewisse Schmierwirkung besitzt und so für ein verbessertes Reibverhalten sorgt, aber auch die Gefahr eines Adhäsivkontakts erhöht. Generell kann der Energieeintrag in den Reibkontakt sehr hoch sein, besonders beim Kontakt von Asperiten aufgrund der dortigen Spannungsüberhöhung. Dabei können in zeitlichen Skalen von einigen  $\mu s$  Temperaturen weit über  $1000\text{ }^\circ\text{C}$  auftreten (Blitztemperaturen), die thermisch aktivierte Oberflächenprozesse begünstigen.

## 2 GRUNDLAGEN

Die Bildung des dritten Körpers geht mit der Veränderung des zeitabhängigen Reibwerts und der Verschleißrate einher, die sich unter dem Begriff Einlauf zusammenfassen lassen. Der Einlauf ist demnach abgeschlossen, wenn beide Größen konstante Werte annehmen, wie in Abb. 2.13 skizziert. In [Scherge, 2015] wurde der Einlaufkorridor eingeführt, durch den der sich nach dem Einlauf einstellende finale Reibwert  $\mu_E$  mit der dissipierten Reibleistungsdichte  $p$  verknüpft wird, die sich über den Zusammenhang

$$p = \frac{\mu_S \cdot v \cdot F_N}{A} \quad (2.4)$$

berechnen lässt, mit dem momentanen Reibwert während des Einlaufs  $\mu_S$ , der Gleitgeschwindigkeit  $v$ , der Normalkraft  $F_N$  und der Kontaktfläche  $A$ .



**Abbildung 2.13:** Schematischer Verlauf von Reibwert  $\mu$  und Verschleiß  $w$  als Funktion der Zeit  $t$ . Der Einlauf ist nach der Zeit  $t_E$  abgeschlossen, ab der der Reibwert und die Verschleißrate konstante Werte annehmen. Die Zeit  $t_E$  markiert außerdem den Punkt, ab dem das Tribosystem stabil läuft und folglich dessen Empfindlichkeit gering ist.

Aufgrund der Vielzahl verschiedener Schichttypen ist das Einlaufverhalten von DLC für jede tribologische Paarung unterschiedlich. Dass DLC-Schichten ein Einlaufverhalten besitzen können, wurde in [Jiang, 1998] beobachtet und konnte in [Pastewka, 2010] atomistisch beschrieben werden. Danach ist das Einlaufverhalten stark an die Energiedissipation durch Phasenumwandlungen gekoppelt, die von den Schichteigenschaften und dem Beanspruchungskollektiv abhängt und bei einigen Kombinationen dieser Parameter nicht stattfindet. Hier sind der Reibwert und die Verschleißrate über die gesamte Laufzeit konstant.

Der Verschleiß im Allgemeinen ist gekennzeichnet durch Adhäsion, Abrasion, Oberflächenzerrüttung und tribochemische Reaktionen [Zum Gahr, 1985]. Beim Verschleiß von DLC spielen zwei schichtspezifische Mechanismen die tragende Rolle. Die bereits angesprochene Phasenumwandlung [Polaki, 2015; Polaki, 2016] und die damit einhergehende Bildung eines Transferfilms. Außerdem kann es auch im eingelaufenen System aufgrund adhäsiver Wechselwirkungen zu einem zyklischen Anhaften und Losreißen zwischen dem Transferfilm und der Schichtoberfläche kommen, was sich durch Spitzen im zeitlichen Reibwert äußert [Grill, 1997; Erdemir, 2006].

## 2.4 Tribologie dünner Schichten

Als Referenzgröße für den Verschleiß wird häufig der Verschleißkoeffizient angegeben, der auch spezifische Verschleißrate genannt wird. Es handelt sich dabei um eine makroskopische Messgröße, die sich nach [Archard, 1953; Archard, 1980] als dimensionslose Größe über

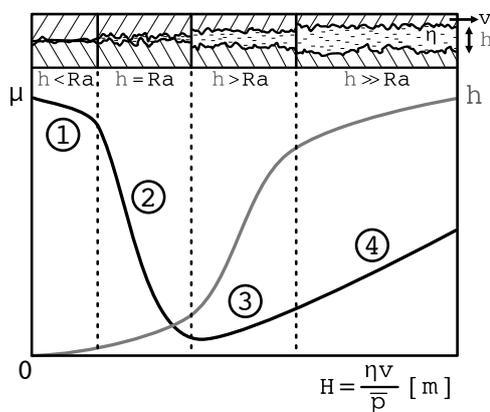
$$k = \frac{W_V \cdot H}{F_N \cdot s} \quad (2.5)$$

berechnet, davon abweichend aber in [Czichos, 1995] über den Zusammenhang

$$K = \frac{W_V}{F_N \cdot s} \quad \text{in} \quad \left[ \frac{\text{mm}^3}{\text{N} \cdot \text{m}} \right] \quad (2.6)$$

definiert ist.  $W_V$  ist das Verschleißvolumen,  $F_N$  die Normalkraft,  $s$  der Gleitweg,  $H$  die Härte des weicheren Reibpartners und  $p$  die Flächenpressung. Die Gleichungen 2.5 und 2.6 folgen unterschiedlichen Definitionen, aber gerade der in [Czichos, 1995] beschriebene Zusammenhang des Verschleißkoeffizienten findet in der Praxis eine breite Anwendung, da damit der über die Belastungsstrecke entstehenden Volumenverlust pro Lasteinheit bestimmt werden kann, wodurch Verschleißergebnisse vergleichbar sind.

Die Charakterisierung des Reibverhaltens im geschmierten Kontakt lässt sich über die so genannte Stribeckkurve vornehmen, die in [Stribeck, 1902] vorgestellt wurde und deren prinzipieller Verlauf in Abb. 2.14 skizziert ist. Die Besonderheit der Stribeckkurven ist, dass sie sehr sensibel auf Änderungen der Tribosystems reagieren und sich daher hervorragend für tribologische Charakterisierungen und Optimierungen eignen. So wurde in [Emmens, 1988] der Einfluss der Rauheit kugelgestrahlter Oberflächen auf den Reibwert über die Aufnahme von Stribeckkurven ermittelt. Dabei konnte mit zunehmender Rauheit eine Verschiebung der Stribeckkurve zu höheren Geschwindigkeiten beobachtet werden.



**Abbildung 2.14:** Skizze der Stribeckkurve, die die Abhängigkeit des Reibwerts von der Herseyzahl  $H$  [Vogelpohl, 1967] und damit von der Gleitgeschwindigkeit  $v$  beschreibt. Bereich 1 markiert die Grenzreibung, in dem vollständiger Festkörperkontakt vorliegt. Bereich 2 markiert die Mischreibung, in dem der Kontakt vom Festkörper und dem Schmierstoff gleichermaßen getragen wird. In Bereich 3, der elastohydrodynamischen Reibung, sind die Festkörper komplett voneinander getrennt und der Reibwert und die Strömung hängen von der elastischen Verformung der Festkörper ab. In Bereich 4 liegt reine hydrodynamische Reibung vor, die von der Viskosität und Scherrate des Schmierstoffs bestimmt wird.

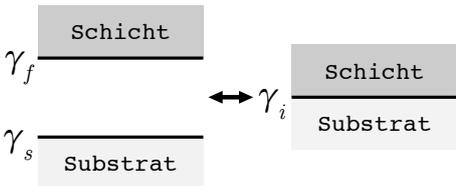
### 2.5 Kontaktmechanik und mikrostrukturelle Schädigung

Um die Schädigung von zwei in Kontakt stehenden Partnern, die dynamisch oder statisch belastet werden, bewerten zu können, muss die aus der Belastungssituation resultierende Spannungsverteilung ermittelt werden. Dazu bedient man sich den Modellen der Kontaktmechanik, die die Kontaktgeometrie verschiedener Systeme anhand vereinfachender Annahmen beschreiben. Man unterscheidet den makroskopisch elastischen Kontakt mit der geometrischen Oberfläche (Hertz), den mikroskopisch elastischen Kontakt, der mit der Rauheit die wahre Oberfläche beinhaltet (Greenwood-Williamson), den viskoelastischen Kontakt (Maxwell, Kelvin-Voigt, Thompson), den plastischen Kontakt, den Kontakt unter Berücksichtigung der Adhäsion gekrümmter glatter (Johnson-Kendall-Roberts, Derjaguin-Muller-Toporov) und rauer Oberflächen (Bowden-Tabor). Die Hertztheorie beschreibt in einem sehr stark vereinfachten Modell den elastischen Kontakt zweier kugelförmiger Körper unter der Annahme, dass die Kontaktpartner ideale kontinuierliche Körper ohne Rauheit sind, die in reibungslosem Kontakt zueinander stehen, wobei beide als elastischer Halbraum aufgefasst werden. Außerdem sollen die Dehnungen sehr klein sein. Die formalen Zusammenhänge zur Bestimmung der maximalen ( $p_0$ ) und der mittleren Hertzschen Pressung ( $\bar{p}$ ) sind in [Johnson, 1985] und [Sackfield, 1983] zu finden.

Führt man an beschichteten Substraten Indentationsversuche durch, wobei die Schichthärte deutlich über der Substrathärte liegt, verformt sich der Substrat-Schicht-Verbund elastisch und infolge der in der Schicht gespeicherten elastischen Energie tritt als erste Schädigung ein Ringriss um den Indenter herum auf. Dieser ist auf eine Zugspannungskomponente außerhalb der Kontaktzone zurückzuführen, deren Maximum den Wert  $(1-2\nu)p_0/3$  annimmt. Bei weiterer Belastung bilden sich unter plastischer Verformung weitere Ringrisse und schließlich Radialrisse aus. Die sich aufgrund der plastischen Verformung bildende Aufwerfung um den Indenter herum erzeugt Zugspannungen, die neben den Druckeigenstressungen der Schicht bei ungenügender Haftung letztlich zur Delamination der Schicht führen können. Dieses Schädigungsverhalten unter Indentation wurde für diamantähnliche Kohlenstoffschichten in [Li, 1997; Thomsen, 1998; Xie, 2007; Yonezu, 2008; Nakayama, 2009] gezeigt und in [Michler, 2001; Rehman, 2012] mittels finite Elemente Simulation quantitativ beschrieben. Es sei darauf hingewiesen, dass die Schichtschädigung dabei maßgeblich vom Verhältnis des Indenterradius  $R$  zur Schichtdicke  $t$  bestimmt wird [Thomsen, 1998], welches für vergleichende Messungen konstant sein muss. Entsprechend des Risspfades unterscheidet man zwischen adhäsivem und kohäsivem Versagen. Bei rein adhäsivem Versagen verläuft der Riss von der Oberfläche zum Substrat und dort entlang des Interfaces.

## 2.5 Kontaktmechanik und mikrostrukturelle Schädigung

Bei rein kohäsivem Versagen beschränkt sich die Schädigung allein auf die Schicht. Das Schädigungsverhalten ist also stark von der Balance zwischen der Risszähigkeit der Schicht (kohäsiv) und der des Interfaces (adhäsiv) beeinflusst. Die Orte der Rissinitiierung hängen neben der makroskopischen (geometrische Oberfläche) auch von der mikroskopischen Spannungsverteilung an Asperiten (reale Kontaktfläche) im Kontakt ab. DLC-Schichten besitzen zum Teil beträchtliche Druckeigenstressungen (0,5 und 10 GPa), die die metastabile  $sp^3$ -Phase stabilisieren und deren Ursache der Subplantationsmechanismus bei der Schichtabscheidung (Abb. 2.10) ist. Sie stellen oft einen limitierenden Faktor in der Anwendung dar [Peng, 1998a; Peng, 1998b], da die Schichtschädigung häufig von diesen geprägt ist. Im Belastungsfall überlagert sich das Eigenspannungsprofil mit dem Belastungsprofil und beeinflusst die Rissbildung und -ausbreitung. Die Eigenspannungen können aufgrund der gespeicherten elastischen Energie aber auch ohne äußere Belastung zur Schichtschädigung oder sogar zur lokalen Delamination (*buckling*) führen, wobei die frei werdende Dehnungsenergie die Triebkraft hierfür darstellt [Nir, 1984; Iyer, 1995]. Der kritische Wert der Druckeigenstressungen  $\sigma_d$ , ab dem Delamination eintritt wurde in [Donnet, 2008] mit dem Versagensmodell aus [Barenblatt, 1962] zu

$$\sigma_d = \left( \frac{E_f \gamma_d}{t_f} \right)^{1/2} \quad ; \quad \gamma_d = \gamma_f + \gamma_s - \gamma_i \quad (2.7)$$


ermittelt.  $\gamma_d$  ist dabei die Adhäsionsarbeit, die überwunden werden muss, um die Schicht vom Interface zu trennen. Sie ergibt sich aus der freien Oberflächenenergie des Interfaces  $\gamma_i$ , der Schicht  $\gamma_f$  und des Substrats  $\gamma_s$ .  $E_f$  und  $t_f$  entsprechen dem Elastizitätsmodul und der Dicke der Schicht. Die Minimierung von  $\gamma_i$ , das sowohl von der Chemie, als auch der Topografie am Interface abhängt, führt zu einer Erhöhung der Adhäsionsarbeit. Die durch die Eigenspannungen gespeicherte elastische Energie  $U$  ist direkt proportional zur Schichtdicke  $t_f$  und dem Quadrat der mittleren Eigenspannungen  $\sigma_f$  [Donnet, 2008]. Sie wirkt der kritischen Spannung für Rissbildung in der Schicht (Risslänge  $h$ ) entgegen [Griffith, 1921].

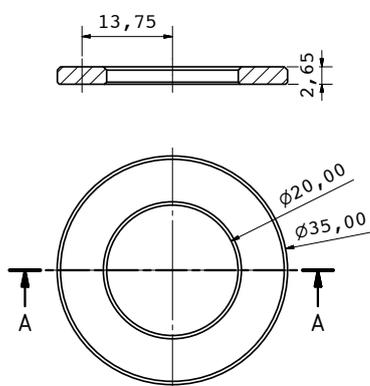
$$U = \left( \frac{1 - \nu_f}{E_f} \right) t_f \sigma_f^2 \quad ; \quad \sigma_c = \left( \frac{2E_f \gamma_f}{h} \right)^2 \quad (2.8)$$

Kohäsives oder adhäsives Schichtversagen tritt also ein, wenn die im System gespeicherte elastische Energie, in Form von inneren oder äußeren Spannungen, die kritischen Spannungen  $\sigma_c$  oder  $\sigma_d$  überschreitet.



### 3.1 Materialauswahl

Alle Experimente in dieser Arbeit wurden an Lagerringen aus gehärtetem Chromstahl (100Cr6, Werkstoffnummer 1.3505) durchgeführt. Bei diesem Material ist die Haftung von Kohlenstoffschichten üblicherweise schlecht, weshalb eine etwaige Haftungsverbesserung durch eine Bearbeitung der Oberfläche leicht zu erkennen ist. Eine Skizze der verwendeten Probengeometrie ist in Abb. 3.1 gezeigt. Alle Lagerringe wurden mit einer Diamantsuspension in mehreren Schritten bis zu einer Diamantkorngröße von  $3\mu\text{m}$  mechanisch poliert, um vor den Strahlbehandlungen einen identischen Ausgangszustand der Substratoberfläche zu schaffen. Dessen Eigenschaften sind in Kap. 4.1 beschrieben.



**Abbildung 3.1:** Probengeometrie der im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Lagerringe, die für alle Strahlbehandlungen verwendet wurden. Die gewählte Geometrie hat den Vorteil, dass damit sowohl die Oberflächen- und Schichtcharakterisierung, als auch die tribologischen Untersuchungen durchgeführt werden konnten.

### 3.2 Oberflächenbearbeitung

Für die Oberflächenbearbeitung wurden drei unterschiedliche Verfahren verwendet, durch deren Kombination die Auswirkungen des Strahlens (vgl. Kap. 2.1.4) variiert werden:

1. Kugelstrahlen (Mikrostrahlen)
2. Nassstrahlen
3. Ätzen nach Murakami

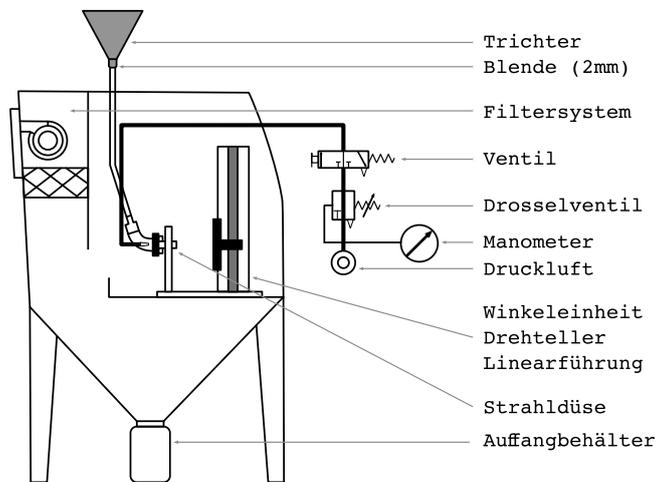
Der Fokus liegt hierbei auf der Herstellung von Oberflächen, die sich insbesondere in ihrer Rauheit und der Menge implantierter Strahlmittelrückstände unterscheiden. Dafür wird im ersten Schritt das Kugelstrahlen angewandt, während das Nassstrahlen und das Ätzen nach Murakami optionale Nachbehandlungen darstellen, mit denen die Rauheit und die Strahlmittelrückstände gezielt reduziert werden können. Daraus ergeben sich die in Kap. 3.2.4 gezeigten Versuchsprogramme.

#### 3.2.1 Kugelstrahlen (Mikrostrahlen)

Für das Kugelstrahlen wurde eine Anlage des Typs ST 1000 D PS-S der Firma Paul Auer GmbH verwendet. Hierbei handelt es sich um eine Gravitations-Injektorstrahlanlage, bei der das Strahlmittel mittels eines Fallrohrs zur Anlage transportiert und anschließend durch Druckluft zur Probe hin beschleunigt wird (Abb. 3.2). Dazu wurde kugelförmiges Strahlmittel aus Hartmetall (Typ: WC/Co-88/12 der Firma TRIBO Hartstoff GmbH) mit einem mittleren Korndurchmesser von 70  $\mu\text{m}$  verwendet (Abb. 3.3). Aufgrund der geringen Korngröße im Mikrometerbereich zählt dieser Strahlprozess zum Mikrostrahlen.

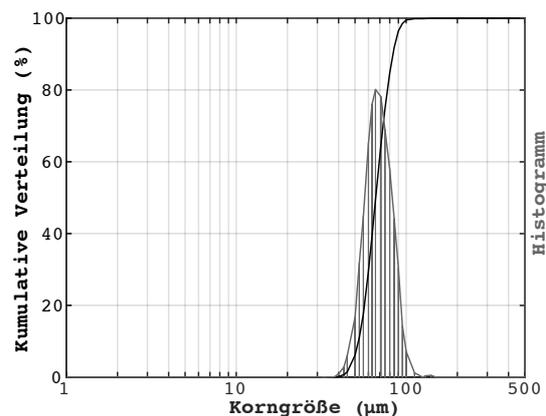
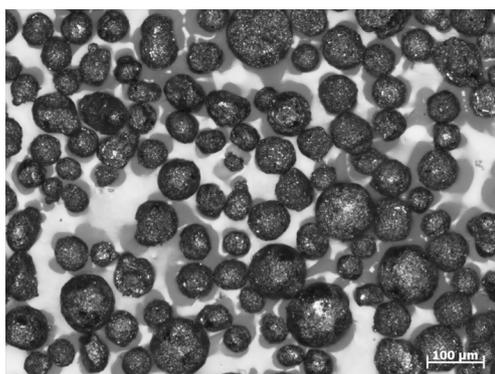
Um alle relevanten Strahlparameter mit hinreichender Genauigkeit einstellen zu können, wurde innerhalb der Strahlkabine ein Manipulator installiert, der es erlaubt, den Strahlabstand und den Strahlwinkel genau festzulegen. Zusätzlich sorgt ein Drehteller für eine homogene Überdeckung und ein richtungsunabhängiges Strahlergebnis. Zwischen dem Einfülltrichter und dem Fallrohr wurde eine Lochblende mit einem Durchmesser von 2 mm angebracht, sodass sich bei gegebener Korngrößenverteilung ein druckabhängiger Strahlmitteldurchsatz ergibt, über den sich die Strahlzeit kontrollieren lässt (Abb. 3.4 (a)). Der Verschleißzustand des Strahlmittels lässt sich über die korrekte Einstellung des Filtersystems minimieren, das ein gezieltes Absaugen von Bruchstücken sicherstellt. Der Strahldruck wurde in drei (1, 2, 3 bar), der Strahlwinkel in vier (10, 30, 60, 90°) Stufen variiert. Für einen überschaubaren Versuchsaufwand wurden alle übrigen Strahlparameter konstant gehalten.

### 3.2 Oberflächenbearbeitung



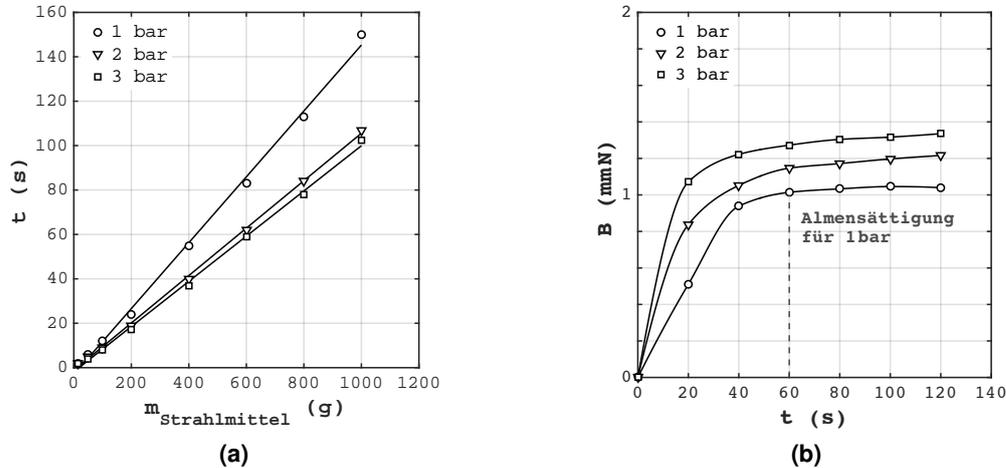
**Abbildung 3.2:** Prinzipskizze der verwendeten Kugelstrahlanlage ST 1000 D PS-S der Firma Paul Auer GmbH, nachgezeichnet entsprechend des Anlagenhandbuchs. Die Anlage wurde um eine Manipulatoreinheit zur Probenjustage und einen mit einer Lochblende versehenen Einfülltrichter ergänzt, der einen definierten Massefluss ermöglicht. Diese Modifizierungen der Anlage waren für die exakte und reproduzierbare Einstellung der Strahlparameter notwendig.

Als Strahlzeit wurde der Zeitpunkt der Almensättigung gewählt. Da sich für die gewählten Strahldrücke verschiedene Sättigungszeitpunkte ergeben (Abb. 3.4 (b)), wurde für eine einheitliche Strahlzeit der Sättigungszeitpunkt bei 1 bar gewählt, der sich nach 60s einstellt. Nach dieser Strahlzeit konnte für keinen Strahldruck mikroskopisch ein ungestrahlter Oberflächenteil identifiziert werden. Dementsprechend ist nach [Kirk, 2014] von einem Bedeckungsgrad  $>98\%$  auszugehen. Der Strahlabstand wurde auf 100 mm festgelegt, da hier der Kernbereich des Strömungsquerschnitts der dreifachen Breite des Lagerrings entspricht. Damit wird die Probenoberfläche nicht der gesamten Geschwindigkeitsverteilung des Kugelstrahls ausgesetzt, sondern nur dem Kernbereich mit einer weitgehend konstanten Teilchengeschwindigkeit. Alle verwendeten Strahlparameter sind in Tab. 3.1 zusammengefasst.



**Abbildung 3.3:** Lichtmikroskopische Aufnahme des Strahlmittels (Typ: WC/Co-88/12) in ungenutztem Zustand und die entsprechende Korngrößenverteilung, entnommen aus den Herstellerangaben.

### 3 MATERIAL UND METHODEN



**Abbildung 3.4:** (a) Massedurchfluss des WC-Strahlmittels in Abhängigkeit des verwendeten Strahlendrucks. Die Strahlzeit  $t$  ergibt sich aus der Menge an Strahlmittel  $m$ , das über eine 2 mm Lochblende zur Strahldüse gelangt. Die Druckabhängigkeit ergibt sich durch die unterschiedliche Sogwirkung der drei Drücke in der Strahlmittelführung. (b) Bogenhöhe  $B$  des Almenstreifens als Funktion der Strahlzeit  $t$  für drei verschiedene Strahlrdrücke. Trotz der Druckabhängigkeit der Almensättigung wurden 60 s als einheitliche Strahlzeit gewählt, entsprechend der Almensättigung für einen Strahlrdruck von 1 bar.

**Tabelle 3.1:** Gewählte Prozessparameter für die Oberflächenbearbeitung mittels Kugelstrahlen. Diese Auflistung ist angelehnt an die in [Scholtes, 1993] vorgestellte Zusammenfassung der Strahlparameter.

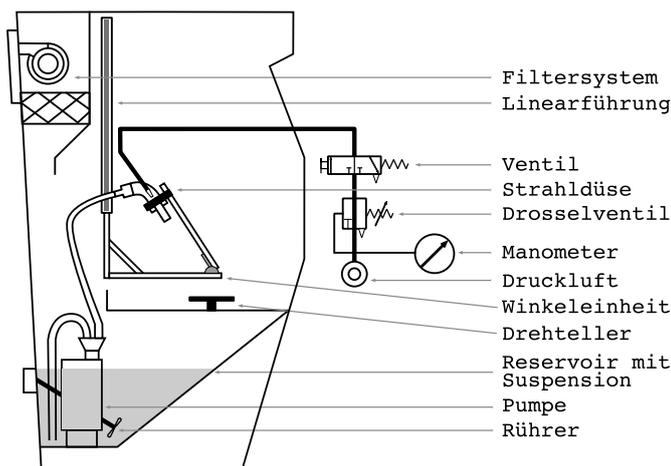
Kategorie	Strahlparameter	Werte
Strahlanlage	Strahlmittelgeschwindigkeit	über Strahlrdruck: 1/2/3bar
	Strahlwinkel	10°/30°/60°/90°
	Strahlzeit	60 s (Almensättigung bei 1 bar)
	Bedeckungsgrad	>98 %
	Strahlabstand	100 mm
	Düsendurchmesser	8 mm
	Massedurchsatz	600 gmin <sup>-1</sup>
	Transportmedium	Luft
Strahlmittel	Kornform	globular
	Kornhärte	2000 HV
	Kornmasse	2,7×10 <sup>-6</sup> kg für 70 µm Korn
	Korngröße/-größenverteilung	70 µm/siehe Abb. 3.3 (b)
	Kornwerkstoff	Wolframkarbid
	Verschleißzustand	neu
	chemische Zusammensetzung	WC/Co grade 88/12
Strahlgut	elast.-plast.	metallisch
	Verformungsverhalten	
	Härte	800 HV
	chemische Zusammensetzung	Werkstoffdatenblatt 1.3505

### 3.2.2 Nassstrahlen

Neben der oben beschriebenen Kugelstrahlanlage wurde zusätzlich eine Nassstrahlanlage verwendet. Sie ist vom Typ ST 800 N-S und ebenfalls ein Produkt der Firma Paul Auer GmbH. Eine Prinzipskizze ist in Abb. 3.5 dargestellt.

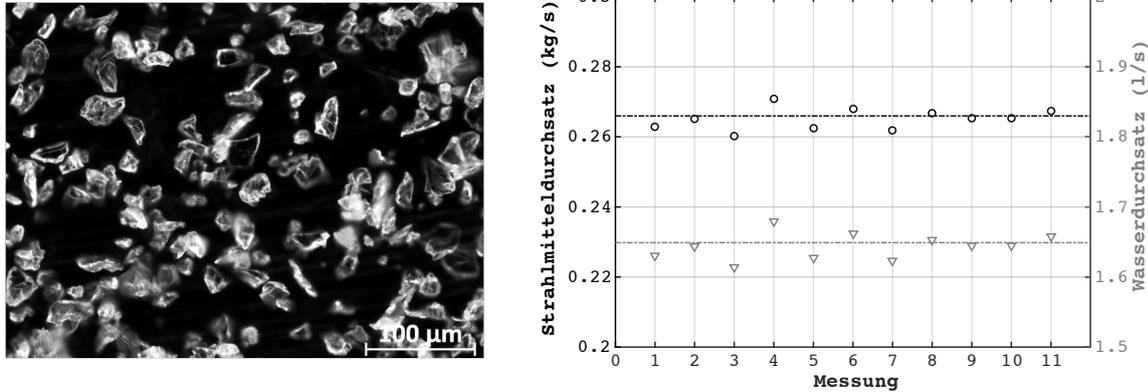
Das in dieser Anlage verwendete Strahlmittel besteht aus Edelkorund (weiß) mit einem Korndurchmesser von 5-25  $\mu\text{m}$  und undefinierter, scharfkantiger Kornform (Abb. 3.6 (a)). Im Reservoir befindet sich eine kolloidale Dispersion aus dem beschriebenen Strahlmittel und Wasser in definiertem Verhältnis von 1 zu 6. Der Rührer sorgt für eine homogene Durchmischung, bevor die Suspension über eine Tauchpumpe zur Strahldüse hin befördert und dort entsprechend des Injektorprinzips mittels Druckluft beschleunigt wird. Den sich daraus ergebenden Massefluss zeigt Abb. 3.6 (b).

Aufgrund der abrasiven Wirkung des eingesetzten Strahlmittels wurde diese Strahlanlage für die Nachbearbeitung der kugelgestrahlten Oberflächen verwendet. Hierzu wurde ein fester Parametersatz gewählt, ein Strahlabstand von 200 mm und ein Strahlwinkel von  $10^\circ$ . Die Strahlzeit wurde mit 60 s so gewählt, dass die Oberflächencharakteristik des Kugelstrahlens erhalten bleibt. Durch die dämpfende Wirkung des mitgeführten Wassers stellt dieses Verfahren eine besonders schonende Methode zur Entfernung von Rauheitsspitzen dar. Gleichzeitig soll der Gehalt an (losen) Strahlmittelrückständen aus dem Kugelstrahlprozess deutlich reduziert werden und so eine Reinigung der Oberfläche stattfinden.



**Abbildung 3.5:** Prinzipskizze der verwendeten Nassstrahlanlage ST 800 N-S der Firma Paul Auer GmbH, nachgezeichnet entsprechend des Anlagenhandbuchs. Auch hier wurden Änderungen vorgenommen, um die Proben optimal zu justieren, und damit die Strahlparameter exakt und reproduzierbar einstellen zu können.

### 3 MATERIAL UND METHODEN



**Abbildung 3.6:** Lichtmikroskopische Aufnahme des unbenutzten Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Strahlmittels (Edelkorund, weiß) mit seiner scharfkantigen Form und einem Korndurchmesser von 5-25 µm. Außerdem wurde regelmäßig der Massenfluss bestimmt, um dauerhaft eine hohe Reproduzierbarkeit des Strahlergebnisses durch einen gleichbleibenden Zustand der Suspension zu garantieren.

#### 3.2.3 Ätzen nach Murakami

Um den Gehalt an implantierten Strahlmittelrückständen aus Wolframkarbid nachträglich zu reduzieren, wurde außerdem der Ätzprozess nach Murakami [Murakami, 1919; Groesbeck, 1925] verwendet, der ursprünglich für den Nachweis von Karbiden in Stahl, insbesondere der Chromkarbide, entwickelt wurde. Große Bedeutung erlangte dieses Ätzreagent in Verbindung mit Hartmetall, nachdem ein Verfahren entwickelt wurde, das auf Basis dieses Ätzreagents die Haftung von Diamantschichten auf Hartmetall deutlich verbessert [Peters, 1993]. Die Murakami-Lösung besteht aus Kaliumhexacyanoferrat (K<sub>3</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>]) und Kaliumhydroxid (KOH), die zu gleichen Teilen in Wasser miteinander gemischt werden. Dazu werden 10 g K<sub>3</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>]-Salz und 10 g KOH-Plättchen in 100 ml destilliertem Wasser gelöst, wobei folgende Reaktion stattfindet [Voort, 1985].



Im Rahmen eines Vorversuchs wurde die Ätzcharakteristik dieser Lösung ermittelt, um die optimale Ätzzeit für kugelgestrahlte Proben zu finden. Das Ergebnis dieses Versuchs ist weiter unten in Kap. 4.2.3 in Abb. 4.10 zu finden. Nach dem zeitlichen Verlauf des verbleibenden Gehalts an Wolframkarbid auf der Oberfläche wurde eine Ätzzeit von 6 min festgelegt, da eine weitere Erhöhung der Ätzzeit keinen Einfluss mehr zeigt. Die Ätzversuche wurden bei Raumtemperatur im Ultraschallbad durchgeführt.

### 3.2.4 Varianten der Oberflächenbearbeitung

Neben dem polierten Ausgangszustand ergeben sich aus der Kombination der drei oben beschriebenen Verfahren die in Tab. 3.2 gezeigten Versuchsvarianten. Damit sollen die durch das Kugelstrahlen erzeugten Oberflächeneigenschaften in einer großen Bandbreite variiert werden, um später mit den Schichteigenschaften verknüpft zu werden. Der polierte Ausgangszustand (M0) dient dabei als Referenz. Die den Varianten M0 - M4 zugeordneten Farben finden sich in den Diagrammen in Kap. 4 wieder, sodass jede der dort gezeigten Korrelationen eindeutig der Oberflächenbearbeitung zugeordnet werden kann.

Die verwendeten Lagerringe (Abb. 3.1) wurden in einigen Fällen nur halbseitig den beschriebenen Bearbeitungsmethoden unterzogen, während die andere Probenseite im polierten Zustand belassen wurde. Somit sind die gezeigten Vergleiche zwischen polierten und gestrahlten Oberflächen auf dieselbe Probe zurückzuführen.

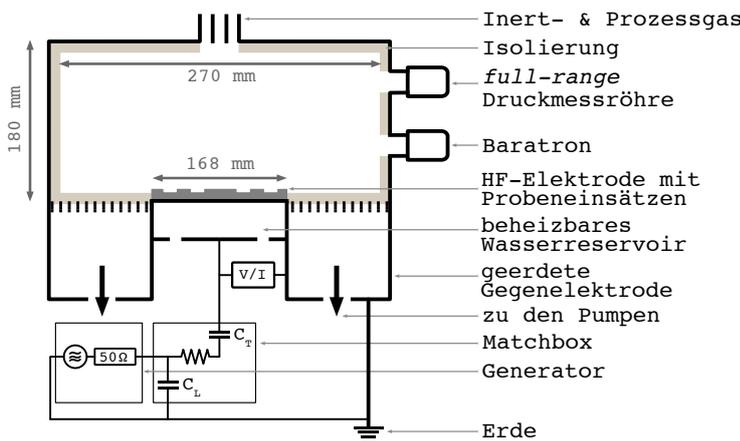
**Tabelle 3.2:** Varianten der Oberflächenbearbeitung und deren erzielte Effekte. Die den Varianten M0 - M4 zugeordneten Farben finden sich konsistent in den Diagrammen in Kap. 4 wieder, sodass die dort gezeigten Zusammenhänge eindeutig der Oberflächenbearbeitungsmethode zugeordnet werden können.

Referenz	<b>M0</b> polierter Ausgangszustand			
Variante	<b>M1</b>	<b>M2</b>	<b>M3</b>	<b>M4</b>
Verfahren	Kugelstrahlen	Kugelstrahlen + Nassstrahlen	Kugelstrahlen + Ätzen	Kugelstrahlen + Ätzen + Nassstrahlen
Effekt	starke Aufrauung + hoher Gehalt an WC	reduzierte Aufrauung + reduzierter Gehalt an WC	starke Aufrauung + geringer Gehalt an WC	reduzierte Aufrauung + geringer Gehalt an WC

### 3.3 DLC-Beschichtung mittels PECVD auf Basis von Toluol

#### 3.3.1 Anlagenspezifikationen

Alle Beschichtungen fanden in einer selbst konstruierten Anlage mit zylindrischer Kammergeometrie statt (Abb. 3.7). Darin wird das Plasma mittels eines Hochfrequenzgenerators (13,56 MHz) erzeugt, der über eine Matchbox (Anpassnetzwerk) mit der Proben-  
elektrode (Kathode) verbunden ist. Die geerdete Kammerwand und der Kammerdeckel bilden die Gegenelektrode (Anode). Die Leistungseinspeisung erfolgt kapazitiv. Mit den in Abb. 3.7 gegebenen Abmessungen ergibt sich ein Flächenverhältnis der Elektroden von  $A_{Anode}/A_{Kathode} = 9,5$ . Dieses ist eng mit der BIAS-Spannung verknüpft, die in großem Maß für die Schichteigenschaften mitbestimmend ist. Die Kammer verfügt außerdem über einen voll isolierten Innenaufbau, der die Wechselwirkung reaktiver Spezies mit den metallischen Kammerwänden unterbindet und somit Instabilitäten in der Entladung vorbeugt. Die Zuführung des Prozessgases erfolgt über die Mitte des Kammerdeckels und damit zentral über der Substratelektrode. Inert- und Reaktivgas werden getrennt voneinander zur Anlage geführt und deren Durchmischung findet erst im Inneren der Kammer statt. Für die Proben wurde eine Elektrode mit Einsätzen angefertigt, um Kanteneffekte an den Probenrändern und damit Schichtinhomogenitäten zu vermeiden. Die Hochfrequenzelektrode enthält ein Wasserreservoir, über das die Elektrode beheizt oder gekühlt werden kann.



**Abbildung 3.7:** Skizze der verwendeten PECVD-Beschichtungsanlage mit voll isoliertem Innenaufbau, der Instabilitäten in der Plasmaentladung vorbeugt und die Kammerreinigung erleichtert. Die Anlage verfügt über eine koaxiale Inertgas- und Prozessgaszuleitung, wobei die Absaugung über Vakuum-pumpen rotationssymmetrisch erfolgt. Der HF-Generator arbeitet mit einer Frequenz von 13,56 MHz.

### 3.3.2 Prozessparameter und Prozessführung

Um den Einfluss der Bearbeitungsvarianten aus Tab. 3.2 auf die Schichteigenschaften bewerten zu können, wurde ein Schichtsystem ausgewählt, das im Laufe der gesamten experimentellen Arbeit nicht verändert wurde. Dieses setzt sich aus drei Teilschichten zusammen. Einer siliziumhaltigen Haftschrift (HS) mit einer Schichtdicke von 300 nm, einer Gradientenschicht (GS) mit einer Schichtdicke von etwa 800 nm und der Funktionsschicht (FS) mit einer Schichtdicke von 3  $\mu\text{m}$ , sodass sich eine finale Gesamtschichtdicke von ca. 4  $\mu\text{m}$  ergibt.

Die einzelnen Prozessschritte zur Herstellung des Schichtsystems werden im Folgenden beschrieben. Die für die Deposition verwendeten Precursoren Tetramethylsilan (TMS) und Toluol ( $\text{C}_7\text{H}_8$ ) werden über sogenannte Verdampfer aus der Flüssigphase in die Gasphase überführt. Über Flussregler (*mass flow controller*; MFC) wird das Precursorgas dem Beschichtungsraum in definierter Menge zugeführt. Zunächst erfolgt die Reinigung und Aktivierung der Substratoberfläche durch ein Argonplasma, auf die die Abscheidung der siliziumhaltigen Haftschrift folgt, indem sukzessive Tetramethylsilan in Form einer Gasrampe zum Argon zugegeben wird. Bei konstantem Fluss wächst dann die Haftschrift 4 min bis zu einer Schichtdicke von etwa 300 nm. Anschließend wird der Tetramethylsilanfluss zur Reduktion des Siliziumgehalts schrittweise bis 0 sccm verringert, während der Toluolfluss bis 17 sccm erhöht wird. Bei diesen Bedingungen wird die Funktionsschicht 20 min bis zu einer Gesamtschichtdicke von etwa 4  $\mu\text{m}$  gebildet. Während des Beschichtungsprozesses wurde die Elektrode auf 40 °C erwärmt, um konstante Depositionsbedingungen zu garantieren. Die Ausgangsmoleküle der Precursoren sind in der Gasphase nur dann stabil, wenn deren Dampfdruck größer als der Partialdruck während des Prozesses ist, da sonst die Gefahr der Nukleation der Moleküle besteht. Bei Dampfdrücken von  $p_{\text{TMS}}=750$  mbar und  $p_{\text{Toluol}}=30$  mbar (bei 20 °C) ist dies für den vorliegenden Prozess ausreichend gegeben. Eine Zusammenfassung aller Beschichtungsparameter findet sich in Tab. 3.3. Die Aufzeichnung des Prozessverlaufs ist in Abb. 4.13 gezeigt.

**Tabelle 3.3:** Prozessparameter und Prozessführung für die Abscheidung der DLC Schichten mit der Prozesszeit  $t$ , der Generatorvorwärtsleistung  $P_v$ , dem Kammerdruck  $p$ , dem Gasfluss  $F$  und der Elektrodentemperatur  $T$ .

Parameter	$t$	$P_v$	BIAS	$p$	$F_{\text{gesamt}}$	$F_{\text{Ar}}$	$F_{\text{TMS}}$	$F_{\text{Toluol}}$	$T$
Einheit	(min)	(W)	(V)	(Pa)	(sccm)	(sccm)	(sccm)	(sccm)	(°C)
Reinigung	7			2,0		35	0	0	
Gasrampe	1			1,7		→18	→17	0	
Haftschrift	4	200	~500	1,7	35	18	17	0	40
Gradientenschicht	8			1,5		18	→0	→17	
Funktionsschicht	35			1,2		18	0	17	

## 3.4 Analytische Methoden

### 3.4.1 Tastschnittverfahren

Das Tastschnittverfahren ist eine weit verbreitete Methode zur messtechnischen Erfassung von Oberflächen, bei der diese taktil, also mit einer Tastspitze definierter Geometrie, aufgezeichnet wird. Ziel dabei ist die Bestimmung der in Tab. A.2 beschriebenen Gestaltsabweichungen durch Filtermethoden und die Berechnung der zugehörigen Rauheitskenngrößen, was einen Schwerpunkt dieser Arbeit darstellt.

Für alle Messungen wurde das Tastschnittgerät HOMMEL-ETAMIC T8000 der Firma Jenoptik verwendet, mit dem Taster TKL300/17Ü, der einen Spitzenwinkel von  $60^\circ$  und einen Spitzenradius von  $2\ \mu\text{m}$  besitzt. Die sich für dieses Setup ergebenden Messbedingungen finden sich in Tab. 3.4. Das Gerät wurde für die Aufzeichnung und den Export der Primärprofile verwendet. Die Filterung in Welligkeit und Rauigkeit zur Berechnung der charakteristischen Rauheitsparameter erfolgte mit einer eigens geschriebenen Auswerteroutine in MATLAB®. Die Implementierung des Gaußfilters (Abb. A.1) wurde aus [Muralikrishnan, 2009] entnommen und alle Parameter mit dem Index  $R$  aus Tab. A.1 wurden über die Zusammenhänge aus [Stout, 1993; Gadelmawla, 2002; Muralikrishnan, 2009; DIN EN ISO 251782, 2008] berechnet. Um für die gemessenen Oberflächen einen möglichst repräsentativen Rauheitswert zu erhalten, wurden, wie in [Clausen, 1999] empfohlen, auf jeder Probe 10 Einzelmessungen durchgeführt, aus denen das arithmetische Mittel, inklusive der Standardabweichung errechnet wurde. Laut [DIN EN ISO 4288, 1998] ist die Gesamtmessstrecke beim Tastschnittverfahren entsprechend der erwarteten Rauheit zu wählen. Beim Kugelstrahlen ist allerdings zusätzlich zu beachten, dass für eine akkurate Bestimmung der Rauheit mindestens 10 Partikeleinschläge in einer Messstrecke berücksichtigt werden sollten. Mit der in Tab. 3.4 gegebenen Taststrecke wurde ein Kompromiss zwischen diesen beiden Empfehlungen gewählt. Um die Genauigkeit der Messung zusätzlich zu erhöhen, wurde die Tastgeschwindigkeit auf das Minimum des verwendeten Geräts eingestellt.

**Tabelle 3.4:** Messbedingungen für die Bestimmung der Rauheit polierter und gestrahlter Oberflächen mittels Tastschnittverfahren.

Beschreibung	Kürzel	Wert	Einheit	Norm
Taststrecke	$\lambda_t$	4,8	mm	
Grenzwellenlänge	$\lambda_c$	0,8	mm	
Grenzwellenlänge	$\lambda_s$	2,5	$\mu\text{m}$	DIN 3274
Tastgeschwindigkeit	$v_t$	0,2	$\text{mms}^{-1}$	
Messwerteabstand	$\Delta x$	0,5	$\mu\text{m}$	
Anzahl der Messwerte	$n_x$	9600	-	

### 3.4.2 Rasterkraftmikroskopie

Die Rasterkraftmikroskopie (AFM) wurde erstmals 1986 von Binnig *et. al.* [Binnig, 1986] vorgestellt. Es handelt sich dabei um eine sehr vielseitige Methode, mit der unter anderem die Topografie beliebiger Materialien in beliebigen Medien hochaufgelöst detektiert werden kann.

Mit Hilfe der Rasterkraftmikroskopie wurden die Rauheitsparameter mit dem Index  $S$  aus Tab. A.1 sowie der Oberflächenvergrößerungsfaktor  $f_S$  berechnet, der sich aus dem Verhältnis der wahren zur geometrischen Oberfläche ergibt. Außerdem wurde für alle Topografieaufnahmen die Powerspektraldichte (PSD) bestimmt, aus der sich die fraktale Dimension  $D$  und der mittlere Radius der Asperitenkrümmung  $ra$  ermitteln lassen [Babadagli, 2001].

Verwendet wurde hierfür das Gerät EasyScan 2 der Firma Nanosurf, mit der Tastspitze ContAl-G (Spitzenradius  $<10$  nm) von BudgetSensors. Die Messbedingungen sind in Tab. 3.5 zusammengefasst. Auch hier wurden mit dem Messinstrument nur die Rohdaten generiert, während für die Berechnung der Rauheitskennwerte eine Routine in MATLAB<sup>®</sup> geschrieben wurde. Neben der quantitativen Auswertung der Oberflächenkennwerte bei einer Bildgröße von  $50 \times 50 \mu\text{m}$ , wurde die Rasterkraftmikroskopie auch als rein bildgebendes Verfahren bei verschiedenen Vergrößerungen angewandt, um ein realitätsnahes Abbild der erzeugten Oberflächentopografien zu erhalten. Dazu sind die Raumachsen aller gezeigten AFM-Aufnahmen äquidistant dargestellt.

**Tabelle 3.5:** Messbedingungen für die Bestimmung der Rauheit polierter und gestrahlter Oberflächen mittels Rasterkraftmikroskopie.

Kategorie	Parameter	Wert	Einheit
Messfeld	Bildgröße	$50 \times 50$	$\mu\text{m}$
	Scanzeit	2	s
	Scananzahl	256	–
	Rotation	0	$^\circ$
Scankopf	Setpoint	20	nN
	P- Gain	10000	
	I- Gain	1000	
	D- Gain	0	
Cantilever	Spannung	0	V
Messmodus	contact mode, static force		
Cantilever	ContAl-G (BudgetSensors)		

### 3 MATERIAL UND METHODEN

#### 3.4.3 Oberflächenenergie (OWRK-Methode)

Die Oberflächenenergie wurde mit der Methode nach Owens, Wendt, Rabel und Kaelble (OWRK-Methode) ermittelt [Owens, 1969; Kaelble, 1970]. Nach dieser Methode wird die Young'sche Gleichung (Gl. 2.1) um die geometrischen Mittel des dispersen und polaren Anteils der Oberflächenenergie erweitert, indem  $\gamma_{sl}$  durch folgenden Term ersetzt wird:

$$\gamma_{sl} = \gamma_s + \gamma_l - 2(\sqrt{\gamma_s^d \gamma_l^d} + \sqrt{\gamma_s^p \gamma_l^p}) \quad (3.2)$$

Die Umformung der modifizierten Young'schen Gleichung liefert

$$\underbrace{\frac{\gamma_l(1 + \cos\theta)}{2\sqrt{\gamma_l^d}}}_y = \underbrace{\sqrt{\gamma_s^p}}_m \cdot \underbrace{\sqrt{\frac{\gamma_l^p}{\gamma_l^d}}}_x + \underbrace{\sqrt{\gamma_s^d}}_t \quad (3.3)$$

der Form  $y = mx + t$ . Aus drei Referenzflüssigkeiten, deren Oberflächenenergie  $\gamma_l$ , mit polarem  $\gamma_l^p$  und dispersem Anteil  $\gamma_l^d$  bekannt sind, lässt sich anhand der gemessenen Kontaktwinkel eine Gerade auftragen, aus deren Steigung der polare Anteil und aus dessen Achsenabschnitt der disperse Anteil der Oberflächenenergie des Festkörpers bestimmt werden können. Hierzu wurden mit dem Messinstrument OCA20 der DataPhysics Instruments GmbH die Kontaktwinkel der Flüssigkeiten, Wasser (dest.), Ethylenglykol und Diiodmethan gemessen. Pro Flüssigkeit wurden je fünf Tropfen mit der *sessile drop*-Methode auf die zu untersuchende Oberfläche aufgebracht. Die genaue Vorgehensweise, der Versuchsaufbau und die notwendigen Daten der verwendeten Flüssigkeiten sind in [DIN EN 828, 2010; DIN 556602, 2011] zusammengefasst. Die erhaltenen Werte der Oberflächenenergie für die gestrahlten Oberflächen wurden zusätzlich mit dem in Kap. 2.1.4.5 erläuterten Wenzel'schen Rauheitsfaktor  $r$  korrigiert.

### 3.4.4 Nanoindentation

Die Härte und der elastische Eindringmodul wurden mittels Nanoindentation bestimmt, da sich diese besonders für die Charakterisierung dünner Schichten eignet [Pharr, 1992; Pharr, 1998]. Die Nanoindentierung zählt zu den registrierenden Prüfverfahren, sodass hier die Kraft-Eindring-Kurve, die sich aus Belastung und Entlastung zusammensetzt, während des Indentationsvorgangs aufgezeichnet wird.

Die Messung dünner Schichten bedingt zusätzlich eine spezielle messtechnische Vorgehensweise. So darf die Eindringtiefe des Prüfkörpers ein Zehntel der Schichtdicke nicht überschreiten, um die Messung nicht durch den Einfluss des Substrats zu verfälschen. Gleichzeitig sollte sie mindestens das 20-fache des Rauheitswertes  $Ra$  betragen, um große Streuungen der Messwerte durch die Rauheit zu vermeiden [DIN EN ISO 145771, 2003]. Bei der hier gewählten Schichtdicke von  $4\ \mu\text{m}$  und erzeugten Rauheiten von bis zu  $Ra = 0,5\ \mu\text{m}$  besteht messtechnisch ein Konflikt, weshalb die Schichthärte und der Elastizitätsmodul nur auf der polierten Seite der Proben gemessen wurden. Damit wurde kontrolliert, inwieweit die mechanischen Eigenschaften der abgeschiedenen Schichten über alle Prozesse hinweg konstant sind. Verwendet wurde das FISCHERSCOPE<sup>®</sup> HM2000 der Firma Fischer, mit einem Vickers-Indenter. Die Messbedingungen sind in Tab. 3.6 aufgelistet.

**Tabelle 3.6:** Messbedingungen für die Bestimmung der Schichthärte mittels Nanoindentation.

Parameter	Wert	Einheit
Prüfkraft	50	mN
Belastung	0,8	$\text{mNs}^{-1}$
Entlastung	0,8	$\text{mNs}^{-1}$
Haltezeit	5	s
Eindringtiefe	0,3	$\mu\text{m}$
$\beta$	1,034	-
Indentertyp	Vickers	
Härtetyp	Vickers (HV 0,005/30)	

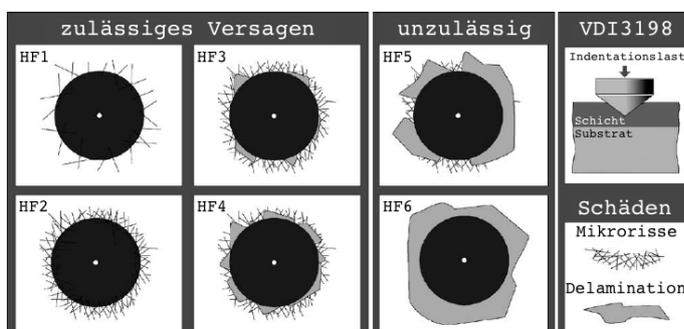
### 3 MATERIAL UND METHODEN

#### 3.4.5 Rockwellindentation zur Bewertung der Schichthaftung

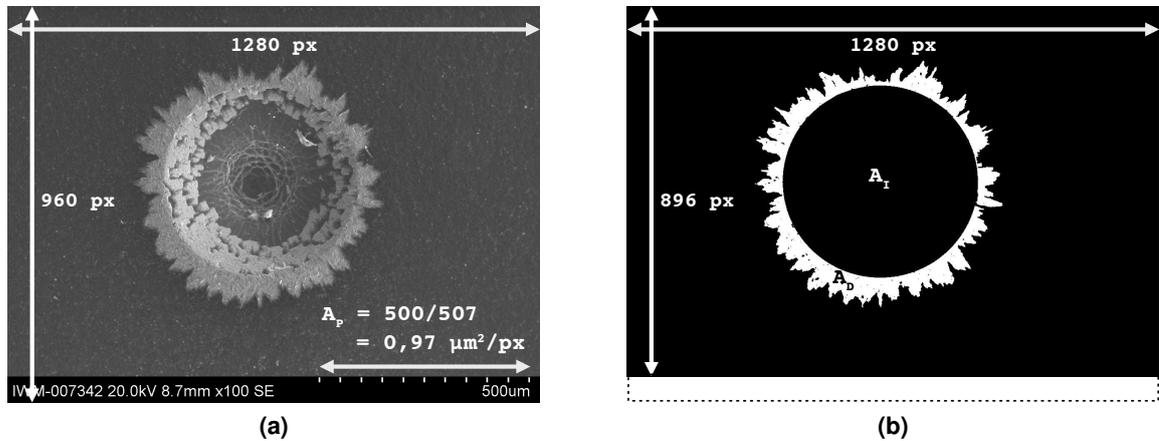
Für die Bewertung der Schichthaftung gibt es eine Reihe verschiedener Methoden, die alle eines gemeinsam haben. Sie klassifizieren und bewerten die Haftung, bestimmen aber nicht die Haftfestigkeit (in  $\text{Nmm}^{-2}$ ).

Beispiele für Methoden zur Evaluierung der Haftung sind der Stirnabzugstest (DIN EN ISO 4624:2003-08), der Ritztest (EN 1071), der Gitterschnitt (DIN EN ISO 2409), die Schälprüfung (DIN EN 28510), der Kavitationstest (ASTM G32), der Kugelschlagtest (DIN EN ISO 6272), der Strahltest und die tribologische Prüfung, um nur einige zu nennen. Die Haftprüfung bei allen Methoden ist immer zerstörend, daher ist eine ausreichende Statistik unabdingbar (*intra-sample, inter-sample*). Das beinhaltet auch, dass nur eine schlechte Haftung quantifizierbar ist. Gute Schichthaftung dagegen ist schlecht klassifizierbar. Ferner wird die Art und Möglichkeit der Haftungsprüfung stets durch das Schicht-Substrat-System als Ganzes bestimmt. So sind die mechanischen Eigenschaften des Substrats (Stützkraft) bei den meisten Prüfmethoden von entscheidender Bedeutung.

Für diese Arbeit wurde der Rockwelltest als Haftprüfung gewählt, da dieser leicht zugänglich, kostengünstig und schnell durchführbar ist. Damit konnte die geforderte Statistik hinreichend gewährleistet werden. Dazu wurden die Schichten mit einem Rockwellindenter mit den in Tab. 3.7 gegebenen Bedingungen belastet. Verwendet wurde das Indentationsinstrument CK10 von Engineering Systems. Bei ungenügender Schichthaftung führt die Indentation zur Schichtdelamination, die üblicherweise nach [VDI 3198, 1992] qualitativ ausgewertet und den Haftklassen HF1-HF6 zugeordnet (Abb. 3.8) wird. Der Nachteil dieser Methode ist, dass sie keine quantitative Auswertung zulässt und kleine Unterschiede im Delaminationsverhalten nicht berücksichtigt werden können. Zudem wurde die Richtlinie mittlerweile zurückgezogen. Aus diesem Grund wurde die Auswertung der erzeugten Delaminationsfläche mit einer alternativen Methode durchgeführt, die in Abb. 3.9 skizziert ist.



**Abbildung 3.8:** Skizze zu der in der VDI-Richtlinie 3198 beschriebenen Vorgehensweise zur qualitativen Bewertung der Schichthaftung nach den Klassen HF1-HF6. Dazu wird die zu überprüfende Schicht mit einer Rockwellspitze definiert belastet und anschließend das Schadensbild mit der Norm verglichen.



**Abbildung 3.9:** Konzept zur quantitativen Bestimmung der normierten Delaminationsfläche  $A_{D,n}$ . (a) Aufnahme des Rockwell-Indents mittels Rasterelektronenmikroskop bei fixer Vergrößerung und Bildgröße. Mit dem Skalensbalken lässt sich die Fläche pro Pixel  $A_P$  bestimmen. (b) Abbild der binärisierten Aufnahme zur Bestimmung der Delaminationsfläche  $A_D$  aus dem Produkt der Anzahl weißer Pixel  $n_P$  und der Pixelfläche  $A_P$ . Zuletzt wird  $A_D$  mit der Indentationsfläche  $A_I$  normiert, wodurch man die normierte Delaminationsfläche  $A_{D,n}$  erhält, die als Maß für die Schichthaftung verwendet wurde.

Dabei wird die Delaminationsfläche mit Hilfe des Rasterelektronenmikroskops bei fixer Vergrößerung und Bildgröße aufgenommen, aus der sich die Fläche pro Pixel  $A_P$  in ( $\mu\text{m}^2$ ) berechnen lässt. Das aufgenommene Bild wird binärisiert und die Pixelzahl der Delaminationsfläche  $n_P$  ermittelt. Diese ergibt sich dann aus dem Produkt  $A_D = n_P \cdot A_P$ . Zuletzt wird  $A_D$  mit der Indentationsfläche  $A_I$  normiert, die proportional zur Indentationslast ist, sodass sich die Beziehung

$$A_{D,n} = A_D/A_I \quad (3.4)$$

ergibt. Diese Größe wurde für fünf Indentationen pro Probe berechnet, deren Mittelwert als Maß für die Schichthaftung mit den zuvor eingestellten Oberflächeneigenschaften des Substrats korreliert wurde.

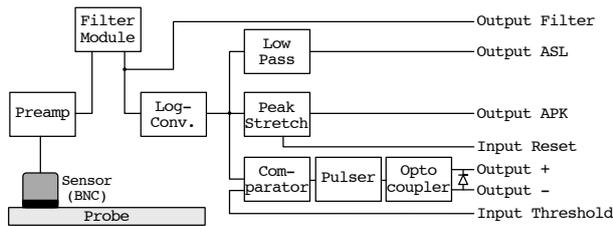
**Tabelle 3.7:** Messbedingungen für die Bewertung der Schichthaftung mittels Rockwellindentation.

Parameter	Wert	Einheit
Prüfkraft	1500	N
Belastung	25	$\text{Ns}^{-1}$
Entlastung	150	$\text{Ns}^{-1}$
Haltezeit	5	s
Indentertyp	Rockwell	

### 3 MATERIAL UND METHODEN

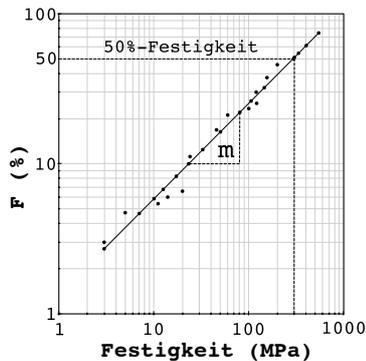
#### 3.4.6 Akustische Rissdetektion und Weibullstatistik

Zur Untersuchung der Rissevolution der Schicht unter Last wurde das Indentationsgerät mit einem akustischen Sensor (AE-Sensor) zur Rissdetektion ausgestattet. Damit wurde genau die Indentationslast bestimmt, die notwendig ist, um in der Schicht Versagen in Form eines ersten Hertzischen Ringrisses zu erzeugen. Das Messprinzip ist in Abb. 3.10 skizziert.



**Abbildung 3.10:** Schaltbild des verwendeten Sensors zur Detektion des akustischen Signals bei der Rissbildung und Rissausbreitung. Für alle Analysen wurde hier das APK-Signal verwendet, das eine Peakaufweitung bewirkt und so die Auswertung erleichtert.

Dazu wird die Indentationslast von 5 N beginnend solange gesteigert, bis der auf dem Indenter befestigte Sensor die Erzeugung eines ersten Risses detektiert und die Indentation stoppt (statische Rissdetektion). Für jeden Oberflächenzustand (Strahlparametersatz) wurden auf diese Weise 10 Indentationen durchgeführt und die resultierenden Lasten mittels Weibullstatistik [Weibull, 1951] ausgewertet, deren Konzept und charakteristische Kennwerte in Abb. 3.6 gezeigt sind. Um zusätzlich die Ausbreitung der Risse zu untersuchen, wurden Experimente durchgeführt, bei denen die akustische Emission während der Indentation bis zu einer Last von 400 N kontinuierlich aufgezeichnet wurde (kontinuierliche Rissdetektion).



$$1 - F = W = \exp\left[-V\left(\frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_o}\right)^m\right] \quad (3.5)$$

$$\text{mit } W = 1 - \left(\frac{i}{N + 1}\right)$$

$$\underbrace{\ln\ln\left(\frac{1}{W}\right)}_y = \underbrace{m}_m \cdot \underbrace{\ln(\sigma - \sigma_u)}_x - \underbrace{m\ln\sigma_o + \ln V}_t \quad (3.6)$$

**Abbildung 3.11:** Konzept zur Auswertung der Weibullstatistik von Festigkeitswerten. Die Verteilungsfunktion aus Gleichung 3.5 wird zu Gleichung 3.6 umgeformt und die gemessenen Festigkeitswerte logarithmisch gegen die Versagens- oder Überlebenswahrscheinlichkeit  $F$  und  $W$  aufgetragen, die bei aufgebrachter Spannung  $\sigma$  von dem Volumen  $V$  des Prüfkörpers abhängen. Die Spannung  $\sigma_u$ , bei der  $F$  gleich Null ist, die Spannung  $\sigma_o$ , bei der  $W$  um  $1/e$  abfällt sowie der Weibullmodul  $m$  sind Materialkonstanten. Die Versagenswahrscheinlichkeit wird aus der jeweiligen Einzelmessung  $i$  und der Gesamtzahl an Messungen  $N$  bestimmt. Die sogenannte 50%-Festigkeit, oder mittlere Festigkeit, spiegelt die Zugfestigkeit des geprüften Materials wider [Barry Carter, 2007; Salmang, 2007].

### 3.4.7 Rasterelektronenmikroskopie und Röntgenspektroskopie

Die Rasterelektronenmikroskopie (REM) ist eine der vielseitigsten Methoden zur Untersuchung der Mikrostruktur und der chemischen Zusammensetzung von Materialien [Zhou, 2006]. Dabei wird ein hochenergetischer, durch Magnetlinsen sensibel fokussierbarer Elektronenstrahl auf die Probenoberfläche gerichtet, wodurch sich eine Vielzahl an Wechselwirkungen ergeben. Die Detektion der unterschiedlichen Signale liefert eine Reihe von Informationen zu den Materialeigenschaften. Eine quantitative Elementanalyse ist durch Detektion der charakteristischen Röntgenstrahlung möglich, die als energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX) bezeichnet wird. Für die Analyse eines Elements muss dabei die Energie der Primärelektronen  $E_0$  hoch genug sein, um bis zu der inneren Schale der Energie  $E_c$  vordringen zu können und dort ein Elektron zu lösen. Das optimale Verhältnis liegt bei  $U_0 = E_0/E_c = 3$ . In [Zhou, 2006] wird als Minimum für  $E_0$  die doppelte Energie der energiereichsten Linie des zu untersuchenden Elements angegeben. Betrachtet man die in Tab. 3.8 gegebenen Werte für  $E_c$  für alle hier untersuchten Elemente, ergibt diese Vorgabe für die  $L\alpha$ -Linie von Wolfram eine Beschleunigungsspannung von mindestens 17 kV. In dieser Arbeit wurden die quantitativen Untersuchungen mittels EDX daher mit 20 kV durchgeführt. Die Beschleunigungsspannung beeinflusst gleichzeitig die mittlere Eindringtiefe  $Z$  der Elektronen, die sich für 100Cr6-Stahl ( $\rho=7,61 \text{ gcm}^{-3}$ ) und eine Beschleunigungsspannung von 20 kV zu

$$Z = 0,033 \cdot \frac{E_0^2 - E_{c,Fe}^2}{\rho} \approx 1,5 \mu\text{m} \quad (3.7)$$

ergibt. Das entspricht etwa der Implantationstiefe der Strahlmittelrückstände, sodass das Anregungsvolumen diese vollständig berücksichtigt und sie in Abhängigkeit der Strahlparameter quantifiziert werden können. Verwendet wurde ein Elektronenmikroskop des Typs Supra 40VP der Firma Zeiss und eines des Typs S-3400N der Firma HITACHI, mit den EDX-Modulen Pegasus XM4 von EDAX und INCA Energy von Oxford Instruments.

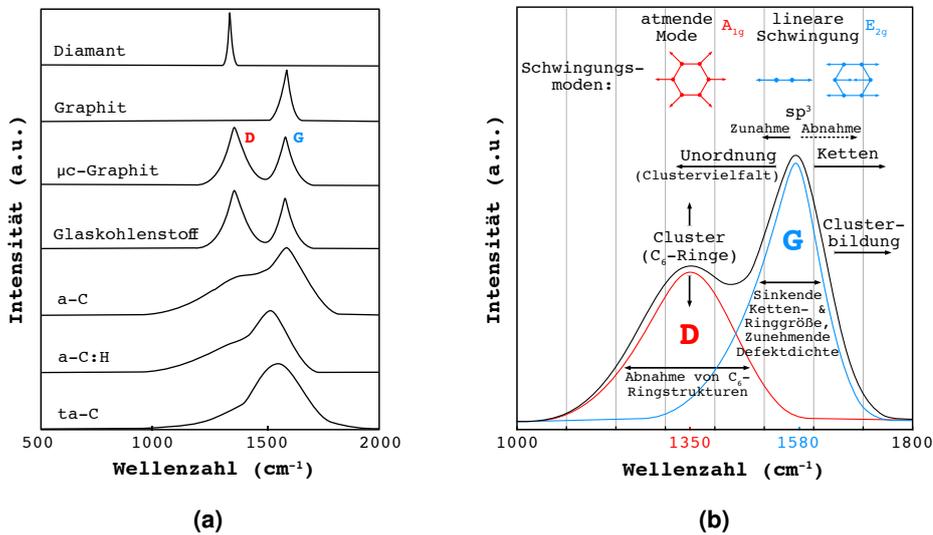
**Tabelle 3.8:** Energie  $E_c$  (kV) der angeregten Elektronenschalen für die hier untersuchten Elemente.

Messstelle	Element	K $\alpha$	L $\alpha$	M
Substrat	Fe	6,398	0,705	-
	Cr	5,411	0,573	-
	Mn	5,894	0,637	-
Strahlmittel	W	-	8,396	1,774
	Co	6,924	0,776	-
Schicht	C	0,277	-	-
	Si	1,739	-	-

### 3 MATERIAL UND METHODEN

#### 3.4.8 Ramanspektroskopie

Die Ramanspektroskopie ist aktuell das Standardverfahren zur zerstörungsfreien strukturellen Analyse von Kohlenstoffschichten. Hierzu sind die Arbeiten von Robertson und Ferrari besonders populär und umfangreich [Robertson, 1992; Robertson, 2002; Ferrari, 2000; Ferrari, 2002]. Da in dieser Arbeit wasserstoffhaltige Kohlenstoffschichten verwendet wurden, bilden außerdem die Publikationen von Casiraghi *et. al.* die Basis der im Folgenden gezeigten Zusammenhänge [Casiraghi, 2005a; Casiraghi, 2005b]. Beispiele für Ramanspektren typischer Kohlenstoffmorphologien finden sich in Abb. 3.12 (a).



**Abbildung 3.12:** (a) Vergleich typischer Ramanspektren für verschiedene Modifikationen von Kohlenstoff. (b) Skizze des Ramanspektrums einer DLC-Schicht (a-C:H), das sich aus dem G- und dem D-Peak zusammensetzt, deren Ursprung die oben gezeigten Schwingungsmoden darstellen. Zusätzlich sind die strukturellen Veränderungen der Schicht mit der Abweichung der Peaks von ihrer theoretischen Position beschrieben. (Nachgezeichnet aus [Robertson, 2002]).

Die Ramanverschiebung wird dabei in Form der Wellenzahl in (cm<sup>-1</sup>) angegeben. Einkristalliner Graphit (*graphite*) besitzt eine ramanaktive Mode bei einer Wellenzahl von ungefähr 1580 cm<sup>-1</sup>, die als G-Mode bezeichnet wird und durch eine lineare Molekülschwingung der Symmetrie  $E_{2g}$  entsteht. Ungeordneter Graphit (*disordered graphite*) besitzt eine weitere Mode bei ungefähr 1340 cm<sup>-1</sup>, die als D-Mode<sup>1</sup> bezeichnet wird und durch eine rotationssymmetrische Schwingung von C<sub>6</sub>-Ringen der Symmetrie  $A_{1g}$  entsteht (atmende Mode).

<sup>1</sup>Aufgrund der sehr ähnlichen Position des Diamantpeaks bei 1332 cm<sup>-1</sup>, wird der D-Peak häufig mit dem Diamantpeak verwechselt und fälschlicherweise als solcher bezeichnet. Da die Schwingungsmoden des D-Peaks für Diamant nicht zulässig ist, ist diese Fehlinterpretation zu vermeiden [Tuinstra, 1970].

Das Besondere der Ramanspektroskopie verschiedener Kohlenstoffmorphologien ist, dass alle Spektren von den beiden Schwingungsmoden des Graphits dominiert werden, selbst wenn diese, wie DLC, keine graphitartige Ordnung besitzen und zusätzlich  $sp^3$ -hybridisierte C-H und C-C Bindungszustände enthalten. In Abb. 3.12 (b) ist das Spektrum einer DLC-Schicht aus der Überlagerung von G- und D-Peak skizziert, die in der Praxis durch eine Fitfunktion berechnet werden. Hierzu gibt es verschiedene Ansätze [Bradley, 2007], in der Regel wird der G-Peak aber durch eine Breit-Wigner-Fano-Funktion (BWF) beschrieben und der D-Peak durch eine Lorentz-Funktion. In Gegenwart eines ausgeprägten Photolumineszenzhintergrunds (PL) liefert allerdings die Annäherung über eine Gauß-Funktion das bessere Ergebnis [Casiraghi, 2005a]. Für vergleichende Messungen ist die Fitmethode aber weniger entscheidend, als deren konsistente Verwendung. Daher wurden alle hier gemessenen Spektren über eine Fitroutine in MATLAB<sup>®</sup> auf Basis der Arbeit von [OHaver, 2016] ausgewertet, wobei die Faltung einer Gauß- und einer Lorentz-Funktion (70% Gauß, 30% Lorentz) als Fitfunktion gewählt wurde. Wegen der den beiden Peaks zugrunde liegenden Eigenmoden, enthalten G- und D- Peak eine Reihe struktureller Informationen der Kohlenstoffschicht, die in Abb. 3.12 (b) ebenfalls skizziert sind. Die wichtigsten Parameter der Peaks sind deren Position  $Pos(G,D)$ , Intensitätsverhältnis  $I(D)/I(G)$ , Fläche  $A(D,G)$  sowie die Halbwertsbreite  $FWHM(G,D)$ . Aus der Steigung  $m$  des linear gefitteten PL und  $I(G)$  lässt sich der Gehalt des gebundenen Wasserstoffs H über den empirischen Zusammenhang

$$H(at.%) = 21.7 + 16.6 \log \left\{ \frac{m}{I(G)} (\mu m) \right\} \quad (3.8)$$

berechnen<sup>2</sup> [Casiraghi, 2005a]. Dabei wurde auf jeder Probe ein Linienscan mit 10 Messpunkten durchgeführt, sodass die erhaltenen Kennwerte dem Mittel aus 10 gemessenen Spektren entsprechen. Verwendet wurde der Gerätetyp inVia Raman Mikroskop der Firma RENISHAW. Die Messparameter sind in Tab. 3.9 zusammengefasst.

**Tabelle 3.9:** Parameter für die Charakterisierung der a-C:H Schichten mittels Ramanspektroskopie.

Parameter	Wert	Einheit
Vergrößerung	×20	–
Laserwellenlänge	532	nm
Laserenergie	0,5	W
Bestrahlungsdauer	10	s
Detektor	Master: Ren CCD Camera	

<sup>2</sup>Alle gemessenen Spektren wurden über die Intensität des Spektrums normiert. Die angegebene Formel mit  $I(G)$  ist dennoch zulässig, da sich das Raman-Spektrum und dessen PL-Untergrund hinsichtlich Schichtdicke, Absorptionskoeffizient und Lasereindringtiefe annähernd proportional verhalten.

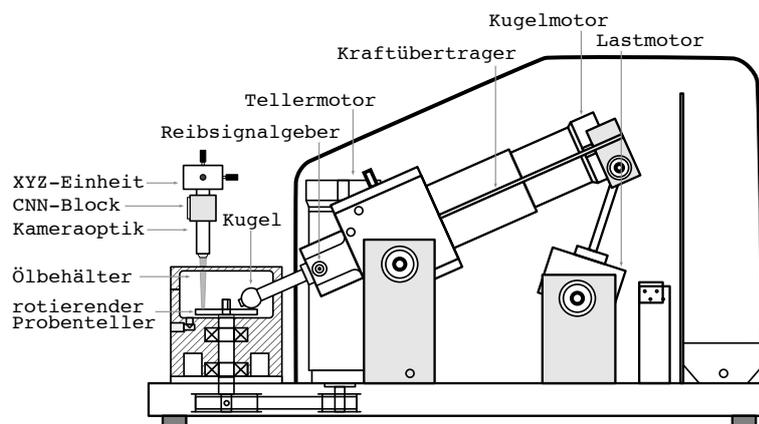
### 3 MATERIAL UND METHODEN

#### 3.4.9 Mini Traction Machine

Bei der *mini traction machine* (MTM) von PCS Instruments handelt es sich um ein Tribometer mit einer Vielzahl verschiedener Messmodi. In dieser Arbeit wurde der Aufbau nach dem Kugel-auf-Scheibe Prinzip verwendet, bei dem Scheibe und Kugel auf unterschiedlichen Achsen rotieren (Abb. 3.13). Neben der Rotationsgeschwindigkeit der Scheibe  $v_D$ , lässt sich mit diesem Instrument auch die Rotationsgeschwindigkeit der Kugel  $v_B$  festlegen, sodass entsprechend der Relativgeschwindigkeit ein gewisser Schlupf (*slide roll ratio*; SRR) eingestellt werden kann, der sich über

$$\text{SRR} = \frac{v_D - v_B}{\frac{1}{2}(v_D + v_B)} \cdot 100 \% \quad (3.9)$$

berechnet und bei Überrollversuchen den prozentualen Anteil des Gleitens angibt. Für reines Gleiten beispielsweise gilt  $v_D > 0$  und  $v_B = 0$  und nach Gleichung 3.9 ergibt sich ein Schlupf von  $\text{SRR} = 200 \%$ . Die Last wird über einen Schrittmotor eingestellt und die Kontaktpressung ergibt sich aus der gewählten Kugelgröße. Die Versuche können sowohl trocken als auch geschmiert durchgeführt werden. Mit diesem Tribometer wurde die Lebensdauer der strukturierten Schichten mittels Überrollversuchen bewertet, um Vorhersagen über die Lebensdauer in der tribologischen Anwendung treffen zu können. Im Detail bedeutet dies, dass die Probenoberfläche einer zyklischen Überrollung mit minimalem Gleitanteil und definierter Pressung unterworfen wird, bis eine Interfaceermüdung eintritt und die Schicht delaminiert. Die Geräteparameter der Versuchsdurchführung sind in Tab. 3.10 gezeigt. Die Entstehung und Ausbreitung des Schichtversagens wurde durch eine automatisierte Defektdetektion bestimmt [Blug, 2012; Blug, 2013].

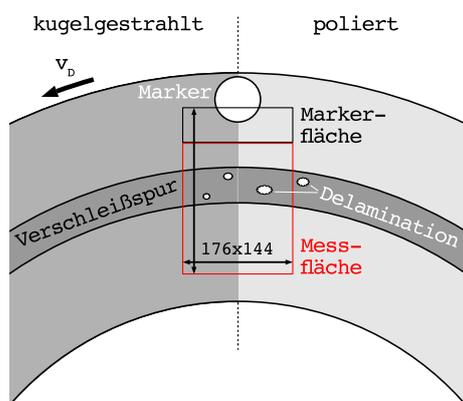


**Abbildung 3.13:** Skizze der *mini traction machine* von PCS Instruments, zur Durchführung von Überrollversuchen und zur Bestimmung des Reibwerts. Zusätzlich wurde eine CNN-Kamera (*cellular neural network*) installiert, die es erlaubt, die rotierende Probenoberfläche mit Bildraten von bis zu 10 kHz zu überwachen und automatisiert Defekte zu detektieren.

**Tabelle 3.10:** Messparameter für die Ermüdung der Kohlenstoffschichten mittels zyklischer Überrollungen im Kugel-auf-Scheibe-Versuch bei minimalem Schlupf und ungeschmiertem Kontakt.

Parameter	Wert	Einheit
Normalkraft	65	N
mittlere Pressung	1,1	GPa
Frequenz	21	s <sup>-1</sup>
Geschwindigkeit	1,8	ms <sup>-1</sup>
SRR	0,5	%
Laufzeit	8	h
Gesamtüberrollungen	600042	-
Gesamtweg	51840	m
Kugeldurchmesser	0,5	Zoll
Kugelmateral	100Cr6	-
Schmierung		ohne

Dabei wird die Oberfläche mit einer CNN-Kamera (*cellular neural network*) in einem gegebenen zeitlichen Intervall aufgenommen und hinsichtlich der Schichtdefekte analysiert, indem der Kontrastwert jedes einzelnen Bildpunkts gemessen und ausgewertet wird. Die Pixel werden sortiert in solche, die der intakten Schicht zuzuordnen sind und solche, die Delaminationen darstellen. Dafür wird ein Schwellwert angegeben, der dem Grauwert der Delaminationsfläche entspricht und sich deutlich von dem Grauwert der Schicht unterscheidet. Die Besonderheit der CNN-Kamera besteht darin, dass die Kontrastwerte der aufgezeichneten Pixel von dem Netzwerk der Kamera selbst detektiert und ausgewertet werden, und nicht erst nachträglich mittels Software. So erhält man eine außergewöhnlich hohe zeitliche Auflösung des Messsignals und damit der gemessenen Delaminationsfläche. Das Messprinzip ist in Abb. 3.14 skizziert.



**Abbildung 3.14:** Funktionsprinzip der automatisierten Defektdetektion mittels CNN-Kamera (*cellular neural network*). Dabei wird eine Fläche von  $176 \times 144$  Pixeln in definiertem Intervall mit einer Bildrate von bis zu 10 kHz aufgezeichnet, die sich in eine Markerfläche und eine Messfläche unterteilt. Erstere dient der Bestimmung der Überrollungsanzahl, indem der zuvor aufgebrachte Marker bei jeder Überrollung von der Kamera detektiert wird, indem der Kontrast der den Marker bildenden Pixel ausgewertet wird. In gleicher Weise werden im Bereich der Messfläche unter der tribologischen Belastung entstehende Delaminationen detektiert.

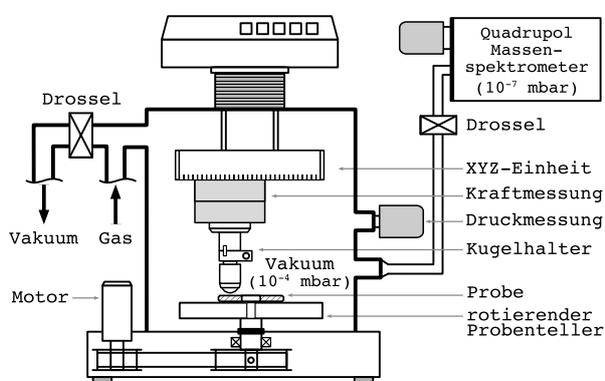
### 3 MATERIAL UND METHODEN

#### 3.4.10 Vakuumtribologie und Massenspektrometrie

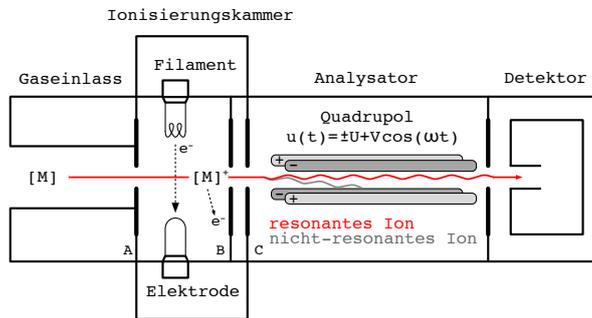
Um den Einfluss der strukturierten Oberflächen auf die Tribochemie zu untersuchen, wurden Kugel-auf-Scheibe Gleitversuche im Vakuumtribometer (UMT, der Firma CETR) durchgeführt, das um ein Quadrupol Massenspektrometer (QMS, der Firma MKS Instruments) ergänzt wurde (Abb. 3.15). Da sowohl die Bestandteile der Schicht, als auch die der Schmiermittel organischen Ursprungs sind, eignet sich das Massenspektrometer hervorragend für deren Analyse. Zudem wurde eine Inertgaszuleitung angebracht, um einen definierten Innendruck einstellen und den Restgasgehalt minimieren zu können.

Die Aufgabe des Massenspektrometers im Allgemeinen ist die Analyse der Masse von Atomen und Molekülen [Gross, 2011]. Das verwendete Gerät besteht aus einem Gaseinlass, gefolgt von der Ionisierungskammer, dem Analysator und dem Detektor (Abb. 3.16). Gelangen gasförmige Moleküle [M] in die Ionisierungskammer, werden sie durch das Bombardement der aus einem Wolframfilament emittierten Elektronen ionisiert. Die Entstehung positiver Ionen  $[M]^+$  durch Herausschlagen von Elektronen aus dem neutralen Molekül ist dabei um den Faktor  $10^2$  wahrscheinlicher, als die Entstehung negativer Ionen, weshalb letztere bei der Auswahl der zu untersuchenden Spezies meist vernachlässigt werden. Für die Ionisierung sind nur etwa 10 eV notwendig, die von dem Filament emittierten Elektronen besitzen aber etwa 70 eV, sodass die Moleküle nicht nur ionisiert, sondern auch dissoziiert werden. Die positiv geladenen Ionen werden über ein Potential zum Analysator hin beschleunigt, wo sie entsprechend des  $m/e$ -Verhältnisses (Masse zu Ladung) getrennt werden.

In dieser Arbeit wurde ein Quadrupol-Analysator verwendet, der in Abb. 3.16 skizziert ist und dessen Prinzip, wie bei allen Massenanalysatoren, auf der Bewegung geladener Teilchen in elektrischen und magnetischen Feldern beruht. Das Feld wird dabei so eingestellt, dass es nur von Ionen mit einem bestimmtem  $m/e$ -Verhältnis passiert werden kann.



**Abbildung 3.15:** Skizze des verwendeten Vakuumtribometers. Über eine Vakuumpumpe und eine Drossel zur Kammer kann der Innendruck exakt reguliert werden. Der zusätzliche Gaseinlass erlaubt die Einstellung einer definierten Atmosphäre oder minimiert die Verunreinigung durch Fremdgase unter Zugabe von Inertgas (Ar). Mit einem Quadrupol Massenspektrometer werden gasförmige Reaktionsprodukte während der Versuche aufgezeichnet.



**Abbildung 3.16:** Skizze des Quadrupol-Massenspektrometers (QMS) mit dessen Komponenten Gaseinlass, Ionisierungskammer, Analysator und Ionendetektor. Kern des Instruments ist der Quadrupol Analysator, der es erlaubt, Ionen entsprechend ihres  $m/e$ -Verhältnisses zu selektieren.

Dabei wird das Feld über vier quadratisch angeordnete, hyperbolische oder zylindrische Stäbe erzeugt, die paarweise als Elektroden dienen. An den Stäben wird eine positive ( $+U$ ) beziehungsweise negative Gleichspannung ( $-U$ ) angelegt, die mit einer Hochfrequenzwechselspannung ( $V \cdot \cos(\omega t)$ ) überlagert wird. Durch das im Inneren des Aufbaus entstehende inhomogene periodische Feld gelangen nur Ionen, die bei bestimmtem  $m/e$ -Verhältnis resonant mit dem Feld schwingen und so eine stabile Flugbahn besitzen. Alle nicht-resonant schwingenden Ionen werden abgelenkt und an den Stäben neutralisiert. Durch Feldänderungen kann über einen gewissen Massenbereich gescannt werden, indem entweder die Frequenz  $\omega$  bei konstanten Spannungen  $U$  und  $V$  variiert wird, oder die Spannungen bei konstanter Frequenz verändert werden.

Ziel der Versuche ist hier die Detektion gasförmiger Spezies aus dem Reibkontakt, deren Zusammensetzung und Menge mit den Oberflächeneigenschaften verknüpft werden sollen. Im Experiment wurden nur die Verbindungen und Elemente detektiert, die speziell der Schicht ( $H$ ,  $C_xH_y$ ) oder dem gewählten Schmiermittel PFPE ( $CF_x$ ) zuzuordnen sind. Die für die tribologischen Experimente verwendeten Parameter sind in Tab. 3.11 zusammengefasst.

**Tabelle 3.11:** Parameter für die Versuchsdurchführung im Vakuumtribometer zur Untersuchung der Tribochemie rauer DLC-Schichten.

Parameter	Wert	Einheit
Normalkraft	15/25	N
Frequenz	70	$\text{min}^{-1}$
Geschwindigkeit	0,1	$\text{ms}^{-1}$
Spurradius	13,75	mm
Laufzeit	120	min
Kugeldurchmesser	10	mm
Kugelmaterial	100Cr6	-
Schmierung	trocken, PFPE (Klüber)	



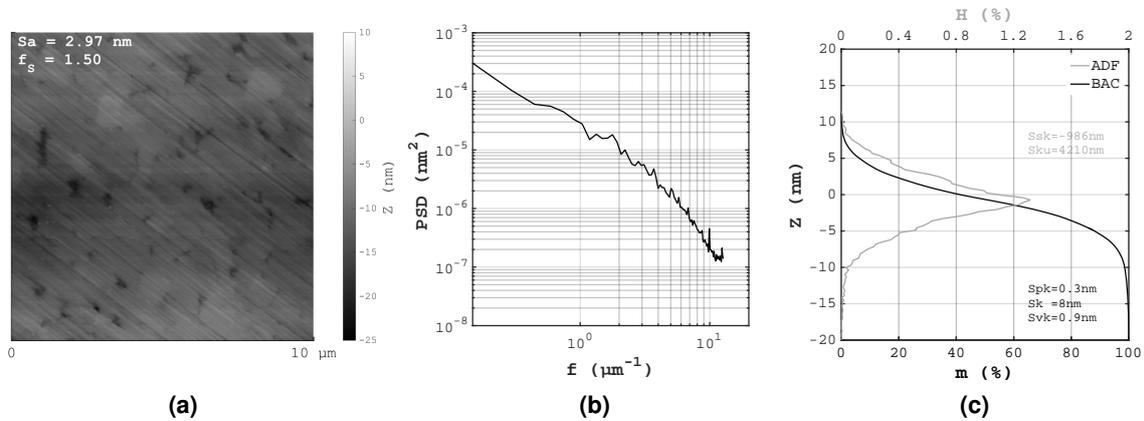
## 4.1 Der polierte Ausgangszustand

Die für alle Experimente verwendeten Lagerringe wurden, wie in Kap. 3.1 beschrieben, poliert und hinsichtlich ihrer mechanischen und topografischen Eigenschaften untersucht. Die Ergebnisse dieser Messungen sind in Tabelle 4.1 zusammengefasst. Bei den angegebenen Werten handelt es sich um das arithmetische Mittel und die Standardabweichung von zum Teil über 50 Messungen. Die Ergebnisse der topografischen Analyse mittels Rasterkraftmikroskop (AFM) zeigt Abb. 4.1. Diese Bewertung des polierten Zustands ist insofern wichtig, als dass er in vielen der in den folgenden Kapiteln gezeigten Relationen als Referenzzustand gegenüber der gestrahlten Oberflächen dient.

**Tabelle 4.1:** Oberflächeneigenschaften der polierten Lagerringe aus Chromstahl (100Cr6).

Eigenschaft	Wert	Einheit
Randschichthärte	850±18	HV(0,005/30)
Eindringmodul	223±14	GPa
Rauheitsmittenwert Ra	0,01±0,002	µm
Oberflächenvergrößerung $f_S$	1,5	-

## 4 ERGEBNISSE



**Abbildung 4.1:** Ergebnisse der topografischen Analyse der polierten Stahloberfläche mittels Rasterkraftmikroskopie. (a) Mikroskopbild inklusive des Rauheitsmittenswerts  $Sa$  und des Oberflächenvergrößerungsfaktors  $f_s$ . (b) Zugehörige Powerspektraldichte. (c) Zugehörige Abbott-Firestone-Kurve (BAC) und die Amplitudendichtefunktion (ADF).

## 4.2 Charakterisierung kugelgestrahlter Oberflächen

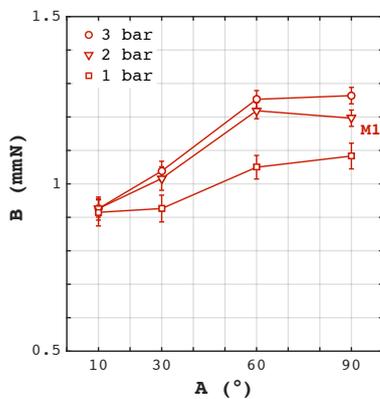
Wie in Tab. 3.1 aus Kap. 3.2.1 angegeben, wurden nur die Parameter Strahldruck und Strahlwinkel variiert, während alle anderen Strahlparameter konstant gehalten wurden. Die Variation des Strahldrucks erfolgte in drei Stufen, die des Strahlwinkels in vier, sodass die im Folgenden gezeigten Oberflächeneigenschaften zunächst in Abhängigkeit dieser 12 Parameterkombinationen gezeigt werden. Die ermittelten Oberflächendaten der gestrahlten Proben werden später hinsichtlich der Schichthaftung bewertet.

### 4.2.1 Strahlintensität und Randschichthärte

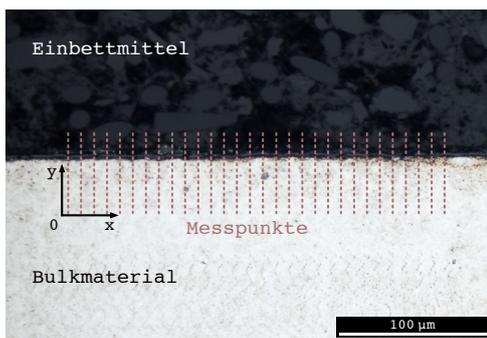
Die in Kap. 4.2.1 beschriebene Strahlintensität nach Almen ist in Abb. 4.2 in Abhängigkeit der variierten Strahlparameter dargestellt. Alle gezeigten Intensitätswerte wurden durch eine Strahlzeit von 60 s ermittelt. Dabei ist zu erkennen, dass die Erhöhung des Strahldrucks von 2 zu 3 bar nur zu einer geringen Erhöhung der Strahlintensität führt, während die Strahlintensität bei einem Strahldruck von 1 bar deutlich niedriger ausfällt. Es sei bemerkt, dass der Sog der Druckluft in der Strahlmittelführung bei 1 bar sehr gering ausfiel und folglich der Massenfluss etwas geringer ist (vgl. Abb. 3.4(a)). Die Winkelabhängigkeit ist für alle Strahldrücke stark ausgeprägt. Die kleinen Fehlerbalken deuten außerdem auf eine hohe Prozessstabilität des Mikrostrahlverfahrens hin.

## 4.2 Charakterisierung kugelgestrahlter Oberflächen

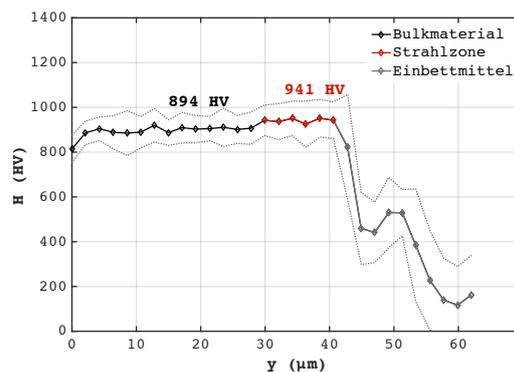
Die Tiefe der durch das Strahlen beeinflussten Zone lässt sich näherungsweise über den Tiefenverlauf der Randschichthärte bestimmen. Die Härtezunahme durch das Strahlen mit der hier verwendeten Korngröße von  $70\ \mu\text{m}$  hat sich aber als so gering herausgestellt, dass diese mit Rücksicht auf die Streubreite kaum messbar ist. Einzig die intensivste Strahlbehandlung bei einem Strahldruck von 3 bar und einem Strahlwinkel von  $90^\circ$  ergab ein zufriedenstellendes Messergebnis, das in Abb. 4.3 dargestellt ist und eine Bearbeitungstiefe von etwa  $10\ \mu\text{m}$  zeigt. Eine größere Härtesteigerung als die hier gezeigten 5% wurde für keine Strahlbehandlung gemessen. Da die Härtezunahme so gering ausfällt und die Eigenspannungen im Rahmen dieser Arbeit nicht eingehend untersucht werden konnten, werden diese Werte nicht mit der Schichthaftung korreliert, deren möglicher Einfluss aber später diskutiert.



**Abbildung 4.2:** Verlauf der Strahlintensität (Bogenhöhe  $B$  des Almenstreifens vom Typ N) nach dem Kugelstrahlen (Methode M1), in Abhängigkeit der Strahlparameter Strahldruck  $p$  und Strahlwinkel  $A$ . Die Strahlintensität nimmt sowohl mit dem Strahlwinkel, als auch mit dem Strahldruck zu. Der Unterschied zwischen den Intensitäten bei 1 bar und 2/3 bar hat anlagentechnische Gründe, da die Sogwirkung der Druckluft in der Strahlmittelzuführung bei 1 bar stark verringert ist.



(a)



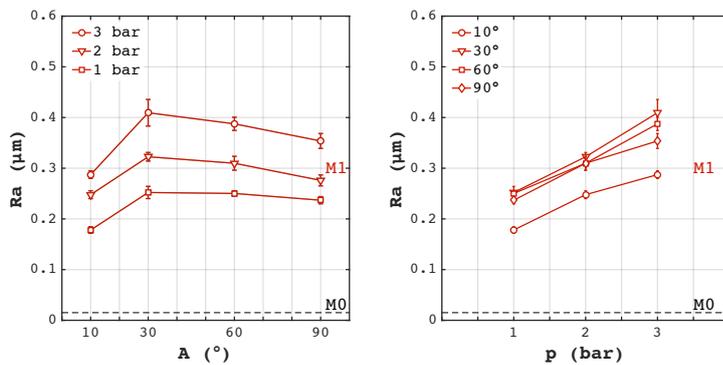
(b)

**Abbildung 4.3:** Veränderung der Randschichthärte durch das Kugelstrahlen. Zu deren Bestimmung wurde ein Raster aus  $30 \times 30$  Messpunkten über das Schliffbild der am intensivsten gestrahlten Probe aus M1 (3 bar,  $90^\circ$ ) gelegt und ausgewertet. Innerhalb einer Randschichtzone von  $10\ \mu\text{m}$  ist eine leichte Härtesteigerung von 5% zu erkennen. Die Lage der Messmatrix in Bild (a) hat keinen definierten Fixpunkt und wurde lediglich so auf das Interface gelegt, dass alle Zonen hinreichend berücksichtigt werden.

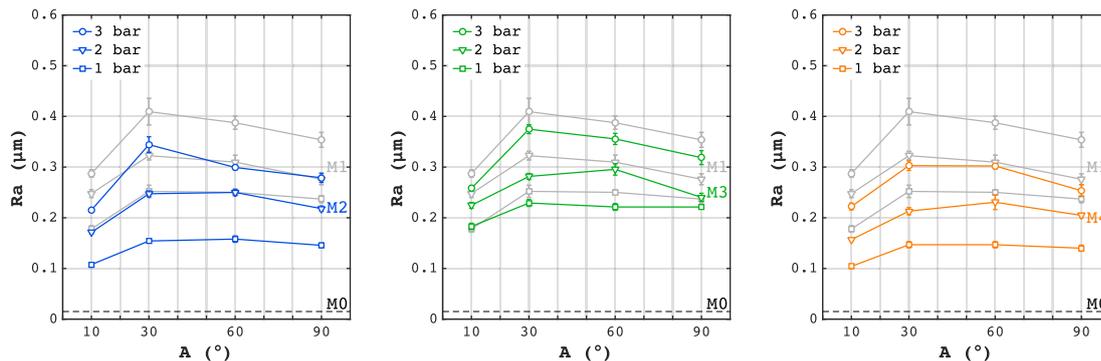
## 4 ERGEBNISSE

### 4.2.2 Oberflächentopografie

Durch die Variation der Strahlparameter und die dem Kugelstrahlen nachgelagerten Oberflächenbearbeitungsmethoden ergeben sich eine Vielzahl verschiedener Topografien. Im einfachsten Fall können diese durch den arithmetischen Rauheitsmittenswert  $Ra$  beschrieben werden, wie in Abb. 4.4 und Abb. 4.5 gezeigt ist. Für das reine Kugelstrahlen (M1) zeigt sich eine komplexe Abhängigkeit vom Strahlwinkel, die von den Verformungsmechanismen durch die Strahlkugeln abhängt. Die Abhängigkeit vom Strahlendruck ist weitgehend linear, was sich darin äußert, dass sich die Abhängigkeit vom Strahlwinkel mit steigendem Strahlendruck verschiebt, der Verlauf aber bleibt erhalten. Aus Abb. 4.5 geht hervor, dass sich dieser Verlauf durch die Nachbehandlungsmethoden Nassstrahlen und Ätzen nicht ändert. Es findet unter einer Glättung lediglich eine Verschiebung zu niedrigeren Werten statt.

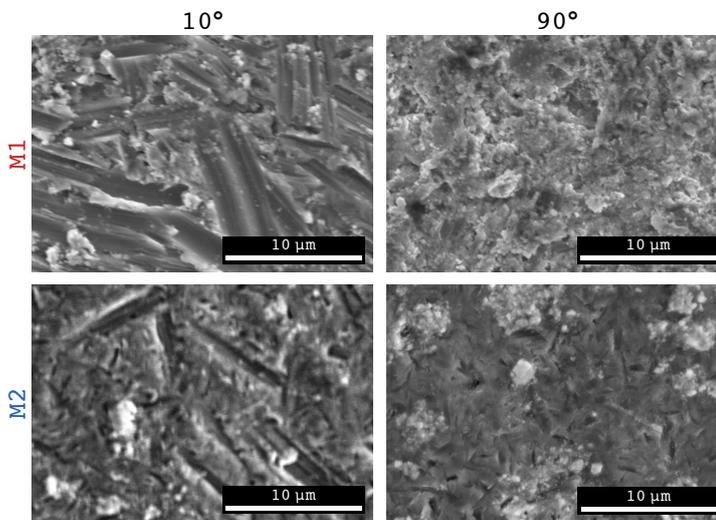


**Abbildung 4.4:** Abhängigkeit des Rauheitsmittenswertes  $Ra$  von den Kugelstrahlparametern Strahlendruck  $p$  und Strahlwinkel  $A$  für das reine Kugelstrahlen (M1).



**Abbildung 4.5:** Abhängigkeit des Rauheitsmittenswertes  $Ra$  von den Kugelstrahlparametern Strahlendruck  $p$  und Strahlwinkel  $A$ . Für das reine Kugelstrahlen (M1) ist eine starke Abhängigkeit der Rauheit vom Strahlwinkel zu erkennen. Durch die nachgelagerten Bearbeitungsmethoden M2 (Nassstrahlen), M3 (Ätzen mit Murakami-Lösung) und M4 (Nassstrahlen und Ätzen mit Murakami-Lösung) lässt sich diese Abhängigkeit verschieben, die Charakteristik des Kugelstrahls bleibt aber erhalten.

## 4.2 Charakterisierung kugelgestrahlter Oberflächen



**Abbildung 4.6:** Oberflächencharakteristik unterschiedlich gestrahlter Proben aus den Methoden M1 und M2. Bei der Ausbildung der Topografie hat sich der Strahlwinkel als besonders ausschlaggebend herausgestellt. So ergibt sich eine Topografie, die bei flachen Winkeln von Furchen und bei steilen Winkeln von Einschlagkratern geprägt ist. Beide Effekte werden durch nachträgliches Nassstrahlen abgeschwächt (SE-Modus, 20 kV).

Zur Klärung der oben angesprochenen Verformungsmechanismen zeigt Abb. 4.6 die winkelabhängige Oberflächencharakteristik nach dem Kugelstrahlen innerhalb der Methode M1. Unter dem sehr flachen Winkel von  $10^\circ$  ist die Oberfläche geprägt von Riefen und kometenschweifartigen Schleifspuren. Die Oberflächenverformung erfolgt primär durch Abscheren. Bei steileren Winkeln von  $60^\circ$  und  $90^\circ$  ist die Plastifizierung der Oberfläche durch Strahlkorneinschläge der dominante Faktor und die Topografie ist geprägt von Kratern und Aufwerfungen (vgl. Abb. 2.4). Das nachgelagerte Nassstrahlverfahren innerhalb der Methode M2 bewirkt unter einem Winkel von  $10^\circ$  eine Oberflächenglättung durch Abtrag der Rauheitsspitzen, hinterlässt aber aufgrund der scharfkantigen Form des Strahlmittels kleine Furchen auf der Oberfläche.

Die gezeigten Oberflächenstrukturen weisen auch bei niedrigen Strahlwinkeln keine Vorzugsorientierung auf, da durch die in Kap. 3.2.1 beschriebene Drehung der Oberfläche während des Strahlprozesses ein richtungsunabhängiges Strahlergebnis erreicht wird. Somit ist ein Einfluss des Strahlwinkels auf das Ergebnis der Rauheitsmessung, die unter definierter Richtung stattfand, auszuschließen. Außerdem ist die Messstrecke von 4,8 mm (vgl. Kap. 3.4.1) vergleichsweise groß im Gegensatz zu den Dimensionen der Oberflächenstrukturen.

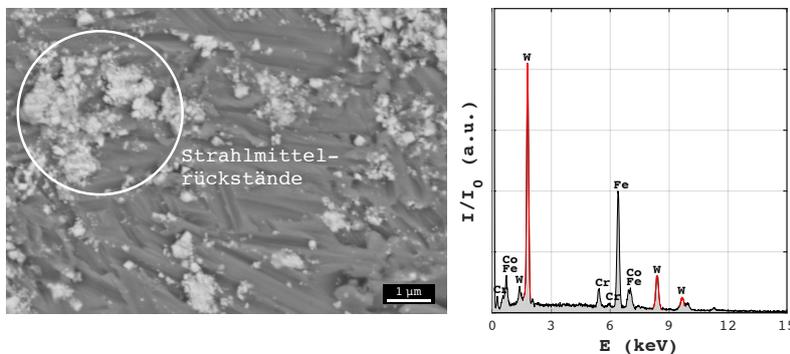
Der Rauheitskennwert  $R_a$  in Abb. 4.4 und Abb. 4.5 gibt zwar eine gute Übersicht der Topografieentwicklung, trägt aber nicht den verschiedenen oben erwähnten Oberflächenstrukturen Rechnung. Daher wurden alle in Tab. A.1 gelisteten Rauheitskenngrößen berechnet und hinsichtlich der Schichthaftung evaluiert. Die Zusammenhänge werden in Kap. 4.4 gezeigt.

## 4 ERGEBNISSE

### 4.2.3 Strahlmittelrückstände

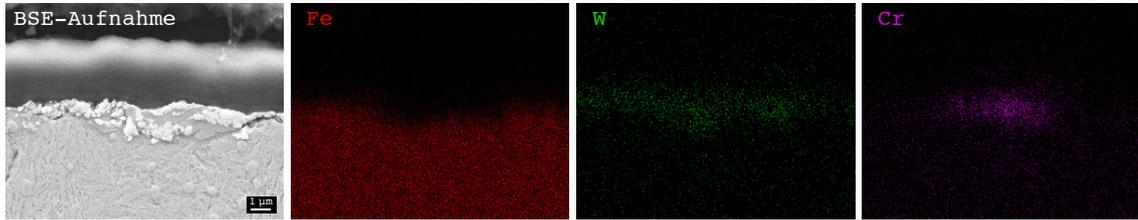
Auf allen Proben konnte eine nicht unwesentliche Menge an Strahlmittelrückständen aus Wolframkarbid nachgewiesen werden. Die quantitative Analyse dieser Rückstände erfolgte für alle Strahlparameter mittels EDX. Ein gemessenes Spektrum und die zugehörige Oberfläche sind beispielhaft in Abb. 4.7 gezeigt. Wichtig zu erwähnen ist, dass die Strahlmittelrückstände nicht nur in Form von Bruchstücken des Strahlmittels vorliegen, sondern vorwiegend in Form von Staub, mit einer Korngröße bis in den nm-Bereich. Dieser Staub entsteht durch das Reiben der Strahlkörner untereinander, sowohl während des Strahlprozesses, als auch beim Transport und der Lagerung des Strahlmittels.

Die Strahlmittelrückstände haften nicht nur an der Oberfläche, sondern werden im Zuge der Strahlbehandlung mechanisch in die Oberfläche eingearbeitet (Abb. 4.8). Auch eine lose Strahlmittelanbindung ist möglich, die die Stabilität einer anschließenden Beschichtung negativ beeinflussen kann. Außerdem überlagern die Rückstände den Einfluss der Oberflächenrauheit auf die Beschichtung, der damit nicht gesondert betrachtet werden kann. Die Reduktion der Strahlmittelrückstände wurde durch den Nassstrahlprozess und das Ätzen mit Murakami-Lösung erreicht, wie in Abb. 4.9 gezeigt ist. Der Ätzprozess zeigt eine rasche Abnahme des Wolframgehalts, der sich nach 6 min Ätzzeit kaum noch ändert. Der verbliebene Restgehalt stammt von Wolframpartikeln unterhalb der Oberfläche. Durch das Nassstrahlen sinkt der Gehalt an Wolfram auf der Oberfläche ebenfalls stetig bis zu einer Strahlzeit von 6 min. Nach dieser Strahlzeit sind lose Rückstände von der Oberfläche entfernt. Die weitere Reduktion erfolgt dann über den Abtrag der Oberfläche. Um aber die Charakteristik der kugelgestrahlten Oberfläche zu erhalten, wurde die Nassstrahlbehandlung auf 1 min festgelegt. So ergibt sich die Menge an Strahlmittelrückständen in Abhängigkeit der Strahlparameter wie in Abb. 4.10 gezeigt. Es sei erwähnt, dass das Wolframkarbid hier Kobalt als Binder enthält, dessen Anteil aber meist unterhalb der Messgrenze lag.

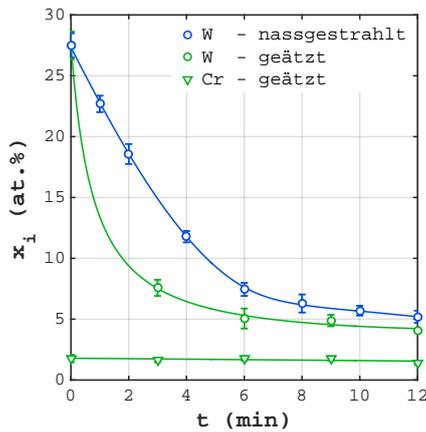


**Abbildung 4.7:** Strahlmittelrückstände auf der gestrahlten Stahloberfläche, aufgenommen mit dem Rasterelektronenmikroskop im BSE-Modus bei einer Beschleunigungsspannung von 20 kV (links). Die chemische Analyse erfolgte mittels EDX (rechts).

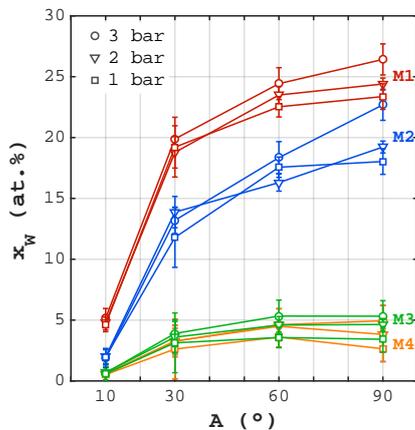
## 4.2 Charakterisierung kugelgestrahlter Oberflächen



**Abbildung 4.8:** Schlichtbild einer gestrahlten Stahlprobe (M1), an dem die Einarbeitung der Strahlmittelrückstände in die Oberfläche gut zu erkennen ist. Mittels EDX wurde eine chemische Analyse der Oberfläche durchgeführt, mit der das Wolfram nachgewiesen werden konnte. Die Eindringtiefe der Rückstände beträgt etwa 1-2 µm. In diesem Fall ist außerdem eine bei Chromstählen nicht unübliche chromhaltige Ausscheidung zu sehen, in die das Wolfram eingearbeitet wurde.



**Abbildung 4.9:** Einfluss der Strahl- bzw. Ätzzeit  $t$  auf die Konzentration an Strahlmittelrückständen  $x_i$  auf der Oberfläche. Mit der Verringerung des Wolframgehalts durch das Nassstrahlen geht immer auch eine Verringerung der Rauheit einher. Daher wurde die Nassstrahlbehandlung auf 1 min festgelegt. Beim Ätzvorgang wurde zusätzlich der Gehalt an Chrom ermittelt, um zu überprüfen, inwieweit durch den Ätzprozess Chromkarbide aus der Probenoberfläche gelöst werden. Für alle zu ätzenden Proben wurde eine Ätzzeit von 6 min festgelegt, da eine weitere Erhöhung der Ätzzeit zu keiner signifikanten Änderung des Wolframgehalts führt. Siehe dazu Abb. A.9 und Abb. A.10 im Anhang.

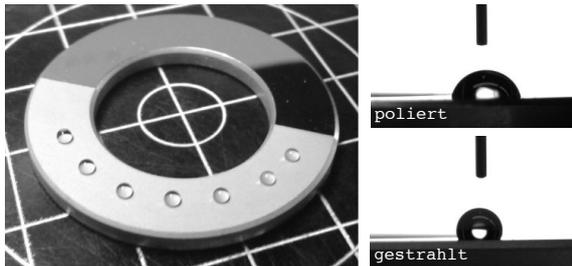


**Abbildung 4.10:** Gehalt an Strahlmittelrückständen aus Wolframkarbid  $x_W$  in Abhängigkeit der Strahlparameter Strahlendruck  $p$  und Strahlwinkel  $A$ . Beim Kugelstrahlen (M1) zeigt sich eine deutliche Abhängigkeit vom Strahlwinkel, während der Strahlendruck eine untergeordnete Rolle spielt. Durch die Nachbearbeitungsverfahren bleibt dieser Verlauf erhalten, verschiebt sich aber zu niedrigeren Werten. Vollständig ließ sich das Wolframkarbid mit keiner Methode entfernen. Alle Konzentration wurden hier mittels EDX bei einer Vergrößerung von x1000 ermittelt.

## 4 ERGEBNISSE

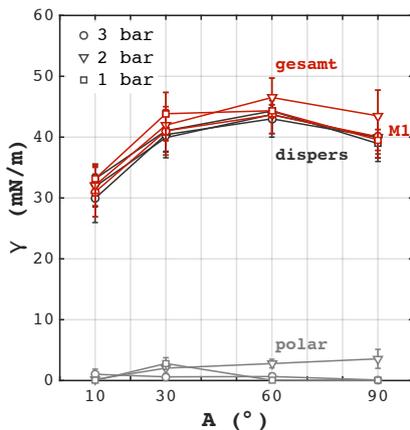
### 4.2.4 Oberflächenenergie

Eine Möglichkeit, die Topografie und die Chemie von Oberflächen gleichermaßen zu bewerten, liefert die Bestimmung der Oberflächenenergie über die Kontaktwinkelmessung. In Abb. 4.11 ist der Vergleich des Kontaktwinkels von Wasser auf einer polierten und gestrahlten Oberfläche gezeigt. Für die gestrahlten und aufgerauten Oberflächen konnte immer eine Erhöhung des Kontaktwinkels gegenüber der polierten Oberflächen gemessen werden.



**Abbildung 4.11:** Vergleich des Kontaktwinkels eines Wassertropfens auf der polierten und der gestrahlten Oberfläche eines Lagerrings. Es zeigt sich, dass der Kontaktwinkel für die gestrahlten und aufgerauten Oberflächen immer erhöht gegenüber den polierten Oberflächen ist.

Die Oberflächenenergie sowie deren disperse und polarer Anteil sind in Abb. 4.12 in Abhängigkeit der Strahlparameter dargestellt. Hier zeigt sich, dass der disperse Anteil der Oberflächenenergie den dominanten Teil der Gesamtenergie ausmacht und eine starke Abhängigkeit von den Strahlparametern aufweist. Der Verlauf mit dem Strahlwinkel ist sowohl mit dem in Abb. 4.5, als auch mit dem in Abb. 4.10 vergleichbar, sodass hier tatsächlich von einer Berücksichtigung beider Oberflächeneigenschaften ausgegangen werden kann. Aufgrund messtechnischer Schwierigkeiten bei der Bestimmung der Oberflächenenergie auf Oberflächen mit einer so feinen Struktur, sind die gezeigten Ergebnisse der Mittelwert aus einer Vielzahl verschiedener Messungen.

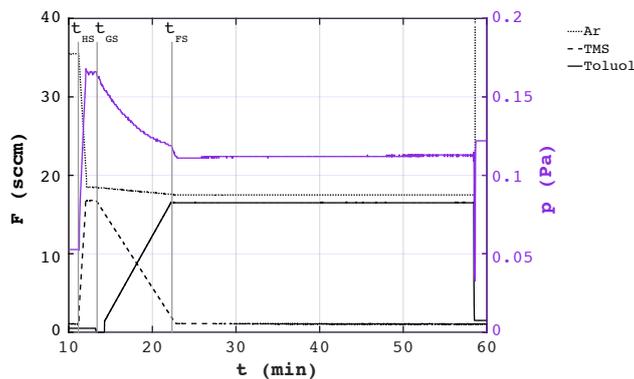


**Abbildung 4.12:** Zusammenhang zwischen der Oberflächenenergie  $\gamma$ , die unter Berücksichtigung des Wenzelschen Rauheitsfaktors  $r$  bestimmt wurde, und dem Strahlwinkel  $A$  für die drei gewählten Strahldrücke. Der polare Anteil der Oberflächenenergie spielt kaum eine Rolle, dementsprechend ist der Verlauf des dispersen Anteils, der eng mit der Rauheit in Verbindung steht, ähnlich dem in Abb. 4.5. Die Oberflächenenergie der polierten Stahloberfläche wurde mit  $\gamma=40\pm 2$  mN/m ermittelt. Die Bestimmung der Oberflächenenergie hat sich in vielen Fällen als problematische erwiesen, da die feine Oberflächenstruktur nach dem Mikrostrahlen häufig nicht rückstandsfrei von den zu messenden Lösungen befreit werden konnte und Messwerte so verfälscht wurden. Daher sind die gezeigten Ergebnisse der Mittelwert aus einer Vielzahl an Messungen.

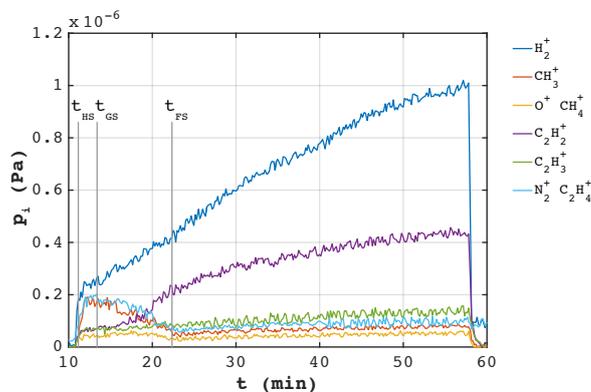
## 4.3 Der Beschichtungsprozess

### 4.3.1 Prozessdaten

Die zeitlichen Verläufe der Prozessdaten der DLC-Beschichtung, die in Kap. 3.3.2 beschrieben sind, sind in Abb. 4.13 dargestellt. Markiert sind der Beginn der Deposition der siliziumhaltigen Haftschrift  $t_{\text{HS}}$ , der Gradientenschicht  $t_{\text{GS}}$  und der Funktionsschicht  $t_{\text{FS}}$  aus Tab. 3.3 in Kap. 3.3.2. Während des Beschichtungsprozesses wurden mittels Massenspektrometrie die fragmentierten Spezies im Plasma detektiert, deren zeitlicher Verlauf in Abb. 4.14 gezeigt ist. Sobald Tetramethylsilan (TMS) bei  $t_{\text{HS}}$  in die Beschichtungskammer strömt, steigt der Gehalt von Wasserstoff und von fragmentierten Kohlenwasserstoffen sprunghaft an, die hauptsächlich aus  $\text{CH}_3^+$  und  $\text{C}_2\text{H}_4^+$  bestehen. Durch Verringerung des TMS-Flusses und Erhöhung des Toluol-Flusses ändert sich die dominante Spezies zu  $\text{C}_2\text{H}_2^+$ , die durch Fragmentierung des C<sub>6</sub>-Rings des Toluols ( $\text{C}_7\text{H}_8$ ) entsteht. Die hier gezeigten Messungen werden später für die Untersuchung der Tribochemie von Bedeutung sein.



**Abbildung 4.13:** Aufzeichnung des in Kap. 3.3.2 beschriebenen Beschichtungsprozesses. Gezeigt ist der Gesamtdruck  $p$ , sowie die Flüsse  $F$  der Prozessgase Argon (Ar), Tetramethylsilan (TMS) und Toluol. Der Zeitpunkt  $t_{\text{HS}}$  markiert den Beginn der Deposition der Haftschrift nach der Reinigung mittels Ar.  $t_{\text{GS}}$  zeigt den Beginn der Gradientenschicht an und  $t_{\text{FS}}$  den Beginn der Funktionsschicht.

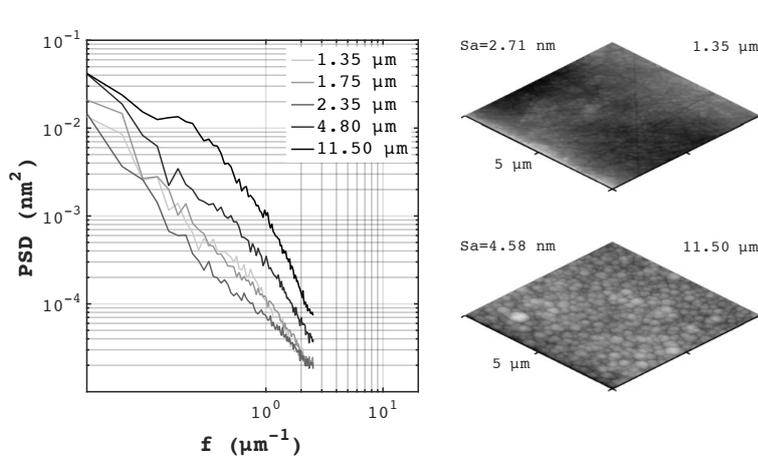


**Abbildung 4.14:** Zeitlicher Verlauf der fragmentierten Spezies im Plasma während des Beschichtungsprozesses. Diese wurden mit einem Massenspektrometer aufgezeichnet, das eine Detektion von Massenzahlen bis  $m/e = 100$  zulässt. Deutlich zu erkennen ist die Änderung der dominanten Spezies mit der Änderung des Prozessgases, die in Abb. 4.13 oben gezeigt ist.

## 4 ERGEBNISSE

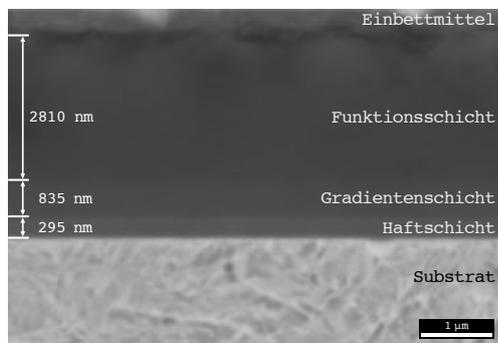
### 4.3.2 Schichtwachstum auf polierten Oberflächen

Zur Untersuchung des Schichtwachstums wurden Schichten verschiedener Dicke hergestellt. Das Wachstum auf den polierten Oberflächen verläuft weitgehend unbeeinflusst von deren Topografie. Mit wachsender Schichtdicke entsteht die für DLC typische blumenkohlartige Oberflächenstruktur. Sowohl die Rauheit als auch die Strukturgröße nehmen mit der Schichtdicke fast kontinuierlich zu, was durch die Powerspektralanalyse von Topografieaufnahmen gezeigt wird (Abb. 4.15).



**Abbildung 4.15:** Bewertung der Strukturentwicklung von DLC-Schichten mit wachsender Schichtdicke mittels Powerspektralanalyse. Sowohl die Rauheit, als auch die Strukturgröße der blumenkohlartigen Oberfläche steigen mit der Schichtdicke. Die Raumachsen der AFM-Aufnahmen sind äquidistant, um die wahren Proportionen der Oberfläche zu erhalten.

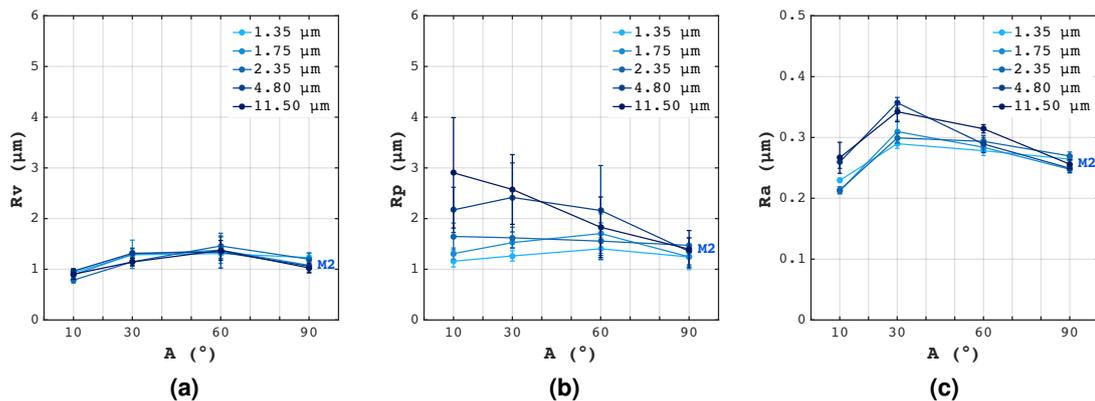
Für die Vermessung der einzelnen Lagen der Beschichtung wurde metallografisch ein Querschliff des Schichtsystems angefertigt, der in Abb. 4.16 für eine Schichtdicke von etwa 4  $\mu\text{m}$  gezeigt ist. Die siliziumhaltige Haftschrift weist eine Schichtdicke von etwa 300 nm auf. Über die 800 nm dicke Gradientenschicht wird der Siliziumgehalt kontinuierlich reduziert und anschließend die Funktionsschicht mit einer Dicke von knapp 3000 nm abgeschieden. Eine detaillierte mechanische und chemische Analyse dieses Schichtsystems wurde in [Schmid, 2013] vorgenommen.



**Abbildung 4.16:** Querschliff der verwendeten DLC-Schicht, bei der der Schichtaufbau in Haftschrift, Gradientenschicht und Funktionsschicht gut zu erkennen ist. Das Eigenschaftsprofil dieses Schichttyps wurde in [Schmid, 2013] quantifiziert, auf Basis der in [Ziebert, 2005] vorgestellten Methode zur hochauflösenden Tiefenprofilanalyse (SE-Modus, 20 kV). Die Funktionsschicht besitzt demnach eine Härte von etwa 1500 HV, einen E-Modul von 120 GPa und Druckeigenstressungen von -0,9 GPa.

### 4.3.3 Schichtwachstum auf rauen Oberflächen

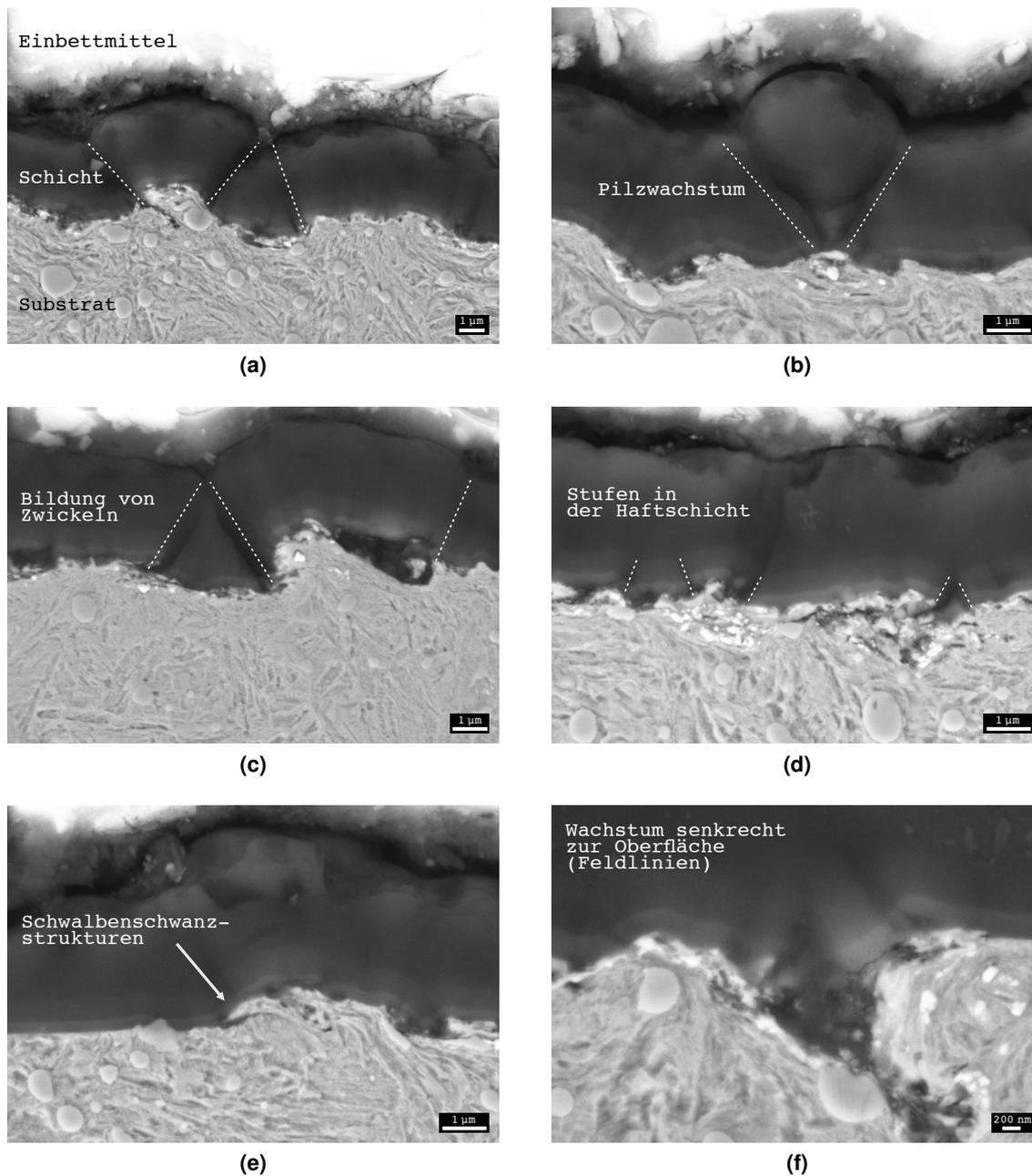
Das Schichtwachstum auf den gestrahlten Oberflächen stellt sich komplexer dar. Auch hier steigt die Rauheit  $Ra$  zunächst mit der Schichtdicke, allerdings unterschiedlich stark für verschiedene Oberflächencharakteristika, wie Abb. 4.17 zeigt. Im Fall der Riefentiefe  $Rv$  ist zu erkennen, dass sich diese mit zunehmender Schichtdicke kaum ändert, die Dimension der Rauheitstäler der gestrahlten Oberfläche bleibt also erhalten. Bei Betrachtung der Spitzenhöhe  $Rp$  fällt auf, dass diese eine deutliche Erhöhung mit wachsender Schichtdicke erfährt, die abhängig von den Strahlparametern sogar unterschiedlich stark ausfällt. Das Schichtwachstum scheint also gerade bei kleinen Strahlwinkeln auf Topografiespitzen schneller zu sein als auf Rauheitstälern. Die Schichtdickenabhängigkeit des Rauheitsmittenswerts  $Ra$  ist somit auf das Wachstumsverhalten der Schicht an den Topografiespitzen zurückzuführen.



**Abbildung 4.17:** Entwicklung der Rauheitsparameter  $Rv$ ,  $Rp$  und  $Ra$  mit wachsender Schichtdicke, in Korrelation zum Strahlwinkel  $A$ . Gezeigt sind Messungen an Proben der Bearbeitungsmethode M2 bei einem Strahldruck von 2 bar. Während sich die Riefentiefe  $Rv$  nicht mit wachsender Schichtdicke ändert, erhöht sich die Spitzenhöhe  $Rp$  deutlich. Diese bestimmt somit den Verlauf des Rauheitsmittenswerts  $Ra$ .

Dieses Verhalten lässt sich über die Analyse von Querschliffen erläutern. Bei den in Abb. 4.18 gezeigten Schliffen handelt es sich um geätzte Proben der Methode M4, sodass der Gehalt an Wolframkarbid in Oberflächennähe sehr gering ausfällt. Gut zu erkennen ist zunächst die mechanische Verformung des martensitischen Gefüges. Die Aufnahmen 4.18 (a) und 4.18 (b) offenbaren eine pilzartige Wachstumsstruktur der Schicht auf Rauheitsspitzen, deren laterale Ausdehnung dadurch größer wird. Daneben kommt es zur Bildung von Zwickeln in der Schicht und einer pyramidenförmigen Wachstumsstruktur über Rauheitstälern, wie sie besonders in Bild 4.18 (c) zu sehen ist. Es kommt mehrfach zu Unterbrechungen der Haft- und Gradientenschicht, zum Teil in Form von Stufen, wie in Bild 4.18 (d) gezeigt.

## 4 ERGEBNISSE

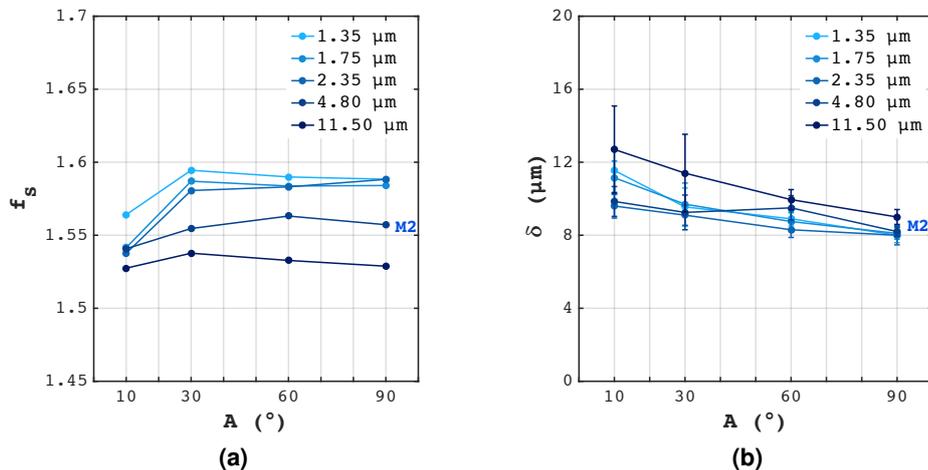


**Abbildung 4.18:** Querschliffe gestrahlter und beschichteter Oberflächen, die nach der Methode M4 bearbeitet wurden. Die Beschichtung folgt der Topografie der gestrahlten Oberfläche und das Schichtwachstum ist stark von deren Strukturen geprägt. Diese Beeinflussung der Schicht setzt sich über die gesamte Schichtdicke fort (SE-Modus, 20 kV).

### 4.3 Der Beschichtungsprozess

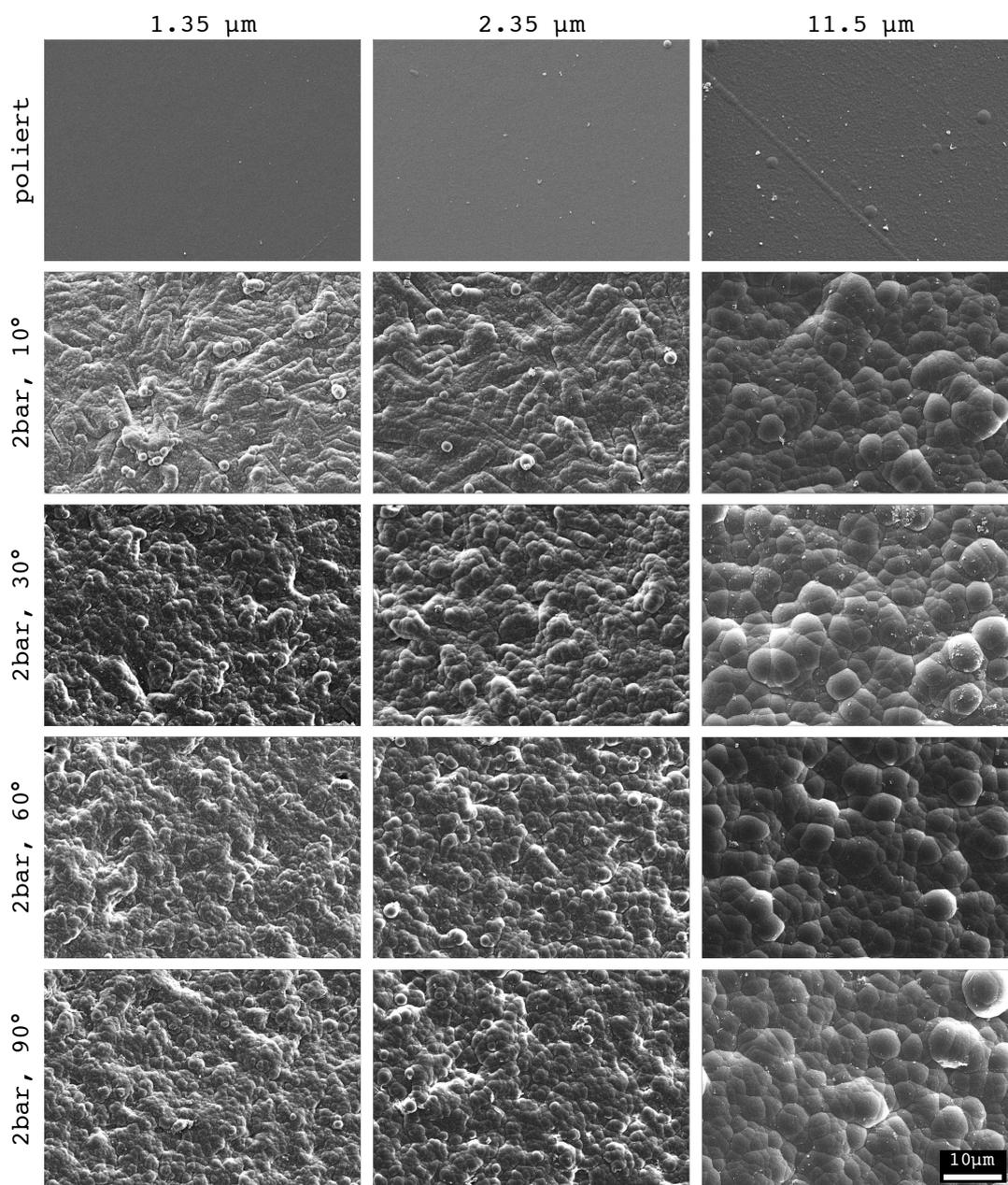
Die intensive mechanische Verformung der Oberfläche während des Kugelstrahlens bewirkt die Entstehung sogenannter Schwalbenschwanzstrukturen, wie sie in Bild 4.18 (e) zu sehen sind. Weisen diese zu tiefe Hinterschnitte auf, werden sie durch die Beschichtung mit einem Hohlraum überwachsen. Ansonsten bieten sie der Schicht gute Verankerungspunkte. Die siliziumhaltige Haftschiicht weist im Rasterelektronenmikroskop einen helleren Kontrast auf, als der siliziumfreie Teil der Schicht. Aus Bild (f) lässt sich über diesen Kontrast die Wachstumsrichtung der Beschichtung untersuchen, die lokal sehr stark von der Oberflächen-topografie beeinflusst wird und immer senkrecht zur Oberfläche erfolgt.

Aus Abb. 4.17 ging hervor, dass die Rauheit der Oberfläche für bestimmte Strahlparameter mit der Schichtdicke zunimmt. Gleichzeitig nimmt aber die wahre Oberfläche unter Einglättung ab, wie Abb. 4.19 (a) zu entnehmen ist. Der Anstieg der Korrelationslänge mit der Schichtdicke aus Abb. 4.19 (b) beschreibt die zunehmende Selbstähnlichkeit der Oberfläche. Dazu sind Oberflächenaufnahmen mittels REM in Abb. 4.20 abgebildet. Diese zeigen, dass die Struktur der kugelgestrahlten Oberfläche für sehr geringe Schichtdicken zunächst erhalten bleibt. Das ist insbesondere anhand der überwachsenen Schleifspuren der unter einem Winkel von  $10^\circ$  gestrahlten Oberfläche zu erkennen. Mit wachsender Schichtdicke und unter Bildung der ausgeprägten blumenkohlartigen Struktur geht die Charakteristik des Kugelstrahlens zunehmend verloren und die gestrahlten Oberflächen sind bei einer Schichtdicke von über  $10\ \mu\text{m}$  optisch kaum mehr voneinander zu unterscheiden.



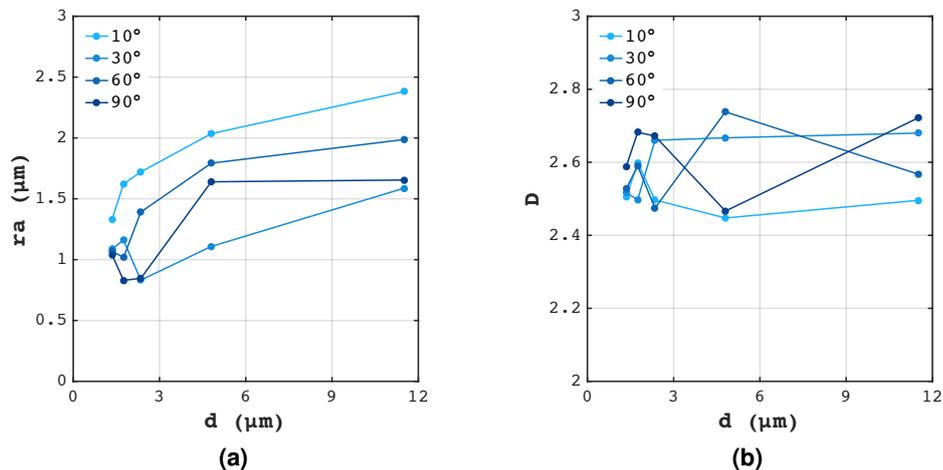
**Abbildung 4.19:** (a) Entwicklung des Oberflächenvergrößerungsfaktors  $f_s$  und (b) der Korrelationslänge  $\delta$  gestrahlter und beschichteter Oberflächen mit wachsender Schichtdicke in Abhängigkeit der Strahlparameter. Die wahre Oberfläche zeigt eine kontinuierliche Abnahme mit der Schichtdicke, während die Korrelationslänge zuerst abnimmt, für die höchste Schichtdicke dann aber wieder sichtbar steigt.

## 4 ERGEBNISSE



**Abbildung 4.20:** Strukturentwicklung der DLC-Oberfläche bei wachsender Schichtdicke für die polierte Oberfläche und vier verschiedene Strahlbehandlungen aus M2, aufgenommen mittels REM. Während die kugelstrahlbedingte Charakteristik der Oberfläche bei sehr dünnen Schichtdicken noch zu erkennen ist, ähneln sich die Oberflächen mit wachsender Schichtdicke immer mehr und sind ab einer Dicke von über 10  $\mu\text{m}$  optisch kaum noch zu unterscheiden.

Die Analyse der Powerspektraldichte dieser Oberflächen ist in Abb. A.11 gezeigt. Die sich immer stärker ähnelnden Schichtoberflächen zeigen bei der maximalen Schichtdicke und mittleren bis kleinen Strukturgrößen ein sehr ähnliches Spektrum. Das steht im Gegensatz zur polierten Oberfläche, bei der eine fast kontinuierliche Zunahme der Rauheit (Amplitude) zu sehen war. Die Abnahme der wahren Oberfläche und die Zunahme der Korrelationslänge aus Abb. 4.19 ist also dadurch zu erklären, dass mit der Schichtdicke auch die Strukturgröße der blumenkohlartigen Oberfläche zunimmt, die folglich weniger kleinteilig aufgebaut ist. Das spiegelt sich im mittleren Radius der Asperitenkrümmung  $ra$  wider, der aus den Powerspektren ermittelt wurde. Dieser steigt mit wachsender Schichtdicke für alle Strahlbehandlungen, wie in Abb. 4.21 (a) gezeigt ist und quantifiziert somit das in Abb. 4.18 gezeigte pilzartige Wachstum der Schicht an Asperiten. Dass die Zunahme nicht stetig verläuft, liegt daran, dass die auf kleinen Asperiten aufwachsenden Schichtstrukturen im Zuge des Schichtwachstums von den Strukturen auf hohen Asperiten überwachsen werden. Die mit der Schichtdicke steigende Selbstähnlichkeit der Schicht, die mit der zunehmenden Korrelationslänge erklärt wurde, sollte sich auch in der Betrachtung der fraktalen Dimension  $D$  wiederfinden. Diese wurde aus der Steigung der Powerspektren ermittelt und ist in Abb. 4.21 (b) gezeigt. Hier ist kein eindeutiger Verlauf mit zunehmender Schichtdicke zu erkennen, die Oberflächen weisen aber fast alle Dimensionen von 2,5 oder größer auf und zeigen vereinfacht ausgedrückt einen stärker räumlichen als flächigen Charakter.



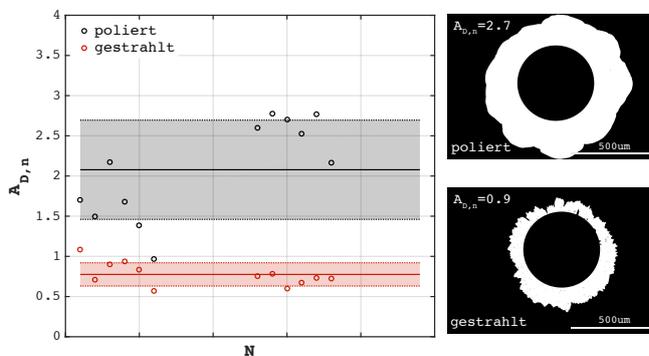
**Abbildung 4.21:** Entwicklung des (a) mittleren Radius der Asperitenkrümmung  $ra$  und (b) der fraktalen Dimension  $D$  mit wachsender Schichtdicke für verschiedene Strahlbehandlungen. Für alle Behandlungen ist eine Zunahme von  $ra$  zu erkennen, allerdings nicht immer stetig, da die Oberflächenkennwerte bei den sehr niedrigen Schichtdicken messtechnisch schwerer zu erfassen sind. Für  $D$  ist keine eindeutige Tendenz mit der Schichtdicke oder den Strahlparametern zu erkennen.

## 4 ERGEBNISSE

### 4.4 Einfluss des Strahlens auf die Schichthftung

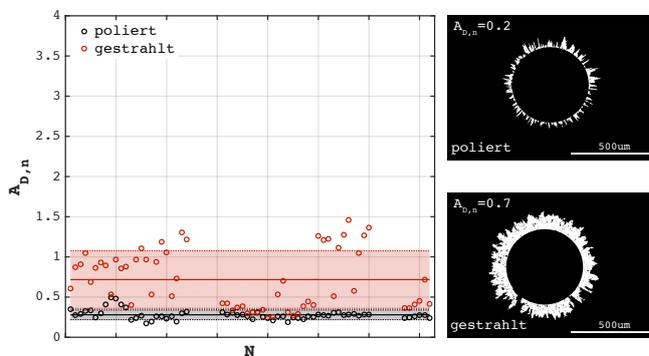
Die Evaluation der Schichthftung auf gestrahlten Oberflchen wurde fr alle Bearbeitungsvarianten M0-M4 vorgenommen. Dabei mssen zunchst zwei Flle unterschieden werden:

1. Zum einen wurden die polierten und gestrahlten Oberflchen vor der Beschichtung nicht gereinigt, um eine mangelhafte Adhäsion und Schichtversagen primär am Interface zu erzwingen. Die Rockwellindentation bewirkt auf diesen Oberflchen großflchige Delaminationen um den Eindruck herum. So wird untersucht, inwieweit das Strahlen adhäsives Versagen verringert. Der Vergleich zwischen der normierten Delaminationsflche  $A_{D,n}$  polierter und gestrahlter Oberflchen ist in Abb. 4.22 gezeigt.



**Abbildung 4.22:** Vergleich der durch Rockwellindentationen hervorgerufenen normierten Delaminationsflche  $A_{D,n}$  zwischen polierten (M0) und gestrahlten (M1-M4) Oberflchen mit bewusst erzeugter, schlechter Schichtanbindung. Zusätzlich angezeigt sind der Mittelwert und die Standardabweichung. Die Achsenbezeichnung  $N$  ist eine laufende Nummer und stellt keine Bedeutung dar.

2. Zum anderen wurde versucht, die bestmögliche Adhäsion durch eine optimale Reinigung aller Oberflchenzustände zu erzeugen, um auch hier die Veränderung durch die Strahlbehandlungen zu beleuchten. Hier findet das Schichtversagen nicht mehr rein adhäsiv statt, sondern besitzt kohäsive Anteile und eine deutlich verringerte Delaminationsflche um den Rockwelleindruck herum. Der Vergleich zwischen polierten und gestrahlten Oberflchen ist fr diesen Fall in Abb. 4.23 gezeigt.

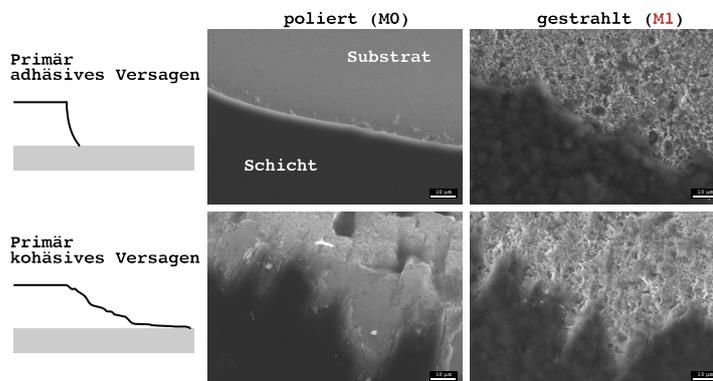


**Abbildung 4.23:** Vergleich der durch Rockwellindentationen hervorgerufenen normierten Delaminationsflche  $A_{D,n}$  zwischen polierten (M0) und gestrahlten (M1-M4) Oberflchen mit fr dieses System bester Schichtanbindung. Die mittlere Delaminationsflche auf polierten Oberflchen wurde als Qualitätsmerkmal fr den Beschichtungsprozess und als Referenz fr eine gute Haftung verwendet.

#### 4.4 Einfluss des Strahlens auf die Schichthaftung

Das Delaminationsverhalten der vor der Beschichtung polierten Oberflächen wird stark von deren Reinigungszustand bestimmt und kann zu einer großen Streuung der Delaminationsfläche führen (Abb. 4.22). Die Delaminationsfläche der gestrahlten Oberflächen ändert sich im Mittel nur wenig, unabhängig vom Reinigungszustand. Einzig die Streubreite für den optimal gereinigten Fall wird etwas größer (Abb. 4.23). Gestrahlte Oberflächen scheinen beim direkten Vergleich mit den polierten Oberflächen also deutlich weniger empfindlich auf Veränderungen am Interface zu reagieren. Für die nicht gereinigten Oberflächen ist eine merkliche Verringerung der Delaminationsfläche durch das Strahlen zu verzeichnen. Das Schichtversagen besitzt zudem immer kohäsive Anteile und auf der Delaminationsfläche sind vermehrt Schichtrückstände zu finden. Doch im Fall der optimalen Reinigung erreichen nur wenige gestrahlte Oberflächen die gemessene Delaminationsfläche der polierten Oberflächen, die im Mittel bei  $A_{D,n} = 0,25$  liegt. Dieser Wert dient hier als Referenz für gute Haftung.

Zur Erläuterung des adhäsiven Schichtversagens und Schichtversagen mit kohäsiven Anteilen sind in Abb. 4.24 rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Bruchkante am Rand der Delaminationsfläche gezeigt. Ist die Haftung der Schicht sehr schlecht, bricht diese großflächig und in Form einer scharfen Kante. Ist die Haftung der Schicht zum Substrat dagegen gut, bricht sie kleinteilig und in Form einer engen Rissstruktur. Während diese zwei Fälle bei polierten Oberflächen deutlich voneinander zu unterscheiden sind, sind die Grenzen bei den gestrahlten Oberflächen fließend. Die Bruchkante ist auf gestrahlten Oberflächen meist stark zerklüftet und die Schicht bricht immer sehr kleinteilig. Um die Hintergründe dieses Verhaltens zu verstehen, wird die normierte Delaminationsfläche  $A_{D,n}$  in den beiden folgenden Kapiteln für die schlechte (ungereinigt) und die gute Adhäsion (gereinigt) mit den durch das Strahlen induzierten Oberflächeneigenschaften verknüpft. Anschließend werden das Verformungsverhalten des Substrats unter der Indentation sowie die Schädigungsmechanismen der Schicht für polierte und gestrahlte Oberflächen verglichen.

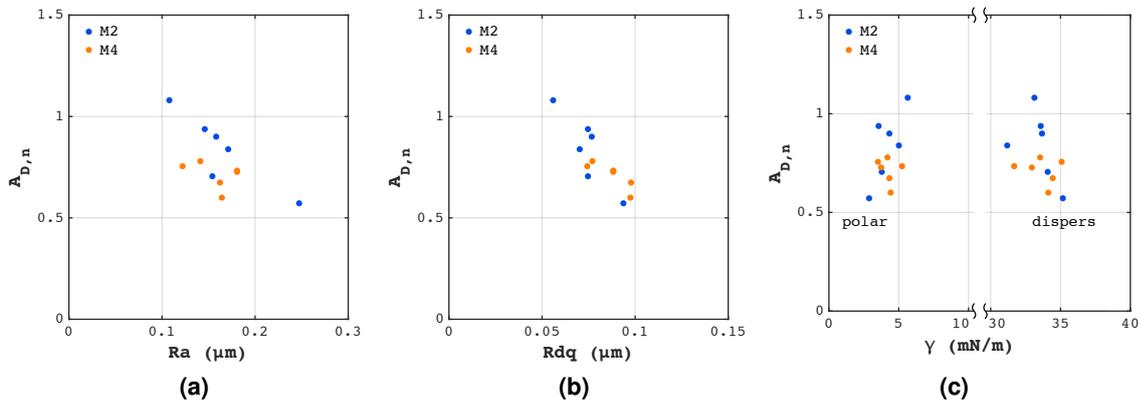


**Abbildung 4.24:** Skizze zur Erläuterung des Schädigungsbildes primär adhäsiven oder kohäsiven Versagens. Adhäsives Schichtversagen ist durch eine scharfe Bruchkante der Schicht gekennzeichnet, während Versagen mit kohäsiven Anteilen zu einer verzweigten Bruchkante und Schichtrückständen auf der Delaminationsfläche führt.

## 4 ERGEBNISSE

### 4.4.1 Gestrahlte Oberflächen bei schlechter Adhäsion

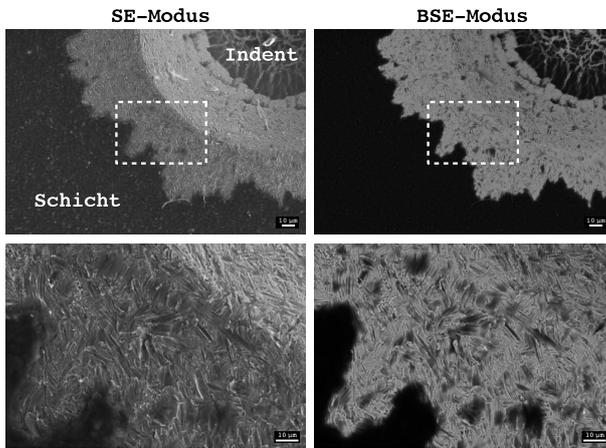
Es hat sich gezeigt, dass die Delaminationsfläche auf gestrahlten Oberflächen gegenüber polierten verringert werden kann. Aus Abb. 4.25 geht hervor, dass die Rauheit daran einen wesentlichen Anteil trägt. Steigt diese, verringert sich die Delaminationsfläche. Da die Adhäsion der Schicht hier sehr schlecht ist, diese also adhäsiv versagt, findet die Rissausbreitung hauptsächlich am Interface statt. Daher führt die topografische Veränderung am Interface zu einem veränderten Delaminationsverhalten, wie die Abhängigkeit zum Rauheitsmittenswert  $Ra$  zeigt. Eine Erhöhung der Rauheit bewirkt die Ablenkung des Delaminationsrisses, die verstärkt wird, wenn die Steigung der Rauheitsspitzen steigt. Daher sinkt die Größe der Delaminationsfläche auch mit der Zunahme der Profilsteigung  $Rdq$ .



**Abbildung 4.25:** Zusammenhang zwischen der normierten Delaminationsfläche  $A_{D,n}$  und (a) dem Rauheitsmittenswert  $Ra$  sowie (b) der mittleren quadratischen Profilsteigung  $Rdq$  und (c) der Oberflächenenergie  $\gamma$  der Bearbeitungsmethoden M2 und M4. Für den Fall der künstlich verringerten Schichthaftung nimmt die Delaminationsfläche deutlich mit Zunahme der Rauheit und dem dispersen Anteil der Oberflächenenergie ab. Mit steigendem polaren Anteil der Oberflächenenergie ist ein Anstieg der Delaminationsfläche zu beobachten.

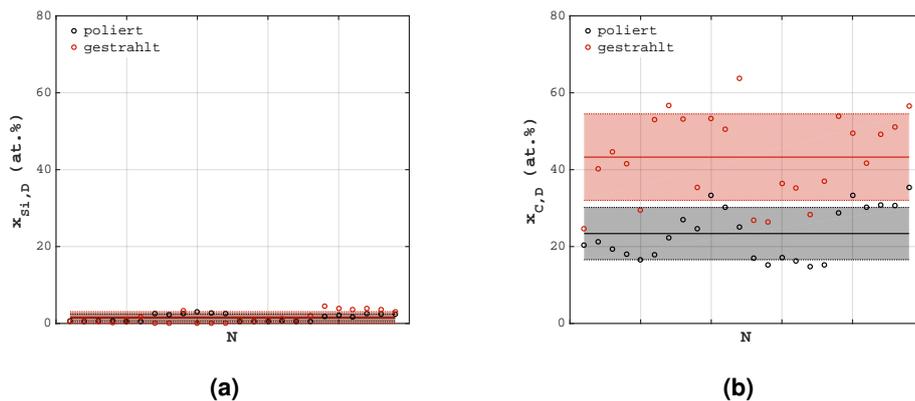
Bei rein adhäsivem Versagen sollte die Delaminationsfläche weitgehend frei von Schichtrückständen sein. Im Umkehrschluss sollten bei einem Mechanismenwechsel zu kohäsiven Anteilen vermehrt Schichtrückstände aus Kohlenstoff und Silizium zu finden sein. Um das zu überprüfen, wurde die Delaminationsfläche mikroskopisch untersucht und deren chemische Bestandteile mittels EDX quantifiziert. In Abb. 4.26 sind Aufnahmen der Delaminationsfläche gestrahlter Proben mit dem Rasterelektronenmikroskop im SE- und BSE-Modus gezeigt. Hier lässt sich die Zunahme der kohäsiven Schichtschädigung durch die verbliebenen Schichtrückstände sehen, also Rissausbreitung vom Interface weg in Richtung Schicht.

#### 4.4 Einfluss des Strahlens auf die Schichthaftung



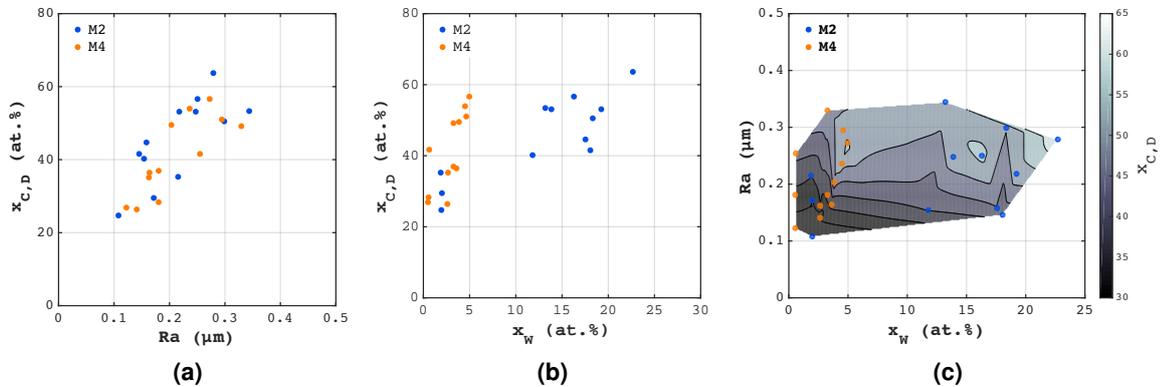
**Abbildung 4.26:** Elektronenmikroskopische Aufnahmen der Delaminationsfläche auf gestrahlten Oberflächen, die einen erheblichen Anteil an Schichtrückständen aufweist. Dies ist ein Beleg für die kohäsiven Anteile des Schichtversagens, also Rissausbreitung vom Interface weg in Richtung Schicht. Zu erkennen ist, dass die verbliebenen Schichtrückstände innerhalb der Oberflächenstruktur an Rauheitstälern verankert sind.

Die Ergebnisse der quantitativen Analyse der Delaminationsfläche sind in Abb. 4.27 zu sehen. Der Gehalt an Silizium ist sowohl auf den polierten, als auch auf den gestrahlten Oberflächen verhältnismäßig gering. Dagegen ist der Gehalt an Kohlenstoff deutlich erhöht, insbesondere auf den gestrahlten Proben. Für reines TMS ( $\text{Si}(\text{CH}_3)_4$ ) wäre ein Verhältnis von etwa  $x_{\text{Si}}/x_{\text{C}}=1/4$  zu erwarten. Da die Haftschrift aber aus Fragmenten des TMS im Plasma abgeschieden wird, ist das tatsächliche Verhältnis der Elemente unklar. Abb. 4.28 zeigt den Zusammenhang zwischen dem Kohlenstoffgehalt und der Rauheit sowie dem Gehalt an Strahlmittelrückständen. Der Gehalt an Schichtrückständen aus Kohlenstoff steigt sowohl mit der Rauheit als auch mit dem Gehalt an Wolfram, das allgemein eine gute Adhäsion zu DLC aufweist.



**Abbildung 4.27:** Vergleich des Gehalts an Schichtrückständen in Form von Kohlenstoff und Silizium auf der Delaminationsfläche für polierte und gestrahlte Oberflächen (M1-M4). Die Menge an Silizium ist unabhängig vom Oberflächenzustand und verhältnismäßig gering. Die Menge an Kohlenstoff zeigt sehr große Unterschiede in Abhängigkeit der Oberflächenbearbeitung.

## 4 ERGEBNISSE



**Abbildung 4.28:** Gehalt an Schichtrückständen in Form von Kohlenstoff auf der Delaminationsfläche  $x_{C,D}$  (a) als Funktion des Rauheitsmittlerwerts  $Ra$  und (b) dem Gehalt an Strahlmittlerückständen  $x_W$ . Aus (c) lässt sich der dominante Einfluss der Rauheit ablesen, der Wolframgehalt trägt aber zu einem gewissen Grad zur Verankerung von Schichtrückständen bei.

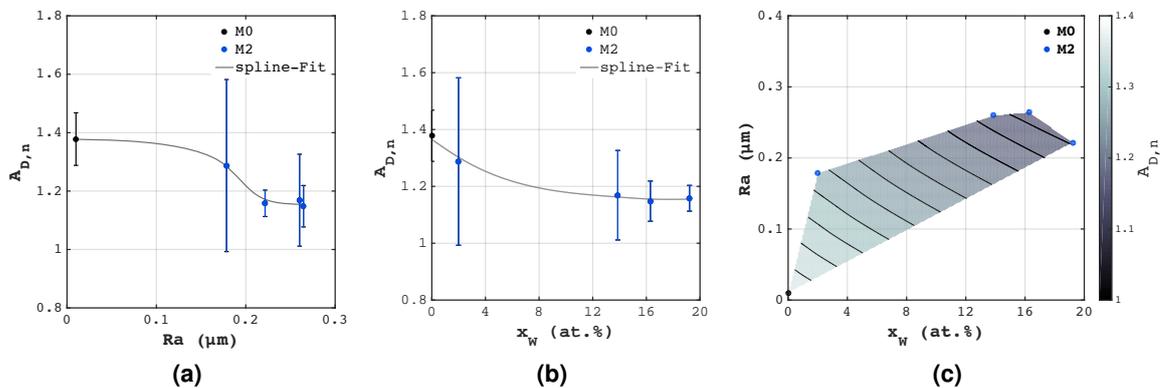
Allerdings zeigt Abb. 4.28 (b), dass die Verringerung des Wolframgehalts mittels Ätzen innerhalb der Methode M4 zu keiner erkennbaren Verringerung der Kohlenstoffrückstände führt, sondern lediglich zu einer Verschiebung der Werte nach links. Danach ließe sich vermuten, dass das implantierte Wolfram einen geringen Einfluss auf die Schichtanbindung und das damit einhergehende gesteigerte kohäsive Schichtversagen hat. Die geätzten Oberflächen besitzen aber immer noch eine sehr raue Oberfläche, durch die die Verringerung des Wolframgehalts kompensiert wird. Dazu wird in Abb. 4.28 (c) die Menge an Strahlmittlerückständen als Funktion der Rauheit und des Wolframgehalts gezeigt. Es ergibt sich, dass die Rauheit zwar hier den größeren Einfluss auf die zurückbleibenden Schichtrückstände hat, der Wolframgehalt aber in gewissem Maß zur Schichtanbindung beiträgt.

Es bleibt festzuhalten, dass die Schichthaftung im Sinne der Delaminationsfläche für den Fall der schwachen Adhäsion durch das Strahlen merklich verbessert werden kann. Das künstlich erzwungene adhäsive Versagen bewirkt eine Rissausbreitung am Interface, sodass eine Veränderung dort in Form einer Rauheitssteigerung und Implantation von Strahlmittlerückständen messbare Effekte zeigt. Dass gerade die nachträglich nassgestrahlten Oberflächen dieser beiden Methoden hier Verbesserungen zeigen und die Bearbeitungsmethoden M1 und M3 außer Acht gelassen wurden, wird in Kap. 4.4.3 erläutert. Die höhere Tendenz der gestrahlten Proben zu kohäsiver Schichtschädigung, die unter anderem an der durch die Rauheit veränderten Schichtstruktur liegt, wird in Kap. 4.5 hinsichtlich Rissinitiierung und Risspfaden genauer betrachtet.

#### 4.4.2 Schichthaftung ohne Haftschrift

Wie gut die Verbesserung der Haftung durch das Strahlen bei schlechter Adhäsion funktioniert wird deutlich, wenn man die Schichtdeposition ohne die siliziumhaltige Haftschrift durchführt. Die Delaminationsfläche dieser Schicht ist in Abb. 4.29 als Funktion der Rauheit  $Ra$  und des Wolframgehalts  $x_W$  zu sehen. Die Delaminationsfläche sinkt mit beiden Größen im Vergleich zur polierten Oberfläche. Insbesondere der Einfluss des Wolframgehalts steigt mit dessen Zunahme, was anhand der kleiner werdenden Fehlerbalken zu erkennen ist. Das liegt an dem hohen Bedeckungsgrad von Wolfram bei hohen Wolframgehalten, wie in der Übersicht in Abb. A.8 zu erkennen ist<sup>3</sup>. Je höher der Bedeckungsgrad, desto homogener ist die Verteilung der Strahlmittelrückstände und desto geringer der gemessene Fehler.

Es muss angemerkt werden, dass der höchste Wolframgehalt mit einem Strahlwinkel von  $90^\circ$  erreicht wurde, der auch zu einer guten Verankerung der Strahlmittelrückstände aufgrund der hohen Implantationstiefe führt. Man kann die plastisch stark verformte oberflächennahe Zone, in der die Strahlmittelkörner fest verankert sind, also als Ersatz für die Haftschrift verstehen. Auch hier ändert sich durch das Strahlen das Schädigungsbild durch die Zunahme kohäsiver Versagensanteile, wie in Abb. 4.24 beschrieben. Die mikrostrukturelle Schädigung einer solchen homogenen Schicht ist aber nur bedingt mit der einer Multilagenschicht aus Haft-, Gradienten- und Funktionsschicht zu vergleichen.



**Abbildung 4.29:** (a) Zusammenhang zwischen der normierten Delaminationsfläche  $A_{D,n}$  eines Schichtsystems ohne siliziumhaltige Haftschrift und dem sich auf der Oberfläche befindlichen Wolframgehalt auf polierten und gestrahlten Substraten. (b) Abhängigkeit der Delaminationsfläche von der Substratrauheit  $Ra$  und dem Gehalt an Strahlmittelrückständen  $x_W$ . (c) Abhängigkeit der Delaminationsfläche von der Rauheit und dem Wolframgehalt, die ebenfalls zueinander in Beziehung gebracht wurden.

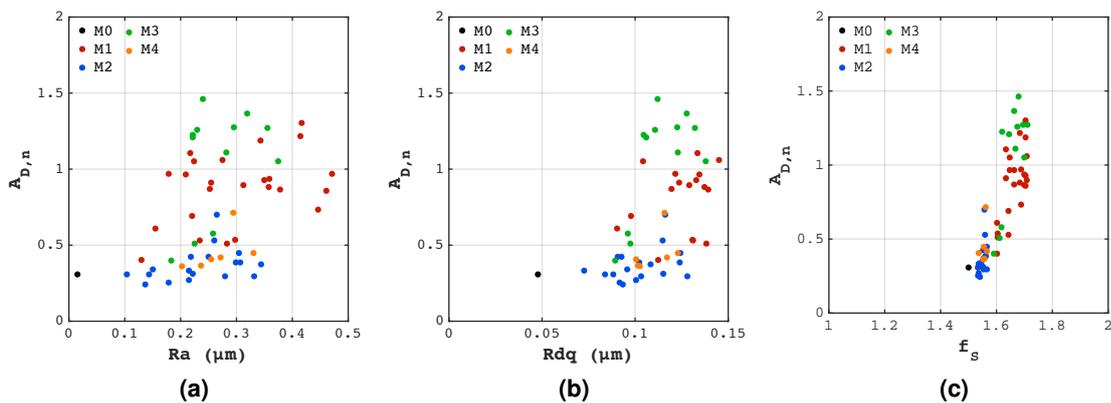
<sup>3</sup>Dabei handelt es sich um Aufnahmen der Methode M1. Da in diesem Kapitel Methode M2 verwendet wurde, ist der Gehalt an Strahlmittelrückständen entsprechend Abb. 4.10 reduziert.

## 4 ERGEBNISSE

### 4.4.3 Gestrahlte Oberflächen bei guter Adhäsion

Für den Fall der hier bestmöglichen Adhäsion der Schicht fiel die Delaminationsfläche auf den polierten Oberflächen nach Abb. 4.23 verhältnismäßig gering aus. Im Gegensatz dazu fiel die Delaminationsfläche gestrahlter Oberflächen deutlich größer aus und weist, abhängig von den Strahlparametern, eine sehr hohe Streubreite auf. So konnten Oberflächen derart bearbeitet werden, dass die Haftung im Sinne der Delaminationsfläche der auf polierten Oberflächen gleicht, aber zum Teil auch ungenügend ist. Im Folgenden werden daher die Oberflächeneigenschaften gezeigt, die das Delaminationsverhalten maßgeblich beeinflussen.

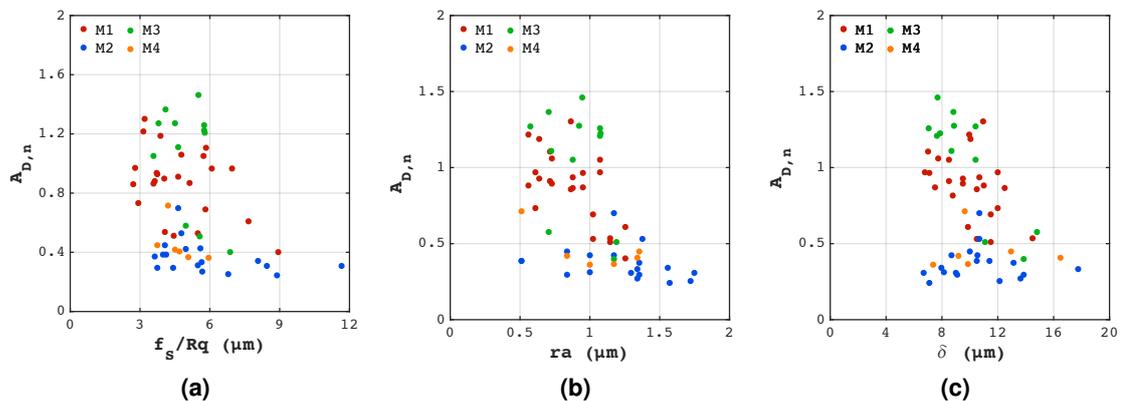
An dieser Stelle ist zunächst die Oberflächentopografie zu nennen. Dazu sind analog zu Abb. 4.25 in Abb. 4.30 die Rauheitsparameter  $Ra$  und  $Rdq$  gezeigt. Danach ergibt sich bei Betrachtung aller Bearbeitungsmethoden kein zufriedenstellender Zusammenhang zwischen der Rauheit und der Delaminationsfläche im Sinne einer Haftungsverbesserung. Im Gegensatz zu Abb. 4.25 ist nämlich tendenziell eine Zunahme der Delaminationsfläche mit den Rauheitsparametern  $Ra$  und  $Rdq$  zu erkennen. Diese vereinfachenden Parameter, die die vertikale, beziehungsweise laterale Ausdehnung des Profils beschreiben, liefern für keine Bearbeitungsmethode eine sinnvolle Aussage. Daher ist in Abb. 4.30 (c) zusätzlich der Oberflächenvergrößerungsfaktor  $f_s$  gezeigt, mit dem die Delaminationsfläche aber ebenfalls ansteigt, was auch hier mit einer Haftungsverschlechterung zu interpretieren wäre.



**Abbildung 4.30:** Zusammenhang zwischen der normierten Delaminationsfläche  $A_{D,n}$  und (a) dem Rauheitsmittenswert  $Ra$  sowie (b) der mittleren quadratischen Profilsteigung  $Rdq$  und (c) dem Oberflächenvergrößerungsfaktor  $f_s$  der Bearbeitungsmethoden M0-M4. Der Wert  $Ra$  zeigt keinen eindeutigen Zusammenhang mit der Delaminationsfläche, aber eine steigende Tendenz. Außerdem lassen sich die nicht nassgestrahlten (M1,M3) von den nassgestrahlten (M2,M4) unterscheiden. Ähnlich verhält es sich für  $Rdq$ . Für eine vergrößerte wahre Oberfläche  $f_s$  ergibt sich eine Zunahme der Delaminationsfläche.

#### 4.4 Einfluss des Strahlens auf die Schichthaftung

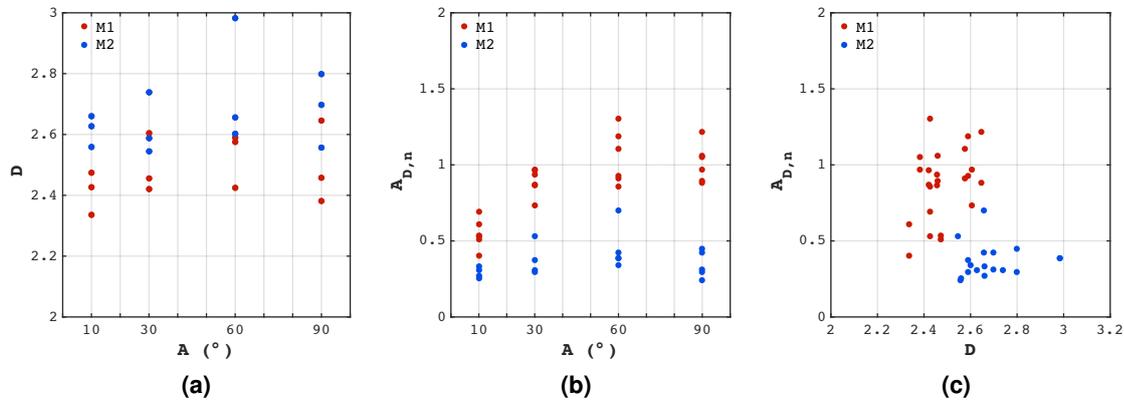
Zwar gibt  $f_S$  die Vergrößerung der wahren Oberfläche gegenüber der geometrischen an, berücksichtigt aber nicht die Amplitude des Rauheitsprofils. So können gleich große Oberflächen sehr unterschiedliche vertikale Ausdehnungen haben. Es ist daher zweckmäßig, die wahre Oberfläche auf den Amplitudenwert  $Rq$  zu beziehen.  $Rq$  ist wie  $Ra$  ein Mittelwert des Rauheitsprofils, reagiert aber als quadratisches Mittel etwas empfindlicher auf Rauheitsspitzen und wurde deshalb verwendet. Wie in Abb. 4.31 (a) zu sehen ist, sinkt die Delaminationsfläche tendenziell mit dem Verhältnis  $f_S/Rq$ , und das in fast identischer Weise wie mit dem mittleren Radius der Asperitenkrümmung  $ra$  in Abb. 4.31 (b), die die vertikale und horizontale Ausdehnung der Topografie beschreibt (vgl. A.1). Zusätzlich zeigt Abb. 4.31 (c) eine Abnahme der Delaminationsfläche mit zunehmender Korrelationslänge  $\delta$ , die ein direktes Maß für die Selbstähnlichkeit der Oberfläche, also deren fraktalen Natur ist.



**Abbildung 4.31:** Abhängigkeit der normierten Delaminationsfläche  $A_{D,n}$  von (a) dem Oberflächenvergrößerungsfaktor  $f_S$ , der mit dem Amplitudenparameter  $Rq$  normiert wurde, (b) dem mittleren Radius der Spitzenkrümmung  $ra$ , der aus Powerspektren errechnet wurde und (c) der Korrelationslänge  $\delta$ .

Zusätzlich wurde die fraktale Dimension  $D$  für die Oberflächen der Bearbeitungsmethoden M1 und M2 über Powerspektren bestimmt (siehe Anhang A.1) und anschließend mit den Strahlparametern und der Haftung verknüpft, wie in Abb. 4.32 gezeigt ist. In Abb. 4.32 (a) ist zunächst die fraktale Dimension als Funktion des Strahlwinkels dargestellt, die bei hohen Winkeln und damit bei höherer Strahlintensität größere Werte annimmt und für Methode M2 durchweg höher ausfällt, als für Methode M1. Die Abhängigkeit der Delaminationsfläche vom Strahlwinkel in Abb. 4.32 (b) zeigt neben dem Unterschied zwischen M1 und M2 ebenfalls deutlich die Vorteile des Nassstrahlens. Allerdings weist die Delaminationsfläche bei einem Winkel von  $60^\circ$  die höchsten Werte auf, obwohl dort die fraktale Dimension ebenfalls am höchsten ist. Dennoch lässt Abb. 4.32 (c) den Schluss zu, dass eine Zunahme der fraktalen Dimension von M1 zu M2 zu einer Verringerung der Delaminationsfläche führt.

## 4 ERGEBNISSE



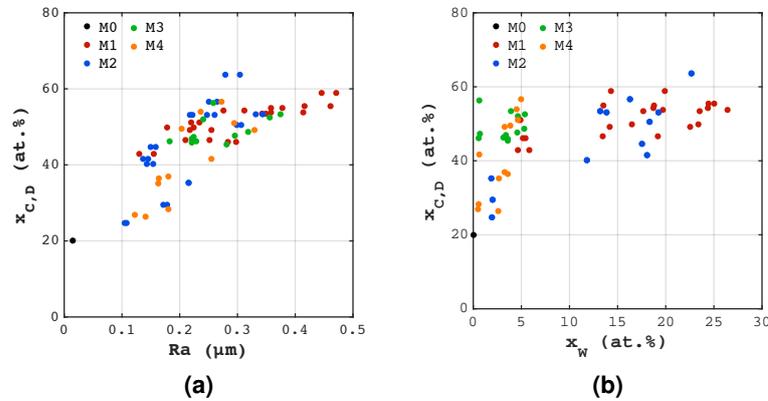
**Abbildung 4.32:** (a) Die fraktale Dimension  $D$  der Bearbeitungsmethoden M1 und M2 als Funktion des Strahlwinkels  $A$ . (b) Die normierte Delaminationsfläche  $A_{D,n}$  der Bearbeitungsmethoden M1 und M2 als Funktion des Strahlwinkels  $A$ . (c) Die normierte Delaminationsfläche  $A_{D,n}$  der Methoden M1 und M2 als Funktion der fraktalen Dimension  $D$  der gestrahlten Substratoberflächen.

Man kann festhalten, dass die Vergrößerung der Oberfläche eine Verkleinerung der Delaminationsfläche bewirkt, sofern die Amplitude der Rauheit hinreichend klein ist und die Oberfläche eine gewisse Selbstähnlichkeit besitzt.

Dass die einfachen Rauheitsparameter  $Ra$  und  $Rdq$  des Substrats die Haftungsverbesserung durch eine erhöhte mechanische Verankerung in diesem Fall nicht wiedergeben, kann folgenden Grund haben. Wenn das Strahlen das kohäsive Versagen begünstigt, findet Schichtversagen nicht ausschließlich am Interface, sondern auch darüber statt. Somit ist das, was hier als Enthftung über die Delaminationsfläche gemessen wird, nicht ausschließlich von der Interfacebeschaffenheit bestimmt, sondern das Ergebnis einer komplexen Schichtschädigung. Die in Abb. 4.31 gezeigten Parameter scheinen diese besser zu berücksichtigen. Betrachtet man das Schädigungsbild in Abb. 4.45, wird die Relevanz des Parameters  $ra$  besonders deutlich. Die Schichtschädigung wird an dieser Stelle nur erwähnt, da sie ausführlich in Kap. 4.5 beschrieben wird.

Einen Beleg für die Steigerung des kohäsiven Schichtversagens liefert die chemische Analyse der Delaminationsfläche. Diese zeigte hier nämlich einen erheblichen Teil an Schichtrückständen in Form von Kohlenstoff, dessen Menge sowohl vom Wolframgehalt, als auch von der Rauheit abhängt, wie Abb. 4.33 zeigt. Für diese Verläufe gilt dabei dasselbe, was bereits zu Abb. 4.28 bemerkt wurde. Der Einfluss der Rauheit überlagert den der Strahlmittelrückstände, sodass beide Effekte nicht vollständig getrennt voneinander bewertet werden können.

#### 4.4 Einfluss des Strahlens auf die Schichthftung

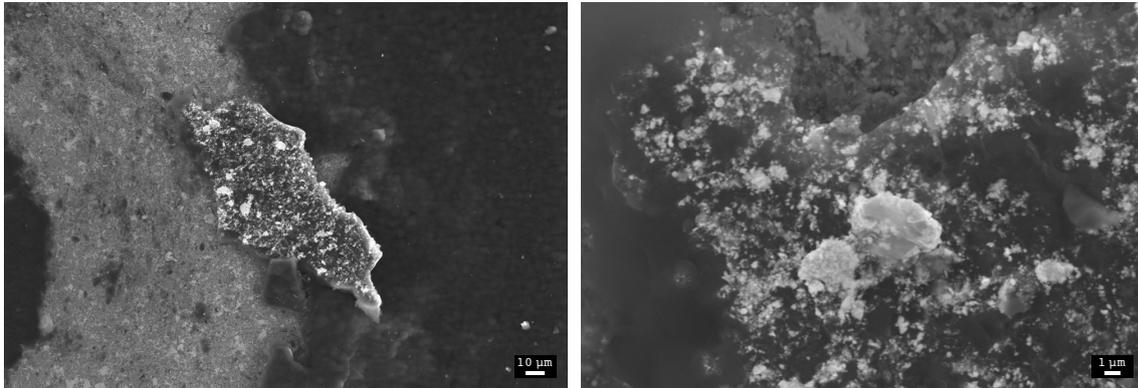


**Abbildung 4.33:** Gehalt an Kohlenstoff auf der Delaminationsfläche  $x_{C,D}$  in Abhängigkeit (a) des Rauheitsmittens  $Ra$  und (b) der Menge an Strahlmittelrückständen  $x_W$ . Der Anstieg von  $x_W$  wird mit der zunehmenden Tendenz zu kohäsivem Schichtversagen in Verbindung gebracht. Während der Kohlenstoffanteil mit der Rauheit für alle Behandlungsmethoden gleichermaßen zu steigen scheint, sind die Steigungen der Verläufe gegen den Wolframgehalt  $x_W$  davon abhängig, ob die Oberflächen geätzt wurden oder nicht. Die Methoden M1 und M2 sind deutlich von den Methoden M3 und M4 zu trennen.

Jedoch lassen sich die rein kugelgestrahlten Oberflächen aus M1 und M3 deutlich von den nachträglich nassgestrahlten aus M2 und M4 trennen, da letztere durchweg eine kleinere Delaminationsfläche aufweisen. Die Gründe für diese Unterschiede sind Überlagerungen der strahlbedingten Oberflächencharakteristika (Rauheit und Strahlmittelrückstände lassen sich nicht getrennt voneinander einstellen), beziehungsweise die jeder einzelnen Bearbeitungsmethode (Ätzen, Nassstrahlen). Eine zentrale Rolle spielen dabei die Strahlmittelrückstände aus Wolframkarbid, das zwar *per se* eine gute Haftung zu DLC-Schichten aufweist, aber für eine Haftungsverbesserung fest in der Substratoberfläche verankert sein muss. Dass die Strahlmittelrückstände schlecht an die Oberfläche gebunden sein können, wurde bereits in Kap. 4.2.3 erwähnt.

Einen Beleg dafür liefern schließlich die REM-Aufnahmen aus Abb. 4.34. Hier ist die Schicht im Zuge der Rockwellindentation durch lose Strahlmittelrückstände großflächig delaminiert. Das umgedrehte Schichtfragment bietet einen Blick auf die Unterseite der Schicht, die übersät ist von Strahlmittelstaub. Dieser ist zum Teil vollständig umwachsen und dessen Bindung zur Schicht ist dadurch offensichtlich besser, als zum Substrat. Diese ungenügend am Substrat verankerten Strahlmittelrückstände, die potentielle Schwachstellen des Schichtsystems darstellen, lassen sich durch das nachgelagerte Nassstrahlen effektiv mechanisch entfernen. Dennoch bleibt danach eine nicht unerhebliche Menge an Strahlmittelrückständen zurück, was in Abb. 4.10 aus Kap. 4.2.3 zu sehen ist.

## 4 ERGEBNISSE



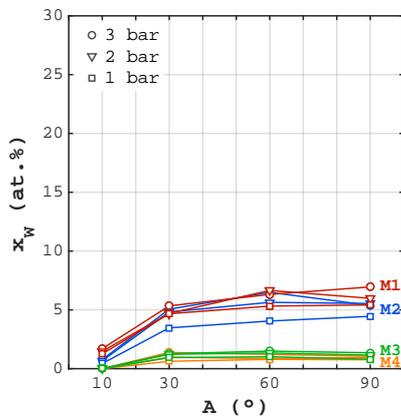
**Abbildung 4.34:** Unterseite eines delaminierten Schichtfragments, das übersät ist von umwachsenen und in der Schicht fest verankerten Strahlmittelrückständen aus Wolframkarbid, die im Zuge der Schichtdelamination vom Substrat entfernt wurden.

In Abb. 4.35 ist analog dazu der Gehalt an Wolframkarbidrückständen gezeigt, der für alle Bearbeitungsmethoden M1-M4 auf der Delaminationsfläche gemessen wurde. Es ist deutlich zu erkennen, dass der Verlauf der Kurven aus Abb. 4.10 und damit die Abhängigkeit von den Strahlparametern erhalten geblieben ist, einzig der Unterschied zwischen den rein kugelgestrahlten und nachträglich nassgestrahlten Oberflächen ist weitgehend verschwunden. Das lässt den Schluss zu, dass der Unterschied zwischen M1 und M2 in Abb. 4.10 einzig die lose gebundenen Strahlmittelrückstände sind, die nach der Indentation in der delaminierten Schicht stecken und dementsprechend vom Substrat entfernt wurden.

Das reine Ätzen der Strahlmittelrückstände nach Murakami liefert hinsichtlich des Entfernens der Strahlmittelrückstände nicht den gleichen Effekt wie das Nassstrahlen. Das liegt vor allem daran, dass die weggeätzten Strahlmittelkörner zum Teil Hohlräume im Substrat zurücklassen, wodurch dessen Stützkraft erheblich verringert und die Delaminationsfläche erhöht wird. Dazu ist in Abb. 4.36 der Querschliff einer gestrahlten, geätzten und beschichteten Oberfläche der Bearbeitungsmethode M3 zu sehen. Die Schwächung des Interface nach dem Ätzen sorgt trotz des Entfernens der schwach gebundenen Strahlmittelkörner für einen sehr starken Anstieg der Delaminationsfläche.

Das Nassstrahlen unmittelbar nach dem Ätzen innerhalb der Methode M4 wirkt dem Effekt der Interfaceschwächung wieder entgegen, sodass die Delaminationsfläche hier gegenüber der Methode M3 verringert ist. Vor diesem Hintergrund wird die Abhängigkeit der Delaminationsfläche vom Gehalt an Strahlmittelrückständen in Abb. 4.37 (a) verständlich. Je mehr Rückstände auf den Oberflächen aus M1 zu finden ist, desto höher ist die Wahrscheinlichkeit für lose angebundene Körner auf der Oberfläche und die Delaminationsfläche steigt.

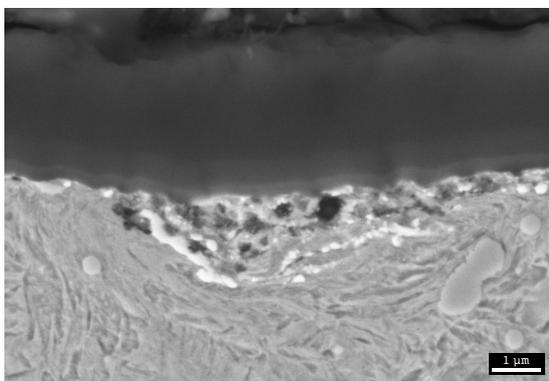
#### 4.4 Einfluss des Strahlens auf die Schichthaftung



**Abbildung 4.35:** Gehalt an Strahlmittelrückständen aus Wolframkarbid  $x_W$  in Abhängigkeit der Strahlparameter Strahldruck  $p$  und Strahlwinkel  $A$  auf der Delaminationsfläche nach den Indentationsversuchen. Der Unterschied des Wolframgehalts zwischen M1 und M2 vor der Beschichtung (Abb. 4.10 in Kap. 4.2.3) ist auf der Delaminationsfläche nicht mehr zu finden, sodass davon ausgegangen werden kann, dass dieser durch lose gebundene Strahlmittelrückstände hervorgerufen wurde, die bei der Schichtdelamination vom Substrat entfernt werden.

Das nachträgliche Nassstrahlen innerhalb der Methoden M2 und M4 sorgt für eine Verringerung beider Effekte (lose Strahlmittelrückstände und Interfaceschwächung) und zeigt folglich nur eine geringe Abhängigkeit der Delaminationsfläche vom Wolframgehalt. Da bei Methode M1 nicht alle Strahlmittelrückstände lose sind, sondern auch ein großer Teil fest implantiert ist, was anhand von Schlibbildern gezeigt werden konnte, liegt immer eine Kombination der gezeigten Mechanismen vor, die zu der großen Streuung der Ergebnisse führt.

Abb. 4.37 liefert zusammenfassend die Delaminationsfläche als Maß für die Schichthaftung in Abhängigkeit der wichtigsten und hier untersuchten strahlbedingten Oberflächeneigenschaften. Die Methoden M1-M4 sind für alle diese Eigenschaften meist deutlich voneinander zu unterscheiden, was darauf hindeutet, dass methodenspezifische Oberflächeneigenschaften immer eine Rolle spielen. Die Bearbeitungsmethoden M1-M4 müssen für die Korrelationen mit der Haftung daher getrennt voneinander bewertet werden. Aus den Diagrammen geht außerdem hervor, dass die strahlbedingten Oberflächeneigenschaften in einer wechselseitigen Abhängigkeit zueinander stehen, was deren Zuordnung zu dem Haftungsergebnis erschwert.

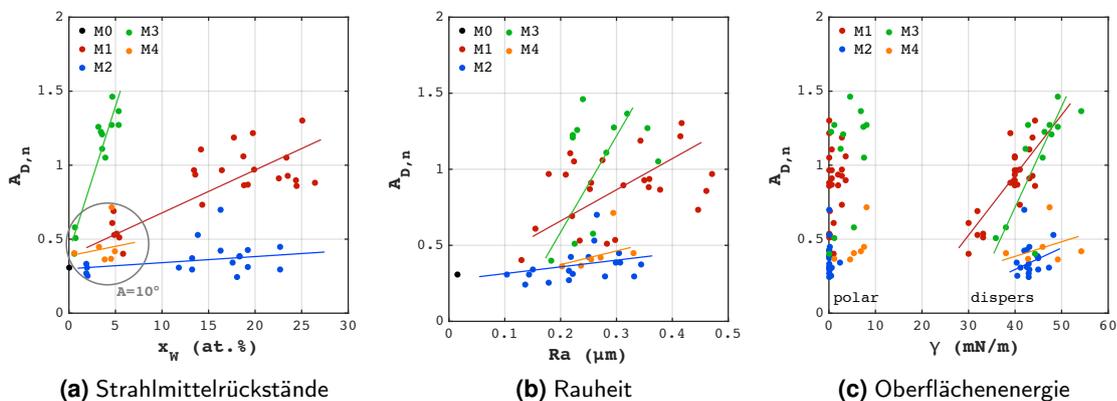


**Abbildung 4.36:** Querschliff des Schichtsystems auf einer gestrahlten, geätzten und beschichteten Oberfläche der Methode M3. Die weggeätzten Strahlmittelrückstände hinterlassen unter anderem Hohlräume im Substrat, die dessen Stützkraft verringern und Schichtschädigung unter Last begünstigen. Die Folge ist eine durch das Ätzen vergrößerte Delaminationsfläche. Folglich lässt sich die durch das Strahlen erzeugte Topografie nicht gesondert betrachten, da sich die Strahlmittelrückstände nicht ohne Nebeneffekte von der Substratoberfläche entfernen lassen.

## 4 ERGEBNISSE

So geht eine Erhöhung der Strahlmittelrückstände über höhere Strahlintensitäten immer mit einer Rauheitserhöhung einher. Gleichzeitig erhöht sich die Oberflächenenergie, insbesondere deren disperser Anteil, die beide Eigenschaften in gewisser Weise abbildet. Der ohnehin gering ausfallende polare Anteil der Oberflächenenergie zeigt keinen eindeutigen Verlauf. Die höchsten polaren Anteile weisen hier die Methoden M3 und M4 auf, die den Ätzprozess beinhalten, der zu einer gewissen Oxidation der Oberfläche führen kann.

Auffällig ist, dass die Methode M2 mit der insgesamt geringsten Delaminationsfläche durchweg einen minimalen polaren Anteil der Oberflächenenergie aufweist, während sich die Methoden M1, M3 und M4 zwischen 0 und 10 mN/m bewegen. Die Besonderheit des Nassstrahlens der Methode M2 besteht neben dem Entfernen loser Strahlmittelrückstände des Kugelstrahlens und einer gewissen reinigenden Wirkung darin, dass die Veränderung der Topografie nicht allein durch ein Einglätten, sondern durch die Bildung sehr feiner Strukturen geschieht (vgl. Kap. 4.2.2). Deren Ursprung sind die geringe Korngröße und die scharfkantige Form des Strahlmittels ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Wie in Abb. 4.32 gezeigt wurde, steigern diese feinen Strukturen die Selbstähnlichkeit der Oberfläche, was aus der Steigerung der fraktalen Dimension hervorgeht. Diese feinen Oberflächenstrukturen können zu einer Erhöhung der Risszähigkeit am Interface und folglich zu einer Haftungssteigerung führen.



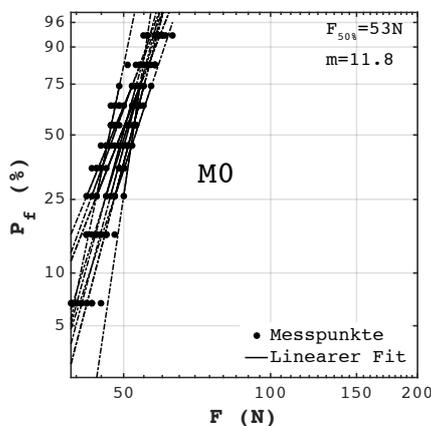
**Abbildung 4.37:** Abhängigkeit der normierten Delaminationsfläche  $A_{D,n}$  von (a) dem Gehalt an Strahlmittelrückständen aus Wolfram  $x_W$ , (b) dem Rauheitsmittlerwert  $Ra$ , sowie (c) der Oberflächenenergie  $\gamma$ . Damit ist die Delaminationsfläche als Funktion aller wichtigen strahlbedingten Oberflächeneigenschaften gezeigt. Die eingezeichneten Trendlinien stellen eine Interpretation der Verläufe der Punkte dar. Die Trennung zwischen den einzelnen Bearbeitungsmethoden ist deshalb wichtig, weil jede der Methoden M1-M4 methodenspezifische Oberflächenzustände aufweist.

## 4.5 Schädigungsmechanismen und Verformungsverhalten

### 4.5.1 Akustische Rissdetektion - statisch

Um abschätzen zu können, inwieweit der Rockwelltest eine echte Aussage bezüglich der Schichthaftung zulässt, muss neben der Delaminationsfläche als Endergebnis der Indentation ebenso die Evolution der Schichtschädigung während der Indentation experimentell beleuchtet werden. Vor allem, da in Abb. 4.33 bereits gezeigt wurde, dass auf der Delaminationsfläche eine nicht unerhebliche Menge an Schichtrückständen zurückbleibt. Den Beginn der Rissevolution unter der Last eines sphärischen Indenters stellt die Bildung eines ersten Hertzchen Ringrisses in der Schicht dar, zu dessen Erzeugung bestimmte Lasten notwendig sind. Diese können über die akustische Rissdetektion ermittelt und mit Hilfe der Weibullstatistik ausgewertet werden, deren Grundlagen in Kap. 3.4.6 erläutert wurden.

In Abb. 4.38 sind die Ergebnisse dieser Auswertung für die polierten und beschichteten Oberflächen (Methode M0) zu sehen. Es handelt sich dabei um die polierte Seite der mit der Methode 1 halbseitig gestrahlten Proben. Da diese Methode insgesamt 12 Parameterkombinationen enthält, sind entsprechend auch hier 12 Kurven zu je 10 Indentationen dargestellt. Die 12 getesteten Oberflächen haben nahezu identische Oberflächeneigenschaften hinsichtlich der Topografie, sodass die zu sehenden Abweichungen der Kurven die Streuung der Messmethode darstellen. Man kann dem Diagramm entnehmen, dass die polierten Oberflächen eine mittlere 50%-Festigkeit von etwa 53 N besitzen, bei der ein erster Ringriss auftritt (Abb. 4.40 (b)). Der Weibullmodul  $m$ , der als ein Maß für die Streubreite der Messwerte innerhalb einer Kurve zu verstehen ist, liegt im Mittel bei etwa 12 (Abb. 4.40 (a)).

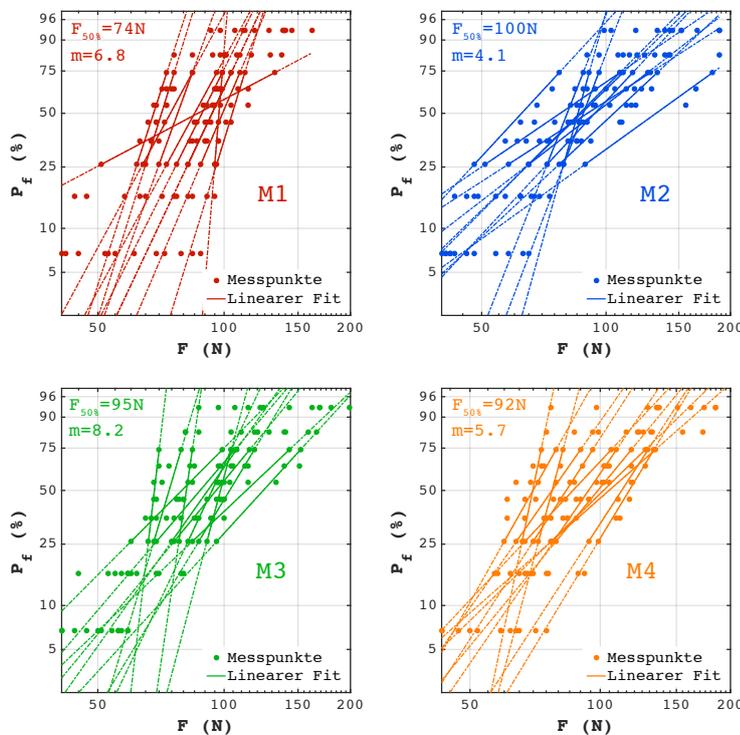


**Abbildung 4.38:** Weibullverteilung der Indentationslasten zur Erzeugung eines einzelnen Ringrisses auf polierten Oberflächen der Bearbeitungsmethoden M0. Es handelt sich dabei um die polierten Seiten der halbseitig gestrahlten Proben. Entsprechend der 12 Parameterkombinationen des Kugelstrahlens zeigt das Diagramm 12 Kurven zu je 10 Messpunkten. Der Oberflächenzustand der polierten Proben ist als gleichwertig anzusehen, insbesondere hinsichtlich der Topografie. Auf der Abszisse sind die Indentationslasten  $F$  aufgetragen, auf der Ordinate die Versagenswahrscheinlichkeit  $P_f$ . Die Kurven liefern damit eine mittlere 50%-Festigkeit  $F_{50\%}$  von etwa 53 N und einen mittleren Weibullmodul  $m$  von etwa 12, der der Steigung der Kurven entspricht.

## 4 ERGEBNISSE

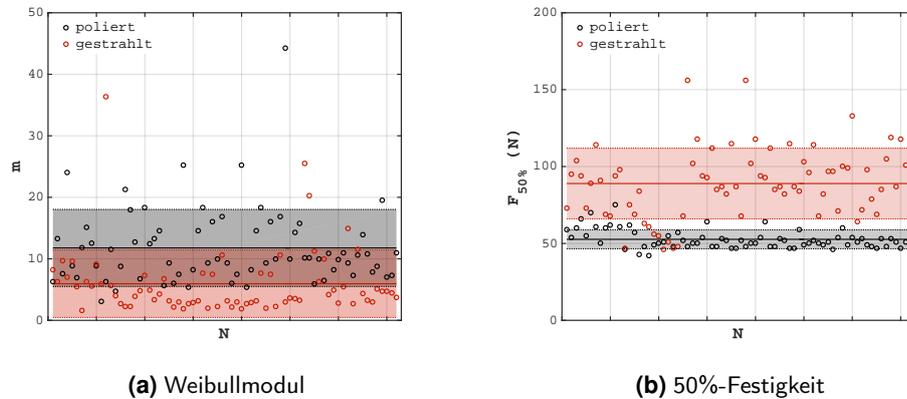
Abb. 4.41 (a) zeigt anhand des Rissbildes eines Rockwelleindrucks exemplarisch, dass es mit der Methode der akustischen Rissdetektion möglich ist, auf polierten Oberflächen tatsächlich nur einen scharfen Riss zu erzeugen. Dieser kann dann direkt mit der für dessen Erzeugung notwendigen Lasten korreliert werden, die nach entsprechender statistischer Auswertung die Kennwerte nach Weibull liefern.

Die Ergebnisse der gestrahlten Oberflächen sind von denen der polierten sehr verschieden. Zunächst ist in Abb. 4.39 eine Übersicht aller Weibullverteilungen der Strahlmethoden M1-M4 zu sehen. Jede der 12 Kurven der Methode M1 entspricht hier einer anderen Strahlbehandlung, entsprechend der Parametervariationen aus Tab. 3.1. Die Kurven der Methoden M2, M3 und M4 ergeben sich durch die in Tab. 3.2 gelisteten Nachbehandlungsmethoden. Im Vergleich zu den Kurven der polierten Oberflächen sind die der gestrahlten Oberflächen alle nach rechts verschoben und besitzen folglich eine generell höhere 50%-Festigkeit. Das ist gleichbedeutend mit einer höheren Indentationslast bis zum Auftreten eines ersten Risses in der Schicht, der zum Auslösen des akustischen Sensors führt. Gleichzeitig zeigt die Auswertung der gestrahlten Oberflächen eine deutlich höhere Streubreite, was sich in einem niedrigeren Weibullmodul äußert. Diese Beobachtungen sind in Abb. 4.40 nochmal als direkter Vergleich zwischen polierten und gestrahlten Oberflächen zusammengefasst.



**Abbildung 4.39:** Vergleich der Weibullverteilung der Risserzeugung für die unterschiedlichen Oberflächenbearbeitungsmethoden M1-M4. Die Kraft  $F$  ist die Indentationslast, die zu einem Ringriss führt, der den Sensor der akustischen Rissdetektion auslöst.  $P_f$  ist die Versagenswahrscheinlichkeit. Jede Kurve steht für eine andere Strahlbehandlung (Strahlparameter) und daher für einen anderen Oberflächenzustand. Dementsprechend unterscheiden sich die Weibullkenngrößen zwischen den Methoden M1-M4. Besonders der Weibullmodul, der für unterschiedliche Versagenmechanismen (Strahlmittelrückstände, geschwächtes Interface durch Ätzen) und Festigkeitsstreuungen steht.

## 4.5 Schädigungsmechanismen und Verformungsverhalten

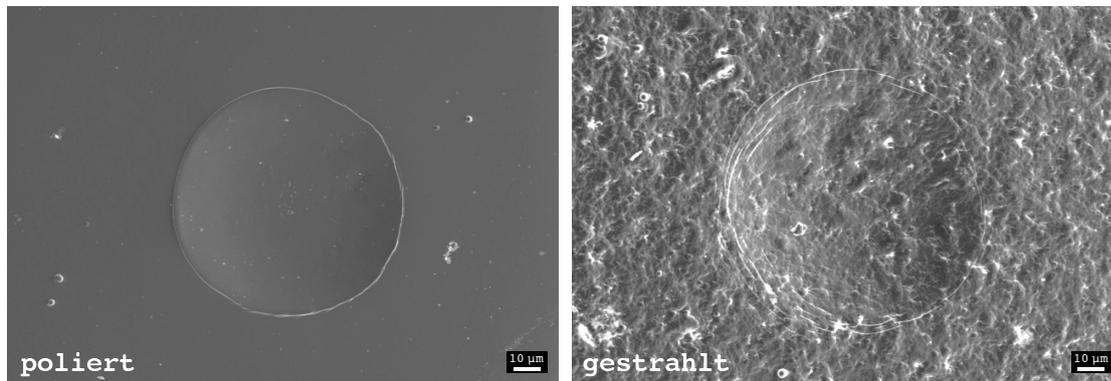


**Abbildung 4.40:** Vergleich des Weibullmoduls  $m$  (a) und der 50%-Festigkeit  $F_{50\%}$  (b) aus der Weibullstatistik der Rockwellindentionen für polierte und gestrahlte Oberflächen (M1-M4). Der Weibullmodul der polierten Oberflächen ist meist höher, als der der gestrahlten. Die Rissbildung unterliegt also einer geringeren Streuung. Die 50%-Festigkeit ist aber deutlich geringer, als bei den rauen Oberflächen.

Während beim Weibullmodul die Streubreite der Werte in Abb. 4.40 noch überlappt, ist der Unterschied der Oberflächenzustände bei der 50%-Festigkeit eindeutig. Zur Überprüfung dieses Sachverhaltes ist eine mikroskopische Kontrolle der Rissentstehung notwendig, die in Abb. 4.41 und 4.42 zu sehen ist. Wenn der Akustiksensord ausgelöst und die Indentation gestoppt wurde, ist auf der polierten Oberfläche nur ein scharfer Ringriss um die Indentationsstelle zu sehen, wie bereits erwähnt wurde. Im Fall der gestrahlten Proben ist auf allen Oberflächen dagegen immer ein feines Rissnetzwerk um und innerhalb der Indentationsstelle zu beobachten gewesen. Die Risse sind zum Teil so fein, dass sie sogar mit dem Rasterlektronenmikroskop schwer zu dokumentieren sind. Außerdem sind sie stark verzweigt und werden an Oberflächenstrukturen abgelenkt oder verschwinden wieder unter der Oberfläche. Hier liegen also verschiedene Arten der Rissinitiierung und Rissausbreitung vor.

Das erklärt die geringe Streuung der Werte der Weibullverteilung für die polierten Oberflächen, denn hier liegt mit der Bildung eines einzelnen, definierten Ringrisses nur ein Versagensmechanismus vor, was zu einem hohen Weibullmodul führt. Bei den Strahlmethoden M1-M4 liegen verschiedene Versagensmechanismen vor. Zum einen Rissbildung an losen Strahlmittlerückständen und hohen Topografiespitzen der Methode M1, zum anderen Rissbildung am durch das Ätzen geschwächten Interface der Methoden M3 und M4. Bei Methode M2 sind sowohl die Strahlmittlerückstände eine potentielle Stelle der Rissinitiierung, als auch die zusätzlichen feinen Oberflächenstrukturen. Diese Einflüsse können zu der gezeigten großen Streuung der Festigkeitswerte und damit des Weibullmoduls in Abb. 4.39 führen.

## 4 ERGEBNISSE

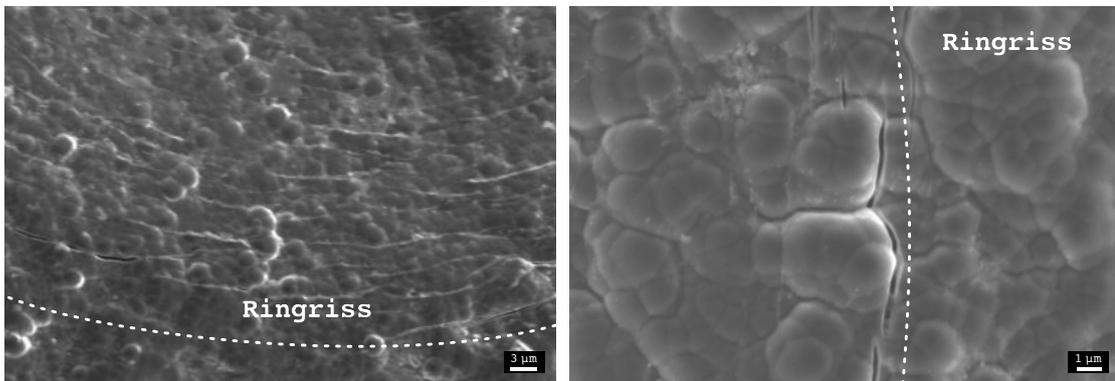


**Abbildung 4.41:** Vergleich eines Rockwelleindrucks auf einer polierten und einer gestrahlten Oberfläche. Die Indentation wurde nach der akustischen Detektion eines ersten Risses gestoppt. Auf der polierten und beschichteten Oberfläche ist das Resultat ein scharfer Ringriss, bedingt durch das Hertzsche Spannungsfeld des sphärischen Indenters. Auf der gestrahlten Oberfläche führt die Indentation zu einem feinen Rissnetzwerk, sodass kleine Risse schon vor dem Auslösen des Akustiksensors entstehen.

Die Rissbildung auf gestrahlten Proben scheint also abhängig von deren Rauheit und Interfacebeschaffenheit, da die Energie zur Erzeugung eines für das Auslösen des Akustiksensors kritischen Risses hier größer ist, obwohl bereits kleine Risse vorhanden sind. Bei der Indentation auf rauen Oberflächen ist der Indenter nur im Kontakt mit einzelnen Rauheitsspitzen, an denen eine Spannungsüberhöhung und ein Mikrospannungsfeld auftritt, das zur Bildung vieler kleiner Risse führt anstatt eines großen Ringrisses. Der Beleg dafür konnte durch Querschnitte erbracht werden, die mittels fokussiertem Ionenstrahl (FIB) erstellt wurden. Dazu wurde eine Rockwellindentation mit akustischer Rissdetektion exakt auf der Grenze zwischen poliertem und gestrahltem Bereich der Probe durchgeführt, wie in Abb. 4.43 gezeigt ist. Auf beiden Seiten des Eindrucks wurden jeweils zwei Schnitte auf dem Riss positioniert, deren Analysen im Folgenden beschrieben werden. Diese Untersuchung ist insofern interessant, als dass dadurch beide Oberflächenzustände identisch belastet wurden und so ein direkter Vergleich zwischen polierter und gestrahlter Oberfläche angestellt werden kann.

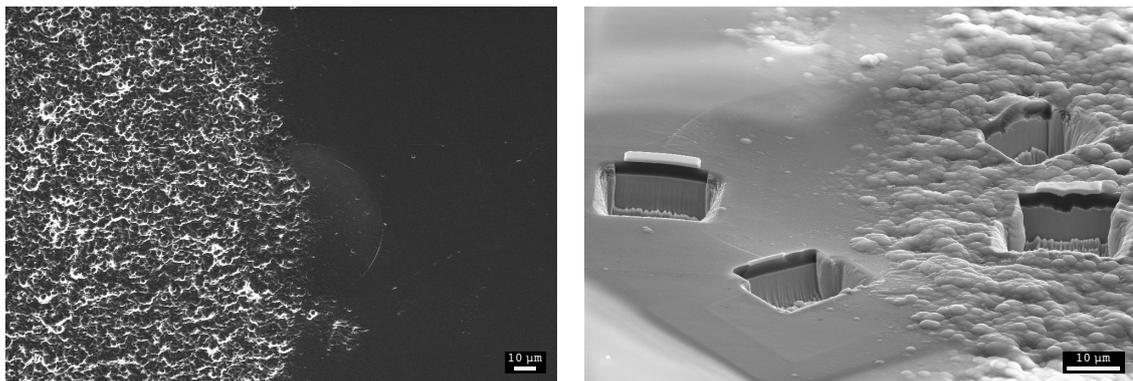
In Abb. 4.44 sind die Aufnahmen auf der polierten Seite des Eindrucks zu sehen, die einen scharfen Ringriss zeigen. Dieser startet an der Oberfläche und setzt sich bis in die Mitte der Schicht fort, wobei er nach außen abgelenkt wird. Dieses Verhalten ist aufgrund des Hertzschen Spannungsfeldes um den Indenter herum zu erwarten. Auf der gestrahlten Seite des Eindrucks stellt sich die Situation etwas komplexer dar. In Abb. 4.45 ist gezeigt, dass Risse sowohl an der Oberfläche, als auch am Interface starten und dort mehrfach abgelenkt werden. Die in Abb. 4.18 gezeigten Zwickel in der Schicht, die beim Wachstum aufgrund der rauen Oberflächenstruktur auftreten, scheinen als Risspfade zu fungieren.

#### 4.5 Schädigungsmechanismen und Verformungsverhalten



**Abbildung 4.42:** Rissnetzwerk in der Schicht auf gestrahlten Oberflächen nach der Rockwellindentation. Dabei bilden sich bevorzugt an sehr rauen Oberflächentstrukturen Risse aus, die zum Teil sehr fein sind und an diesen Strukturen zusätzlich abgelenkt werden können. Außerdem verschwinden einige Risse wieder unter der Oberfläche und bilden keinen geschlossenen Ring, der aufgrund der Indentergeometrie zu erwarten gewesen wäre.

Das wird durch die Bilder in Abb. 4.45 unten bestätigt. Der Kontakt des Indenters mit der gezeigten Rauheitsspitze erzeugt ein Mikrospannungsfeld, das zu einem komplexen Rissbild mit sehr lokaler Schädigung führt. Dabei sind sogar Risse zu sehen, die im Querschnitt weder Kontakt zum Substrat, noch zur Schichtoberfläche haben. Gut zu erkennen ist hier der Verlauf der Haftschrift, die der Topografie des Substrats folgt und sogar um Hinterschnitte herum wächst, dort aber stark gefaltet und unterbrochen wird. Die Faltungsstellen können als potentielle Orte für die Rissbildung und die Rissausbreitung fungieren.

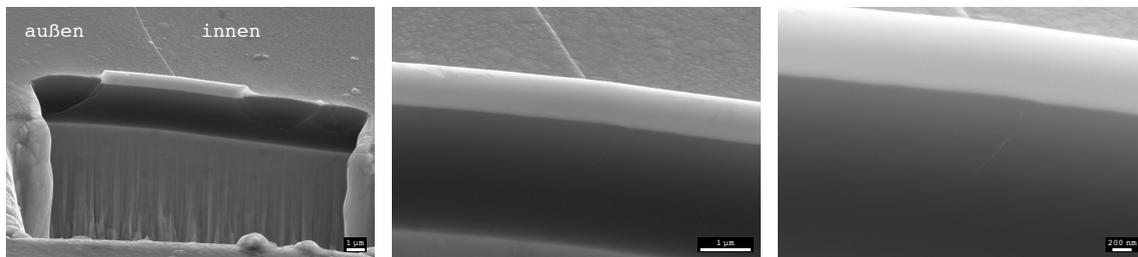


**Abbildung 4.43:** Rockwellindentation mittels akustischer Rissdetektion auf der Grenze zwischen der polierten und der gestrahlten Seite der Oberfläche (links). Auf beiden Seiten wurden jeweils zwei FIB-Schnitte positioniert, um die Rissstruktur bis zum Substrat zu untersuchen (rechts).

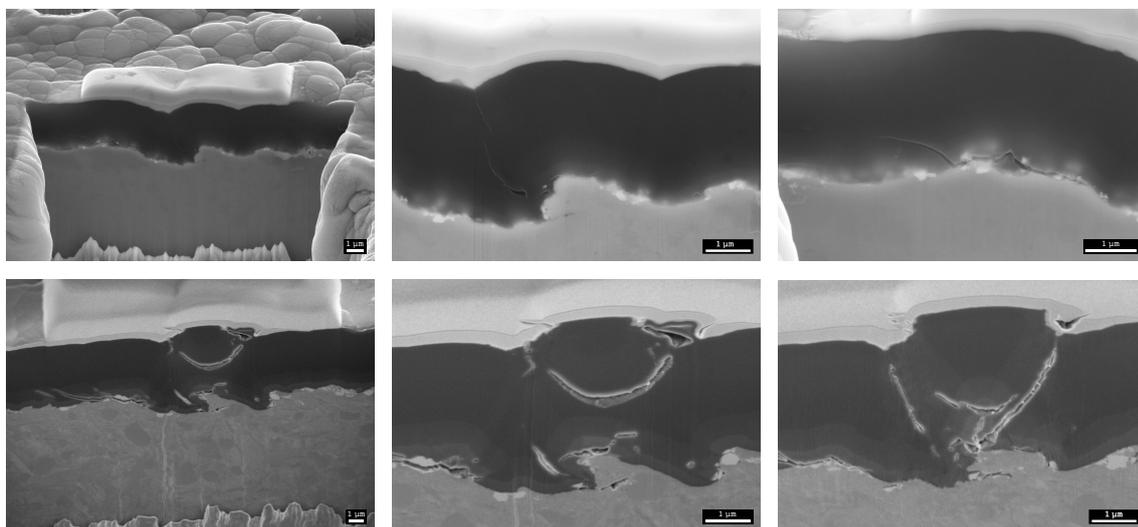
## 4 ERGEBNISSE

Die Unterschiede zwischen dem Schädigungsverhalten der Schicht auf polierten und gestrahlten Substraten lassen sich folgendermaßen zusammenfassen:

- **poliert:** Hier wird durch elastische und plastische Verformung des Substrats Energie in der Schicht gespeichert, die sich bei gewisser äußerer Spannung in Form eines einzelnen scharfen Ringrisses entlädt.
- **gestrahlt:** Hier entstehen schon vor Erreichen des Schwellwerts des Akustiksensors eine Vielzahl feiner Risse, die ein weit verzweigtes Netzwerk bilden. Die Erzeugung eines kritischen Risses geschieht daher bei höherer Last, als bei polierten Oberflächen.



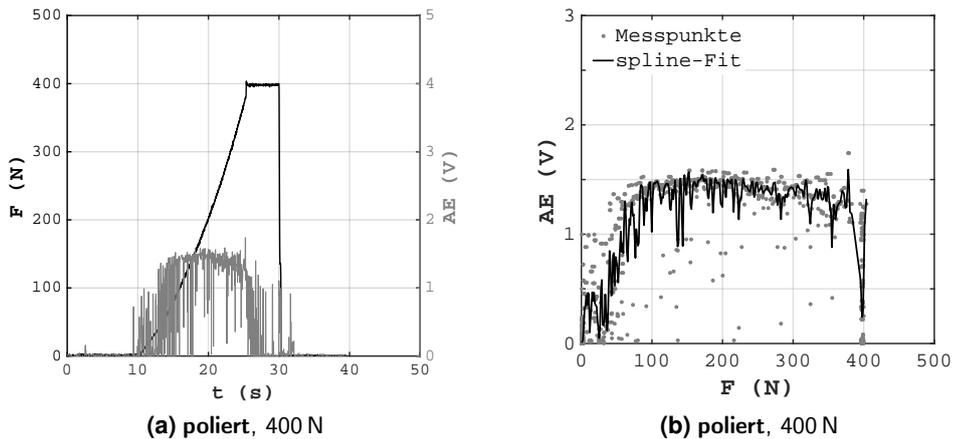
**Abbildung 4.44:** FIB-Schnitt durch den Ringriss des Rockwelleindrucks auf der polierten Seite. Hier ist nur ein scharfer Ringriss zu erkennen, der bis in die Mitte der Schicht reicht und von der Indentationsstelle nach außen abgelenkt wird.



**Abbildung 4.45:** FIB-Schnitt durch das Rissnetzwerk auf der gestrahlten Seite des Rockwelleindrucks. Hier entsteht durch den Kontakt des Indenters mit der Rauheitsspitze ein komplexes Mikrospannungsfeld mit Rissen am Interface sowie an der Oberfläche und in der Mitte der Schicht.

### 4.5.2 Akustische Rissdetektion - kontinuierlich

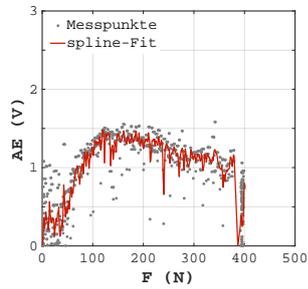
Die kontinuierliche Detektion der akustischen Emission während der Indentation soll dabei helfen, die in Kap. 4.5.1 gezeigten Zusammenhänge in Abhängigkeit der Oberflächenbeschaffenheit zu quantifizieren. Dazu wurde das akustische Signal über die gesamte Indentation bis zu einer Endkraft von 400 N aufgezeichnet, wie in Abb. 4.46 (a) dargestellt ist. Für die Schichten auf polierten Oberflächen ist aufgrund deren definierten Rissverhaltens ein reproduzierbares und definiertes akustisches Signal zu erwarten. Abb. 4.46 (b) zeigt dazu die akustische Emission als Funktion der Indentationslast. Ab etwa 50 N kommt es zu einem starken Anstieg der akustischen Emission wegen des Auftretens des ersten Ringrisses. Dieser ist gefolgt von einer ganzen Reihe weiterer Ringrisse, anschließend von Radialrissen und zuletzt von Interfacerrissen unter Delamination. Es sei bemerkt, dass das akustische Signal die Trennung der Rissarten nicht zulässt.



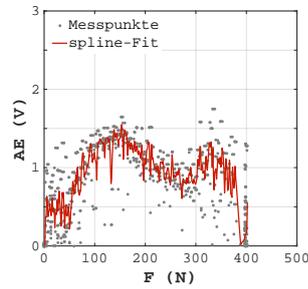
**Abbildung 4.46:** (a) Messsignal der während der Rockwellindentation aufgebrauchten Last  $F$  und des resultierenden akustischen Signals  $AE$  als Funktion der Zeit  $t$  für den polierten Oberflächenzustand für 400 N. (b) Entsprechend das akustische Signal als Funktion der Last. Die Daten wurden mittels spline-Interpolation geglättet.

Im Fall der gestrahlten Oberflächen, für die die akustische Emission in Abhängigkeit der Strahlparameter in Abb. 4.47 dargestellt ist, zeigt sich ein deutlich anderes Bild. Nach dem Anstieg des akustischen Signals verläuft dieses weit weniger konstant und ist von starken Schwankungen geprägt. Diese fallen für die Oberflächen der Bearbeitungsmethode M1 deutlich stärker aus, als für die durch das Nassstrahlen nachträglich geglätteten Oberflächen der Bearbeitungsmethode M2.

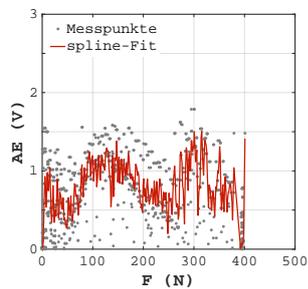
## 4 ERGEBNISSE



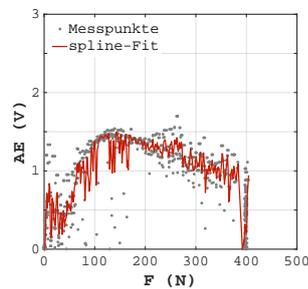
(a) M1: 2 bar  $10^\circ$ , 400 N



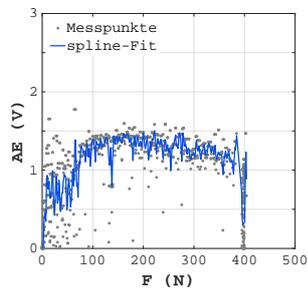
(b) M1: 2 bar  $30^\circ$ , 400 N



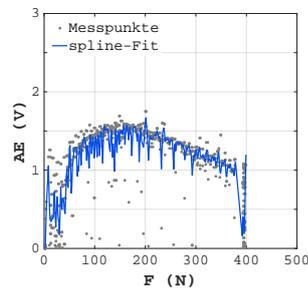
(c) M1: 2 bar  $60^\circ$ , 400 N



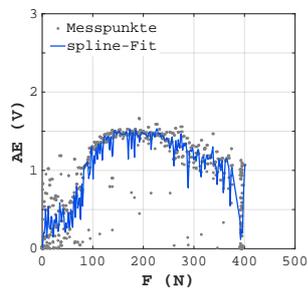
(d) M1: 2 bar  $90^\circ$ , 400 N



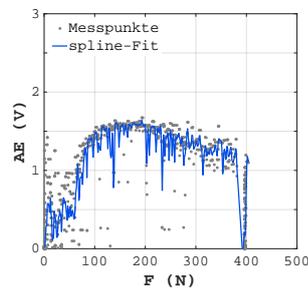
(e) M2: 2 bar  $10^\circ$ , 400 N



(f) M2: 2 bar  $30^\circ$ , 400 N



(g) M2: 2 bar  $60^\circ$ , 400 N

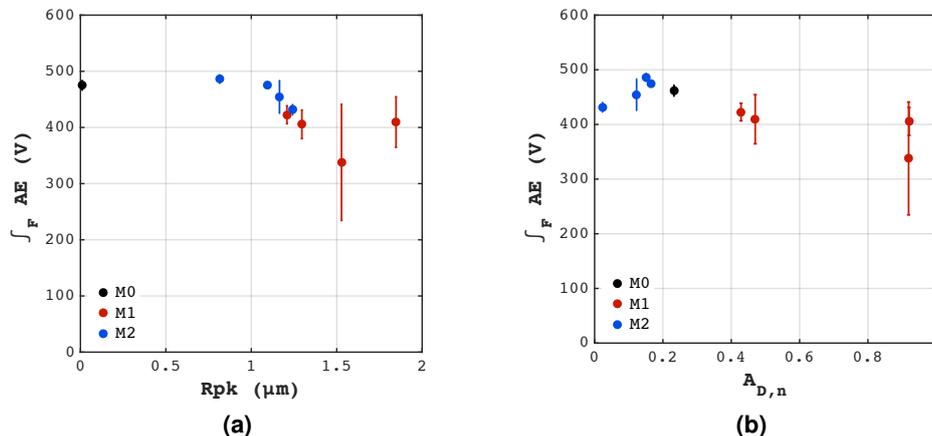


(h) M2: 2 bar  $90^\circ$ , 400 N

**Abbildung 4.47:** Vergleich der akustischen Emission als Funktion der Indentationslast für Oberflächen verschiedener Rauheiten aus den Bearbeitungsmethoden M1 und M2. Im Gegensatz zu den polierten Oberflächen ist das Messsignal deutlich höheren Schwankungen unterworfen, deren Ausprägung von den Strahlparametern und damit von den Oberflächeneigenschaften abhängt.

#### 4.5 Schädigungsmechanismen und Verformungsverhalten

Das Integral der akustischen Emission über die Kraft  $\int_F AE$  soll hier, wie in [Zhang, 2012; Dassios, 2014] beschrieben, als Energie der akustischen Emission verstanden werden, die proportional zur frei werdende Gesamtenergie aller Risse während des Indentationsversuchs ist und in Abb. 4.48 mit der Oberflächenrauheit der Methoden M0-M2 verknüpft wird. Da bei einer Indentationslast von 400 N Delaminationen der Schicht auftreten können, wurde deren Ausbreitung ebenfalls mit der akustischen Emission in Zusammenhang gebracht. Die gezeigten Zusammenhänge zeigen einen deutlichen Abfall des akustischen Gesamtsignals mit der Zunahme der Rauheit. Hier hat sich besonders die reduzierte Spitzenhöhe  $Rpk$  als entscheidend erwiesen. Je größer die Spitzenhöhe, desto höher ist die Tendenz für die Bildung von kleinen, „leisen“ Rissen durch Mikrospannungsfelder, durch die sich kleine Beträge der elastisch gespeicherten Energie entladen. Die Anzahl der Mikrospannungsfelder steigt ebenfalls mit der Rauheit und dementsprechend steigt die Zahl der lokalen Mikrorisse. Der Anstieg der Kurve in Abb. 4.48 (a) bei  $Rpk > 1.5$  könnte damit zusammenhängen, dass bei sehr hohen Rauheiten die Reibung zwischen dem Indenter und der Schichtoberfläche eine Rolle für die akustische Emission spielt. Interessanterweise fällt  $\int_F AE$  auch mit zunehmender Delaminationsfläche  $A_{D,n}$  ab. Das ist verständlich, wenn man bedenkt, dass die Risszähigkeit am Interface bei guter Haftung höher ist als bei schlechter Haftung. Damit steigt die in der Schicht elastisch gespeicherte Energie bis zum Versagen, die dann durch die höhere frei werdende Energie einen Riss mit höherer akustischer Emission erzeugt.



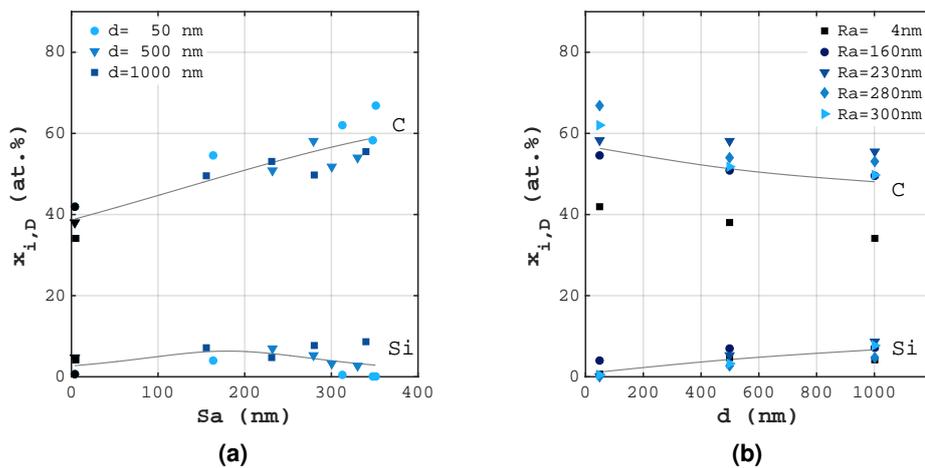
**Abbildung 4.48:** Abhängigkeit des akustischen Gesamtsignals  $\int_F AE$  von (a) der reduzierten Spitzenhöhe  $Rpk$  und (b) der normierten Delaminationsfläche  $A_{D,n}$ . Das akustische Gesamtsignal entspricht der gesamten frei werdenden Energie während der Schichtschädigung und sinkt mit zunehmender Rauheit. Mit dieser nimmt nämlich auch die Zahl der Mikrorisse in Mikrospannungsfeldern an Rauheitsspitzen zu. Die Abnahme der Gesamtenergie mit zunehmender Delaminationsfläche ist mit der geringeren notwendigen Energie für die Schichtablösung bei schlechter Adhäsion zu erklären.

## 4 ERGEBNISSE

### 4.5.3 Variation der Haftschriftdicke

Es wurde gezeigt, dass auf der Delaminationsfläche aller gestrahlter Oberflächen nach der Schichtablösung erhebliche Mengen an Kohlenstoff und Anteile an Silizium zurückbleiben. Außerdem erfolgt durch die Rockwellindentation die Schichtschädigung unter der Bildung komplexer Rissnetzwerke über die gesamte Schichtdicke hinweg. Dennoch ist zu klären, in welcher Schichttiefe die Delamination nun stattfindet, also inwieweit die Schichtschädigung adhäsiv am Interface oder kohäsiv oberhalb des Interfaces erfolgt. Dazu wurden Schichten gleicher Gesamtschichtdicke ( $4\ \mu\text{m}$ ), aber unterschiedlicher Haftschriftdicke (50, 500, 1000 nm) auf polierten und gestrahlten Oberflächen hergestellt.

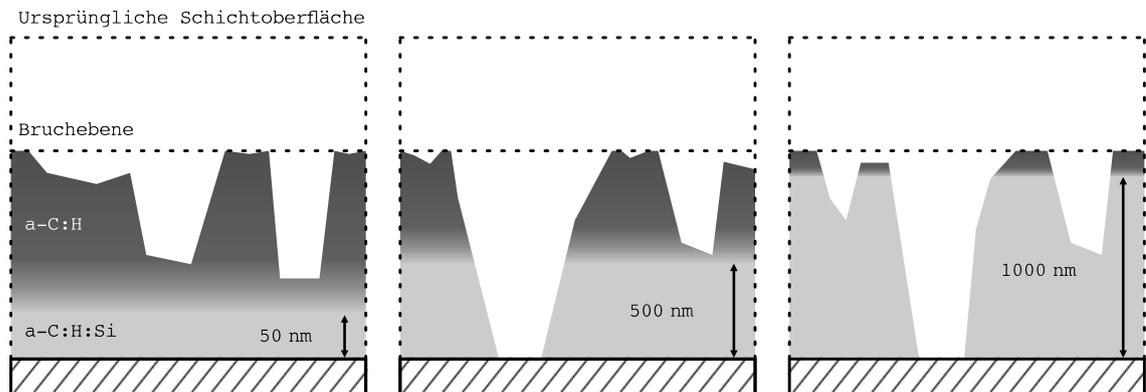
Auch hier wurde eine chemische Analyse der Delaminationsfläche durchgeführt, deren Ergebnis Abb. 4.49 zeigt. So steigt erwartungsgemäß der Gehalt an Kohlenstoff mit der Rauheit  $Sa$ . Der Gehalt an Silizium nimmt zunächst leicht mit der Rauheit zu und fällt dann wieder etwas ab. Generell ist der Siliziumgehalt aber vergleichsweise gering. Bei der Betrachtung der Silizium- und Kohlenstoffgehalte als Funktion der Haftschriftdicke fällt auf, dass sich diese gegenläufig verhalten. Während der Gehalt an Silizium steigt, sinkt der des Kohlenstoffs. Würde die Schichtschädigung direkt am Interface oder etwas darüber innerhalb der drei verschiedenen dicken Haftschriften verlaufen, wäre für alle Schichttypen mit einem ähnlichen Verhältnis an Silizium und Kohlenstoff zu rechnen.



**Abbildung 4.49:** Abhängigkeit des Kohlenstoff- und Siliziumgehalts auf der Delaminationsfläche von (a) der Rauheit  $Sa$  und (b) der Haftschriftdicke  $d$ . Dieser Zusammenhang gilt als Maß für verbleibende Schichtfragmente nach der Schichtablösung.

#### 4.5 Schädigungsmechanismen und Verformungsverhalten

Nach den in Abb. 4.49 Diagrammen ist das nicht der Fall, sodass man das in Abb. 4.50 gezeigte Modell als Erklärung dieser Beobachtungen heranziehen kann. Danach findet die Schichtschädigung unabhängig von der Haftsichtdicke immer in etwa der gleichen Schichttiefe statt. Die Schichtschädigung wird daher vielmehr durch die Kontaktmechanik bei der Indentation bestimmt und nicht von dem chemischen Tiefenverlauf der Schicht. Das würde auch der chemischen Analyse der Delaminationsfläche entsprechen. Nun ist es aber so, dass auf der Delaminationsfläche natürlich auch Bereiche frei von Schicht gefunden wurden. Das steht damit aber nicht im Widerspruch, da die Schicht im Zuge der Schädigung in einer Art Segmentierung zerstört wird, sich also manche Fragmente vollständig vom Substrat lösen, andere hingegen fest am Substrat verankert bleiben. Man kann also auch hier die Schichtschädigung nicht auf einen Mechanismus beschränken.



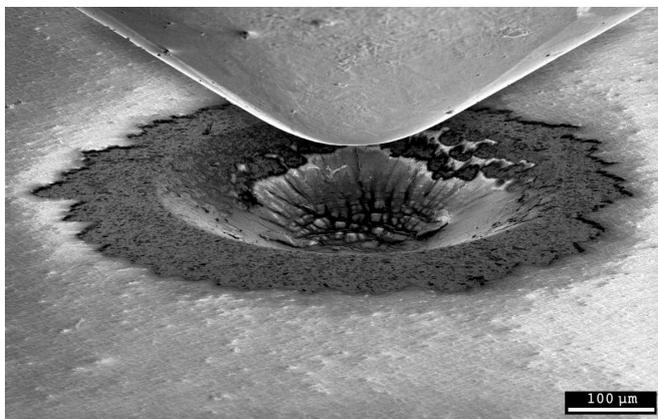
**Abbildung 4.50:** Skizze zur Modellvorstellung des Schädigungsmechanismus unter Variation der Haftsichtdicke bei gleicher Gesamtschichtdicke. Dabei zeigte die chemische Analyse der Delaminationsfläche, dass die Schichtschädigung immer in etwa der gleichen Tiefe erfolgt, unabhängig von der Haftsichtdicke. Die Skizze deutet außerdem an, dass die Schichtablösung auf gestrahlten Oberflächen zwar zu einem wesentlichen Teil kohäsiv erfolgt, auf der Delaminationsfläche aber immer auch Bereiche frei von Schichtrückständen zu finden sind.

## 4 ERGEBNISSE

### 4.5.4 Kraft-Eindring-Kurven

Wie anhand von Abb. 4.36 bereits erläutert wurde, kann die Stützkraft des Substrats durch das Ätzen geschwächt werden, was zum vorzeitigen Schichtversagen führen kann. Auf der anderen Seite sollte die Stützkraft durch die erhöhte Randschichthärte aufgrund der induzierten Druckeigenstressungen nach dem Strahlen gesteigert werden können. Dann sollte sich auch das Verformungsverhalten unter der Indentationslast verändern. Dieses sollte ebenfalls durch die im vorherigen Kapitel angesprochene Segmentierung der Schicht bei deren Schädigung eine Veränderung erfahren.

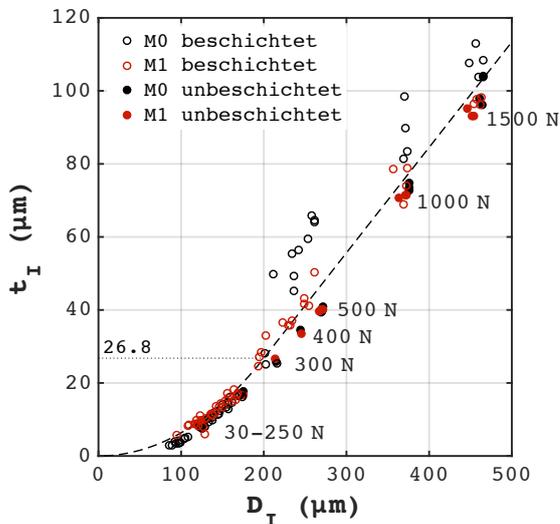
Um das zu überprüfen, wurden auf polierten und gestrahlten Oberflächen im unbeschichteten und beschichteten Zustand Indentationen bei verschiedenen Lasten durchgeführt und sowohl die Tiefe, als auch der Durchmesser der Indentation vermessen. Eine Vorstellung von dem Grad der durch die Indentation erzeugten plastischen Verformung in Relation zur Schichtdicke liefert Abb. 4.51, die eine Indentation bei einer Last von 1500 N zeigt. Hier muss bemerkt werden, dass der delaminierte Bereich nicht im Kontakt mit dem Indenter steht, die Mikrospannungsfelder also keinen direkten Einfluss auf die Schichtschädigung haben, die durch das Strahlen modifizierte gewachsene Struktur aber schon (Segmentierung).



**Abbildung 4.51:** Aufnahme des Indentationsvorgangs mit dem Rasterelektronenmikroskop (SE-Modus, 4 kV). Die Aufnahme zeigt den Indentationskrater, wie er nach einer Belastung von 1500 N im Substrat zurückbleibt und offenbart eine erhebliche Verformung des Substrats. Diese ist im Vergleich zur Schichtdicke sehr hoch.

In Abb. 4.52 ist das Verhältnis der Indentationstiefe  $t_I$  zum Indentationsdurchmesser  $D_I$  gezeigt. Dieses ist durch die Geometrie des Indenters vorgegeben, die als gestrichelte Linie im Diagramm dargestellt ist. Zusätzlich ist genau die Indentationstiefe (26,8  $\mu\text{m}$ ) angegeben, ab der der Kugelradius des Indenters vollständig im Substrat steckt und die Kegelgeometrie beginnt. Wichtig ist hier, dass die Delamination der Schicht kraftbedingt erst ab einer höheren Eindringtiefe auftritt.

#### 4.5 Schädigungsmechanismen und Verformungsverhalten



**Abbildung 4.52:** Indentationstiefe  $t_I$  als Funktion des Indentationsdurchmessers  $D_I$  für polierte und gestrahlte Oberflächen im unbeschichteten und beschichteten Zustand. Zusätzlich ist das durch die Indentergeometrie vorgegebene Verhältnis  $t_I/D_I$  gestrichelt eingezeichnet. Die Eindringtiefe von  $26,8 \mu\text{m}$  markiert den Übergang von der Kugel- zur Kegelgeometrie.

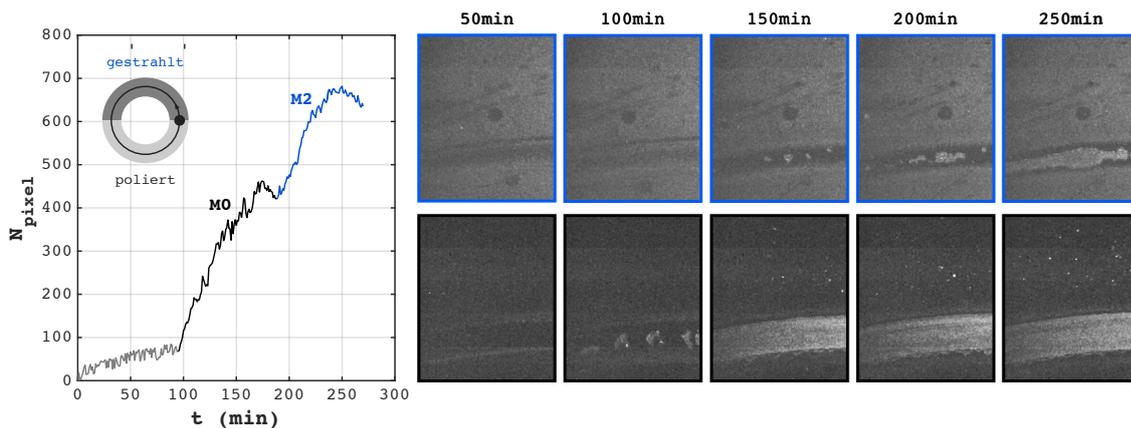
Zunächst ist in Abb. 4.52 zu erkennen, dass unterhalb der Eindringtiefe von  $26,8 \mu\text{m}$  die polierten Proben einen etwas größeren Indentationsdurchmesser aufweisen als die gestrahlten bei gleicher Eindringtiefe. Bei den polierten Oberflächen ist die plastische Verformung also stärker. Es kommt hier noch nicht zur Delamination der Schicht und die um den Indenter auftretenden Aufwerfungen fallen vergleichsweise gering aus. Man kann davon ausgehen, dass die Stützkraft des gestrahlten Substrats durch die strahlbedingte Oberflächenverfestigung erhöht ist. Beschichtete und unbeschichtete Oberflächen unterscheiden sich kaum.

Das ändert sich, sobald die Verformung durch die Kegelgeometrie mitbestimmt wird. Die plastische Verformung wird hier deutlich größer und der Grad der Aufwerfungen steigt ebenfalls. Dieses Materialfließen führt bei den unbeschichteten Oberflächen zu einem vergrößerten Indentationsdurchmesser im Vergleich zur Indentationstiefe. Polierte und gestrahlte unbeschichtete Oberflächen sind hier nicht mehr voneinander zu trennen, der Einfluss der Strahlzone ist also verschwunden. Die polierten und beschichteten Oberflächen verhalten sich ganz anders. Hier ist die Indentationstiefe erhöht, gegenüber dem Indentationsdurchmesser. Die Schicht scheint also die plastische Verformung an der Oberfläche in Form von Aufwerfungen zu behindern. Das plastische Fließen in die Tiefe wird also entsprechend größer. Die gestrahlten und beschichteten Oberflächen liegen genau zwischen diesen beiden Mechanismen, sie zeigen Komponenten des Verhaltens der polierten beschichteten und der unbeschichteten Oberflächen. Hier kommt die Segmentierung der Schicht zum Tragen, die durch die Bildung eines feinen Rissnetzwerks unter Last entsteht. Dadurch verhält sich die Schicht plastischer und folgt der Verformung des Substrats besser.

## 4.6 Tribologie strukturierter DLC-Schichten

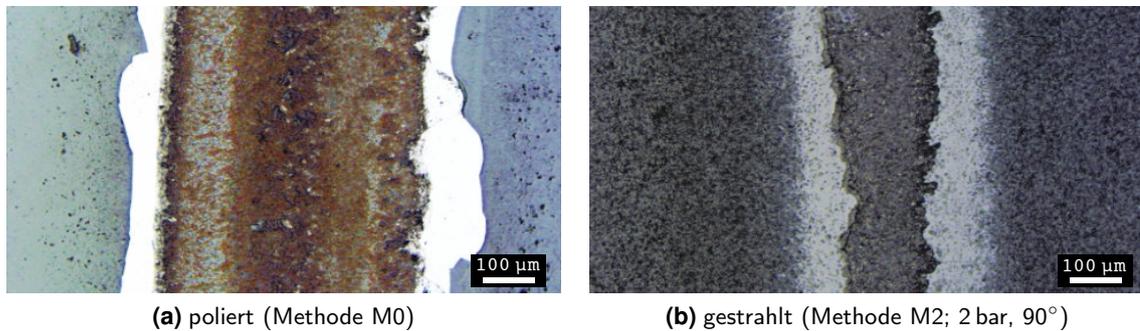
### 4.6.1 Ermüdung durch Überrollversuche

Zur Bewertung der Lebensdauer der Schichten wurden Überrollversuche durchgeführt, die mit einer CNN-Hochgeschwindigkeitskamera aufgezeichnet wurden. Dabei wurden analog zu Kap. 4.4 sowohl der ungereinigte, als auch der gereinigte Zustand betrachtet, um Schichtversagen zu erzeugen, das rein adhäsiv ist oder kohäsive Anteile besitzt. Abb. 5.4.1 zeigt dazu die zeitliche Entwicklung der Delaminationsfläche für eine halbseitig polierte und halbseitig gestrahlte Probe (Methode M2;  $R_a=0,2\ \mu\text{m}$ ), die vor der Beschichtung nicht gereinigt wurde. Rechts in Form der von der Kamera aufgezeichneten Bilder und links in Form der Pixelzahl  $N_{\text{pixel}}$ , die der zeitlichen Entwicklung der Delaminationsfläche entspricht. Man erkennt im Diagramm einen zweistufigen Verlauf, der direkt den zwei Oberflächenzuständen zugeordnet werden kann. Die Schicht beginnt auf der polierten Seite sehr früh (100 min) und schnell großflächig zu delaminieren, sodass sie dort schon entfernt wurde, bevor die gestrahlte Seite erste Delaminationen zeigt. Diese entwickeln sich dort sowohl später, als auch langsamer und bilden eine schmalere Schädigungsspur, die bis zum Ende des Versuchs noch Stellen frei von Delaminationen aufweist. Das wird umso deutlicher bei genauer Betrachtung der zugehörigen Reibspur in Abb. 4.54. Die polierte Probenseite weist eine vollständige Schädigung auf, zeigt in der Mitte aber teilweise Schichtübertrag. Die Bruchkante der Schicht ist durch primär adhäsives Versagen scharf und geprägt von großen Ausbrüchen.



**Abbildung 4.53:** Zeitliche Entwicklung der Delaminationsfläche einer halbseitig polierten und gestrahlten Probe im Überrollversuch. Die Pixelzahl  $N_{\text{pixel}}$  entspricht der gesamten Delaminationsfläche und zeigt einen zweistufigen Verlauf, der die jeweiligen Oberflächenzustände repräsentiert. Die Schicht auf der polierten Oberfläche delaminiert früher und großflächiger als die auf der gestrahlten Oberfläche.

#### 4.6 Tribologie strukturierter DLC-Schichten



**Abbildung 4.54:** Schädigungsbild der Reibspur der halbseitig polierten und gestrahlten Probe nach dem Überollversuch. Die Spur der polierten Seite (links) ist nach großflächiger Delamination vollständig frei von Schichtrückständen. Allerdings sind in der Mitte der Reibspur Partikel aus dem Schichtübertrag von der Kugel zu finden. Die Schicht zeigt eine scharfe Bruchkante aufgrund adhäsiven Versagens und die Kugel ist nur noch im Kontakt mit dem Substrat. Die gestrahlte Seite (rechts) zeigt eine deutlich schmalere Reibspur, sodass die Kugel noch Kontakt zur Beschichtung hat. Auf der Delaminationsfläche sind zusätzlich Schichtfragmente zu erkennen und die Bruchkante ist geprägt durch kleinteilige Ausbrüche.

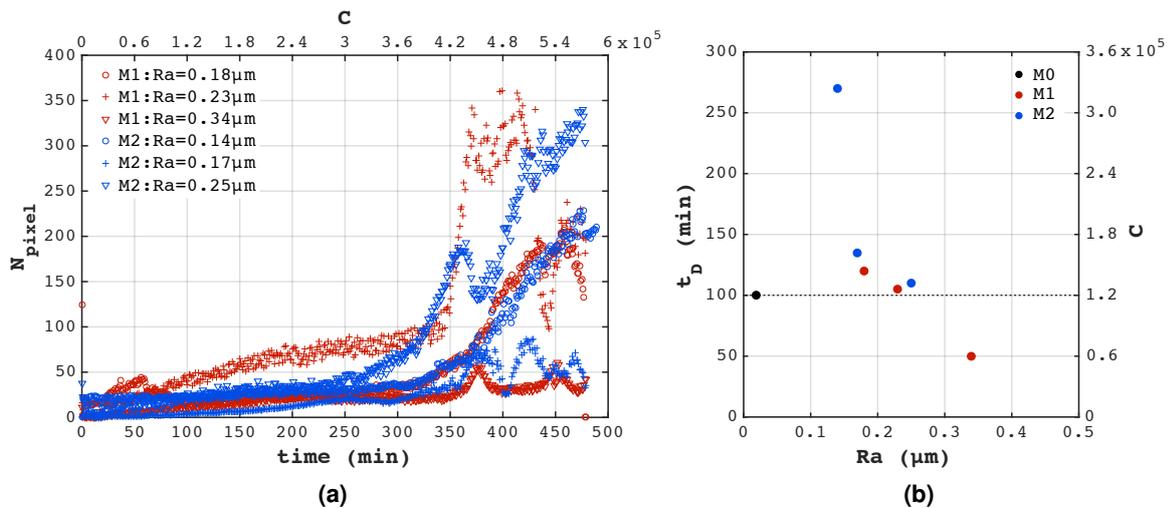
Auf der gestrahlten Seite sieht man dagegen eine deutlich schmalere Versagensspur, deren Bruchkante viel kleinteiliger ist. Auf der Delaminationsfläche sind noch Schichtfragmente zu sehen und die Kugel hat außerdem noch Kontakt zur Schicht. Das erkennt man an dem hellgrauen Kontrast im Bild, der den Abrieb der Kugel darstellt. Die gestrahlte Oberfläche hält also nicht nur länger der zyklischen Belastung beim Überollversuch stand, sondern versagt auch weniger großflächig. Gerade hier hat das zuvor gezeigte veränderte Bruch- und Verformungsverhalten der Schicht sowie deren verbesserte mechanische Verankerung einen positiven Einfluss auf die Haftung und die zyklische Ermüdungsfestigkeit.

Um den Einfluss der strahlbedingten Oberflächeneigenschaften im Hinblick auf diese Beobachtungen genauer zu untersuchen, wurden ebenso Versuche mit ganzseitig gestrahlten und in diesem Fall optimal gereinigten Proben durchgeführt (vgl. Kap. 4.4.3). Das Ergebnis dieser Auswertungen ist in Abb. 4.55 gezeigt. Zunächst sind in Abb. 4.55 (a) die zeitlichen Verläufe der Delaminationsentwicklung für Proben unterschiedlicher Rauheit der Methoden M1 und M2 gezeigt. Für jede dieser Kurven wurde der Zeitpunkt  $t_D$  bestimmt, bei dem Delaminationen zum ersten Mal auftreten. Den Zusammenhang zwischen  $t_D$  und der Oberflächentopografie in Form des Rauheitsmittenswerts  $Ra$  zeigt Abb. 4.55 (b). Hier ist deutlich zu erkennen, dass eine Erhöhung der Rauheit zu einer Verringerung der Standzeit der Beschichtung führt. Dennoch lässt sich durch das Strahlen eine Verbesserung der Standzeit gegenüber polierten Oberflächen erreichen, insbesondere durch die Bearbeitungsmethode M2, die auch beim Rockwelltest zuvor die besten Haftergebnisse zeigte.

## 4 ERGEBNISSE

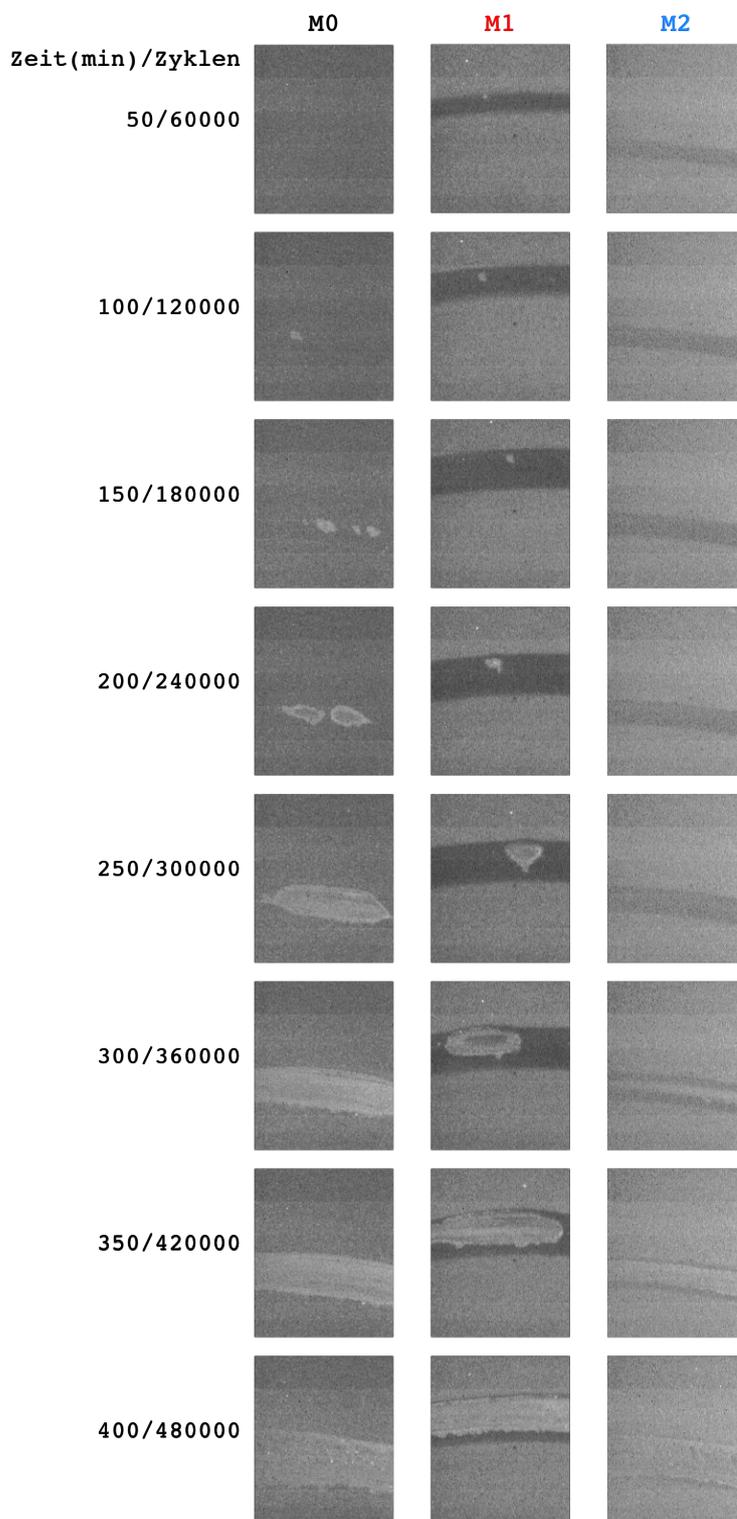
Ein Blick auf die Schädigungsspur in Abb. 4.56 offenbart unterschiedliche Schädigungsmechanismen für die Methoden M0-M2. Auf der polierten Oberfläche sind schon recht früh vereinzelte Delaminationen zu erkennen, die im Zuge der zyklischen Belastung rasch wachsen. Auf der gestrahlten Oberfläche aus M1 ist ein ähnliches Verhalten zu beobachten, allerdings wachsen die Delaminationen deutlich langsamer. In beiden Fällen ist meist adhäsives Schichtversagen zu beobachten. Die Ursachen hierfür können im polierten Fall Unregelmäßigkeiten auf der Schichtoberfläche (*droplets*) oder am Interface sein. Im gestrahlten Fall können sich lose Strahlmittelrückstände und die Spannungskonzentration an hohen Asperiten nachteilig auf die Lebensdauer der Schicht auswirken.

Die Oberfläche der Methode M2 zeigt zu keinem Zeitpunkt Delaminationen und weist die längste Standzeit auf. Die Schicht wird vielmehr langsam durchgerieben als ermüdet, was sich anhand der Verschleißspur erkennen lässt. Das deutet auf vermehrt kohäsives Schichtversagen hin. Hier wird der Einfluss der Glättung von Asperiten sowie der des Entfernens loser Strahlmittelrückstände durch das Nassstrahlen nochmals besonders deutlich.



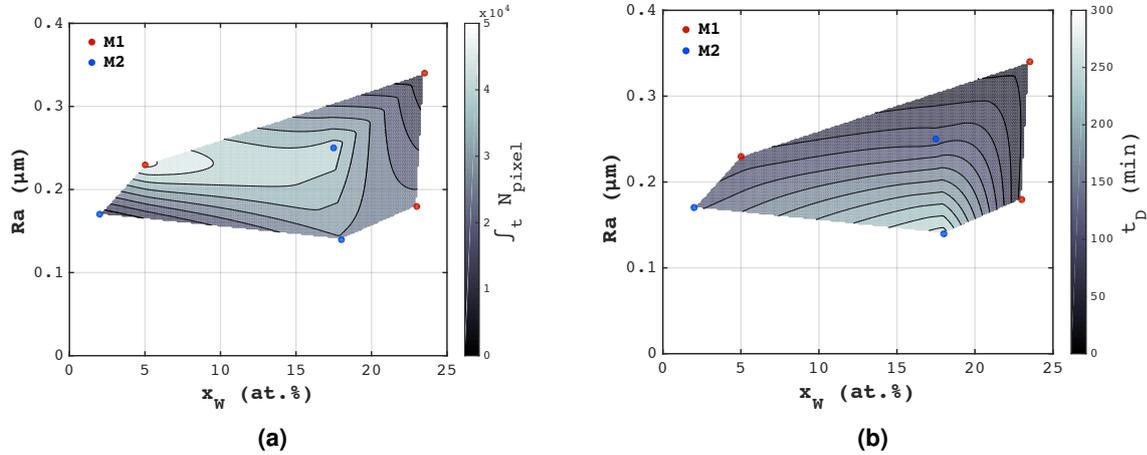
**Abbildung 4.55:** (a) Zeitliche Entwicklung der Delaminationsfläche in Form der Pixelanzahl  $N_{\text{pixel}}$  unter zyklischer Belastung für ganzseitig gestrahlte Oberflächen unterschiedlicher Rauheit und mit unterschiedlichem Gehalt an Strahlmittelrückständen aus den Methoden M1 und M2. Zu erkennen ist, dass vergleichbare Rauheiten auch ähnliche Verläufe für  $N_{\text{pixel}}$  zeigen, unabhängig von der Bearbeitungsmethode.  $C$  entspricht der Zyklenzahl. (b) Korrelation des Zeitpunkts  $t_D$  und der Zyklenzahl  $C$  erster auftretender Delaminationen mit dem arithmetischen Rauheitsmittenwert  $Ra$ .

#### 4.6 Tribologie strukturierter DLC-Schichten



**Abbildung 4.56:** Entwicklung der Schichtdelamination als Funktion der Laufzeit und der Zyklenzahl für die Bearbeitungsmethoden M0-M2. Die gezeigten Oberflächen aus M1 und M2 wurden identisch bearbeitet und unterscheiden sich lediglich durch das nachgelagerte Nasstrahlverfahren. Das entscheidende Merkmal der verschiedenen Schichtschädigungen ist, dass die Oberflächen aus M0 und M1 schon verhältnismäßig früh Delaminationen aufweisen, die punktuell auftreten und mit zunehmender Zyklenzahl wachsen (adhäsives Versagen). Bei der Oberfläche aus M2 sind keine Delaminationen zu beobachten, sondern ein stetiges Durchreiben der Schicht bis zum Substrat (kohäsives Versagen). Die Oberfläche aus M1 entspricht der Rauheit von  $0,18 \mu\text{m}$  und die Oberfläche aus M2 der Rauheit von  $0,14 \mu\text{m}$  aus Abb. 4.55.

## 4 ERGEBNISSE



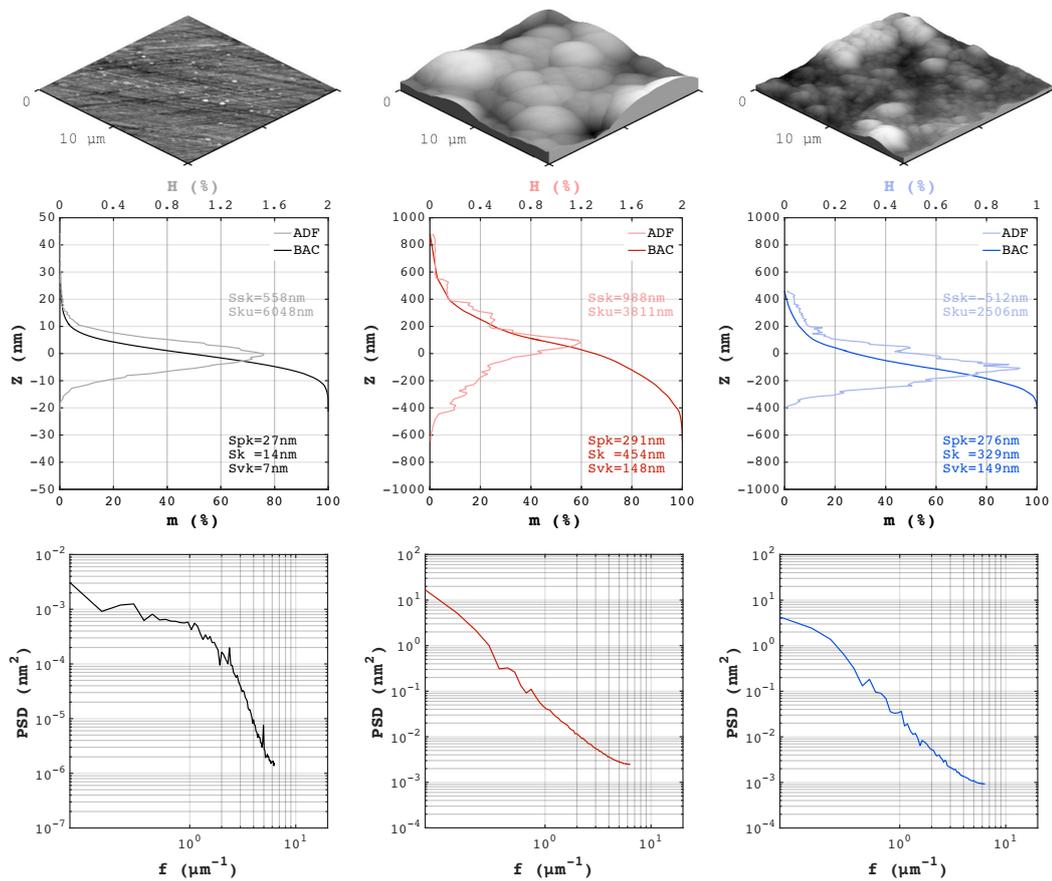
**Abbildung 4.57:** (a) Abhängigkeit der Delaminationsfläche in Form des Integrals  $\int_t N_{\text{pixel}}$  von dem arithmetischen Rauheitsmittlerwert  $Ra$  und dem Gehalt an Strahlmittelrückständen in Form von Wolfram  $x_W$ . (b) Abhängigkeit des Auftretens erster Delaminationen  $t_D$  von dem arithmetischen Rauheitsmittlerwert  $Ra$  und dem Gehalt an Strahlmittelrückständen in Form von Wolfram  $x_W$ .

Zusätzlich wurde für jede der in Abb. 4.55 (a) gezeigten Kurven das Integral  $\int_t N_{\text{pixel}}$  berechnet, das der Größe der finalen Delaminationsfläche entspricht. In Abb. 4.57 (a) wurde diese mit der entsprechenden Rauheit  $Ra$  und dem Wolframgehalt nach dem Strahlen  $x_W$  korreliert. Man erkennt, dass beide Oberflächeneigenschaften für die Methoden M1 und M2 einen Einfluss haben. Insbesondere ein hoher Wolframgehalt zeigt eine Verringerung der Delaminationsfläche. Der zuvor gezeigte Zeitpunkt des Auftretens erster Delaminationen  $t_D$  wurde in Abb. 4.57 (b) ebenfalls mit der Rauheit und dem Wolframgehalt korreliert. Dabei erkennt man den dominanten Einfluss der Rauheit, allerdings kann ein erhöhter Wolframgehalt bei Methode M2 bis zu einem gewissen Grad auch zu einer Erhöhung der Ermüdungsfestigkeit beitragen. Lose Strahlmittelkörner bei der Methode M1 scheinen diese zu verringern.

Bei der Bewertung der Ergebnisse sind also immer auch die Schädigungsmechanismen und die Strahlparameter zu betrachten, um die Oberflächenbeschaffenheit genau zu kennen. Zu bedenken ist außerdem, dass die Belastungen hier gegenüber der bei Rockwellindentationen sehr unterschiedlich sind und am Rand der Schädigungsspur keine plastische Verformung des Substrats zu erkennen ist. Daher sind auch die hier gezeigten Ergebnisse nur bedingt mit denen der Rockwellindentationen zu vergleichen.

## 4.6.2 Tribochemie mittels Vakuumtribometer

Die veränderte Kontaktmechanik auf rauen Oberflächen hat also nicht nur einen Einfluss auf das Indentationsverhalten (Kap. 4.5), sondern auch auf das tribologische Verhalten der Schicht bei Überrollversuchen (Kap. 4.6.1). Nun liegt die Vermutung nahe, dass die Mikrospannungsfelder im Kontakt und die dadurch erhöhte Energieeinleitung in den Tribokontakt ebenfalls zu einer veränderten Tribochemie führen. Dazu wurden Kugel-auf-Scheibe Gleitversuche im Vakuumtribometer durchgeführt, wie sie in Kap. 3.4.10 beschrieben sind. Ausgewählt wurden Proben mit drei unterschiedlichen Rauheiten aus den Methoden M0, M1 und M2, deren topografische Analyse (*bearing area curve* (BAC); *amplitude density function* (ADF); *power spectral density* (PSD)) in Abb. 4.58 abgebildet ist.



**Abbildung 4.58:** Topografische Analyse der Oberflächen aus M0-M2, die für die Untersuchungen des tribochemischen Verhaltens gestrahlter und beschichteter Oberflächen verwendet wurden. Die erhobenen Daten dienen als Grundlage für die im Verlauf dieses Kapitels gezeigten Korrelationen.

## 4 ERGEBNISSE

Die Ergebnisse des Versuchs mit einer Last von 15 N ( $p_0=1,2$  GPa) sind in Abb. 4.59 zusammengefasst. Abb.4.59 (a) zeigt dabei den zeitlichen Verlauf des Reibwerts und Abb.4.59 (b) den des vertikalen Verfahrwegs des Tribometers  $Z$ . Beide Diagramme weisen große Streuungen der Primärsignale auf, sodass von beiden Signalen eine Fourieranalyse durchgeführt wurde, die ein prägnantes Frequenzsignal bei  $70 \text{ min}^{-1}$  aufweist (Abb. A.14 (a)), was genau der Umlauffrequenz der Scheibe entspricht. Folglich wurde diese Frequenz aus allen Signalen über einen Fourierfilter entfernt, sodass ein deutlich glatteres Signal entsteht, das für die Analysen verwendet wurde. Das Reibsignal der polierten und beschichteten Oberfläche weist einen vergleichsweise hohen Reibwert auf, der über die gesamte Laufzeit konstant bleibt. Die gestrahlten Oberflächen hingegen zeigen ein klares Einlaufverhalten, indem der Versuch mit einem hohen Reibwert startet und nach einer gewissen Zeit auf einen konstant niedrigen Reibwert abfällt. Dabei findet der Einlauf umso schneller statt, je höher die Rauheit ist. Der Verfahrweg  $Z$  in Abb. 4.59 (b) zeigt einen konstanten Verlauf und die Proben sind kaum voneinander zu unterscheiden. Der Gesamtverschleiß nach Ende des Versuchs ist bei 45 min in Form von Punkten eingetragen. Dieser wurde nach dem Versuch durch Vermessung der Verschleißspuren ermittelt, wie in Abb. A.15 skizziert ist. In Abb. 4.59 (c) ist das Integral des zeitlichen Verlaufs des Wasserstoffsignals  $\int_t p_{\text{H}_2^+}$  des Massenspektrometers für die drei Oberflächenbehandlungen gezeigt. Entsprechend findet sich in Abb. 4.59 (d) das Signal von Methan  $\int_t p_{\text{CH}_4^+}$ <sup>4</sup>. Zunächst ist zu beobachten, dass die Beschichtung nicht nur Wasserstoff freigibt, sondern auch kleine Kohlenwasserstoffmoleküle in Form von  $\text{CH}_4^+$ , die auch bei der Beschichtung eine Rolle spielten. Es wurden auch größere Moleküle detektiert, aufgrund deren geringen Menge wurden diese aber nicht ausgewertet. Weiterhin fällt auf, dass die Proben unterschiedlicher Oberflächenzustände gut voneinander getrennt werden können. In der anfänglichen Steigung der Kurven ist der Einlauf zu erkennen und die Gesamtmenge an frei werdenden Gasen ist bei der polierten Oberfläche am höchsten.

Bei Erhöhung der Kraft auf 25 N ( $p_0=1,4$  GPa) ergeben sich gegensätzliche Verläufe, die in Abb. 4.60 gezeigt sind. Zwar zeigen die gestrahlten Proben wieder ein rauheitsabhängiges Einlaufverhalten, der Reibwert der polierten Probe liegt aber auf dem gleichen Niveau wie der finale Reibwert der rauen Oberflächen und zeigt ebenfalls einen geringen Einlauf. Das Ausgasverhalten hängt auch hier mit der Rauheit und dem Reibkoeffizienten zusammen, allerdings bedeutet ein hoher gasförmigen Verschleiß nicht zwangsläufig auch einen hohen Festverschleiß, worauf später noch eingegangen wird. Nach etwa 85 min zeigt die polierte Oberfläche außerdem eine Anomalie, den Abriss des bei DLC üblichen Transferfilms.

---

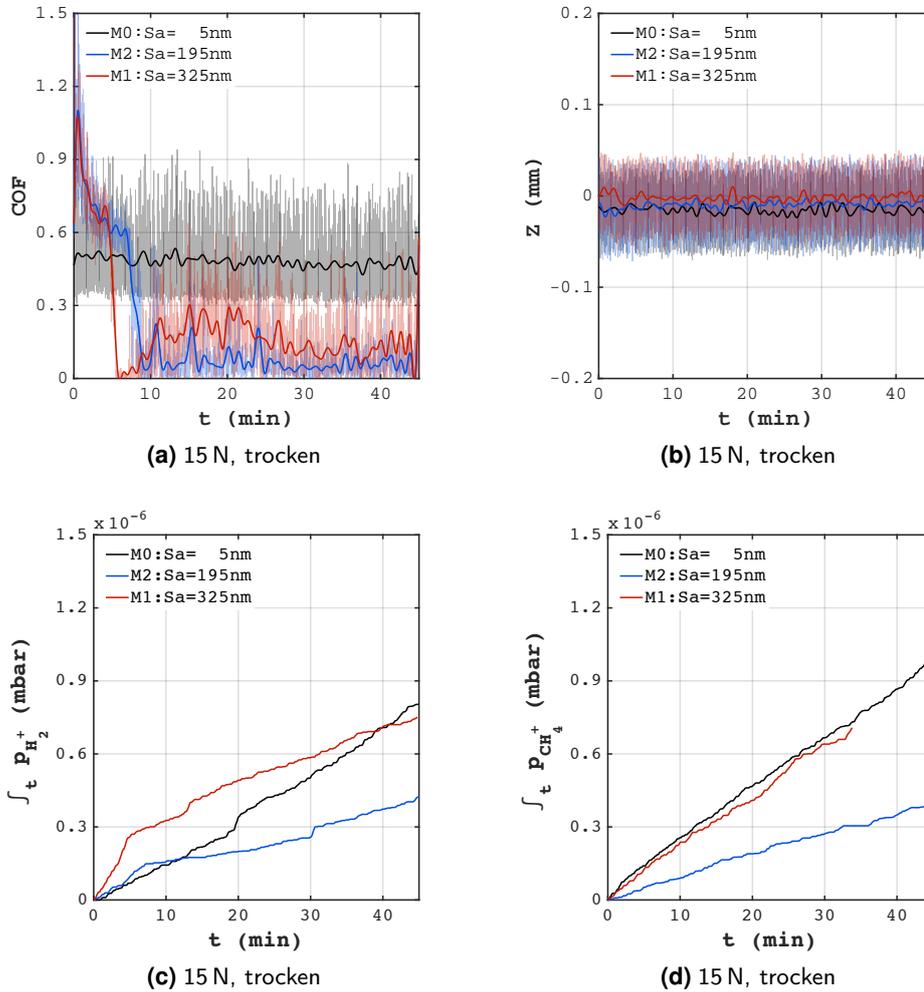
<sup>4</sup>Das Primärsignal ist beispielhaft in Abb. A.14 (b) für die Probe aus M1 zu sehen, das mit den gleichen Kanälen wie in Abb. 4.14 aufgenommen wurde. Da das Signal eine hohe Streuung aufweist und der Einlaufpunkt schwer zu erkennen ist, wurde für die Auswertungen das Integral des Signals verwendet.

Dieser baut sich nach einem erneuten Einlauf unter erhöhtem Verschleiß wieder auf und sorgt für die anschließende Verringerung des Reibwerts. Bei DLC-Schichten kommt es im Zuge tribologischer Belastungen meist zu einer strukturellen Umwandlung, die mittels Raman-spektroskopie nachgewiesen werden kann. Die gemessenen Spektren sind für den unbelasteten und den belasteten Fall in Abb. 4.61 zu sehen. Das Intensitätsverhältnis des D- und G-Peaks  $I(D)/I(G)$ , das in Kap. 3.4.8 beschrieben wurde, ist besonders von Bedeutung, da mit dessen Zunahme eine Umwandlung von  $sp^3$ - zu  $sp^2$ -hybridisierten Bindungen stattfindet. Vereinfacht dargestellt steigt damit der graphitartige Charakter der Schicht, während der diamantartige sinkt.

Um die in Abb. 4.59 und 4.60 gezeigten Verläufe zu analysieren, werden einige Daten daraus mit den Oberflächendaten verknüpft. Zuerst wird das Verschleißverhalten betrachtet, das in Abb. 4.62 (a) und (b) dargestellt ist. In Abb. 4.62 (a) wird die Gesamtverschleißtiefe der Kugel  $h_S$  mit der der Schicht  $h_T$  verglichen. Es ist unschwer zu erkennen, dass die Kugel für beide Lasten deutlich stärker verschleißt als die Schicht. Die Kugel ist aber auch weicher und im dauerhaften Kontakt mit der Schicht, während die Schicht die Kugel nur zyklisch passiert. Eindeutig ist der kontinuierlich steigende Verschleiß mit der Last sowie der Rauheit  $Sa$ . In Abb. 4.62 (b) ist gezeigt, dass sowohl gasförmiger, als auch fester Verschleiß innerhalb eines Oberflächenzustandes mit steigender Kraft zunehmen. Für eine konstante Last von 25 N steigen zwar beide Verschleißarten mit zunehmender Rauheit, bei 15 N führt eine Erhöhung der Rauheit aber zu einem verringerten gasförmigen Verschleiß und gleichzeitig erhöhtem Festverschleiß. Während des Einlaufs ist der anfänglich hohe Startreibwert von einem hohen Schichtverschleiß begleitet, wie in Abb. 4.62 (c) zu sehen ist. Der Reibwert für beide Lastfälle steigt mit der Rauheit, sinkt aber innerhalb eines Oberflächenzustandes mit der Kraft. Entscheidend ist nach Abb. 4.62 (d) der Verschleiß für den finalen Reibwert, der mit dessen Zunahme sinkt.

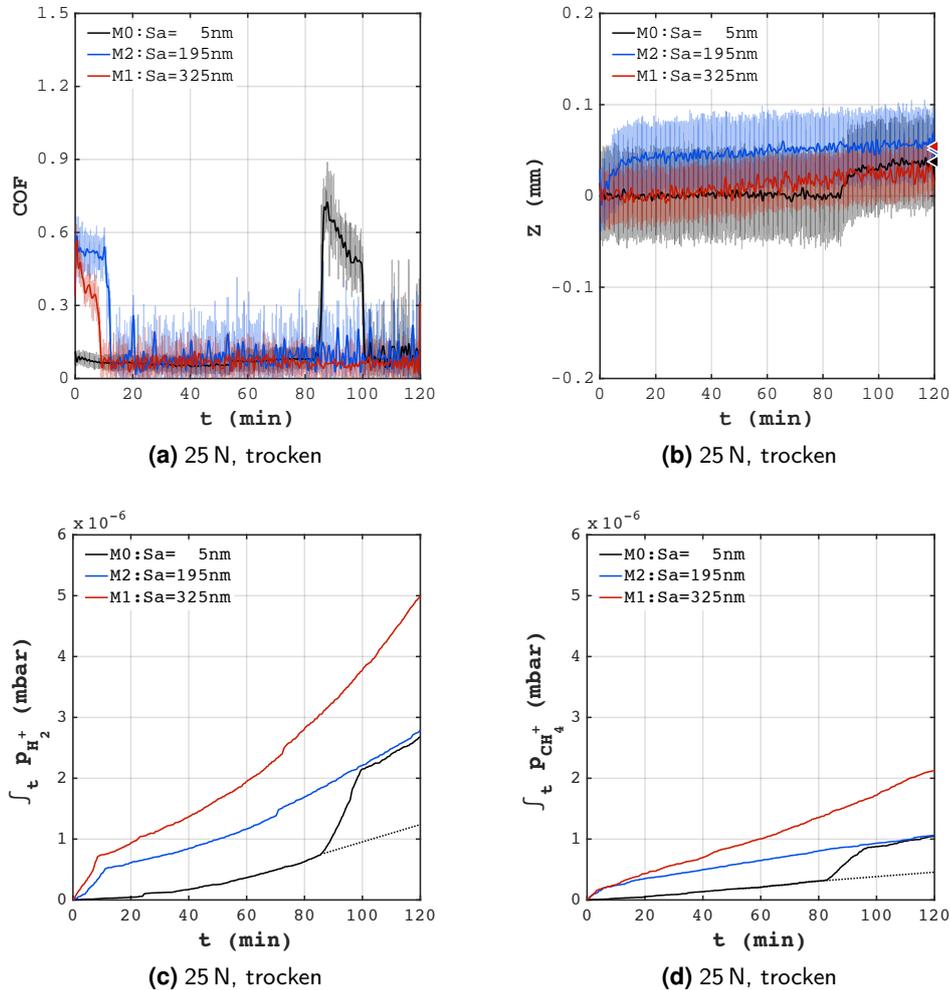
Nun stellt sich die Frage, ob der gasförmige oder der feste Verschleiß zu einer strukturellen Veränderung der Schicht führen. Aus Abb. 4.62 (e) und (f) geht hervor, dass die strukturelle Umwandlung mit beiden Verschleißarten zusammenhängt, aber eine Zunahme des Verschleißes mit der Kraft zu einer geringeren Umwandlung führt. Generell weisen die Schichten auf gestrahlten Oberflächen aus M1 und M2 eine erhöhte Umwandlung gegenüber den polierten Oberflächen auf.

## 4 ERGEBNISSE



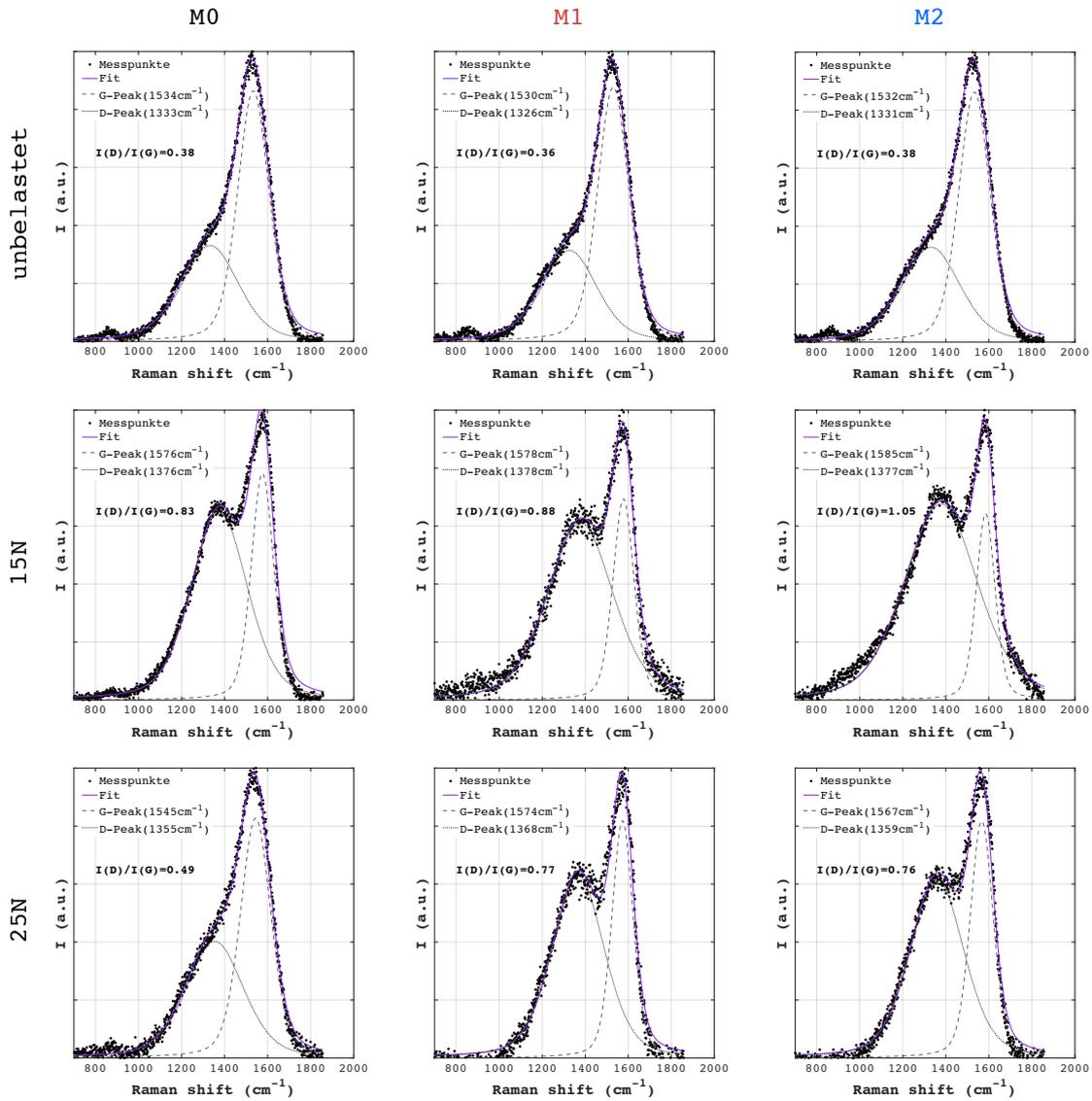
**Abbildung 4.59:** (a) Reibkoeffizient COF der drei verwendeten Oberflächen unterschiedlicher Rauheit als Funktion der Zeit  $t$ . Der Versuch wurde hier mit einer Normalkraft von **15 N** ( $p_0=1,2$  GPa) und einer Drehzahl von 70 U/min durchgeführt. Gezeigt ist der Ausschnitt eines Versuchs mit einer Gesamtdauer von 120 min. (b) Vertikaler Verfahrensweg  $Z$  des Tribometers als Funktion der Zeit. Zusätzlich ist die nach Ende des Versuchs an den Kontaktpartnern gemessene Gesamtverschleißtiefe eingezeichnet, um den Verfahrensweg  $Z$  hinsichtlich des Verschleißes zu evaluieren. (c) Integral des Partialdrucks des Wasserstoffs  $\int_t p_{H_2^+}$ , der während des Versuchs mittels Massenspektrometer detektiert wurde. (d) Das entsprechende Integral des Partialdrucks von Methan  $\int_t p_{CH_4^+}$ .

#### 4.6 Tribologie strukturierter DLC-Schichten



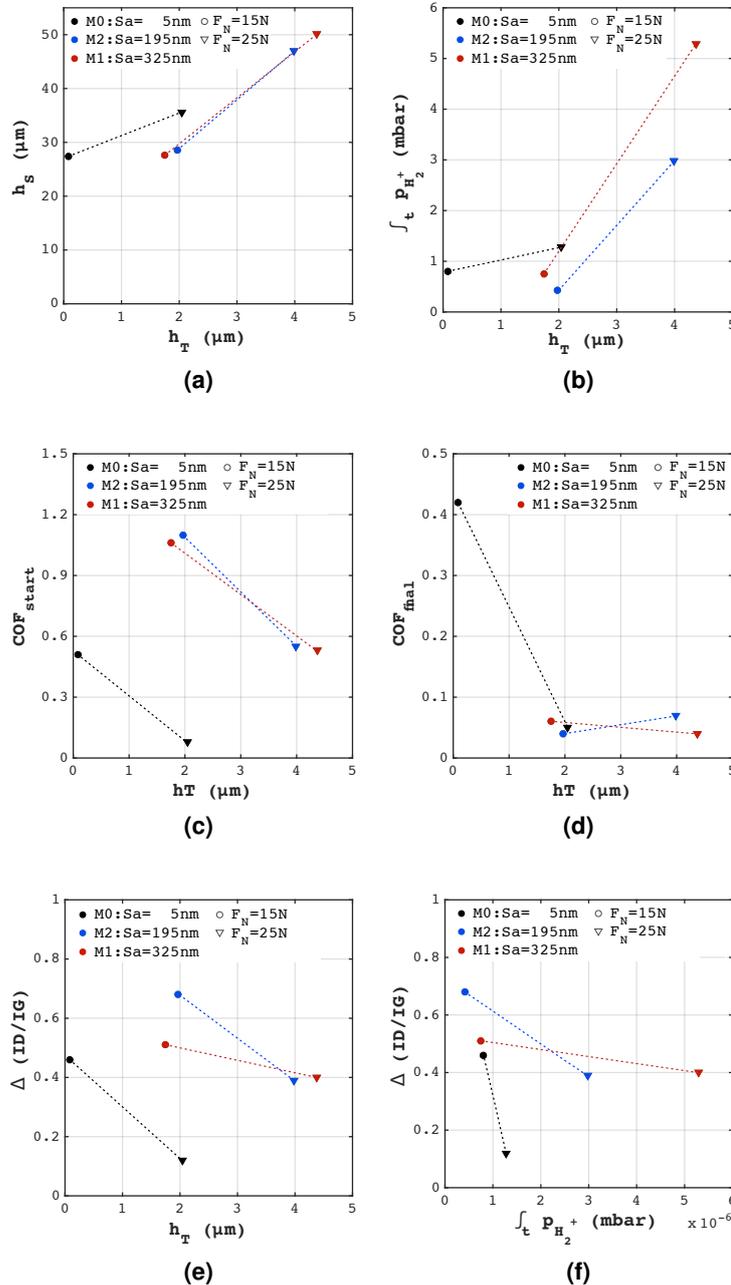
**Abbildung 4.60:** (a) Reibkoeffizient COF der drei verwendeten Oberflächen unterschiedlicher Rauheit als Funktion der Zeit  $t$ . Der Versuch wurde hier mit einer Normalkraft von **25 N** ( $p_0=1,4$  GPa) und einer Drehzahl von 70 U/min durchgeführt. Gezeigt ist ein Versuch mit einer Gesamtdauer von 120 min. (b) Vertikaler Verfahrensweg  $Z$  des Tribometers als Funktion der Zeit. Zusätzlich ist die nach Ende des Versuchs an den Kontaktpartnern gemessene Gesamtverschleißtiefe eingezeichnet, um den Verfahrensweg  $Z$  hinsichtlich des Verschleißes zu evaluieren. (c) Integral des Partialdrucks des Wasserstoffs  $\int_t p_{\text{H}_2^+}$ , der während des Versuchs mittels Massenspektrometer detektiert wurde. (d) Das entsprechende Integral des Partialdrucks von Methan  $\int_t p_{\text{CH}_4^+}$ .

## 4 ERGEBNISSE



**Abbildung 4.61:** Normierte Ramanspektren der DLC-Schicht für den unbelasteten Fall und die mit 15N bzw. 25N belasteten Proben. Gemessen wurde in allen Fällen in der Mitte des Lagerings, also innerhalb der Reibspur.

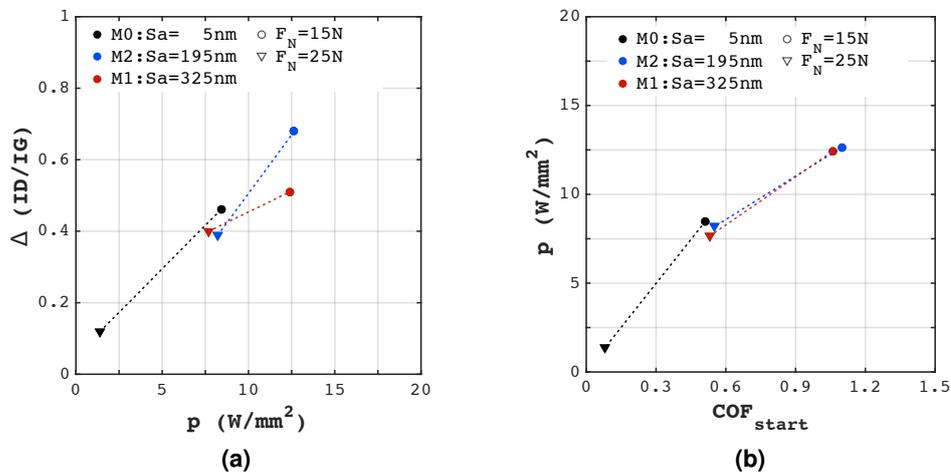
#### 4.6 Tribologie strukturierter DLC-Schichten



**Abbildung 4.62:** (a) Vergleich der Verschleißtiefe der Kugel  $h_S$  und der Schicht  $h_T$ , die am Ende des Versuchs mittels Profilometrie gemessen wurden. (b) Zusammenhang zwischen Festverschleiß der Schicht  $h_T$  und gasförmigem Verschleiß  $\int_t p_{H_2^+}$  (c) Reibkoeffizient vor dem Einlauf  $\text{COF}_{start}$  in Abhängigkeit des Schichtverschleiß. (d) Reibkoeffizient nach dem Einlauf  $\text{COF}_{final}$  in Abhängigkeit des Schichtverschleiß. (e) Änderung der strukturellen Umwandlung der Schicht in Form von  $\Delta(ID/IG)$  als Funktion des festen Schichtverschleiß. (f) Änderung der strukturellen Umwandlung der Schicht in Form von  $\Delta(ID/IG)$  als Funktion des gasförmigen Verschleißes  $\int_t p_{H_2^+}$ .

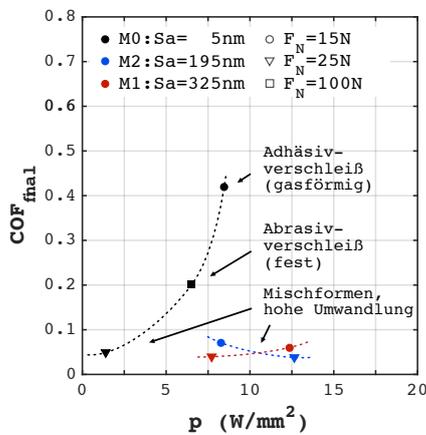
## 4 ERGEBNISSE

Es zeigt sich also, dass die Umwandlung der Schicht weniger ein Produkt des Verschleißes, als vielmehr eine Reaktion der Schicht auf die in das System eingebrachten Energie ist, die zu Verschleiß führt. Das lässt sich anschaulich mit der strukturellen Umwandlung in Abhängigkeit zur Reibleistungsdichte  $p$  in Abb. 4.63 (a) darstellen. So steigt die Umwandlung der Schicht deutlich mit der Oberflächenrauheit, die eine höhere Reibleistungsdichte erwirkt. Interessanterweise nimmt diese aber nicht mit steigender Kraft zu. Abb. 4.63 (b) zeigt zudem, dass die Reibleistung sehr stark mit dem Reibwert während des Einflaufs zusammenhängt, die strukturelle Umwandlung also hauptsächlich dort eingeleitet wird. Diese eindeutigen Zusammenhänge mit der Reibleistungsdichte zeigen deren Stärke als Korrelationsparameter. Denn als kombinierte Größe, die sowohl die Normalkraft, als auch den Verschleiß, den Startreibwert und die geometrische Kontaktfläche enthält, werden durch sie mehrere Faktoren berücksichtigt. So lässt sich damit schließlich ausdrücken, welche Reibleistungsdichte zum Erreichen eines bestimmten finalen Reibwerts notwendig ist. Dieser Zusammenhang ist unter dem Begriff Einlaufkorridor bekannt und in Abb. 4.64 gezeigt. Hieraus ergibt sich, dass die gestrahlten Oberflächen in der Lage sind, deutlich höhere Energien aufzunehmen, mit einem deutlich niedrigeren Reibwert als die polierte Oberfläche bei gleicher Reibleistungsdichte. Die zugrunde liegenden Mechanismen sind Teil der Diskussion.



**Abbildung 4.63:** (a) Änderung der strukturellen Umwandlung der Schicht in Form von  $\Delta(ID/IG)$  als Funktion der Reibleistungsdichte  $p$ . (b) Zusammenhang der Reibleistungsdichte  $p$  und dem Reibwert  $COF_{start}$  während des Einflaufs.

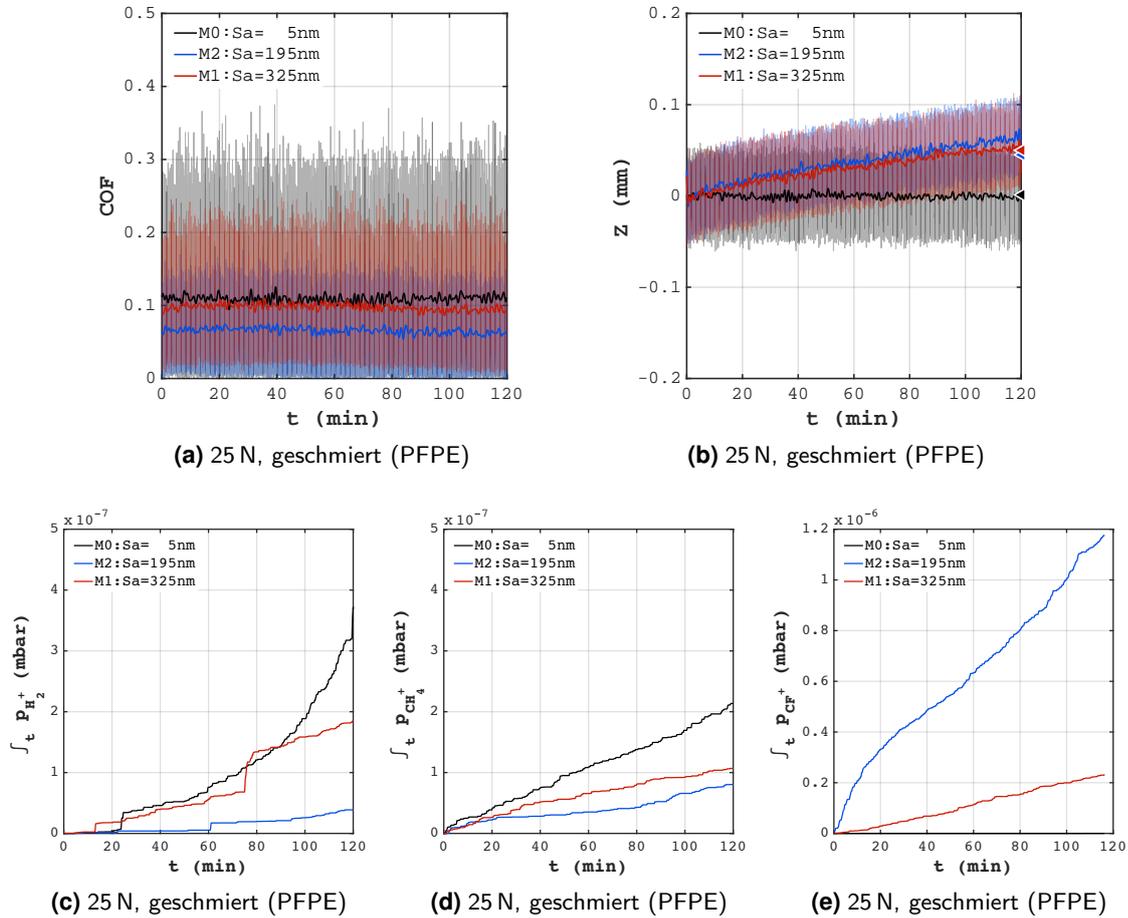
#### 4.6 Tribologie strukturierter DLC-Schichten



**Abbildung 4.64:** Änderung des finalen Reibwerts  $COF_{final}$  nach dem Einlauf als Funktion der Reibleistungsdichte  $p$ . Dieser Zusammenhang ist auch als Einlaufkorridor bekannt. Dieses Diagramm zeigt, dass die gestrahlten Oberflächen zu deutlich höheren Reibleistungsdichten und gleichzeitig niedrigeren Reibwerten führen, als polierte Oberflächen. Dabei spielen die Verschleißmechanismen eine wesentliche Rolle und lassen sich mit Hilfe dieses Diagramms für die polierte Oberfläche gut trennen. Während bei 15 N adhäsiver Verschleiß überwiegt, ist bei 100 N abrasiver Verschleiß dominant. Bei 25 N lag eine Kombination aus beiden Mechanismen vor. Die gestrahlten Oberflächen wiesen durchgehend gleichbleibende Verschleißmechanismen auf.

Um zuletzt zu untersuchen, inwieweit sich die erhöhte Energieeinleitung auf gestrahlten Oberflächen auf einen Schmierstoff auswirkt, wurde der Versuch mit einer Last von 25 N unter Zugabe des Schmierstoffs Perfluorpolyether (PFPE) wiederholt. Dieser ist vakuumstabil und hat den Vorteil, dass die Freigabe von Wasserstoff unter tribologischer Belastung durch die mit Fluor terminierten Kohlenstoffverbindungen nicht möglich ist. Daher kann der in diesem Versuch detektierte Wasserstoff direkt der Schicht zugeordnet werden. Die Ergebnisse dieses Versuchs sind in Abb. 4.65 gezeigt. Der Reibwert in Abb. 4.65 (a) und der Verschleiß in Abb. 4.65 (b) sind in der Höhe mit dem ungeschmierten Fall vergleichbar, jedoch ist für keinen Oberflächenzustand ein Einlaufverhalten zu erkennen. Alle Werte zeigen einen weitgehend konstanten Verlauf. Allerdings sind die Reibwerte der gestrahlten Oberflächen im Vergleich zu den polierten etwas niedriger, bei gleichzeitig höherem festem Verschleiß, aber mit deutlich niedrigerem gasförmigen Verschleiß, wie in Abb. 4.65 (c) und (d) zu erkennen ist. Abb. 4.65 (e) zeigt für den Oberflächenzustand aus M2 die mit Abstand am stärksten ausgeprägte Gasentwicklung aus dem Schmierstoff in Form von  $CF^+$ , die mit der Schmierstoffzersetzung gleichbedeutend ist. Ohne weitere Korrelationen zu zeigen, ist diesem Versuch zu entnehmen, dass die Schicht- und Schmierstoffzersetzung ein gegenläufiges Verhalten aufweisen. Während der Reibwert mit zunehmendem gasförmigen Verschleiß in Form von  $H_2^+$  zunimmt, nimmt er mit zunehmender Zersetzung des Schmierstoffs in Form von  $CF^+$  ab. Die Menge an ausgasendem  $H_2^+$  steigt außerdem sukzessive mit der Rauheit, bei dem ausgasendem  $CF^+$  scheint es für die Rauheit aus M2 ein Optimum zu geben. Zusammenfassend ist für einen niedrigen Reibwert ein gewisser Energieeintrag in die Schicht notwendig. Ist dieser ausreichend, führt Partikelverschleiß zur Ausbildung des Transferfilms zwischen Kugel und Schicht, der die Reibung verringert. Die Reibung wird im geschmierten Fall zusätzlich mit zunehmendem Energieeintrag in den Schmierstoff verringert.

## 4 ERGEBNISSE



**Abbildung 4.65:** (a) Reibkoeffizient der drei verwendeten Oberflächen unterschiedlicher Rauheit als Funktion der Zeit  $t$ , geschmiert mit PFPE. Der Versuch wurde hier mit einer Normalkraft von 25 N ( $p_0=1,4$  GPa) und einer Drehzahl von 70 U/min durchgeführt. Gezeigt ist ein Versuch mit einer Gesamtdauer von 120 min. (b) Vertikaler Verfahrensweg  $Z$  des Tribometers als Funktion der Zeit. Zusätzlich ist die nach Ende des Versuchs an den Kontaktpartnern gemessene Gesamtverschleißtiefe eingezeichnet, um den Verfahrensweg  $Z$  hinsichtlich des Verschleißes zu evaluieren. (c) Integral des Partialdrucks des Wasserstoffs  $\int_t p_{\text{H}_2^+}$ , der während des Versuchs mittels Massenspektrometer detektiert wurde. (d) Das entsprechende Integral des Partialdrucks von Methan  $\int_t p_{\text{CH}_4^+}$ . (e) Das entsprechende Integral des Partialdrucks von  $\text{CF}^+$   $\int_t p_{\text{CF}^+}$ .

## 5.1 Strahlbehandlungen

Das Ziel des Mikrostrahlens und der nachgelagerten Verfahren war die reproduzierbare Herstellung von Oberflächen mit definierter Topografie und bestimmtem Gehalt an Strahlmittelrückständen, um darauf DLC-Schichten abzuscheiden. Vor dem Hintergrund der in Kap. 3.2 festgelegten Parameter und der in Kap. 4.2 gezeigten Ergebnisse, wurde dieses Ziel hinreichend erreicht. Die Fehlerbalken der gezeigten Verläufe sind durchweg niedrig und bei keiner der durchgeführten Strahlbehandlungen war eine erwähnenswerte Abweichung der erwarteten Oberflächeneigenschaften unter Einhaltung der Strahlparameter zu beobachten. Die exakte Einstellung der Strahlparameter in den dafür modifizierten Strahlanlagen war dabei essenziell für das Erreichen einer reproduzierbaren Oberflächenbearbeitung.

Die Oberflächentopografie des Strahlguts nach dem Strahlen wird in Form von Rauheitsparametern meist als Funktion des Strahlendrucks, des Strahlabstands und des Strahlmitteldurchmessers angegeben [Schulze, 2002; Harada, 2007], da diese die kinetische Energie der Strahlkörner bestimmen. In dieser Arbeit hat sich allerdings gezeigt, dass im Besonderen der Strahlwinkel für die Ausbildung topografischer Strukturen ausschlaggebend ist, die in Abb. 2.4 skizziert wurden. Denn während sich mit dem Strahldruck lediglich deren Ausprägung ändert, kommt es durch Variation des Strahlwinkels zu einem Wechsel zwischen den topografischen Strukturen, die letztlich die Oberflächencharakteristik ausmachen.

## 5 DISKUSSION

Beim Mikrostrahlen fand in der vorliegenden Arbeit eine sehr starke Variation des Strahlwinkels statt, mit Winkeln bis zu  $10^\circ$ . Meist wird beim Strahlen allerdings zu einem Winkel nahe  $90^\circ$  geraten, um maximale Druckeigenstressungen zu erreichen [Champaigne, 1989; Higounenc, 2005]. Auf der anderen Seite ist die Kollision von Strahlmittelteilchen nach dem Auftreffen auf der Oberfläche unter einem Strahlwinkel von  $90^\circ$  sehr wahrscheinlich, weshalb auch von einem optimalen Strahlwinkel leicht unter  $90^\circ$  berichtet wird. Die Ergebnisse dieser Arbeit zeigten, dass das Strahlen auch bei flachen Winkeln seine Berechtigung hat, besonders wenn es primär um die Ausbildung spezieller Topografien geht und nicht um die Oberflächenverfestigung. Alternativ ließe sich das Eigenspannungsprofil über steile Strahlwinkel erzeugen und die Oberflächentopografie im Nachgang über flache Strahlwinkel.

Neben der Substrattopografie wurde die Relevanz von implantierten Strahlmittelrückständen in dieser Arbeit besonders deutlich, obwohl diese häufig unerwünscht sind. Hier war die Implantation von Strahlmittelrückständen als möglicher Haftvermittler jedoch ausdrücklich erwünscht. Dass hier eine so intensive Belegung der Oberflächen mit Strahlmittelrückständen beobachtet werden konnte, liegt zum einen an der geringen Korngröße des Strahlmittels und zum anderen an dessen hohen Härte ( $\approx 2000$  HV) im Vergleich zum Substrat ( $\approx 850$  HV). Diese beiden Faktoren sind laut [Harris, 1999] die Haupteinflüsse für Strahlmittelimplantationen. Bei größeren Korngrößen und duktileren Strahlmitteln wird dort von weniger oder keinen Rückständen berichtet. In [Wigren, 1988] und [Amada, 1999] wurde zusätzlich die Abhängigkeit der Menge an Strahlmittelrückständen vom Strahlwinkel beleuchtet, allerdings nur zwischen  $45^\circ$  und  $90^\circ$ . Das Ergebnis der stetigen Zunahme der Strahlmittelrückstände mit steigendem Winkel ist dennoch mit dieser Arbeit vergleichbar. Nach den Ergebnissen aus Kap. 4.2.3 ist eine nach dem Mikrostrahlen mit Wolframkarbid vollständig saubere Oberfläche auch sehr unwahrscheinlich. Insbesondere bei der Größe des Partikelstaubs im nm-Bereich, der aus dem Abrieb der Strahlmittelkörner untereinander stammt. Ähnliche Implantationstiefen des Strahlmittels wie in dieser Arbeit wurden in [Kameyama, 2007] gefunden ( $3 \mu\text{m}$  Tiefe bei  $45\text{-}75 \mu\text{m}$  Korngröße und vergleichbaren Strahlbedingungen).

Vom Entfernen der Strahlmittelrückstände mittels Ätzen muss nach den Ergebnissen aus Kap. 4.4.3 abgeraten werden. Neben der Interfaceschwächung durch Porenbildung wird laut [Groesbeck, 1925] das Eisen beim Ätzen durch den entstehenden Sauerstoff (Gleichung 3.1) passiviert und somit vor einem Ätzangriff geschützt. Das geht mit einer Oxidierung der Oberfläche einher, die sich negativ auf die Schichthaftung auswirken kann. Das kann durch die Haftergebnisse auf Oberflächen der Methode M3 bestätigt werden (Abb. 4.37).

Man muss an dieser Stelle einräumen, dass der gewünschte Effekt des Ätzens, nämlich die Trennung der kugelstrahlbedingten Oberflächeneigenschaften Rauheit und Strahlmittelrückstände, aufgrund der negativen Begleiterscheinungen des Ätzens nicht möglich war. Dass die Oberflächeneigenschaften durch das Strahlen nicht unabhängig voneinander geändert werden können, wurde ausführlich in [Scholtes, 1993] beschrieben und kam daher nicht unerwartet. Dennoch hat es die Identifikation der Oberflächencharakteristika, die sich vorrangig auf die Schichthftung auswirken, erschwert. Was sich in dieser Arbeit als äußerst effektiv zur Kompensation negativer Effekte des reinen Kugelstrahlens (lose Verunreinigungen, einzelne sehr hohe Asperiten) und des Ätzens erwiesen hat, war das Nassstrahlen unter flachen Winkeln mit abrasivem Strahlmittel kleiner Korngröße. Damit wurde eine Nachbehandlungsmethode entwickelt, die verlässlich Rückstände entfernt und schonend glättet, ohne die Kugelstrahltopografie oder das Eigenspannungsprofil zu zerstören. Beim Nassstrahlen ist aber aufgrund des mitgeführten Wassers Vorsicht bei korrosionsanfälligen Oberflächen geboten, da diese bei zu langen Strahlbehandlungen während des Prozesses korrodieren.

Obwohl die Auswirkungen des Strahlens für jede Materialpaarung aus Strahlmittel und Strahlgut unterschiedlich ausfallen können, sind die zugrunde liegenden Mechanismen der Verformung dennoch für alle Strahlbehandlungen vergleichbar. Es ist also sehr wahrscheinlich, dass die hier gemachten Beobachtungen zum Wachstum und zur Schädigung von DLC-Schichten auf gestrahlten Oberflächen auch auf andere Strahlbehandlungen und Substratmaterialien übertragen werden können. An dieser Stelle muss allerdings betont werden, dass in dieser Arbeit durchweg mit neuem Strahlmittel gearbeitet wurde. In der Praxis wird mit neuem Strahlmittel zunächst gestrahlt, bis sich ein stationärer Zustand aus Bruchstücken und (verrundeten) Strahlkörnern einstellt. Mit diesem stationären Zustand könnten sich beim Mikrostrahlen andere Oberflächeneigenschaften einstellen.

Die parameterabhängige Strahlintensität aus Abb. 4.2 zeigt mit der Literatur vergleichbare Werte für ähnliche Korngrößen des Strahlmittels [Herzog, 1996; Biggs, 1999]. Die Eigenspannungen über die Almenintensität anzunähern ist aufgrund der unterschiedlichen Materialien der genormten Almenstreifen und des Substratmaterials problematisch und sollte nicht vorgenommen werden (vgl. Kap. 4.2.1). Die Eigenspannungen mittels XRD zu quantifizieren war im Rahmen dieser Arbeit nicht möglich. Da zusätzlich die Änderung der Randschicht-härte sogar für die höchste Strahlintensität sehr gering ausfiel (Abb. 4.3) und auf die Indentation kaum einen Einfluss zu haben scheint (Abb. 4.52, unbeschichtet), spielen beide Größen für die Evaluation der Haftung hier nur eine untergeordnete Rolle.

## 5.2 Die Schichthftung auf gestrahlten Substraten

Im Hinblick auf die Delaminationsfläche wurde auf gestrahlten Substratoberflächen eine messbare Verbesserung der Schichthftung gegenüber polierten erzielt, sofern primär adhäsives Schichtversagen aufgrund mangelnder Adhäsion vorliegt, wie in Kap. 4.4.1 und 4.4.2 gezeigt wurde. Dass für den Fall der mangelhaften Adhäsion auch wirklich meist adhäsives Schichtversagen vorliegt, konnte durch die Analyse des Schädigungsbildes der Delaminationsfläche auf polierten Oberflächen belegt werden (Abb. 4.24). Demnach war davon auszugehen, dass eine Veränderung des Interface mittels Strahlen einen direkten Einfluss auf die Entwicklung der Delaminationsfläche im Sinne einer Haftungsverbesserung durch eine erhöhte mechanische Verankerung hat. Das wurde durch Abb. 4.25 bestätigt und als Oberflächenparameter, die diesen Einfluss besonders gut beschreiben, haben sich die Rauheitsparameter  $Ra$  und  $Rq$  sowie die Oberflächenenergie  $\gamma$  als ausreichend erwiesen. Dabei führt allerdings nur die Erhöhung des dispersen Anteils der Oberflächenenergie zu einer Haftungsverbesserung, der durch die Rauheit dominiert wird. Der polare Anteil, dessen Ursprung sehr wahrscheinlich Wasser- oder Lösungsmittelrückstände aus dem absichtlich nicht durchgeführten Reinigungsprozess sind, führt hingegen zu einer Haftungsverschlechterung. Die verbesserte mechanische Verankerung ließ sich durch die Zunahme kohäsiver Versagensanteile in Form von Schichtrückständen begründen, die durch die chemische Analyse der Delaminationsfläche quantifiziert wurden (Abb. 4.28). Um zu überprüfen, ob es sich tatsächlich um Delamination vom Substrat oder kohäsives Versagen handelt, ist dazu nach Haftungstests generell zu raten. Die Ursachen für schlechte Adhäsion, wie Verunreinigungen oder mangelnde chemische Affinität zwischen den Bindungspartnern [Mattox, 1965], können durch eine Strahlbehandlung also bis zu einem gewissen Grad ausgeglichen werden. Dass für den Fall der mangelhaften Adhäsion nur die Methoden M2 und M4 gezeigt wurden, liegt daran, dass die negativen Einflüsse loser Strahlmittelrückstände aus M1 (Abb. 4.34) und der Interfaceschwächung durch das Ätzen aus M3 (Abb. 4.36) bekannt waren.

Für den Fall einer hinreichend guten Adhäsion zwischen Substrat und Schicht wurden aber alle Methoden betrachtet, um ein vollständiges Bild aller erzeugten Oberflächen zu liefern und insbesondere die Relevanz des Nassstrahlens zu beleuchten. Hier war aber keine nennenswerte Verbesserung der Haftung gestrahlter gegenüber polierter Oberflächen zu erkennen. Die Ausdehnung der Delaminationsfläche war im besten Fall sehr ähnlich (Abb. 4.23). Außerdem ließen sich die strahlbedingten Oberflächeneigenschaften weniger eindeutig mit den Ergebnissen der Haftungstests verknüpfen. Die beobachtete Zunahme der Delaminationsfläche mit  $Ra$ ,  $Rdq$  und  $f_S$  kann folgende Ursachen haben:

## 5.2 Die Schichthaftung auf gestrahlten Substraten

- Die Steigerung der Rauheit durch Variation der Strahlparameter erfolgt unter Erhöhung der Strahlintensität. Mit dieser nehmen alle strahlbedingten Oberflächenänderungen zu, sodass der Effekt der Rauheit nicht gesondert betrachtet werden kann. Das wird besonders in Abb. 4.37 deutlich, in der alle wichtigen Oberflächenveränderungen mit der Delaminationsfläche korreliert wurden, die für allen Fälle eine Zunahme zeigte. Dass die Eigenspannungen und die Randschichthärte hier außer Acht gelassen wurden, wurde im vorangehenden Kapitel erläutert.
- Die Steigerung der Rauheit könnte durch eine verbesserte mechanische Verankerung der Schicht und die verstärkte Rissablenkung am Interface zu einer Zunahme dessen Risszähigkeit führen und verlagert folglich die Schichtschädigung hin zu kohäsiven Anteilen, die sich oberhalb des Interface ausbreiten (vgl. Abb. 4.50).
- Die Rauheitsparameter  $Ra$  und  $Rdq$  sowie  $f_S$  sind stark vereinfachende Kenngrößen zur Beschreibung der Oberfläche. Komplexere Kennwerte, die die Oberfläche in ihrer Gesamtheit beschreiben, könnten eine eindeutigere Abhängigkeit zur Delaminationsfläche hinsichtlich der mechanischen Verankerung aufweisen.

Letzt genannten Punkt berücksichtigen die Diagramme, die in Abb. 4.31 gezeigt sind. Dabei wurde die Vergrößerung der Oberfläche  $f_S$  mit deren vertikalen Ausdehnung  $Rq$  normiert, die den Grad der Rissablenkung maßgeblich beeinflussen kann. Außerdem wurde der mittlere Radius der Asperite  $ra$  über Powerspektren sowie die Korrelationslänge  $\delta$  als Maß der Selbstähnlichkeit der Oberfläche angegeben. Mit deren Zunahme war eine Verringerung der Delaminationsfläche zu beobachten. Für eine verbesserte mechanische Verankerung schienen nach Abb. 4.31 also besonders gestrahlte Oberflächen mit einer großen Oberflächenvergrößerung bei kleiner vertikaler Ausdehnung, hohem fraktalen Charakter und großen Asperitenradien von Vorteil zu sein. Man kann davon ausgehen, dass dadurch die spezifische Adhäsion der Schicht verbessert wird, indem die Adhäsionsarbeit  $\gamma_d$  über die Vergrößerung von  $\gamma_S$  aufgrund einer gesteigerten Rauheit erhöht wird (vgl. Kap. 2.5). Die Bedeutung fraktaler Größen für die Schichthaftung wurde in [Amada, 1996; Amada, 1998; Amada, 2000] besonders hervorgehoben. Deren Verwendung im Zusammenhang mit der Bewertung der Adhäsion wurde als weitaus sinnvoller erachtet, als die Verwendung üblicher Rauheitskenngrößen. Dort wurde für Plasmaspritzschichten auf gestrahlten Oberflächen ein Haftungsmaximum bei einem Strahlwinkel von etwa  $75^\circ$  gefunden, da dort die fraktale Dimension ein Maximum erreicht. Das wäre vergleichbar mit den in der vorliegenden Arbeit unter einem Winkel von  $60^\circ$  gestrahlten Oberflächen, wie in Abb. 4.32 zusammengefasst ist.

## 5 DISKUSSION

Die fraktale Dimension zeigt zwar für die Methode M2 ein Maximum bei  $60^\circ$ , das Minimum der Delaminationsfläche wurde aber für Strahlwinkel von  $10^\circ$  und  $90^\circ$  gefunden. Der direkte Zusammenhang der fraktalen Dimension  $D$  mit der Delaminationsfläche  $A_{D,n}$  in Abb. 4.32 (c) zeigt zwar eine Haftungsverbesserung mit zunehmender fraktaler Dimension, insbesondere nach dem Nassstrahlen, man muss aber auch hier wieder bedenken, dass die schlechte Haftung bei der Methode M1 von vielen Faktoren gleichzeitig abhängt.

Die Strahlmittelimplantationen haben sich hinsichtlich der Haftung der DLC-Schicht zu einem gewissen Grad als vorteilhaft erwiesen. Sie müssen dafür aber fest im Substrat verankert sein, damit sich keine Interfaceschwächung ergibt. Dass der Einfluss des Wolframs auf die Schichthaftung mit dessen Menge in Abb. 4.29 steigt (siehe Fehlerbalken), könnte mit dem Bedeckungsgrad des Wolframs auf der Oberfläche zusammenhängen. Je höher der Wolframgehalt ist, desto höher ist der Bedeckungsgrad (vgl. Abb. A.8 und Abb. A.9). Damit steigt die Wahrscheinlichkeit bei einer der Indentationen Strahlmittelrückstände zu treffen, die für die Schichtschädigung relevant sein können. Die Delaminationsfläche wurde aus fünf über die Oberfläche verteilten Indentationen bestimmt, sodass es bei einem geringen Bedeckungsgrad durchaus möglich ist, dass manche Indentationen über unterschiedlich viel Strahlmittelrückständen durchgeführt wurden als andere. Die Vorteile der Strahlmittelrückstände wurden ebenfalls in [Horiuchi, 2010] ausgenutzt. Dort konnte eine signifikante Verbesserung der Schichthaftung auf Aluminium (Erhöhung der kritischen Delaminationslast) durch implantierte Strahlmittelrückstände und ein dem Strahlen nachgelagertes Glätten (Polieren) erzielt werden. Die Rolle der implantierten Wolframkarbidpartikel wird darin als dominierend angesehen und sogar als Haftschrift aufgefasst. Sind diese allerdings lose, wurde auch dort in vielen Fällen eine Verschlechterung der Haftung beobachtet. Allerdings fand dabei keine Bewertung der Schichteigenschaften in Abhängigkeit der Menge an implantierten Strahlmittelrückständen statt. In der vorliegenden Arbeit konnte der Einfluss der Strahlmittelrückstände hingegen mit deren Menge und den Strahlparametern korreliert werden. Außerdem stellt das Nassstrahlen gegenüber dem Polieren als Nachbehandlung insofern einen Vorteil dar, als dass die Bearbeitungstiefe dieses abrasiven Strahlprozesses deutlich höher ist und daher neben der Spitzenglättung lose Strahlmittelkörner effektiver entfernt werden können.

In [Kameyama, 2007] wird von einer verbesserten Haftung durch die Härtesteigerung beim Strahlen gesprochen, da die mechanischen Eigenschaften von Substrat und Schicht dadurch ähnlicher sind und die Stützkraft des Substrats erhöht wird. Das konnte in dieser Arbeit so nicht beobachtet werden, vor allem, weil sich die Einflusszone des Strahlens als sehr oberflächennah erwiesen hat.

### 5.3 Schichtschädigung auf gestrahlten Substraten

Zwar kann man aus den in der vorliegenden Arbeit gemachten Beobachtungen eine Haftverbesserung ableiten, um das Haftergebnis aber als solches bewerten zu können, muss die Auswahl des Hafttests diskutiert werden. Die Gründe für die Rockwellindentation als Hafttest wurden bereits in Kap. 3.4.5 genannt. Man muss aber in Betracht ziehen, dass die Indentation die Haftung der Schicht nur indirekt beschreibt. Denn die Schichtablösung erfolgt in einem Bereich, der gar nicht im Kontakt zum Indenter steht. Dieser Bereich erfährt durch einen komplexen Spannungszustand im Substrat eine massive plastische Verformung, die nach mehrfacher Bildung zirkularer und radialer Risse schließlich zur Schichtablösung führt. Was man also hier beobachtet, ist die Zerstörung der Schicht (Rissnetzwerk) als Antwort auf die induzierte Belastungssituation und keine Abzugskraft pro Delaminationsfläche. Das ist auch der Grund dafür, dass die nach Tab. A.3 vorgeschlagenen Amplitudenparameter zur Adhäsionsbewertung hier keine zufriedenstellenden Zusammenhänge ergaben, dafür vielmehr die Funktionalparameter sowie fraktale Größen. Zudem ist bei den gezeigten hohen kohäsiven Schädigungsanteilen die Delaminationsfläche keine Fläche echter Delamination, also adhäsiver Schichtablösung. Aus diesem Grund wurde die in Kap. 2.2.3 gezeigte Verbundfestigkeit nicht berechnet. Zwar war die Indentationslast bekannt, nicht aber die Kraft, die zur Delamination beiträgt. Dadurch wird die strukturelle Schädigung der Schicht umso bedeutender, die im Folgenden diskutiert wird.

### 5.3 Schichtschädigung auf gestrahlten Substraten

Neben der mechanischen Verankerung der Strahlmittelrückstände spielt die oben angesprochene Rissablenkung am Interface, also der Substrattopografie, eine tragende Rolle für die Ausdehnung der Delaminationsfläche. Das konnte mit Hilfe der in Abb. 4.45 gezeigten FIB-Schnitte belegt werden. Je steiler Rauheitsspitzen sind, desto stärker erfolgt die Rissablenkung und die Delaminationstendenz sinkt. Gleichzeitig führen hohe Asperiten mit sehr spitzem Winkel allerdings zu einer immensen Spannungsüberhöhung im Kontakt, die schon früh Schichtschädigungen hervorruft. Die nachträglich nassgestrahlten Oberflächen innerhalb der Methode M2 schienen die optimale Balance zwischen diesen beiden Effekten aufzuweisen.

Zur eingehenden Untersuchung dieses Schädigungsverhaltens von DLC-Schichten auf gestrahlten Oberflächen war zunächst die Untersuchung des Schichtwachstums auf den rauen Oberflächen notwendig, wie sie in Kap. 4.3.3 beschrieben ist. Die entscheidende Erkenntnis war hier, dass die raue Oberfläche der Substrate zu einer veränderten Schichtstruktur über die gesamte Schichtdicke hinweg führt und nicht nur zu einer rauerer Schichtoberfläche.

## 5 DISKUSSION

Die Schichtstruktur selbst hat sich neben der Kontaktmechanik an rauen Oberflächen als dominierender Faktor für die Rissbildung und -ausbreitung herausgestellt, da sie in gewisser Weise Sollbruchstellen enthält. Das Schichtwachstum auf derartig rauen Oberflächen wurde auch in [Singh, 2008] untersucht, mit zu Abb. 4.45 vergleichbaren Ergebnissen hinsichtlich Wachstums- und Rissstruktur. Dort wurde auch von einer höheren Abscheiderate an Rauheitsspitzen sowie von einer Einglättung der Rauheitstäler berichtet, die den gleichen Prinzipien folgt wie der in Kap. 2.2.2 angesprochene Kanteneffekt. Die sich auf diesen Oberflächen unter Last ausbildende Rissstruktur zeigte eine Abhängigkeit von der Rauheit, wie sie in Kap. 4.5 beschrieben wurde. In [Cavaleiro, 2006] (S.165, Bild f) wurden für etwas glattere Proben mit Unregelmäßigkeiten sehr ähnliche Beobachtungen gemacht. Die zugrunde liegenden Wachstums- und Schädigungsmechanismen können demnach (für PECVD) als weitgehend allgemeingültig betrachtet werden. Durch die veränderte Wachstumsstruktur beschränkt sich die Schichtschädigung unter der Indentation nicht nur auf die Oberfläche und damit die Kontaktfläche, sondern erfolgt innerhalb des gesamten Schichtsystems. Der Hauptunterschied der Schichtschädigung besteht also darin, dass Schichten auf polierten Substraten unter Last einzelne und definierte Risse aufweisen, während Schichten auf gestrahlten Oberflächen ein komplexes Rissnetzwerk bilden. Dieses Verhalten konnte durch viele verschiedene und voneinander unabhängige Experimente nachgewiesen und mittels akustischer Rissdetektion bis zu einem gewissen Grad quantifiziert werden.

Die akustische Rissdetektion hat sich für die Analyse der Schichtschädigung insgesamt als probates Mittel erwiesen und wird zu ähnlichen Zwecken sehr häufig verwendet [Kustas, 1994; Belmonte, 2003; Zaidi, 2006]. Der Unterschied der akustischen Emission zwischen DLC-beschichteten polierten und gestrahlten Substraten wurde mittels Rockwellindentation auch in [Horiuchi, 2010] untersucht. Dort zeigte sich ebenfalls die Ausbildung eines feinen Rissnetzwerks für die rauen Oberflächen. Ein wichtiger Faktor bei der akustischen Rissdetektion ist die Einstellung der Auslöseschwelle des AE-Sensors. Diese erfolgte derart, dass tatsächlich der erste Ringriss der Indentation auf polierten Oberflächen detektiert wurde (Abb. 4.41). Entscheidend für die Auswertung kann dabei der Signaltyp sein, welcher zur Rissdetektion herangezogen wird. Jeder Akustiksensoren liefert nämlich eine Reihe verschiedener Signaltypen, die für den hier verwendeten Sensor im Schaltbild in Abb. 3.10 skizziert sind. Für alle Analysen wurde ausschließlich das APK-Signal verwendet, weil es die detektierten Peaks etwas aufweitet und so die zeitliche Auswertung des Signals erleichtert. Es wurde allerdings nicht eingehend geprüft, ob andere Signale zu anderen Ergebnissen als den gezeigten führen würden, weil die Bildung und Ausbreitung von Rissen während der Indentation der Schichten hinreichend gut detektiert werden konnte.

### 5.3 Schichtschädigung auf gestrahlten Substraten

Die Analysen der akustischen Rissdetektion mittels Weibullstatistik zeigten zwar deutlich die Unterschiede zwischen gestrahlten und polierten Oberflächen (Abb. 4.39 und 4.40), für jeden Oberflächenzustand konnte diese aber nur für 10 Indentationen durchgeführt werden. In der Literatur wird bei spröden Materialien und großen Streuungen der Messwerte zu mindestens 30-100 Messungen geraten, um der Statistik zu genügen [Barry Carter, 2007]. Wegen der Fülle verschiedener Oberflächentypen war diese Menge an Messungen nicht durchzuführen, obwohl die Streuungen der Weibullkurven aus Abb. 4.39 durch mehrere Messungen sicherlich geringer ausgefallen wären. Daher wurde die Weibullstatistik nur zum groben Vergleich zwischen polierten und gestrahlten Oberflächen herangezogen und nicht zusätzlich mit den einzelnen Oberflächenparametern korreliert.

Als unersetzlich für die Analyse der Schichtschädigung auf gestrahlten Oberflächen haben sich die Querschnitte mittels FIB erwiesen. Insbesondere die präferierte Rissbildung an bestimmten Stellen der Schichtmorphologie (Zwickeln, Asperiten) sowie der Mechanismus der kohäsiven Schichtschädigung auf gestrahlten Oberflächen in Form von Rissablenkung konnten gezeigt werden. In [Thomsen, 1998] wurde die hier beobachtete Schichtschädigung auch energetisch betrachtet. Dass das Risswachstum und das Schädigungsbild von Beschichtungen von deren Wachstumsstruktur abhängt, wurde zudem in [Weber, 2015] beschrieben. Auch dort verliefen Risse vornehmlich entlang von Zwickeln in der Schicht.

Die Analyse der Schichtstruktur berücksichtigte in den gezeigten Ergebnissen nur die mikroskopisch sichtbare Struktur und Rissnetzwerke. Dabei wurde nicht gezeigt, ob sich die chemische Struktur der Schichten ändert. Diese wurde mittels Ramanspektroskopie intensiv untersucht, die Ramanspektren zeigten allerdings keine nennenswerten Unterschiede zwischen den polierten und gestrahlten Oberflächen (Abb. A.13). Diese Unterschiede wurden aus verschiedenen Gründen erwartet:

- Zum einen wegen der katalytischen Wirkung des Wolframs, die bei Polyreaktionen von Kohlenwasserstoffen bekannt ist [Astruc, 2007] und zu einer veränderten Schichtstruktur in Richtung höheren  $sp^2$ -Gehalts hätte führen können. Denn die an der Schichtbildung der diamantähnlichen Kohlenstoffschichten beteiligten Moleküle bestehen ausschließlich aus Kohlenwasserstoffen.
- Zum anderen ist davon auszugehen, dass das HF-Feld, dessen Feldlinien während der Beschichtung senkrecht auf der Oberfläche stehen, durch die Oberflächentopografie beeinflusst wird. Die in Kap. 4.3.3 gezeigten Zwickel in der Schichtstruktur entstehen höchstwahrscheinlich in Bereichen hoher Felddichte, die die Teilchengeschwindigkeit und die Teilchendichte in der Plasmarandschicht beeinflussen kann.

## 5 DISKUSSION

- Außerdem kommt bei der PECVD im Hinblick auf Leistungsverluste durch Oberflächenwiderstände der Skineffekt zum tragen [Schenfer, 1930; Iwashita, 2004], der die Eindringtiefe des elektrischen Feldes in die metallische Oberfläche beschreibt. Die normale, frequenzunabhängige Skintiefe  $\delta_S$  ist nach der Beziehung

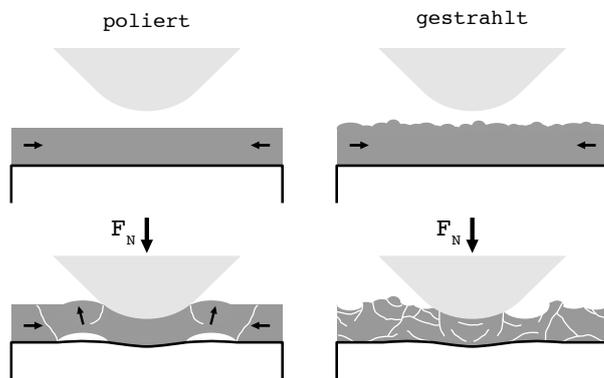
$$\delta_S = \left( \frac{2}{\omega \mu \sigma} \right)^{1/2} = \left( \frac{\rho}{\pi f \mu} \right)^{1/2} \quad (5.1)$$

abhängig von der Wechselspannungsfrequenz  $f$ , der spezifischen Leitfähigkeit  $\sigma$  des Substrats, der relativen Permeabilität  $\mu$  sowie von dem spezifischen Widerstand  $\rho$  des Substrats. Die Skintiefe des HF-Feldes für das hier verwendete Substratmaterial liegt bei knapp 4  $\mu\text{m}$ , was in etwa der maximalen Rautiefe und der Eindringtiefe der Strahlmittelrückstände entspricht. Die Skintiefe könnte damit bei gestrahlten Oberflächen die widerstandsbedingten Leistungsverluste beeinflussen, was sich in Folge eines veränderten Potentialabfalls an der Kathode in den Schichteigenschaften widerspiegeln könnte. Auch wenn die Deposition und Implantation von Ionen (Kap. 2.2.2) bei der PECVD entlang von Feldlinien senkrecht zur Oberfläche erfolgt, könnte die erhöhte Rauheit zu einer winkelabhängigen Implantation führen, die die Bindungsstruktur der Schicht verändern könnte.

Dennoch schienen die Einflüsse des Strahlens hier nicht ausreichend, um zu einer mittels Ramanspektroskopie nachweisbaren Änderung der Bindungsstruktur der DLC-Schicht führen zu können. Die in Abb. A.13 im Anhang zu sehenden Abweichungen sind einem Umzug der Beschichtungsanlage geschuldet, der im Laufe dieser Arbeit notwendig war.

In Kap. 2.5 wurde der Delaminationsmechanismus *buckling* angesprochen. Hierbei handelt es sich um eine Delamination, die unter Last oder spontan erfolgen kann. Hintergrund sind die immensen Eigenspannungen der Schicht, die kompensiert werden, indem die Schicht sich vom Substrat löst. In der Folge können sich großflächige Abplatzer ergeben. Bei den gestrahlten Oberflächen bestand die Schichtschädigung ausschließlich aus kleinteiligen Ausbrüchen, die aufgrund von Mikrospannungsfeldern meist sehr lokal und kohäsiv erfolgten. Entsprechend Abb. 5.1 kann also davon ausgegangen werden, dass die Eigenspannungen auf gestrahlten Oberflächen durch das feine Rissnetzwerk und die lokalen Ausbrüche kompensiert werden und *buckling* unterbunden wird.

Zusammenfassend ist festhalten, dass die Untersuchungen zur mikrostrukturellen Schädigung ergaben, dass die Evaluation der Haftung auf gestrahlten Oberflächen mittels Rockwellindentation nicht allein über die Ausdehnung der Delaminationsfläche erfolgen darf.



**Abbildung 5.1:** Skizze zum Delaminationmechanismus *buckling*. Dabei löst sich die Schicht unter Last oder spontan vom Substrat, da dies die einzige Möglichkeit der Schicht darstellt, die immensen Eigenspannungen, unter denen sie steht, zu kompensieren. Dieser Mechanismus wird sehr häufig, insbesondere bei glatten Substratoberflächen beobachtet. Bei den gestrahlten Oberflächen werden die Eigenspannungen durch ein ausgedehntes Rissnetzwerk und einzelne kohäsive Schäden abgebaut und *buckling* unterbunden.

Die Indentationsversuche lieferten nämlich nur in vereinzelten Fällen eine echte Schichtdelamination in Form adhäsiven Versagens und sind zum Beispiel nicht mit der Haftungsbestimmung über Abzugstests vergleichbar. Das war zwar im Vorfeld klar, jedoch war die Ausprägung der kohäsiven Schichtschädigung in einem nicht erwarteten Maß. So bestimmen primär die Rissbildung und die Risspfade in Abhängigkeit der bei der Indentation auftretenden plastischen Verformung des Grundwerkstoffs und dessen Topografie die Schichtschädigung und die Schichtablösung. Insgesamt fielen die Eigenschaftsstreuungen auf gestrahlten Oberflächen geringer aus, als auf polierten, da zum Beispiel Asperite oder Kratzer auf polierten Oberflächen Extremwerte der Topografie darstellen. Aus Sicht der polierten Oberfläche bestehen gestrahlte Oberfläche nur aus diesen Extremwerten und reagieren auf Oberflächenfehler in der Größenordnung der Rauheit daher weniger empfindlich.

## 5.4 Tribologische Untersuchungen

### 5.4.1 Zyklische Ermüdung

Die Einordnung der Lebensdauer der untersuchten Schichten innerhalb der relevanten Literatur ist insofern schwierig, als dass das Schichtversagen von einer Reihe verschiedener Faktoren beeinflusst wird. Entscheidend sind dabei die Versuchsparameter der tribologischen Untersuchung (Pressung, Geschwindigkeit, Schlupf, Geometrie und Material des Gegenkörpers, Schmierung) sowie die Schichteigenschaften (Härte, Eigenspannungen, Topografie, Wasserstoffgehalt). Außerdem sind die meisten Schichten um ein Vielfaches glatter, als die hier betrachteten, selbst wenn der Einfluss der Rauheit Hauptaugenmerk der Untersuchungen ist [Ohana, 2004]. Dennoch werden im Folgenden einige Zahlen bezüglich der Lebensdauer von DLC-Schichten genannt werden.

## 5 DISKUSSION

Für die Evaluation der Schichthaftung durch Indentationsversuche sowie durch tribologische Experimente wurde eine ähnliche Vorgehensweise auch in [Horiuchi, 2009] angewandt. Im Gegensatz zu dieser Arbeit wurde dort aber eine wesentlich höhere Pressung von 5 GPa verwendet und somit niedrigere Standzeiten von nur wenigen Minuten erreicht, für Schichtdicken von unter 1  $\mu\text{m}$ . In [Mori, 2002] wurden verschiedene Typen von DLC auf polierten Substraten untersucht, die mit einer Pressung von 3,6 GPa getestet wurden und eine Lebensdauer von mehr als 10 Mio. Zyklen erreichten. Eine breite Übersicht über die Standzeiten verschiedener DLC-Schichten unter zyklischer Belastung liefert [Löhr, 2006]. Die Spanne der Lebensdauer reicht hier von wenigen 100 bis zu 10 Mio. Zyklen. Die in dieser Arbeit gezeigten Standzeiten liegen damit im Mittelfeld dessen, was für DLC-Schichten bei ungeschmierten Testbedingungen üblicherweise berichtet wird.

Viel entscheidender als die endgültige Standzeit des verwendeten Schichtsystems ist hier allerdings die Verbesserung der Lebensdauer. Diese wird durch eine Aufräumung der Oberfläche mittels Strahlen und den sich daraus ergebenden veränderten Schädigungsmechanismus erreicht. Dabei kommt es zu einem Wechsel von Delaminationen aufgrund einer Interfaceermüdung zu einem Durchreiben der Schicht aufgrund kohäsiver Ermüdung (Abb. 4.56). Man kann schlussfolgern, dass das Strahlen innerhalb der Methode M2 zu einer Erhöhung der Risszähigkeit am Interface führt, die wie im Fall der Indentationsversuche das kohäsive Versagen wahrscheinlicher macht. Vergleichbare Ergebnisse des Schädigungsbildes der Reibspur wurden in [Kameyama, 2007] beschrieben, wo auf polierten Substraten große, muschelartige Schichtausbrüche beobachtet wurden, während gestrahlte Oberflächen eine weitaus kleinteiligere und homogenere Schichtablösung zeigen, die die Reibspur über einen längeren Zeitraum stabiler hält. Dort wurden außerdem zwei Modelle zu den verschiedenen Stufen der Schichtschädigung erstellt. Eines für den Fall des adhäsiven Schichtversagens und eines für partiell kohäsives Versagen. Bei adhäsivem Versagen bildet die Schicht nach der Delamination einen Tribofilm aus Verschleißpartikeln der Schicht und dem Substrat. In beiden Fällen spielt der Kontakt an Asperiten für die Schichtschädigung und den Verschleiß eine tragende Rolle.

Das Besondere der in dieser Arbeit gezeigten Ergebnisse ergibt sich aus der Verwendung der CNN-Kamera, die eine quantitative Analyse der Schichtschädigung über die gesamte Versuchslaufzeit ermöglichte, wohingegen in der Literatur meist nur das Endergebnis der zyklischen Belastung betrachtet wird. Die gewonnenen Daten ließen sich sinnvoll mit den Oberflächeneigenschaften nach dem Strahlen korrelieren. Allerdings birgt die Methode auch Gefahren hinsichtlich der Interpretation der Ergebnisse. Die Methode beruht nämlich darauf, dass zu Beginn der Messung der Kontrast der zu erwartenden Delamination im Bild

als Schwellwert festgelegt werden muss. Wie in Abb. 5.4.1 und Abb. 4.56 zu erkennen ist, ist der Kontrast der polierten Oberfläche im unbeschädigten Zustand sehr niedrig, sodass sich die entstehende Delaminationsfläche mit einem hohen Kontrast davon gut abhebt. Die gestrahlten Oberflächen besitzen dagegen schon im unbeschädigten Zustand einen recht hohen Kontrast, der manchmal schwer von der Delaminationfläche getrennt werden kann. Hinzu kommt, dass sich während des Versuchs auf der Kugel ein Transferfilm bildet. Wenn es zu großflächiger Delamination kommt, wird dieser Transferfilm auf das Substrat übertragen und anschließend wieder von der Kugel aufgenommen. Ein periodisches Auftreten dieses Phänomens führt im Signal der Pixeldetektion zu starken Schwankungen, wie in Abb. 4.55 (a) zum Ende der Versuche zu sehen ist. Man kommt also nicht umhin, die Aufnahmen der Delaminationsfläche nach dem Versuch nochmals stichprobenartig zu untersuchen, um die Ergebnisse der automatisierten Defektdetektion sinnvoll bewerten zu können. Die gezeigten Ergebnisse haben aber dennoch eindeutig die Vorteile der gestrahlten Oberflächen hinsichtlich der Lebensdauer von darauf abgeschiedenen DLC-Schichten gezeigt. Bedingt durch das veränderte mikrostrukturelle Bruchverhalten der Schichten, das die eingebrachten Energien im tribologischen Kontakt in Form eines Rissnetzwerks optimal verteilt, lässt sich eine sichtbare Verlängerung der Lebensdauer unter zyklischer Belastung erzielen.

Die Betrachtung der Lebensdauer anhand halbseitig gestrahlter und polierter Oberflächen hatte den Vorteil, dass beide Oberflächen mit derselben Belastungssituation untersucht wurden, was einen direkten Vergleich ermöglichte. Für den in Abb. gezeigten Fall des primär adhäsiven Schichtversagens ist die Schicht auf der polierten Seite bereits delaminiert, bevor es auf der gestrahlten Seite zu sichtbarer Schädigung kommt. Das bedeutet allerdings, dass die Kugel beim Übergang zwischen polierter und gestrahlter Oberfläche über eine Schichtkante bewegt wird, was die Messung beeinflussen könnte. Dazu kommt, dass sich durch die frühere Schädigung auf der polierten Seite ein Transferfilm auf der Kugel bilden kann, der sich auf der rauhen, gestrahlten Seite wieder ablagern könnte, und somit die Lebensdauer der gestrahlten Seite künstlich steigert. Dagegen spricht allerdings, dass die Schädigung auf der polierten Seite geprägt war von großflächigen Ausbrüchen und weniger von einem Durchreiben der Schicht, das für einen Transferfilm notwendig wäre. Um diese möglichen Einflüsse der verschiedenen Oberflächenzustände untereinander zu eliminieren, wurden daher ebenfalls Überrollversuche an ganzseitig gestrahlten Oberflächen gezeigt.

## 5 DISKUSSION

### 5.4.2 Tribochemie gestrahlter Oberflächen

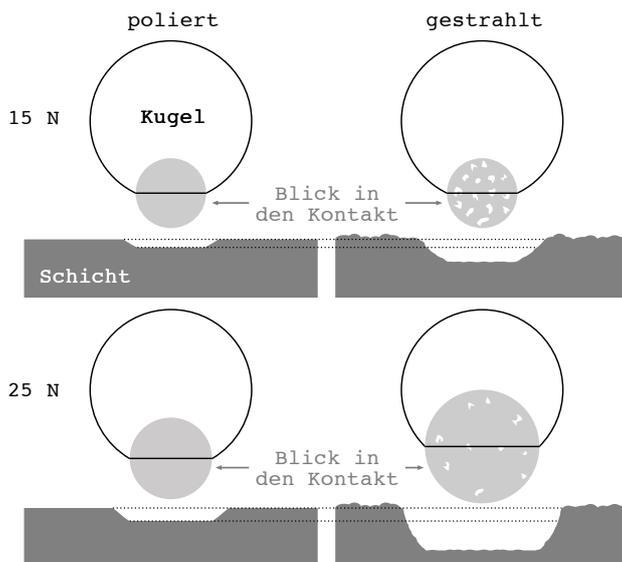
Diese Untersuchungen waren hauptsächlich durch die Erkenntnisse der Schichtschädigungsmechanismen aus Kap. 4.5.1 motiviert. Die dort zu sehende Spannungsüberhöhung an Asperiten sollte in jedem Fall einen Einfluss auf die Tribochemie der Schicht haben, was mittels Massenspektrometrie im Vakuumtribometer auch nachgewiesen werden konnte. Eine Besonderheit bei Reibversuchen im Vakuum ist die vergleichsweise hohe Verweildauer reaktiver Verbindungen (*surface dangling bonds*) auf der Oberfläche, die unter Normalatmosphäre üblicherweise eine zügige Absättigung erfahren (Kap. 2.2.2). Diese wird im Vakuum erschwert und erfolgt häufig über adhäsive Bindungsbildung mit dem Gegenkörper, die dann zu einem hohen Reibwert führen kann.

Bei sehr niedrigen Kräften (15 N im Versuch) dominieren gerade diese oberflächennahen, adhäsiven Effekte, die insbesondere bei der polierten Oberfläche zu einem hohen gasförmigen Verschleiß, hauptsächlich in Form von  $\text{H}_2^+$  und  $\text{CH}_4^+$  führte. Dass DLC-Schichten unter tribologischer Belastung diese Moleküle neben anderen kurzkettigen Kohlenwasserstoffen freigeben, wurde auch in [Wu, 2014] berichtet. Fester Verschleiß in Form von Partikeln war bei 15 N kaum zu beobachten, wie die Vermessung der Reibspur zeigte. Daher wurde dort ein gleichbleibend hoher Reibwert gemessen.

Bei gestrahlten Oberflächen fand zügig ein Einlauf unter hoher Gasentwicklung und der Bildung feiner, pulverartiger Verschleißpartikel statt, die laut [Grill, 1997] charakteristisch sind für tribologische Untersuchungen von DLC im Vakuum. Die Verschleißpartikel, die zwischen den Reibpartnern entstehen, können als dritter Körper angesehen werden und haben aufgrund ihrer chemischen Beschaffenheit (hoher Anteil  $sp^2$  C-C) entscheidend zur Verringerung des Reibwerts beigetragen und gleichzeitig zu einer Verringerung des gasförmigen Verschleißes. Dass sich bei dieser niedrigen Kraft Verschleißpartikel bei den gestrahlten Oberflächen ergeben haben, kann auf die Spannungsüberhöhung an den Asperiten der Topografie zurückgeführt werden, wie in [Song, 2014] beschrieben. Ebenso die stärkere strukturelle Umwandlung der Schicht aufgrund der hohen Reibleistungsdichte während des Einlaufs.

Die Erhöhung der Kraft auf 25 N führt bei der polierten Oberfläche zu einem Mechanismenwechsel, da nun die Energie hier auch für einen Festverschleiß ausreicht und die Bildung eines dritten Körpers möglich macht. Daher sinkt der Reibwert hier deutlich und ist mit dem der gestrahlten Oberflächen zu vergleichen. Die gestrahlten Oberflächen verhalten sich unter einer Last von 25 N nicht grundlegend anders als unter 15 N, zeigen also auch hier eine wesentlich geringere Empfindlichkeit hinsichtlich von außen aufgebrachtener Energien.

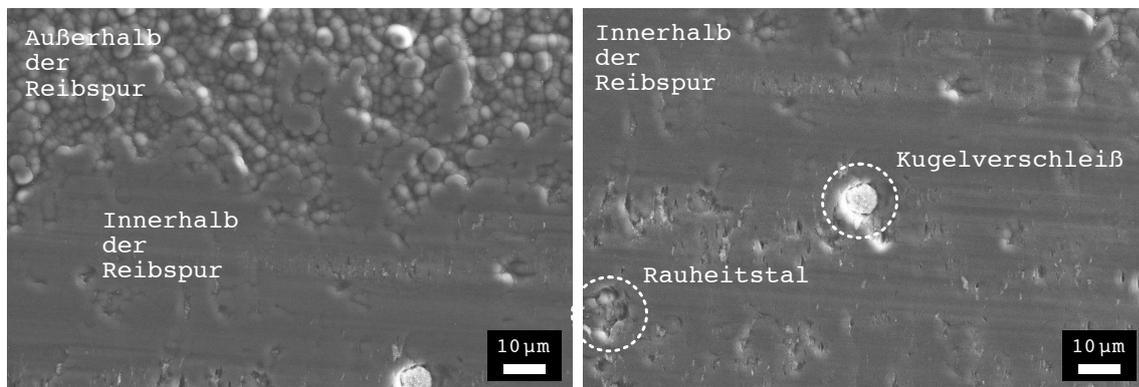
In Abb. 5.2 ist die Kontaktsituation für beide Lasten skizziert. Demnach ist der Kugelverschleiß bei 15 N für die polierte und gestrahlte Oberfläche gleich, lediglich der Schichtverschleiß ist unterschiedlich. Aus der nicht vollständig eingeglätteten Schichtoberfläche (Abb. 5.3) ergibt sich eine insgesamt kleinere Kontaktfläche für die gestrahlte Probe. Man könnte also sagen, dass die hohe Wasserstoffemission der Oberfläche aus M0 (Abb. 4.59 (c)) einzig der größeren (wasserstoffterminierten) Kontaktfläche geschuldet ist. Aufgrund des konstant hohen Reibwerts und des minimalen Schichtverschleißes ist aber eher von einem energetischen Hintergrund auszugehen. Durch die Steigerung der Rauheit bei M1 und M2 nimmt der Schichtverschleiß deutlich zu. Gleichzeitig ist der Gehalt an ausgasendem  $H_2^+$  aus der rauen Oberfläche relativ gering, da die kleinere Kontaktfläche bei 15 N weniger adhäsive Anknüpfungspunkte liefert. Der Adhäsivkontakt wird dabei regelmäßig durch Rauheitstäler unterbrochen, vor allem, weil gerade die Oberflächen der Methode M1 nicht vollständig einglätten, wie Abb. 5.3 zeigt. Das alleine kann laut [Song, 2014] schon zu einer Reibwertsverringerng führen.



**Abbildung 5.2:** Illustration zum Verschleißverhalten von Kugel und Schicht aus Abb. 4.62 für die zwei verwendeten Lasten und die verschiedenen Oberflächenzustände. Demnach verschleißt bei 15 N die Kugel auf der polierten Oberfläche etwa gleich schnell wie auf der gestrahlten. Die geometrische Kontaktfläche ist für beide Fälle also gleich, die wahre Oberfläche ist für die raue Oberfläche aufgrund der nicht vollständig eingeglätteten Asperiten aber größer, wie auch die Pressung. Bei 25 N sind auf der gestrahlten Oberfläche sowohl der Kugel-, als auch der Schichtverschleiß größer als auf der polierten. Das wirkt sich auch hier auf die Pressung und die Fläche aus, über die die Reibleistung dissipiert wird [Bhushan, 1998].

Für eine Last von 25 N steigt die Kontaktfläche der gestrahlten gegenüber der polierten Oberfläche deutlich, entsprechend auch die Wasserstoffemission und der Partikelverschleiß. Neben dem geometrischen Unterschied der Kontaktfläche ist auf der polierten Oberfläche mit der Laststeigerung nun auch Partikelverschleiß zu beobachten und der adhäsive Kontakt wird somit verringert. Die Menge an ausgasendem Wasserstoff ließ sich wie der Festverschleiß nicht mit einer verstärkten strukturellen Umwandlung der Schicht verbinden, wie in den zugehörigen Ramanspektren und Abb. 4.62 ersichtlich war.

## 5 DISKUSSION



**Abbildung 5.3:** Aufnahme der Reibspur nach der tribologischen Untersuchung mit dem Rasterelektronenmikroskop (SE-Modus, 10 kV). Die Aufnahme zeigt die Reibspur sowie deren Randbereich, in dem sowohl die unberührte Schichtoberfläche, als auch die eingeglättete im Kontakt zu sehen ist. Trotz der Einglättung sind noch Rauheitstäler der ursprünglichen Oberflächenstruktur zu sehen, die zum Teil Kugel- und Schichtabrieb beinhalten, was zu einer Verringerung des adhäsiven Kontakts führt.

Es ist davon auszugehen, dass das Ausgasen von Wasserstoff aus dem Kontakt sehr oberflächennah geschieht, eine strukturelle Umwandlung der Schicht in die Tiefe dadurch also nicht möglich ist. Durch die Bildung von Festverschleiß ebenfalls nicht, da die eingebrachte mechanische Energie zum Abscheren von Partikeln aufgewendet wird. Diese sind zwar für die Bildung des Transferfilms wichtig, die strukturelle Umwandlung der Schicht, die letztlich zu einer Verringerung des Reibwerts führt, findet nach Abb. 4.63 allerdings hauptsächlich in Abhängigkeit der eingebrachten Reibleistung statt.

Die Energiedissipation in Form von thermischer Energie kann an Asperiten weit über 1000 °C betragen (Blitztemperaturen) [Holmberg, 1992; Liu, 1996], was neben dem mechanischen Abscheren genug Energie für die Evaporation von Wasserstoff sowie die strukturelle Umwandlung der Schicht bereitstellen kann. Zwar ist bei der polierten Probe bei 15 N der Energieeintrag ebenfalls beträchtlich, ist aber auf den gasförmigen Verschleiß beschränkt, sodass die Bildung eines Transferfilms durch Festverschleiß nicht stattfindet. Folglich ergibt sich ein hoher Reibwert. Dass Reibung und Verschleiß von der Ausbildung eines Transferfilms und dessen Beschaffenheit beeinflusst werden, wurde ausführlich in [Fontaine, 2001] beschrieben. Dort wird außerdem die Rolle des Wasserstoffs auf der Schichtoberfläche beleuchtet. Die Versuche in dieser Arbeit fanden allerdings nicht im Ultrahochvakuum ( $< 10^{-7}$  mbar) statt, sondern im Hochvakuum ( $10^{-3}$  -  $10^{-7}$  mbar), sodass von einer Restmenge an vorhandenem Wasser und Stickstoff auszugehen ist. Deren zeitlicher Verlauf konnte während der Versuche mit dem Massenspektrometer beobachtet werden.

## 5.4 Tribologische Untersuchungen

Es ist möglich, dass diese Gase zu einer gewissen Beeinflussung des Reibwerts infolge der Absättigung reaktiver Bindungen an der Oberfläche beigetragen haben. Laut [Grill, 1997] und [Polaki, 2016] führt die Wechselwirkung von DLC mit diesen Gasen zu einer Verringerung des Reibwerts, sogar bei Gehalten an Stickstoff und Wasser von unter 100 ppm.

Im geschmierten System mit PFPE erhöhte sich der Gesamtverschleiß, allerdings verschleißt die Schicht in so geringem Maß, dass dies mit konventionellen Methoden nicht mehr messbar ist. Die optische Begutachtung der Proben lässt vermuten, dass der Schmierstoff die dauerhafte Anbindung des Transferfilms auf der Stahlkugel verhindert. Die Reibspur war nach dem Versuch mit einer suspensionsartigen Mischung aus Öl und Verschleißpartikeln belegt, die leicht und fast rückstandslos von der Kugel entfernt werden konnte. Im trockenen Versuch war der Transferfilm recht gut in den Verschleißriefen der Kugel verankert. In [Nakayama, 2004] wurde DLC ebenfalls mit PFPE als Schmiermittel unter Normalatmosphäre untersucht und die Triboemission bewertet, die die Reaktion des Schmierstoffs unter Belastung weitreichend beschreibt. Die hier gefundenen gasförmigen Bestandteile aus CF-Verbindungen wurden dort aber nicht untersucht.

Die hier gewonnenen Erkenntnisse wurden in großen Teilen auch in [Song, 2014; Aoki, 2004] beschrieben. Dabei ging es um die Abhängigkeit des Reibverhaltens im Vakuum von der Strukturierung/Segmentierung von DLC-Schichten. Die Mechanismen der adhäsiven Kontakte, ein verändertes Verschleißverhalten mit Rückständen in Strukturtälern und verringerte Reibwerte konnten auch hier modellhaft beschrieben werden. Die tribochemischen Untersuchungen sollten die energetischen Unterschiede zwischen polierten und gestrahlten Oberflächen im tribologischen Kontakt darstellen, jedoch könnte sich das Reibverhalten unter Normalatmosphäre grundlegend ändern.



## Zusammenfassung und Ausblick

Das Ziel der vorliegenden Arbeit war es, den Einfluss von Strahlbehandlungen auf Stahlsubstraten hinsichtlich der Haftung sowie der tribologischen Eigenschaften von DLC-Schichten zu untersuchen. Im Zuge der Untersuchungen haben sich komplexe Abhängigkeiten des Schichtverhaltens von der Substrattopografie ergeben. Die wichtigsten Erkenntnisse sind in folgender Auflistung zusammengefasst:

- Das Mikrostrahlen ist eine geeignete Methode zur Oberflächenstrukturierung, die ein breites Spektrum verschiedener Oberflächeneigenschaften ermöglicht. Die Implantation von Strahlmittelrückständen spielt dabei eine zentrale Rolle. Die Nachbearbeitung durch Nassstrahlen wirkt zuverlässig ungünstigen Effekten loser Strahlmittelrückstände und erhöhter Asperiten beim Mikrostrahlen entgegen.
- Die Abscheidung von DLC-Schichten auf gestrahlten Oberflächen beeinflusst neben der Schichtoberfläche die gesamte Schichtstruktur durch ein von der Substrattopografie geprägtes Schichtwachstum.
- Ist die Adhäsion der Schicht schlecht, sodass Schichtschädigung primär an interface stattfindet, lässt sich durch eine Strahlbehandlung eine signifikante Verbesserung der Schichthaftung erzielen. Allerdings nur unter Verwendung des Nassstrahlens als Nachbearbeitungsmethode. Ist die Adhäsion der Schicht hinreichend gut, bewirkt das Strahlen eine grundlegende Veränderung der mikrostrukturellen Schädigung der Schicht. Generell erhöht das Strahlen die Tendenz zur kohäsiven Schichtschädigung.

## 6 ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK

- Die veränderte mikrostrukturelle Schädigung auf gestrahlten Oberflächen erlaubt es den DLC-Schichten höhere Energien innerhalb von Rissnetzwerken zu kompensieren und durch die erzeugte Segmentierung plastischen Verformungen leichter zu folgen.
- Die aufgrund des Strahlens veränderte Schichttopografie bewirkt eine Veränderung des tribologischen Verhaltens von DLC-Schichten, insbesondere deren Lebensdauer und Tribochemie. Die raue Schichtoberfläche weist einen veränderten Verschleißmechanismus gegenüber polierten Oberflächen auf, der je nach Belastungsszenario zu einer signifikanten Verringerung des Reibwerts führen kann.

Die gewonnenen Erkenntnisse werfen allerdings eine Reihe weiterer Fragen auf, die im Rahmen einer Fortführung dieser Arbeit geklärt werden könnten. So fand beim Strahlen hier zwar eine intensive Parameterstudie statt, allerdings nur für eine feste Materialpaarung aus Strahlmittel und Strahlgut. Weitere Kombinationen aus Substrat- und Strahlmitteleigenschaften könnten hinsichtlich der Topografie oder der Einarbeitung von Strahlmittelrückständen in die Oberfläche veränderte Haftungseigenschaften ergeben. Dazu zählt auch die Chemie des Strahlmittels (chromhaltig, siliziumhaltig), das als Haftvermittler fungieren kann und hier nicht variiert wurde. Außerdem könnten weitere Methoden zur Erzeugung einer strukturierten Schichtoberfläche oder zum nachträglichen Glätten ( $H_2$ -Ätzen, Ar-Sputtern) untersucht werden, wie sie in [Peng, 2001] beschrieben sind. Diese wurden im Rahmen dieser Arbeit nicht untersucht, könnten aber weitere Variationen zu einer Oberflächenoptimierung ohne Interfacebeeinflussung erlauben und wären einfach in den Beschichtungsprozess zu integrieren.

Die Mechanismen des Schichtwachstums auf rauen Oberfläche können im Rahmen der verwendeten Beschichtungsmethode bis zu einem gewissen Grad als allgemeingültig betrachtet werden. Aber auch hier wurde nur ein bestimmtes Schichtsystem untersucht. Eine Variation der Beschichtungsparameter (Gasart) und die sich ergebende Variation der Schichteigenschaften (Härte, Eigenspannungen, Wasserstoffgehalt), würde sicherlich einen interessanten Erkenntnisgewinn bringen. Die gezeigte mikrostrukturelle Schädigung könnte außerdem über die Abscheidung von Multilagenschichten beeinflusst werden. Ziel sollte dann die Anpassung der Schicht auf die entsprechende Topografie sein. Ein weiterer Punkt wären die verwendeten Tests zur Evaluation der Schichthaftung. Die Vielzahl an verfügbaren Hafttests, die alle zu unterschiedlichen Schichtschädigungen führen, könnten zeigen, inwieweit die gezeigten Schädigungsmechanismen Allgemeingültigkeit besitzen.

Hinsichtlich der Anwendung der erzeugten strukturierten Schichten geben die tribologischen Untersuchungen einen Ausblick. Diese wurden hauptsächlich zu mechanistischen Untersuchungen durchgeführt, anwendungsnahe Tests würden die Praxisrelevanz der Schichten aber noch besser beleuchten. Vorstellbar wäre sowohl der Einsatz der untersuchten Schichten in tribologischen Anwendungen unter Vakuumbedingungen, als auch Studien zur Schmierstoffwechselwirkung mit Schmierstoffen und Additiven verschiedenster Kombinationen und Lastszenarien. Die hergestellten Schicht könnten außerdem überall dort von Vorteil sein, wo beschichtete Substrate gewissen Verformungen ausgesetzt sind, da die Schicht diesen durch die Segmentierung besser folgen kann, ohne großflächig zu versagen.



## Zeitschriften, Konferenzen und Tagungen

- [Amada, 1999] **S. Amada, T. Hirose und T. Senda.** „Quantitative evaluation of residual grits under angled blasting“. *Surface and Coatings Technology*, Bd. 111(1) (1999), S. 1–9 (siehe S. 21, 110).
- [Amada, 1998] **S. Amada und T. Hirose.** „Influence of grit blasting pretreatment on the adhesion strength of plasma sprayed coatings: fractal analysis of roughness“. *Surface and Coatings Technology*, Bd. 102(1-2) (1998), S. 132–137 (siehe S. 21, 113).
- [Amada, 2000] **S. Amada und T. Hirose.** „Planar fractal characteristics of blasted surfaces and its relation with adhesion strength of coatings“. *Surface and Coatings Technology*, Bd. 130(2-3) (2000), S. 158–163 (siehe S. 113).
- [Amada, 1996] **S. Amada und H. Yamada.** „Introduction of fractal dimension to adhesive strength evaluation of plasma-sprayed coatings“. *Surface and Coatings Technology*, Bd. 78(1-3) (1996), S. 50–55 (siehe S. 113).
- [Aoki, 2004] **Y. Aoki und N. Ohtake.** „Tribological properties of segment-structured diamond-like carbon films“. *Tribology International*, Bd. 37(11-12) (2004), S. 941–947 (siehe S. 125).

## LITERATUR

- [Archard, 1953] **J. F. Archard.** „Contact and rubbing of flat surfaces“. *Journal of Applied Physics*, Bd. 24(8) (1953), S. 981–988 (siehe S. 25).
- [Babadagli, 2001] **T. Babadagli und K. Develi.** „Fractal Fracture Surfaces and Fluid Displacement“. *ICF10, Honolulu, Hawaii - 2001*, Bd. (2001), S. 1–6 (siehe S. 39, XI).
- [Barenblatt, 1962] **G. I. Barenblatt.** „The Mathematical Theory of Equilibrium Cracks in Brittle Fracture“. *Advances in Applied Mechanics*, Bd. 7(C) (1962), S. 55–129 (siehe S. 27).
- [Belmonte, 2003] **M. Belmonte et al.** „Adhesion behaviour assessment on diamond coated silicon nitride by acoustic emission“. *Diamond and Related Materials*, Bd. 12(3-7) (2003), S. 733–737 (siehe S. 116).
- [Bentzon, 1994] **M. D. Bentzon et al.** „Metallic interlayers between steel and diamond-like carbon“. *Surface and Coatings Technology*, Bd. 68-69(C) (1994), S. 651–655 (siehe S. 20).
- [Bhushan, 1998] **B. Bhushan.** „Contact mechanics of rough surfaces in tribology: multiple asperity contact“. *Tribology Letters*, Bd. 4(1) (1998), S. 1–35 (siehe S. 123).
- [Bhuvaraghan, 2011] **B. Bhuvaraghan, S. M. Srinivasan und B. Maffeo.** „Numerical simulation of Almen strip response due to random impacts with strain-rate effects“. *International Journal of Mechanical Sciences*, Bd. 53(6) (2011), S. 417–424 (siehe S. 8).
- [Biggs, 1999] **A. Biggs, M. Ramulu und T. Munson.** „Analysis of factors affecting Almen strip arc height after shot peening“. Bd. (1999) (siehe S. 111).
- [Bikerman, 1949] **J. J. Bikerman.** „Surface roughness and contact angle“. Bd. (1949), S. 653–658 (siehe S. 14).
- [Bischof, 1989] **C. Bischof et al.** „Zur Adhäsion in Metall-Polymer Grenzschichten und ihrer praktischen Nutzung“. *Acta Polymerica*, Bd. 40(3) (1989), S. 214–221 (siehe S. 18, 19).
- [Bradley, 2007] **M. Bradley.** „Curve fitting in Raman and IR spectroscopy: basic theory of line shapes and applications“. *Thermo Fisher Scientific, Application Note: 50733*, Bd. (2007) (siehe S. 47).

- [Brooksbank, 1896] **F. C. Brooksbank.** „Sand Blast Apparatus for Cleaning Castings“. *Iron Age*, Bd. 57 (1896), S. 640–642 (siehe S. 3).
- [Capote, 2006] **G. Capote et al.** „Adherent diamond-like carbon coatings on metals via PECVD and IBAD“. *Brazilian Journal of Physics*, Bd. 36(3) (2006), S. 986–989 (siehe S. 20).
- [Casiraghi, 2005a] **C. Casiraghi, A. Ferrari und J. Robertson.** „Raman spectroscopy of hydrogenated amorphous carbons“. *Physical Review B*, Bd. 72(8) (2005), S. 085401 (siehe S. 15, 46, 47).
- [Casiraghi, 2005b] **C. Casiraghi et al.** „Bonding in hydrogenated diamond-like carbon by Raman spectroscopy“. *Diamond and Related Materials*, Bd. 14(3-7) (2005), S. 1098–1102 (siehe S. 46).
- [Cemin, 2016] **F. Cemin, C. Boeira und C. Figueroa.** „On the understanding of the silicon-containing adhesion interlayer in DLC deposited on steel“. *Tribology International*, Bd. 94 (2016), S. 464–469 (siehe S. 20).
- [Champaigne, 1989] **J. Champaigne.** „Controlled Shot Peening“. *Electronics Inc.* Bd. (1989), S. 1–15 (siehe S. 110).
- [Champaigne, 1992] **J. Champaigne.** „Shot Peening Intensity Measurement“. *The Shot Peener*, Bd. 6(4) (1992), S. 1–6 (siehe S. 7).
- [Champaigne, 1997] **J. Champaigne.** „Almen Strip Specifications“. *The Shot Peener*, Bd. 11(3) (1997) (siehe S. 7).
- [Clausen, 1981] **R. Clausen.** „Ermittlung von Einflussgrößen beim Kugelstrahlen durch Einzelkornversuche“. *Proceedings of the First International Conference on Shot Peening*, Bd. (1981), S. 279–285 (siehe S. 8).
- [Czichos, 1995] **H. Czichos, D. Klaffke, E. Santner und M. Woydt.** „Advances in tribology: the materials point of view“. *Wear*, Bd. 190 (1995), S. 155–161 (siehe S. 25).
- [Dassios, 2014] **K. G. Dassios, E. Z. Kordatos, D. G. Aggelis und T. E. Matikas.** „Crack growth monitoring in ceramic matrix composites by combined infrared thermography and acoustic emission“. *Journal of the American Ceramic Society*, Bd. 97(1) (2014), S. 251–257 (siehe S. 89).
- [Doege, 1998] **E. Doege und C. Kaminsky.** „Dreidimensionales Analyse-system für Oberflächen“. *Blech Rohre Profile*, Bd. (9) (1998), S. 60–67 (siehe S. XI).

## LITERATUR

- [Emmens, 1988] **W. Emmens.** „The influence of surface roughness on friction“. *Proceedings of the Fifteenth IDDRG International ...* Bd. (1988) (siehe S. 25).
- [Erdemir, 1995] **A. Erdemir und C. Bindal.** „Characterization of transfer layers on steel surfaces sliding against diamond-like hydrocarbon films in dry nitrogen“. *Surface and Coatings Technology*, Bd. 77 (1995), S. 559–563 (siehe S. 23).
- [Erdemir, 2006] **A. Erdemir und C. Donnet.** „Tribology of diamond-like carbon films: recent progress and future prospects“. *Journal of Physics D: Applied Physics*, Bd. 39 (2006), R311–R327 (siehe S. 24).
- [Erdemir, 1996] **A. Erdemir et al.** „Characterization of transfer layers forming on surfaces sliding against diamond-like carbon“. *Surface and Coatings Technology*, Bd. 86-87(PART 2) (1996), S. 692–697 (siehe S. 23).
- [Ferrari, 2000] **A. Ferrari und J. Robertson.** „Interpretation of Raman spectra of disordered and amorphous carbon“. *Physical Review B*, Bd. 61(20) (2000), S. 14095–14107 (siehe S. 15, 46).
- [Ferrari, 2002] **A. C. Ferrari.** „Determination of bonding in diamond-like carbon by Raman spectroscopy“. *Diamond and Related Materials*, Bd. 11 (2002), S. 1053–1061 (siehe S. 46).
- [Ferrari, 2004] **A. C. Ferrari.** „Diamond-like carbon for magnetic storage disks“. *Surface and Coatings Technology*, Bd. 181 (2004), S. 190–206 (siehe S. 15).
- [Flege, 2014] **S. Flege, R. Hatada, W. Ensinger und K. Baba.** „Improved adhesion of DLC films on copper substrates by preimplantation“. *Surface and Coatings Technology*, Bd. 256 (2014), S. 37–40 (siehe S. 20).
- [Fontaine, 2001] **J. Fontaine, C. Donnet, a. Grill und T. LeMogne.** „Tribochemistry between hydrogen and diamond-like carbon films“. *Surface and Coatings Technology*, Bd. 146-147 (2001), S. 286–291 (siehe S. 124).
- [Gadelmawla, 2002] **E. Gadelmawla et al.** „Roughness parameters“. *Journal of Materials Processing Technology*, Bd. 123(1) (2002), S. 133–145 (siehe S. 38, IV, VIII).

- [Godet, 1984] **M. Godet.** „The third-body approach: A mechanical view of wear“. *Wear*, Bd. 100(1-3) (1984), S. 437–452 (siehe S. 23).
- [Godet, 1990] **M. Godet.** „Third-bodies in tribology“. *Wear*, Bd. 136(1) (1990), S. 29–45 (siehe S. 23).
- [Griffith, 1921] **A. A. Griffith.** „The Phenomena of Rupture and Flow in Solids“. *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, Bd. 221(582-593) (1921), S. 163–198 (siehe S. 27).
- [Grill, 1997] **A. Grill.** „Tribology of diamondlike carbon and related materials: an updated review“. *Surface and Coatings Technology*, Bd. 94-95 (1997), S. 507–513 (siehe S. 15, 24, 122, 125).
- [Grill, 1999a] **A. Grill.** „Plasma-deposited diamondlike carbon and related materials“. *IBM Journal of Research and Development*, Bd. 43(1/2) (1999), S. 147–162 (siehe S. 15).
- [Grill, 2003] **A. Grill.** „Diamond-like carbon coatings as biocompatible materials an overview“. *Diamond and Related Materials*, Bd. 12(2) (2003), S. 166–170 (siehe S. 15).
- [Grill, 1999b] **A. Grill.** „Diamond-like carbon: state of the art“. *Diamond and related materials*, Bd. 8(July 1998) (1999), S. 428–434 (siehe S. 15).
- [Groesbeck, 1925] **E. C. Groesbeck.** „Metallographic etching reagents. III: For alloy steels“. *Scientific Papers of the Bureau of Standards*, Bd. 20 (1925), S. 527 (siehe S. 34, 110).
- [Guagliano, 2001] **M. Guagliano.** „Relating Almen intensity to residual stresses induced by shot peening: a numerical approach“. *Journal of Materials Processing Technology*, Bd. 110(3) (2001), S. 277–286 (siehe S. 8).
- [Harada, 2007] **Y. Harada, K. Fukaura und S. Haga.** „Influence of microshot peening on surface layer characteristics of structural steel“. *Journal of Materials Processing Technology*, Bd. 191(1-3) (2007), S. 297–301 (siehe S. 4, 109).
- [Harris, 1999] **A. F. Harris und A. Beevers.** „The effects of grit-blasting on surface properties for adhesion“. *International Journal of Adhesion & Adhesives*, Bd. 19(November 1998) (1999), S. 445–452 (siehe S. 11, 13, 14, 110).

## LITERATUR

- [AlHassani, 1981] **S. Al-Hassani.** „Mechanical Aspects of Residual Stress Development in Shot Peening“. Bd. (1981), S. 583–602 (siehe S. 9).
- [Hauert, 2013] **R. Hauert, K. Thorwarth und G. Thorwarth.** „An overview on diamond-like carbon coatings in medical applications“. *Surface and Coatings Technology*, Bd. 233 (2013), S. 119–130 (siehe S. 15).
- [He, 2008] **J. He, B. Dulin und T. Wolfe.** „Peening Effect of Thermal Spray Coating Process“. *Journal of Thermal Spray Technology*, Bd. 17(2) (2008), S. 214–220 (siehe S. 21).
- [Herzog, 1996] **R. Herzog, W. Zinn, B. Scholtes und H. Wohlfahrt.** „Zur Aussagefähigkeit der Almenintensität als Kennwert bei der gezielten Eigenspannungserzeugung durch Kugelstrahlen“. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, Bd. 27 (1996), S. 608–617 (siehe S. 8, 111).
- [Hetzner, 2008] **D. W. Hetzner und W. Van Geertruyden.** „Crystallography and metallography of carbides in high alloy steels“. *Materials Characterization*, Bd. 59(7) (2008), S. 825–841 (siehe S. 18).
- [Higounenc, 2005] **O. Higounenc.** „Correlation of shot peening parameters to surface characteristic.“ *ICSP9: SHOT PEENING*, Bd. (2005), S. 28–35 (siehe S. 110).
- [Hills, 1983] **D. a. Hills, R. B. Waterhouse und B. Noble.** „An analysis of shot peening“. *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, Bd. 18(2) (1983), S. 95–100 (siehe S. 9).
- [Holmberg, 1992] **K. Holmberg.** „A concept for friction mechanisms of coated surfaces“. *Surface and Coatings Technology*, Bd. 56 (1992) (siehe S. 124).
- [Horiuchi, 2009] **T. Horiuchi et al.** „Evaluation of Adhesion and Wear Resistance of DLC Films Deposited by Various Methods“. *Plasma Processes and Polymers*, Bd. 6(6-7) (2009), S. 410–416 (siehe S. 120).
- [Horiuchi, 2010] **T. Horiuchi et al.** „Method of Applying DLC Coating on Aluminum Alloys“. *Tribology Online*, Bd. 5(3) (2010), S. 136–143 (siehe S. 11, 114, 116).

- [Hormann, 2009] **C. Hormann, S. Meier und M. Moseler.** „The importance of non-local shadowing for the topography evolution of a-C:H films grown by toluene based plasma enhanced chemical vapor deposition“. *European Physical Journal B*, Bd. 69(2) (2009), S. 187–194 (siehe S. 17).
- [Iwashita, 2004] **Y. Iwashita.** „Reduction of Rf Power Loss Caused By Skin Effect“. *Proceedings of LINAC*, Bd. (7) (2004), S. 700–702 (siehe S. 118).
- [Iyer, 1995] **S. B. Iyer, K. S. Harshavardhan und V. Kumar.** „Buckling patterns in diamond-like carbon films“. *Thin Solid Films*, Bd. 256(1-2) (1995), S. 94–100 (siehe S. 27).
- [Jarry, 2009] **O. Jarry et al.** „Tribological Behaviour of Diamond-Like Carbon Films used in Automotive Application: A Comparison“. *Plasma Processes and Polymers*, Bd. 6 (2009), S. 478–482 (siehe S. 15).
- [Jiang, 1998] **J. R. Jiang und R. D. Arnell.** „On the running-in behaviour of diamond-like carbon coatings under the ball-on-disk contact geometry“. *Wear*, Bd. 217(2) (1998), S. 190–199 (siehe S. 24).
- [Kaelble, 1970] **D. H. Kaelble.** „Dispersion-polar surface tension properties of organic solids“. *Journal of Adhesion*, Bd. 2(2) (1970), S. 66–81 (siehe S. 40).
- [Kameyama, 2007] **Y. Kameyama und J. Komotori.** „Tribological properties of structural steel modified by fine particle bombardment (FPB) and diamond-like carbon hybrid surface treatment“. *Wear*, Bd. 263 (2007), S. 1354–1363 (siehe S. 11, 21, 22, 110, 114, 120).
- [Kano, 2014] **M. Kano.** „Diamond-Like Carbon Coating Applied to Automotive Engine Components“. *Tribology Online*, Bd. 9(3) (2014), S. 135–142 (siehe S. 15, 22).
- [Kennedy, 2005] **D. M. Kennedy, J. Vahey und D. Hanney.** „Micro shot blasting of machine tools for improving surface finish and reducing cutting forces in manufacturing“. *Materials and Design*, Bd. 26(3) (2005), S. 203–208 (siehe S. 4).
- [Kirk, 2004] **D. Kirk.** „Prediction and Control of Indent Diameter“. *The Shot Peener*, Bd. (2004) (siehe S. 8).

## LITERATUR

- [Kirk, 2007a] **D. Kirk.** „Generation of Air-Blast Shot Velocity“. *The Shot Peener*, Bd. 21(1) (2007), S. 24–30 (siehe S. 4).
- [Kirk, 2007b] **D. Kirk.** „Generation of Wheel-Blast Shot Velocity“. *The Shot Peener*, Bd. 21(2) (2007), S. 24–30 (siehe S. 4).
- [Kirk, 2009] **D. Kirk.** „Shot Peening Coverage: Prediction and Control“. *The Shot Peener*, Bd. 23(2) (2009), S. 24–32 (siehe S. 6).
- [Kirk, 2012] **D. Kirk.** „Shot Peening Coverage Requirements“. *The Shot Peener*, Bd. 26(3) (2012), S. 24–34 (siehe S. 6).
- [Kirk, 2013] **D. Kirk.** „Shot Stream Power and Force“. *The Shot Peener*, Bd. 27(3) (2013), S. 24–32 (siehe S. 4).
- [Kirk, 2014] **D. Kirk.** „Quantification of Shot Peening Coverage“. *The Shot Peener*, Bd. 28(4) (2014), S. 22–34 (siehe S. 31).
- [Kirk, 2016] **D. Kirk.** „Optimization of Shot Peening Coverage“. *The Shot Peener*, Bd. 30(2) (2016), S. 26–34 (siehe S. 6, 7).
- [Kloos, 1979] **K. Kloos.** „Eigenspannungen, Definition und Entstehungsursachen“. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, Bd. 302 (1979), S. 293–302 (siehe S. 9).
- [Komori, 2014] **K. Komori.** „Effect of Surface Morphology of Diamond-Like Carbon Coated on Pre-Structured Substrates on Tribological Behavior under Engine-Oil Lubricated Condition“. *19th International Colloquium Tribology*, Bd. (2014) (siehe S. 22).
- [Koski, 1996] **K. Koski, J. Hölsä, J. Ernoult und A. Rouzaud.** „The connection between sputter cleaning and adhesion of thin solid films“. *Surface and Coatings Technology*, Bd. 80(1-2) (1996), S. 195–199 (siehe S. 20).
- [Kustas, 1994] **F. Kustas et al.** „Acoustic emission monitoring of diamond-like carbon coating degradation during sliding wear“. *Surface and Coatings Technology*, Bd. 67 (1994), S. 1–7 (siehe S. 116).
- [Lee, 2000] **K.-R. Lee, K. Yong Eun, I. Kim und J. Kim.** „Design of W buffer layer for adhesion improvement of DLC films on tool steels“. *Thin Solid Films*, Bd. 377-378 (2000), S. 261–268 (siehe S. 20).
- [Leghorn, 1957] **G. Leghorn.** „The Story of Shot Peening“. *A.S.N.E.* Bd. (November) (1957), S. 653–666 (siehe S. 3, 4, 8).

- [Li, 1997] **X. Li, D. Diao und B. Bhushan.** „Fracture mechanisms of thin amorphous carbon films in nanoindentation“. *Acta Materialia*, Bd. 45(11) (1997), S. 4453–4461 (siehe S. 26).
- [Lifshitz, 1999] **Y. Lifshitz.** „Diamond-like carbon present status“. *Diamond and Related Materials*, Bd. 8(8-9) (1999), S. 1659–1676 (siehe S. 15).
- [Lifshitz, 1990] **Y. Lifshitz, S. R. Kasi, J. W. Rabalais und W. Eckstein.** „Subplantation model for film growth from hyperthermal species“. *Physical Review B*, Bd. 41(15) (1990), S. 10468–10480 (siehe S. 16).
- [Liu, 2007] **J. L. Liu, M. Umemoto, Y. Todaka und K. Tsuchiya.** „Formation of a nanocrystalline surface layer on steels by air blast shot peening“. *Materials Science*, Bd. 42 (2007), S. 7716–7720 (siehe S. 12).
- [Liu, 1996] **Y. Liu, A. Erdemir und E. I. Meletis.** „A study of the wear mechanism of diamond-like carbon films“. *Surface and Coatings Technology*, Bd. 82 (1996), S. 48–56 (siehe S. 124).
- [Löhr, 2006] **M. Löhr et al.** „In situ Acoustic Emission for wear life detection of DLC coatings during slip-rolling friction“. *Wear*, Bd. 260 (2006), S. 469–478 (siehe S. 120).
- [Mattox, 1965] **D. M. Mattox.** „Interface Formation and the Adhesion of Deposited Thin Films“. *Metals, Ceramics And Materials*, Bd. 37(January) (1965), S. 1–20 (siehe S. 18, 19, 112).
- [Meier, 2007] **S. Meier, M. König und C. Hormann.** „Deposition of in situ surface structured DLC-coatings“. *Surface and Coatings Technology*, Bd. 202(4-7) (2007), S. 1267–1271 (siehe S. 17).
- [Mellali, 1997] **M. Mellali et al.** „Alumina Grit Blasting Parameters for Surface Preparation in the Plasma Spraying Operation“. *Journal of Thermal Spray Technology*, Bd. 6 (2) (1997), S. 217–227 (siehe S. 21).
- [Michler, 2001] **J. Michler und E. Blank.** „Analysis of coating fracture and substrate plasticity induced by spherical indentors : diamond and diamond-like carbon layers on steel substrates“. *Thin Solid Films*, Bd. (2001), S. 119–134 (siehe S. 26).

## LITERATUR

- [Mittal, 1977] **K. L. Mittal.** „The Role of the Interface in Adhesion Phenomena“. *Polymer Engineering and Science*, Bd. 17(7) (1977), S. 467–473 (siehe S. 19).
- [Mori, 2002] **H. Mori und H. Tachikawa.** „Increased adhesion of diamond-like carbonSi coatings and its tribological properties“. *Surface and Coatings Technology*, Bd. 149(2-3) (2002), S. 224–229 (siehe S. 120).
- [Murakami, 1919] **T. Murakami.** „On the structure of iron-chromium-carbon alloys“. *Journal of the Iron and Steel Institute*, Bd. 100 (1919), S. 447 (siehe S. 34).
- [Nakayama, 2004] **K. Nakayama.** „Triboemission of electrons, ions, and photons from diamondlike carbon films and generation of tribo-microplasma“. *Surface and Coatings Technology*, Bd. 188-189 (2004), S. 599–604 (siehe S. 23, 125).
- [Nakayama, 2006] **K. Nakayama und J.-M. Martin.** „Tribochemical reactions at and in the vicinity of a sliding contact“. *Wear*, Bd. 261 (2006), S. 235–240 (siehe S. 23).
- [Nakayama, 2009] **T. Nakayama, K. Sakaue und T. Ogawa.** „Evaluations of Mechanical Properties of DLC Film by Indentation Method and the Effect of Substrate“. *Journal of the Society of . . .* Bd. 58(10) (2009), S. 833–840 (siehe S. 26).
- [Nelson, 2014] **N. Nelson et al.** „The effect of substrate geometry and surface orientation on the film structure of DLC deposited using PECVD“. *Surface and Coatings Technology*, Bd. 254 (2014), S. 73–78 (siehe S. 17).
- [Newton, 1875] **W. E. Newton.** „Sand Blast and Its Adaptation to Industrial Purposes“. *Journal of Society of Arts*, Bd. 23 (1875), S. 257–260 (siehe S. 3).
- [Nir, 1984] **D. Nir.** „Stress Relief Forms of Diamond-Like Carbon Thin Films under Internal Compressive Stress“. *Thin Solid Films*, Bd. 112 (1984), S. 41–49 (siehe S. 27).
- [Nishimura, 2003] **Y. Nishimura et al.** „Uniform coating of thick DLC film on three-dimensional substrates“. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, Bd. 206 (2003), S. 696–699 (siehe S. 17).

- [Ohana, 2004] **T. Ohana, M. Suzuki und T. Nakamura.** „Tribological properties of DLC films deposited on steel substrate with various surface roughness“. *Diamond and related ...* Bd. 13 (2004), S. 2211–2215 (siehe S. 119).
- [Okolo, 2007] **B. Okolo et al.** „Focused ion beam study of the effects of shot peening on the subsurface microstructure of normalized pearlitic steel“. *Journal of Materials Processing Technology*, Bd. 183(2-3) (2007), S. 160–164 (siehe S. 12).
- [Owens, 1969] **D. K. Owens und R. C. Wendt.** „Estimation of the surface free energy of polymers“. *Journal of Applied Polymer Science*, Bd. 13(8) (1969), S. 1741–1747 (siehe S. 40).
- [Pastewka, 2010] **L. Pastewka, S. Moser und M. Moseler.** „Atomistic insights into the running-in, lubrication, and failure of hydrogenated diamond-like carbon coatings“. *Tribology Letters*, Bd. 39(1) (2010), S. 49–61 (siehe S. 24).
- [Peiner, 2007] **E. Peiner et al.** „Diamond-like carbon for MEMS“. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, Bd. 17 (2007), S. 83–90 (siehe S. 15).
- [Peng, 1998a] **X. L. Peng und T. W. Clyne.** „Mechanical stability of DLC films on metallic substrates Part II - Interfacial toughness, debonding and blistering“. *Thin Solid Films*, Bd. 312 (1998), S. 219–227 (siehe S. 27).
- [Peng, 2001] **X. Peng, Z. Barber und T. Clyne.** „Surface roughness of diamond-like carbon films prepared using various techniques“. *Surface and Coatings Technology*, Bd. 138(1) (2001), S. 23–32 (siehe S. 17, 128).
- [Peng, 1998b] **X. Peng und T. Clyne.** „Mechanical stability of DLC films on metallic substrates: Part I - Film structure and residual stress levels“. *Thin Solid Films*, Bd. 312(1-2) (1998), S. 207–218 (siehe S. 27).
- [Peng, 1998c] **X. Peng und T. Clyne.** „Residual stress and debonding of DLC films on metallic substrates“. *Diamond and related materials*, Bd. 7 (1998), S. 944–950 (siehe S. 20).
- [Pharr, 1998] **G. Pharr.** „Measurement of mechanical properties by ultra-low load indentation“. *Materials Science and Engineering: A*, Bd. 253 (1998), S. 151–159 (siehe S. 41).

## LITERATUR

- [Pharr, 1992] **G. Pharr, W. Oliver und F. Brotzen.** „On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation“. *Journal of Materials Research*, Bd. 7(03) (1992), S. 613–617 (siehe S. 41).
- [Polaki, 2016] **S. R. Polaki et al.** „Interpretation of friction and wear in DLC film: role of surface chemistry and test environment“. *Journal of Physics D: Applied Physics*, Bd. 49(44) (2016), S. 445302 (siehe S. 24, 125).
- [Polaki, 2015] **S. Polaki et al.** „Tribological behavior of hydrogenated DLC film: Chemical and physical transformations at nano-scale“. *Wear*, Bd. 338-339 (2015), S. 105–113 (siehe S. 24).
- [Rehman, 2012] **H. ur Rehman et al.** „Study on the deformation mechanics of hard brittle coatings on ductile substrates using in-situ tensile testing and cohesive zone FEM modeling“. *Surface and Coatings Technology*, Bd. 207 (2012), S. 163–169 (siehe S. 26).
- [Robertson, 1992] **J. Robertson.** „Properties of diamond-like carbon“. *Surface and Coatings Technology*, Bd. 50 (1992), S. 185–203 (siehe S. 46).
- [Robertson, 1994] **J. Robertson.** „Diamond-like carbon“. *Pure and Applied Chemistry*, Bd. 66(9) (1994), S. 1789–1796 (siehe S. 15, 16).
- [Robertson, 2002] **J. Robertson.** „Diamond-like amorphous carbon“. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, Bd. 37(4-6) (2002), S. 129–281 (siehe S. 15–17, 46).
- [Robertson, 2005] **J. Robertson.** „Mechanism of sp<sup>3</sup> bond formation in the growth of diamond-like carbon“. *Diamond and Related Materials*, Bd. 14(3-7) (2005), S. 942–948 (siehe S. 16).
- [Ronkainen, 1997] **H. Ronkainen et al.** „Improvement of a-C:H film adhesion by intermediate layers and sputter cleaning procedures on stainless steel, alumina and cemented carbide“. *Surface and Coatings Technology*, Bd. 90(3) (1997), S. 190–196 (siehe S. 20).
- [Sackfield, 1983] **A. Sackfield und D. Hills.** „A Note on the Hertz Contact Problem : A Correction of the Standard Formulae“. *Journal of Strain Analysis*, Bd. 18(3) (1983), S. 195–197 (siehe S. 26).
- [Schaufler, 2011] **J. Schaufler, G. Yang und K. Durst.** „Microscopic study on the interfacial strength of hydrogenated amorphous car-

- bon coating systems“. *Surface and Coatings Technology*, Bd. 205(11) (2011), S. 3429–3433 (siehe S. 18, 20).
- [Schenfer, 1930] **C. Schenfer und A. Moskwitin.** „Experimentelle Untersuchung des Skin-Effektes“. *Archiv für Elektrotechnik*, Bd. 14(6) (1930), S. 693–700 (siehe S. 118).
- [Scherge, 2015] **M. Scherge, D. Linsler und T. Schlarb.** „The running-in corridor of lubricated metal-metal contacts“. *Wear*, Bd. 342-343 (2015), S. 60–64 (siehe S. 24).
- [Schmid, 2013] **C. Schmid et al.** „Highly resolved analysis of the chemistry and mechanical properties of an a-C:H coating system by nanoindentation and auger electron spectroscopy“. *Thin Solid Films*, Bd. 528 (2013), S. 263–268 (siehe S. 62).
- [Scholtes, 1993] **B. Scholtes und O. Vöhringer.** „Ursachen, Ermittlung und Bewertung von Randschichtveränderungen durch Kugelstrahlen“. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, Bd. 24 (1993), S. 421–431 (siehe S. 3, 5, 8, 9, 12, 32, 111).
- [Schulze, 2002] **V. Schulze.** „Characteristics of Surface Layers Produced by Shot Peening“. *8th International Conference on Shot Peening*, Bd. (2002), S. 147–160 (siehe S. 8, 12, 109).
- [Schütz, 1986] **W. Schütz.** „Kugelstrahlen zur Verbesserung der Schwingfestigkeit von Bauteilen“. *Z. Werkstofftechnik*, Bd. 17 (1986), S. 53–61 (siehe S. 9, 11, 21).
- [Sen, 2010] **D. Sen, N. M. Chavan, D. S. Rao und G. Sundararajan.** „Influence of Grit Blasting on the Roughness and the Bond Strength of Detonation Sprayed Coating“. *Journal of Thermal Spray Technology*, Bd. 19(4) (2010), S. 805–815 (siehe S. 21).
- [Shuttleworth, 1948] **R. Shuttleworth und G. Bailey.** „The spreading of a liquid over a rough solid“. *Discussions of the Faraday Society*, Bd. 3(16) (1948), S. 16–22 (siehe S. 14).
- [Singh, 2008] **R. K. Singh et al.** „Effect of substrate roughness on the contact damage of DLC coatings“. *Diamond and Related Materials*, Bd. 17(6) (2008), S. 975–979 (siehe S. 116).
- [Song, 2014] **H. Song et al.** „Improving the tribological performance of a-C:H film in a high vacuum by surface texture“. *J. Phys. D:*

## LITERATUR

- [Staia, 2000] *Appl. Phys. Journal of Physics D: Applied Physics J. Phys. D: Appl. Phys.*, Bd. 47 (2014) (siehe S. 122, 123, 125).  
**M. H. Staia et al.** „Effect of substrate roughness induced by grit blasting upon adhesion of WC-17% Co thermal sprayed coatings“. *Thin Solid Films*, Bd. 377-378 (2000), S. 657–664 (siehe S. 21).
- [Starker, 1983] **P. Starker und E. Macherauch.** „Kugelstrahlen und Schwingfestigkeit“. *Z. Werkstofftechnik*, Bd. 115 (1983), S. 109–115 (siehe S. 9).
- [Stribeck, 1902] **R. Stribeck.** „Die Wesentlichen Eigenschaften der Gleit- und Rollenlager“. *Zeitschrift des Vereines Deutscher Ingenieure*, Bd. (1902) (siehe S. 25).
- [Sun, 2000] **Z. Sun.** „Morphological features of diamond-like carbon films deposited by plasma-enhanced CVD“. *Journal of Non-Crystalline Solids*, Bd. 261 (2000), S. 211–217 (siehe S. 17).
- [Thomsen, 1998] **N. Thomsen, A. Fischer-Cripps und M. Swain.** „Crack formation mechanisms during micro and macro indentation of diamond-like carbon coatings on elastic-plastic substrates“. *Thin Solid Films*, Bd. 332(1998) (1998), S. 180–184 (siehe S. 26, 117).
- [Thornton, 1977] **J. A. Thornton.** „High Rate Thick Film Growth“. *Annual Reviews of Materials Science*, Bd. 7 (1977), S. 239–260 (siehe S. 17).
- [Thouless, 1991] **M. Thouless.** „Cracking and delamination of coatings“. *Journal of Vacuum Science & Technology A*, Bd. 10598(September 1990) (1991), S. 2510–2515 (siehe S. 19).
- [Trakhtenberg, 2000] **I. S. Trakhtenberg et al.** „Substrate surface temperature as a decisive parameter for diamond-like carbon film adhesion to polyethylene substrates“. *Diamond and Related Materials*, Bd. 9(3-6) (2000), S. 711–714 (siehe S. 20).
- [Tuinstra, 1970] **F. Tuinstra und J. Koenig.** „Raman spectrum of graphite“. *The Journal of Chemical Physics*, Bd. 53(3) (1970), S. 1126–1130 (siehe S. 46).
- [Vetter, 2014] **J. Vetter.** „60 years of DLC coatings: Historical highlights and technical review of cathodic arc processes to synthesize various DLC types, and their evolution for industrial appli-

- cations“. *Surface and Coatings Technology*, Bd. 257 (2014), S. 213–240 (siehe S. 15).
- [Weber, 2006] **M. Weber, K. Bewilogua, H. Thomsen und R. Wittorf.** „Influence of different interlayers and bias voltage on the properties of a-C:H and a-C:H:Me coatings prepared by reactive d.c. magnetron sputtering“. *Surface and Coatings Technology*, Bd. 201(3-4) (2006), S. 1576–1582 (siehe S. 20).
- [Weibull, 1951] **W. Weibull.** „A statistical distribution function of wide applicability“. *Journal of applied mechanics*, Bd. 18 (1951), S. 293–297 (siehe S. 44).
- [Wenzel, 1936] **R. N. Wenzel.** „Resistance of solid surfaces to wetting by water“. *Industrial & Engineering Chemistry*, Bd. 28(8) (1936), S. 988–994 (siehe S. 13, 14).
- [Wigren, 1988] **J. Wigren.** „Technical Note: Grit Blasting as Surface Preparation before Plasma Spraying“. *Surface and Coatings Technology*, Bd. 34 (1988), S. 101–108 (siehe S. 21, 110).
- [Wu, 2014] **X. Wu, T. Ohana, T. Nakamura und A. Tanaka.** „Gaseous tribochemical products of hydrogenated DLC film and stainless steel pair in air detected by mass spectrometry“. *Tribology Letters*, Bd. 57(2) (2014) (siehe S. 122).
- [Xie, 2007] **Z.-H. Xie et al.** „Contact damage evolution in a diamond-like carbon (DLC) coating on a stainless steel substrate“. *Thin Solid Films*, Bd. 515(6) (2007), S. 3196–3201 (siehe S. 26).
- [Yamauchi, 2006] **N. Yamauchi et al.** „Effect of peening as pretreatment for DLC coatings on magnesium alloy“. *Thin Solid Films*, Bd. 506-507 (2006), S. 378–383 (siehe S. 11, 21).
- [Yonezu, 2008] **A. Yonezu, L. Liu und X. Chen.** „Analysis on spiral crack in thick diamond-like carbon film subjected to spherical contact loading“. *Materials Science and Engineering A*, Bd. 496 (2008), S. 67–76 (siehe S. 26).
- [Zaidi, 2006] **H. Zaidi, A. Djamai, K. J. Chin und T. Mathia.** „Characterisation of DLC coating adherence by scratch testing“. *Tribology International*, Bd. 39(2) (2006), S. 124–128 (siehe S. 116).
- [Zhang, 2012] **Z. Q. Zhang et al.** „Investigation of rolling contact fatigue damage process of the coating by acoustics emission and vi-

## LITERATUR

- bration signals“. *Tribology International*, Bd. 47 (2012), S. 25–31 (siehe S. 89).
- [Zhao, 2000] **J. Zhao et al.** „The effects of Si incorporation on the microstructure and nanomechanical properties of DLC thin films“. *Journal of Physics: Condensed Matter*, Bd. 12 (2000), S. 9201–9213 (siehe S. 20).
- [Ziebert, 2005] **C. Ziebert et al.** „Characterisation of the interface region in stepwise bias-graded layers of DLC films by a high-resolution depth profiling method“. *Thin Solid Films*, Bd. 482(1-2) (2005), S. 63–68 (siehe S. 62).
- [Zum Gahr, 1985] **K. H. Zum Gahr.** „Tribologie: Reibung - Verschleiss - Schmierung“. *Naturwissenschaften*, Bd. 72(5) (1985), S. 260–267 (siehe S. 24).

## Doktorarbeiten

- [Grotjahn, 2015] **T. Grotjahn.** „PECVD Prozessüberwachung Wiederholbare Nutzung technischer Plasmen“. Diss. Karlsruher Institut für Technology (KIT), 2015 (siehe S. 16).
- [Narten, 2014] **M. Narten.** „Abdichtung von fließfettgeschmierten Getrieben mit Radialwellendichtungen - Reibminderung durch Makrostrukturierung der Dichtungsgegenfläche“. Diss. Universität Stuttgart, 2014 (siehe S. 10).
- [Thümmler, 2008] **P. Thümmler.** „Beschreibung der Vorgänge beim Ultraschallkugelstrahlen unter Berücksichtigung der Strahlintensität und der Kugelbewegungen bei Parameteränderungen“. Diss. Technische Universität Cottbus, 2008 (siehe S. 4).

## Bücher

- [Astruc, 2007] **D. Astruc.** *Organometallic Chemistry and Catalysis*. Springer Berlin Heidelberg, 2007 (siehe S. 117).
- [Atkins, 2010] **P. Atkins und J. de Paula.** *Physical Chemistry*. 9th. W. H. Freeman und Company, 2010 (siehe S. 13).
- [Barry Carter, 2007] **C. Barry Carter und M. Grant Norton.** *Ceramic Materials - Science and Engineering*. Springer Science+Business Media, LLC, 2007 (siehe S. 44, 117).
- [Bobzin, 2013] **K. Bobzin.** *Oberflächentechnik für den Maschinenbau*. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2013 (siehe S. 19).
- [Cavaleiro, 2006] **A. Cavaleiro und J. T. De Hosson.** *Nanostructured Coatings*. Springer Science+Business Media, LLC, 2006 (siehe S. 116).
- [Czichos, 2010] **H. Czichos und K.-H. Habig.** *Tribologie-Handbuch*. 3rd. Vieweg+Teubner, 2010 (siehe S. 23).
- [Donnet, 2008] **C. Donnet und A. Erdemir.** *Tribology of Diamond-Like Carbon Films*. Springer Science+Business Media, LLC, 2008 (siehe S. 27).
- [Gross, 2011] **J. H. Gross.** *Mass Spectrometry*. 2nd. Springer Berlin Heidelberg, 2011 (siehe S. 50).
- [Johnson, 1985] **K. L. Johnson.** *Contact Mechanics*. Cambridge University Press, 1985 (siehe S. 26).
- [Moore, 1944] **H. F. Moore.** *Shot Peening and the Fatigue of Metals*. 1st. AMERICAN FOUNDRY EQUIPEMENT CO., 1944, S. 24 (siehe S. 3, 8).
- [Muralikrishnan, 2009] **B. Muralikrishnan und J. Raja.** *Computational Surface and Roundness Metrology*. Springer US, 2009 (siehe S. 38, IV).
- [Salmang, 2007] **H. Salmang, H. Scholze und R. Telle.** *Keramik*. 7th. Springer Berlin Heidelberg, 2007 (siehe S. 44).
- [Stout, 1993] **K. Stout et al.** *The development of methods for the characterisation of roughness in three dimensions*. 1st. ECSC-EEC-EAEC, Brüssel-Luxemburg und Authors, 1993 (siehe S. 38, II-IV, VII).

## LITERATUR

- [Vogelpohl, 1967] **G. Vogelpohl.** *Betriebssichere Gleitlager.* Springer Berlin Heidelberg, 1967 (siehe S. 25).
- [Voort, 1985] **G. F. V. Voort.** *Metallography: Principles and Practice.* Bd. 18. 3. 1985, S. 307–308 (siehe S. 34).
- [Zhou, 2006] **W. Zhou und Z. L. Wang.** *Scanning Microscopy for Nanotechnology.* Springer Science+Business Media, LLC, 2006 (siehe S. 45).

## Normen und Richtlinien

- [DIN 4760, 1982] **DIN 4760.** *Gestaltabweichung.* 1982 (siehe S. III).
- [DIN 556602, 2011] **DIN 55660-2.** *Beschichtungstoffe - Benetzbarkeit - Teil 2: Bestimmung der freien Oberflächenenergie fester Oberflächen durch Messung des Kontaktwinkels.* 2011 (siehe S. 40).
- [DIN 8580, 2003] **DIN 8580.** *Fertigungsverfahren - Begriffe, Einteilung.* 2003 (siehe S. 4).
- [DIN EN 828, 2010] **DIN EN 828.** *Klebstoffe - Benetzbarkeit - Bestimmung durch Messung des Kontaktwinkels und der freien Oberflächenenergie fester Oberflächen.* 2010 (siehe S. 40).
- [DIN EN ISO 145771, 2003] **DIN EN ISO 14577-1.** *Metallische Werkstoffe - Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter - Teil 1: Prüfverfahren.* 2003 (siehe S. 41).
- [DIN EN ISO 251782, 2008] **DIN EN ISO 25178-2.** *Geometrische Produktspezifikation (GPS) - Oberflächenbeschaffenheit: Flächenhaft - Teil 2: Begriffe und Oberflächen-Kenngrößen.* 2008 (siehe S. 38, IV).
- [DIN EN ISO 4287, 2010] **DIN EN ISO 4287.** *Geometrische Produktspezifikation (GPS) - Oberflächenbeschaffenheit: Tastschnittverfahren - Benennungen, Definitionen und Kenngrößen der Oberflächenbeschaffenheit.* 2010 (siehe S. IV).
- [DIN EN ISO 4288, 1998] **DIN EN ISO 4288.** *Geometrische Produktspezifikationen (GPS) - Oberflächenbeschaffenheit: Tastschnittverfahren - Regeln und Verfahren für die Beurteilung der Oberflächenbeschaffenheit.* 1998 (siehe S. 38).

- [DIN EN ISO 8785, 1999] **DIN EN ISO 8785.** *Geometrische Produktspezifikation (GPS) - Oberflächenunvollkommenheiten - Begriffe, Definitionen und Kenngrößen.* 1999 (siehe S. 10).
- [SAE J2277, 2013] **SAE J2277.** *Shot Peening Coverage Determination.* 2013 (siehe S. 6).
- [VDI 2840, 2005] **VDI 2840.** *Kohlenstoffschichten - Grundlagen, Schichttypen, Eigenschaften.* 2005 (siehe S. 15).
- [VDI 3198, 1992] **VDI 3198.** *CVD- und PVD-Verfahren.* 1992 (siehe S. 42).
- [VDMA 24379, 2011] **VDMA 24379.** *Strahltechnik Anwendungen, Verfahren und Anlagen.* 2011 (siehe S. 4).

## Schutzrechte

- [Almen, 1944] **J. O. Almen.** *Shot Blasting Test.* US Patent 2350440 A. Pat. 1944 (siehe S. 7).
- [Peters, 1993] **M. G. Peters und R. H. Cummings.** *Etching with Murakami's reagent.* US Patent 5,236,740. Pat. 1993 (siehe S. 34).

## Andere

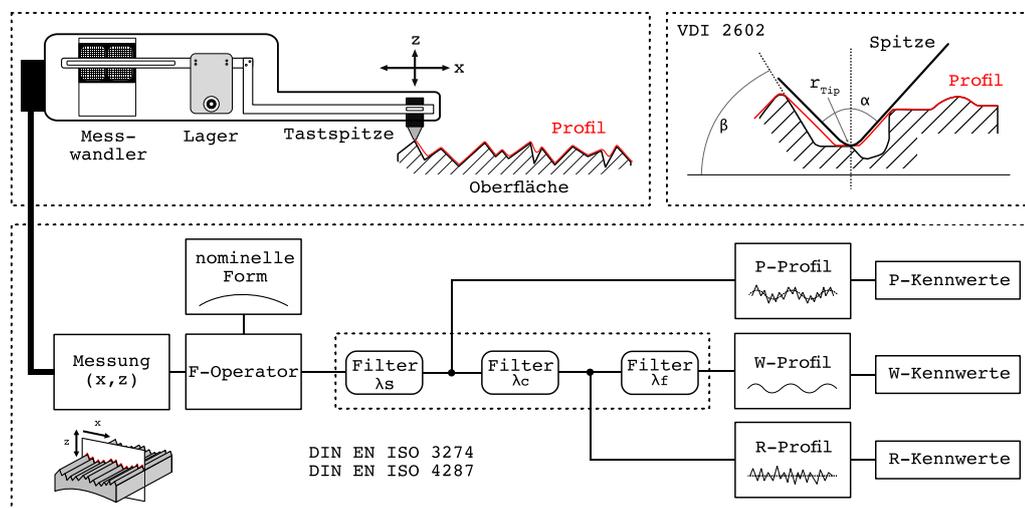
- [OHaver, 2016] **T. O'Haver.** <http://terpconnect.umd.edu>. *Interactive Signal Processing Tools.* 2016 (siehe S. 47).



# A

## Anhang

### A.1 Rauheitskenngrößen



**Abbildung A.1:** Skizze zur Messkette des klassischen Tastschnittverfahrens, mit dem Aufbau der Tastspitze, der Datenverarbeitung bis zum Erhalt der Oberflächenparameter sowie der geometrischen Beschreibung des Fehlers, der durch die Spitzengeometrie entsteht. Hierzu sei besonders die DIN EN ISO Reihe „Geometrische Produktspezifikationen (GPS)“ erwähnt. Die eigens geschriebene Auswertung zur Ermittlung der Rauheitskenngrößen setzt in dieser Arbeit nach dem F-Operator an.

## A ANHANG

**Tabelle A.1:** Auswahl der wichtigsten Parameter zur Beschreibung von Rauheit, kategorisiert nach ihrem mathematischen Ursprung für Profil- und Oberflächenmessungen [Stout, 1993].

Kategorie	2D	3D	Bezeichnung
<b>Amplitude</b>	Ra	Sa	Arithmetischer Mittenrauwert
	Rq	Sq	Quadratischer Mittenrauwert
	Rz	Sz	Gemittelte Rautiefe
	Rp	Sp	Spitzenhöhe
	Rv	Sv	Riefentiefe
	Rpm	Spm	Mittlere Spitzenhöhe
	Rvm	Svm	Mittlere Riefentiefe
	Rt	St	Maximale Rautiefe
	k		Profilstabilitätsfaktor
	Rsk	Ssk	Schiefte
	Rku	Sku	Steilheit
<b>Spatial</b>	RSm	-	Mittlerer Spitzenabstand
	-	Sds	Spitzendichte
	-	Sal	Autokorrelationslänge des schnellsten Abfalls
	-	Str	Textur-Aspektverhältnis
<b>Hybrid</b>	Rdq	Sdq	Mittlere quadratische Profilsteigung
	-	Sdr	Flächenverhältnis Istoberfläche - Messfläche
	-	Ssc	Mittlere Spitzenkrümmung
<b>Funktional</b>	ADF	AADF	Amplitudendichtefunktion
	BAC	BAC	Abbott-Firestone-Kurve ( <i>bearing area curve</i> )
	Rk	Sk	Kernrautiefe
	Rpk	Spk	Reduzierte Spitzenhöhe
	Rvk	Svk	Reduzierte Riefentiefe
	Rmr (c)	Smr (c)	Materialanteil des Profils
	-	Sbi	Tragfähigkeitsindex
	-	Sci	Kern-Flüssigkeitsrückhalteindex
	-	Svi	Tal-Flüssigkeitsrückhalteindex
	ACV	AACV	Autocovarianz
	ACF	AACF	Autokorrelationsfunktion
	$\delta$	$\delta$	Korrelationslänge
	PSD	APSD	Powerspektraldichte

## A.1 Rauheitskenngrößen

**Tabelle A.2:** Unterteilung der möglichen Gestaltsabweichungen der gemessenen Istoberflächen zur erwarteten Solloberfläche nach den Ordnungen 1-6 [DIN 4760, 1982].

Gestaltsabweichung	Art der Abweichung	Ursache
1. Formabweichungen	Geradheits-, Ebenheits-, Rundheitsabweichungen	Fehlerhafte Führung der Werkzeugmaschine, Durchbiegung des Werkstücks, Härteverzug, Verschleiß
2. Welligkeit	Wellen (DIN 4761)	außermittige Einspannung, Form- oder Laufabweichungen, Maschinenschwingung
3. Rauheit	Rillen (DIN 4761)	Form der Werkzeugschneide, Vorschub oder Werkzeugzustellung
4. Rauheit	Riefen, Schuppen, Kuppen (DIN 4761)	Vorgang der Spanbildung (Reißspan, Scherspan, Aufbauschneide), Werkstoffverformung beim Strahlen, Knospenbildung bei galvanischer Beschichtung
5. Rauheit	Gefügestruktur	Kristallisationsvorgänge, Veränderung der Oberfläche durch chemische Einwirkung, Korrosionsvorgänge
6.	Gitteraufbau des Werkstoffs	atomare Zusammensetzung

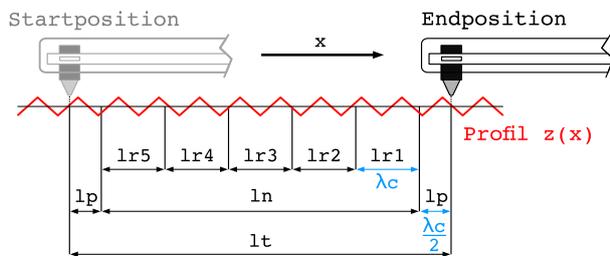
**Tabelle A.3:** Einfluss der spezifischen Rauheitsparameter auf die Funktion der Oberfläche entsprechend ihrer Anwendung [Stout, 1993].

Funktionsoberfläche	Amplitude	Spatial	Hybrid	Funktional
Lager	+	+	0	+
Dichtflächen	+	0	+	+
Reibung	+	+	+	+
Verbundsteifigkeit	+	0	0	+
Führungen	+	+	0	+
Elektr./Therm. Kontakt	+	+	+	+
Verschleiß	+	+	+	+
Kaltverschweißen, Fressen	+	-	+	+
Adhäsion	+	-	0	+
Lackieren, Plattieren	+	0	0	+
Formgebung	+	+	0	+
Ermüdung	+		-	+
Spannung, Bruch	+		0	+
Reflektionsvermögen	+	0	+	+
Hygiene	+		0	+

## A ANHANG

### A.1.1 Messmethodik

Um die charakteristischen Rauheitsparameter aus dem gemessenen Profil zu berechnen, wird dieses in Teilstücke zerlegt, wie in Abb. A.2 gezeigt. Um der Norm zu entsprechen, müssen die Parameter aus dem dafür vorgesehenen Messabschnitt berechnet werden. Für unten stehende Formeln wurden folgende Konventionen getroffen. Das Profil  $z(x)$  der Messstrecke  $l_n$  besteht aus  $n$  Messpunkten. Der Index  $p$  bezeichnet Rauheitsspitzen und der Index  $v$  Rauheitstäler. Sofern die Rauheitsparameter sowohl für 2D- als auch 3D-Messungen berechenbar sind (vgl. Tab. A.1), werden nur die der 2D-Parameter gezeigt. Die 3D-Parameter erhält man analog durch Ersetzen von  $n$  durch  $n_x n_y$ . Die formalen Zusammenhänge stammen aus [Stout, 1993; Gadelmawla, 2002; Muralikrishnan, 2009; DIN EN ISO 251782, 2008].



**Abbildung A.2:** Skizze zur Aufteilung der Taststrecke  $l_t$  für die Bestimmung der Rauheitskenngrößen. Die Messstrecke  $l_n$  ergibt sich durch Abzug der Vor- beziehungsweise Nachlaufstrecke  $l_p$ , die jeweils der halben Grenzwellenlänge  $\lambda_c$  entspricht. Durch Teilung von  $l_n$  in 5 Teilstücke ergibt sich die Einzelmessstrecke  $l_r$ , die gleich der Grenzwellenlänge  $\lambda_c$  ist [DIN EN ISO 4287, 2010].

### A.1.2 Amplitudenparameter

Die Amplitudenparameter beziehen sich auf die vertikale Ausdehnung des Profils und zählen zu den wichtigsten und am häufigsten verwendeten Rauheitsparametern.

- Der **arithmetische Mittenrauwert  $R_a$**  berechnet sich aus dem arithmetische Mittelwert der Profilor dinaten  $z_i(x)$  innerhalb der Einzelmessstrecke.

$$R_a = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |z_i(x)| \quad (\text{A.1})$$

- Der **quadratische Mittenrauwert  $R_q$**  berechnet sich aus dem quadratische Mittelwert der Profilor dinaten  $z_i(x)$  innerhalb der Einzelmessstrecke.

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n z_i(x)^2} \quad (\text{A.2})$$

- Die **gemittelte Rautiefe  $Rz$**  berechnet sich aus dem arithmetische Mittelwert der fünf größten positiven Profilordinaten  $p_i(x)$  (Spitzen) und negativen Profilordinaten  $v_i(x)$  (Täler) innerhalb der Einzelmessstrecke.

$$Rz = \frac{1}{5} \left[ \sum_{i=1}^5 |p_i(x)| + \sum_{i=1}^5 |v_i(x)| \right] \quad (\text{A.3})$$

- Die **Spitzenhöhe  $Rp$**  entspricht dem Wert der größten positiven Profilordinate  $p_{max}(x)$ , die **Riefentiefe  $Rv$**  dem Wert der größten negativen Profilordinate  $v_{max}(x)$  innerhalb der Einzelmessstrecke.

$$Rp = p_{max}(x) \quad , \quad Rv = |v_{max}(x)| \quad (\text{A.4})$$

- Die **mittlere Spitzenhöhe  $Rpm$**  entspricht dem arithmetischen Mittelwert aller positiven Profilordinaten  $p_i(x)$ , die **mittlere Riefentiefe  $Rvm$**  dem arithmetischen Mittelwert aller negativen Profilordinaten  $v_i(x)$  innerhalb der Einzelmessstrecke.

$$Rpm = \sum_{i=1}^n p_i(x) \quad , \quad Rvm = \sum_{i=1}^n v_i(x) \quad (\text{A.5})$$

- Die **maximale Rautiefe  $Rt$**  (entspricht  $Rmax$ ) berechnet sich aus der Summe der Spitzenhöhe  $Rp$  und der Riefentiefe  $Rv$  innerhalb der Einzelmessstrecke.

$$Rt = Rp + Rv \quad (\text{A.6})$$

- Der **Profilstabilitätsfaktor  $k$**  entspricht dem Quotienten aus der Riefentiefe  $Rv$  und de maximalen Rautiefe  $Rt$ . Je größer der Wert  $k$ , desto tragfähiger ist die Oberfläche.

$$k = \frac{Rv}{Rt} \quad (\text{A.7})$$

- Die **Schiefe  $Rsk$**  (*skew*) des Profils ergibt sich aus dem Quotienten der gemittelten dritten Potenz der Ordinatenwerte  $z_i(x)$  und der dritten Potenz des quadratischen Mittenrauwerths  $Rq$ . Sie beschreibt die asymmetrische Verschiebung des Profils zur Bezugslinie.

## A ANHANG

$$Rsk = \frac{1}{Rq^3} \cdot \left[ \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n z_i(x)^3 \right] \quad (\text{A.8})$$

- Die **Steilheit  $Rku$**  (*kurtosis*) des Profils ergibt sich aus dem Quotienten der gemittelten vierten Potenz der Ordinatenwerte  $z_i(x)$  und der vierten Potenz des quadratischen Mittenrauwerts  $Rq$ . Kleine Werte ( $<3$ ) deuten auf abgerundete Spitzen hin.

$$Rku = \frac{1}{Rq^4} \cdot \left[ \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n z_i(x)^4 \right] \quad (\text{A.9})$$

### A.1.3 Spatialparameter

Die Spatialparameter, auch Waagrecht- oder Abstandskenngrößen genannt, beziehen sich auf die horizontale Ausdehnung des Rauheitsprofils.

- Der **mittlere Spitzenabstand  $RSm$**  (auch mittlere Rillenbreite genannt) lässt sich aus dem Mittelwert der Breite der einzelnen Profilelemente  $Sm_i$  ermitteln.

$$RSm = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n Sm_i \quad (\text{A.10})$$

- Die **Spitzendichte  $Sds$**  von Oberflächen errechnet sich aus der Anzahl der Spitzen  $n_p$  bezogen auf die gemessene Fläche. Die Definition von Spitze basiert hier auf dem Prinzip der acht nächsten Nachbarn.

$$Sds = \frac{n_p}{(n_x - 1)(n_y - 1)\Delta x \Delta y} \quad (\text{A.11})$$

- Die **Autokorrelationslänge  $Sal$**  von Oberflächen bezeichnet den kürzesten horizon-

talen Abstand der Autokorrelationsfunktion  $ACF(\tau_x, \tau_y)$  mit dem schnellsten Abklingen auf einen vorgegebenen Wert  $s$ . Üblicherweise gilt  $s = 0.2$ .

$$Sal = \underset{\tau_x, \tau_y \in R}{MIN} \left[ \sqrt{\tau_x^2 + \tau_y^2} \right] ; R = (\tau_x, \tau_y) : AACF(\tau_x, \tau_y) \leq s \quad (A.12)$$

- Das **Textur-Aspektverhältnis**  $Str$  (Isotropieindex) errechnet sich aus dem Quotienten des horizontalen Abstands der Autokorrelationsfunktion  $ACF(\tau_x, \tau_y)$  mit dem jeweils schnellsten und dem langsamsten Abklingen auf einen vorgegebenen Wert  $s$ . Es gilt  $0 < Str \leq 1$ , wobei man ab  $Str > 0.5$  eine weitgehend isotrope Oberfläche vorliegt.

$$Str = \frac{\underset{\tau_x, \tau_y \in R}{MIN} \left[ \sqrt{\tau_x^2 + \tau_y^2} \right]}{\underset{\tau_x, \tau_y \in Q}{MAX} \left[ \sqrt{\tau_x^2 + \tau_y^2} \right]} ; \begin{array}{l} R = (\tau_x, \tau_y) : AACF(\tau_x, \tau_y) \leq s \\ Q = (\tau_x, \tau_y) : AACF(\tau_x, \tau_y) \geq s \end{array} \quad (A.13)$$

#### A.1.4 Hybridparameter

Hybridparameter beziehen sich sowohl auf die vertikale, als auch auf die horizontale Ausdehnung des Rauheitsprofils und berücksichtigen daher dessen Amplituden- und Spatialcharakter.

- Der **mittlere quadratische Profilsteigung**  $Rdq$  errechnet sich über das quadratische Mittel der örtlichen Profilsteigungen  $\Delta z(x)/\Delta x$ .

$$Rdq = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=0}^n \left( \frac{\Delta z(x)}{\Delta x} \right)^2} \quad (A.14)$$

- Die **Oberflächenvergrößerung**  $Sdr$  beschreibt das Verhältnis der gemessenen Oberfläche  $A_S$  zu deren Bezugsfläche  $A_R$ . Die wahre Oberfläche  $A_S$  besteht aus der Summe der kleinsten quadrilateralen Flächenelemente  $A_{ij}$  und wurde wie in [Stout, 1993] be-

## A ANHANG

geschrieben berechnet.

$$Sdr = \frac{A_S - A_R}{A_R} \cdot 100\% \quad \text{mit} \quad \begin{aligned} A_S &= \sum_{i=0}^{n_x-2} \sum_{j=0}^{n_y-2} A_{ij} \\ A_R &= (n_x - 1)(n_y - 1)\Delta x \Delta y \end{aligned} \quad (\text{A.15})$$

- Die **mittlere Spitzenkrümmung**  $Ssc$  errechnet sich über das arithmetische Mittel der lokalen Spitzensteigungen und ist ein Maß für die Steilheit der Rauheitsspitzen.

$$Ssc = -\frac{1}{2n} \cdot \sum_{i=1}^n \left( \frac{\delta p_i^2(x, y)}{\delta x^2} + \frac{\delta p_i^2(x, y)}{\delta y^2} \right) \quad (\text{A.16})$$

### A.1.5 Funktionalparameter

Die Aufgabe funktionsorientierter Parameter ist die Eignung von Oberflächen für eine bestimmte Anwendungen (Lagerflächen, Dichtflächen, Schmierstoffverteilung) zu bewerten und zu quantifizieren. Diese Parameter basieren fast ausschließlich auf der Flächenmaterialanteilkurve (Abbot-Firestone-Kurve; BAC) und der daraus abgeleiteten Kenngrößen.

- Die **Amplitudendichtefunktion**  $ADF$  ist das Histogramm des Profils und entspricht mathematisch der Wahrscheinlichkeitsdichte  $P(z)$  der Profilorдынaten  $z(x)$ . Deren Skala wird in Segmente der Breite  $\delta_z$  aufgeteilt und anschließend die Anzahl der Ordinaten innerhalb jedes Segments gezählt. Die  $ADF$  lässt sich für vollständig anisotrope Oberflächen aber auch über den Zusammenhang mit  $Rq$  bestimmen, wodurch man eine Verteilung nach Gauß erhält. [Gadelmawla, 2002].

$$ADF(z) = P(z) = \lim_{\delta_z \rightarrow 0} \frac{p(z, z + \delta_z)}{\delta_z} \quad (\text{A.17})$$

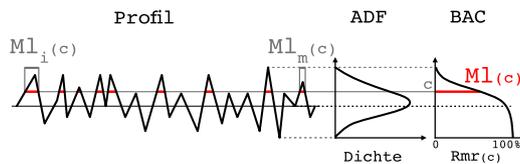
$$ADF(z) = \sqrt{2\pi Rq^2} \cdot \exp \left[ \frac{-z(x)}{2Rq^2} \right] \quad (\text{A.18})$$

- Die **Abbot-Firestone-Kurve**  $BAC$  entspricht der kumulierten Amplitudendichtefunktion und damit dem Integral der  $ADF$ . Sie stellt die kumulative Häufigkeitsfunktion der Ordinatenwerte  $z(x)$  des Profils dar. Praktisch kann die Abbott-Firestone-Kurve auch über den **Materialanteil**  $Rmr(c)$  bestimmt werden, der sich aus einer

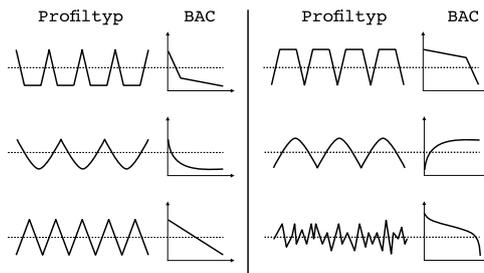
Schnittlinie über dem Profil in der Höhe  $c$  ergibt.

$$BAC(z) = \int ADF(z) = \int P(z) dz \quad (A.19)$$

$$Rmr(c) = \frac{100}{ln} \sum_{i=1}^m Ml_i(c) = \frac{Ml(c)}{ln} [\%] \quad (A.20)$$

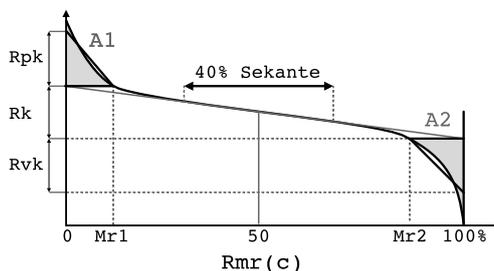


**Abbildung A.3:** Illustration zur grafischen Ermittlung der Abbott-Firestone-Kurve. Der Materialanteil  $Ml(c)$  der Schnitttiefe  $c$  setzt sich dabei aus der Summe der einzelnen Materialanteile  $Ml_i(c)$  zusammen.



**Abbildung A.4:** Zu erwartende Abbott-Firestone-Kurven für verschiedene prinzipielle Profiltypen.

- Die **reduzierte Spitzenhöhe  $Rpk$** , die **Kernrautiefe  $Rk$**  sowie die **reduzierte Riefentiefe  $Rvk$**  sind Kennwerte, die sich aus der Abbott-Firestone-Kurve bestimmen lassen. Die grafische Ermittlung zeigt Abb. A.5.



**Abbildung A.5:** Illustration zur grafischen Ermittlung der Kennwerte  $Rpk$ ,  $Rk$  und  $Rvk$  aus der Abbott-Firestone-Kurve. Diese lassen sich nur bei S-förmigen Kurven mit einem Wendepunkt bestimmen.

- Der **Tragfähigkeitsindex  $Sbi$**  beschreibt die die Tragfähigkeit der Oberfläche und setzt sich aus dem Verhältnis des quadratischen Mittenrauwerths und dem Ordinaten-

## A ANHANG

wert der Abbott-Firestone-Kurve bei 0.05 % zusammen.

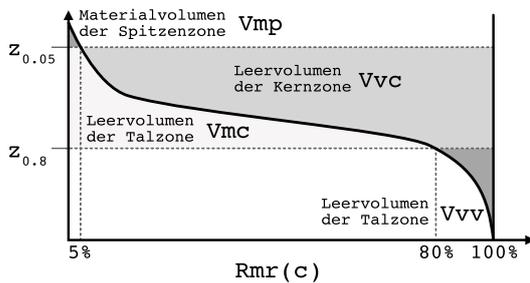
$$Sbi = \frac{Sq}{z_{0.05}} \quad (\text{A.21})$$

- Der **Kern-Flüssigkeitsrückhalteindex**  $Sci$  beschreibt das Kernvolumen im Verhältnis zur Bezugsfläche und beschreibt ist Maß für die Fähigkeit der Topografie, Flüssigkeiten am Fließen zu hindern.

$$Sci = \frac{V_v(z_{0.05}) - V_v(z_{0.8})}{(n_x - 1)(n_y - 1)\delta x\delta y} \cdot \frac{1}{Sq} \quad (\text{A.22})$$

- Der **Tal-Flüssigkeitsrückhalteindex**  $Svi$  beschreibt die gleiche Eigenschaft wie  $Sci$  oben, allerdings bezogen auf das Talvolumen der Rauheit.

$$Svi = \frac{V_v(z_{0.8})}{(n_x - 1)(n_y - 1)\delta x\delta y} \cdot \frac{1}{Sq} \quad (\text{A.23})$$



**Abbildung A.6:** Illustration zur Ermittlung der Funktionskenngrößen  $Sbi$ ,  $Sci$  und  $Svi$  aus der Abbott-Firestone-Kurve. Zusätzlich sind die sind die Volumina der Teilbereiche der Topografie gekennzeichnet.

- Die **Autokovarianz**  $ACV$  gibt an, wie repetitiv ein Profil ist. Dazu wird das Profil gegen sich selbst verschoben und für jeden Verschiebungsschritt wird ein Wert aus der Summe der Produkte der Profilelemente berechnet. Alle Werte, aufgetragen gegen die Gesamtverschiebung ergibt die  $ACV$ .

$$ACV(k) = \frac{1}{n-k} \sum_{i=1}^n z(i)z(i+k) \text{ mit } 0 \leq k \leq n-1 \quad (\text{A.24})$$

- Die **Autokorrelationsfunktion**  $ACF$  entspricht der  $ACV$ , normiert mit  $Rq$ .

$$ACF(k) = \frac{ACV(k)}{Rq^2} \quad (\text{A.25})$$

## A.1 Rauheitskenngrößen

- Die **Korrelationslänge**  $\delta$  ist genau die Verschiebungslänge, nach der die *ACV* unter einen gewissen Schwellwert  $y$  fällt. Je länger  $\delta$  ist, desto selbstähnlicher ist das Profil.

$$\delta = \text{MIN}(ACF \leq y)\Delta x \quad \text{mit } y = 0, 0.1, 1/e \quad (\text{A.26})$$

- Die **Powerspektraldichte** *PSD* ist das normierte Quadrat der Fourier-Transformation des Profils  $z$ .

$$PSD = \frac{1}{n-1} \left( \sum_{i=0}^{n-1} z_i e^{-j2\pi\beta i/n} \right) \quad (\text{A.27})$$

Da die PSD die Ausdehnung der Oberfläche in sämtlichen Richtungen enthält, lassen sich über sie fraktale Kennwerte ermitteln, mit Hilfe derer die vermessene Oberfläche  $z(x)$  rekonstruiert werden kann. Dazu bedient man sich der Beziehung

$$z(x) = G^{D-1} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{\cos(2\pi\gamma^n x)}{\gamma^{(2-D)n}} \quad (\text{A.28})$$

aus [Doege, 1998]. Dabei ist  $G$  die Amplitudenskalisierung der Oberfläche,  $D$  die fraktale Dimension und  $\gamma$  das Frequenzspektrum der Oberflächenrauheit. Die fraktale Dimension  $D$  lässt sich über die Steigung  $\epsilon$  der PSD im log-log-Plot (Abb. A.7) berechnen [Babadagli, 2001].

$$D = \frac{8 + \epsilon}{2} \quad (\text{A.29})$$

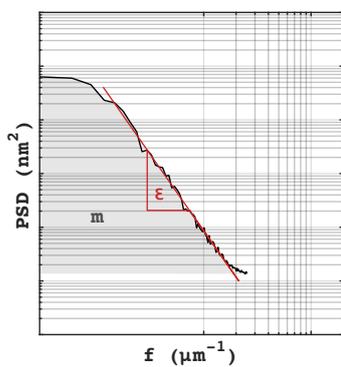
Aus der Fläche  $m$  unter Kurve, die über

$$m_n = \int_{-\infty}^{\infty} PSD(f) \cdot f^n df \quad \text{mit } n = 0, 2, 4 \quad (\text{A.30})$$

definiert ist, lassen sich weitere wichtige Parameter der Oberfläche bestimmen. Zum einen der quadratische Rauheitsmittenwert  $Rq$ , der im angelsächsischen Sprachraum auch als *RMS* (*root mean square*) bekannt ist. Zum anderen die Dichte der Asperite  $Da$  sowie der mittlere Radius der Asperitenkrümmung  $ra$ . Die Werte ergeben sich zu:

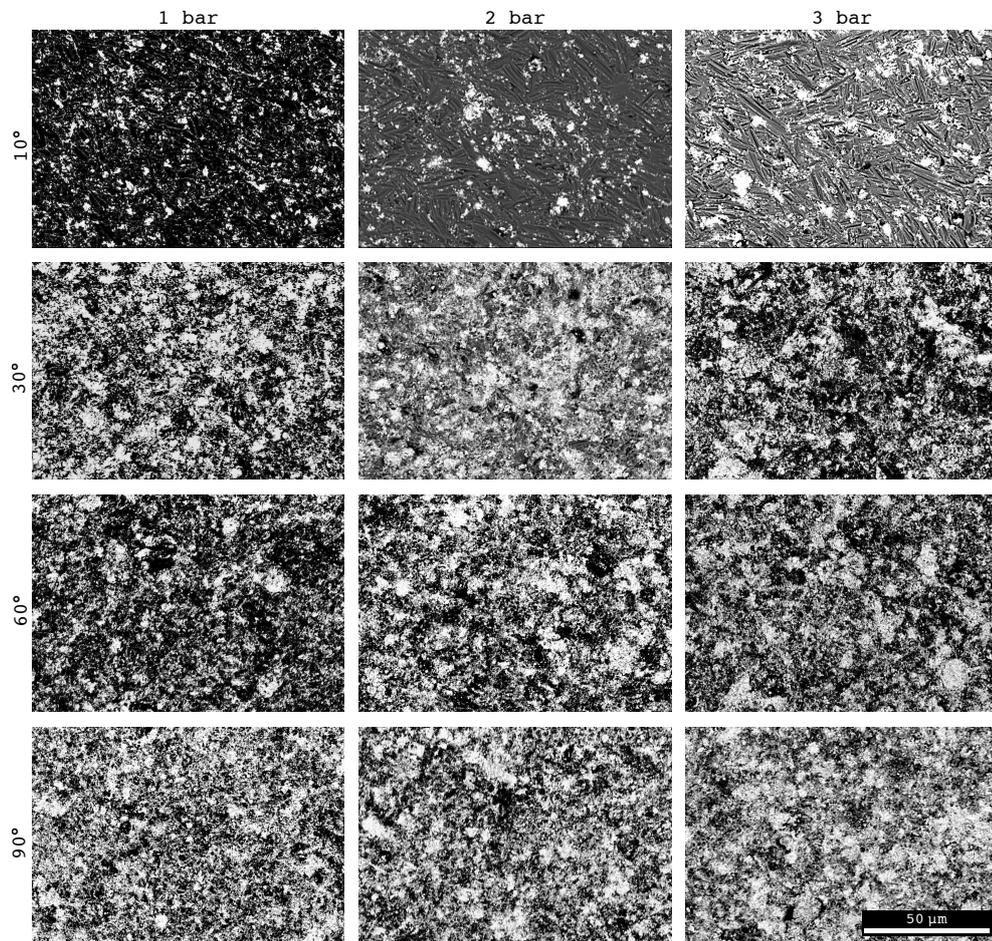
$$RMS = \sqrt{m_0} \quad ; \quad Da = \frac{1}{6\pi\sqrt{3}} \left( \frac{m_4}{m_2} \right) \quad ; \quad ra \approx \frac{1}{1.5\sqrt{m_4}} \quad (\text{A.31})$$

## A ANHANG



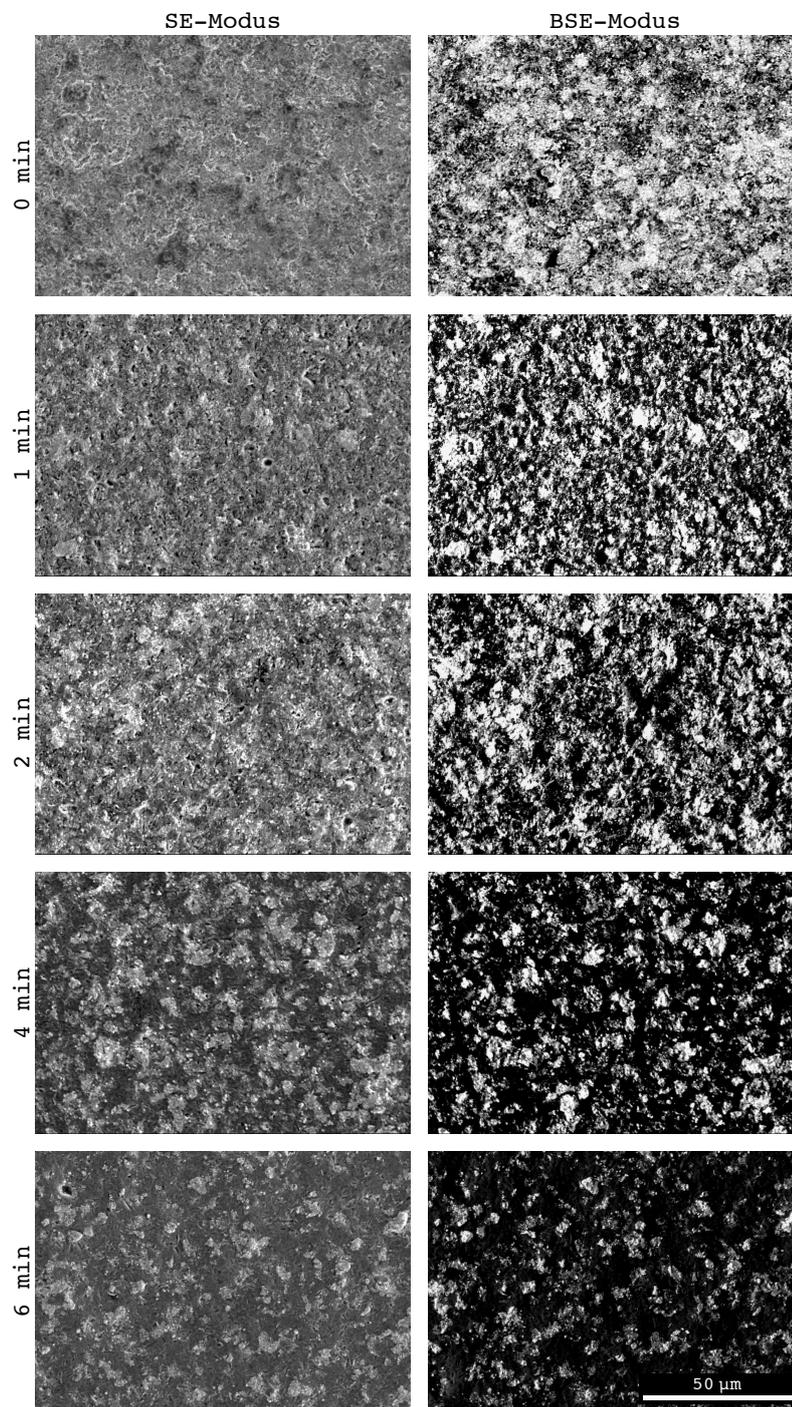
**Abbildung A.7:** Illustration zur Ermittlung der fraktalen Dimension  $D$  und der Rauheitswerte  $RMS$ ,  $Da$  und  $ra$  aus dem log-log-Plot der Powerspektraldichte.

## A.2 Strahlmittelrückstände in der Übersicht



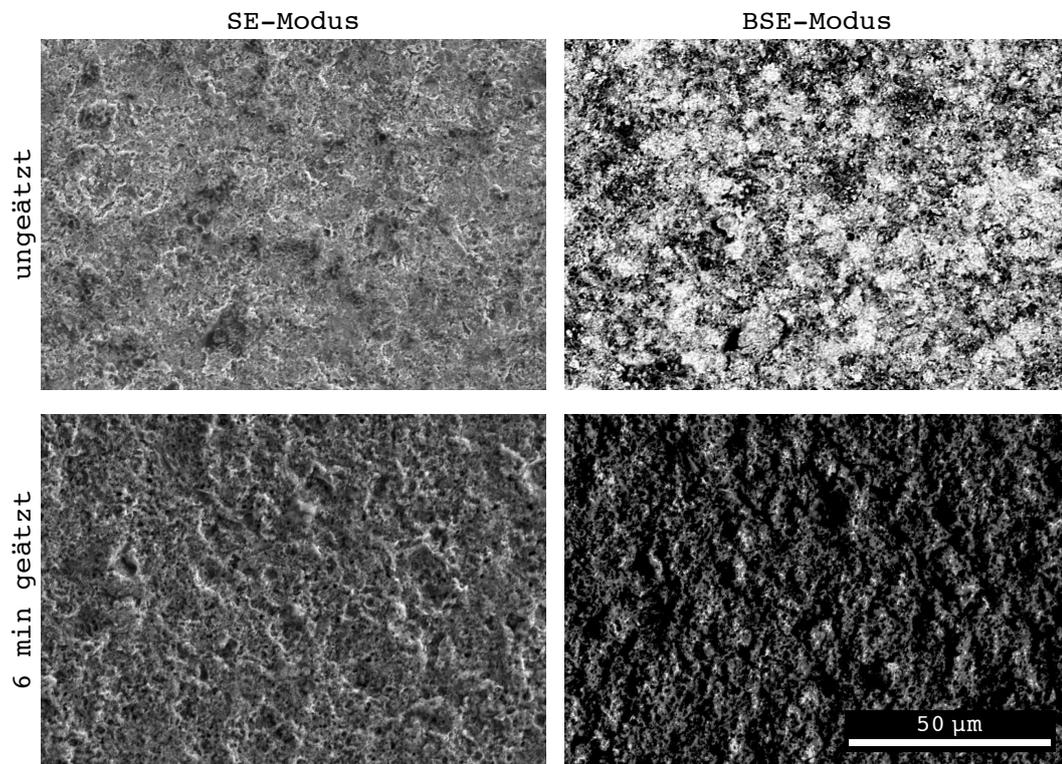
**Abbildung A.8:** Aufnahmen der gestrahlten Oberfläche (M1) in Abhängigkeit der Strahlparameter. Dabei handelt es sich um BSE-Aufnahmen (20 kV), die einen Materialkontrast liefern, sodass Strahlmittelrückstände in Form von Wolframkarbid hell erscheinen, während die Stahloberfläche dunkel ist.

## A ANHANG



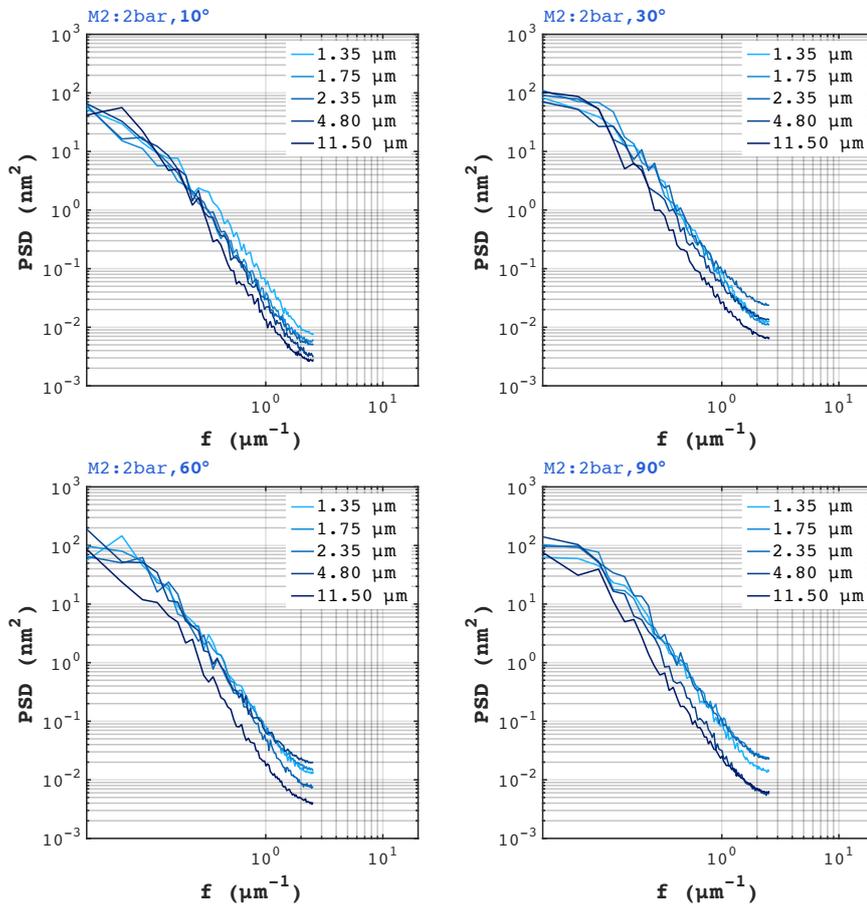
**Abbildung A.9:** Reduzierung des Gehalts an WC-Strahlmittelrückständen durch Nassstrahlen mit unterschiedlichen Strahlzeiten. Das Wolframkarbid erscheint im Materialkontrast des BSE-Modus hell, während die Stahloberfläche dunkel ist.

## A.2 Strahlmittelrückstände in der Übersicht



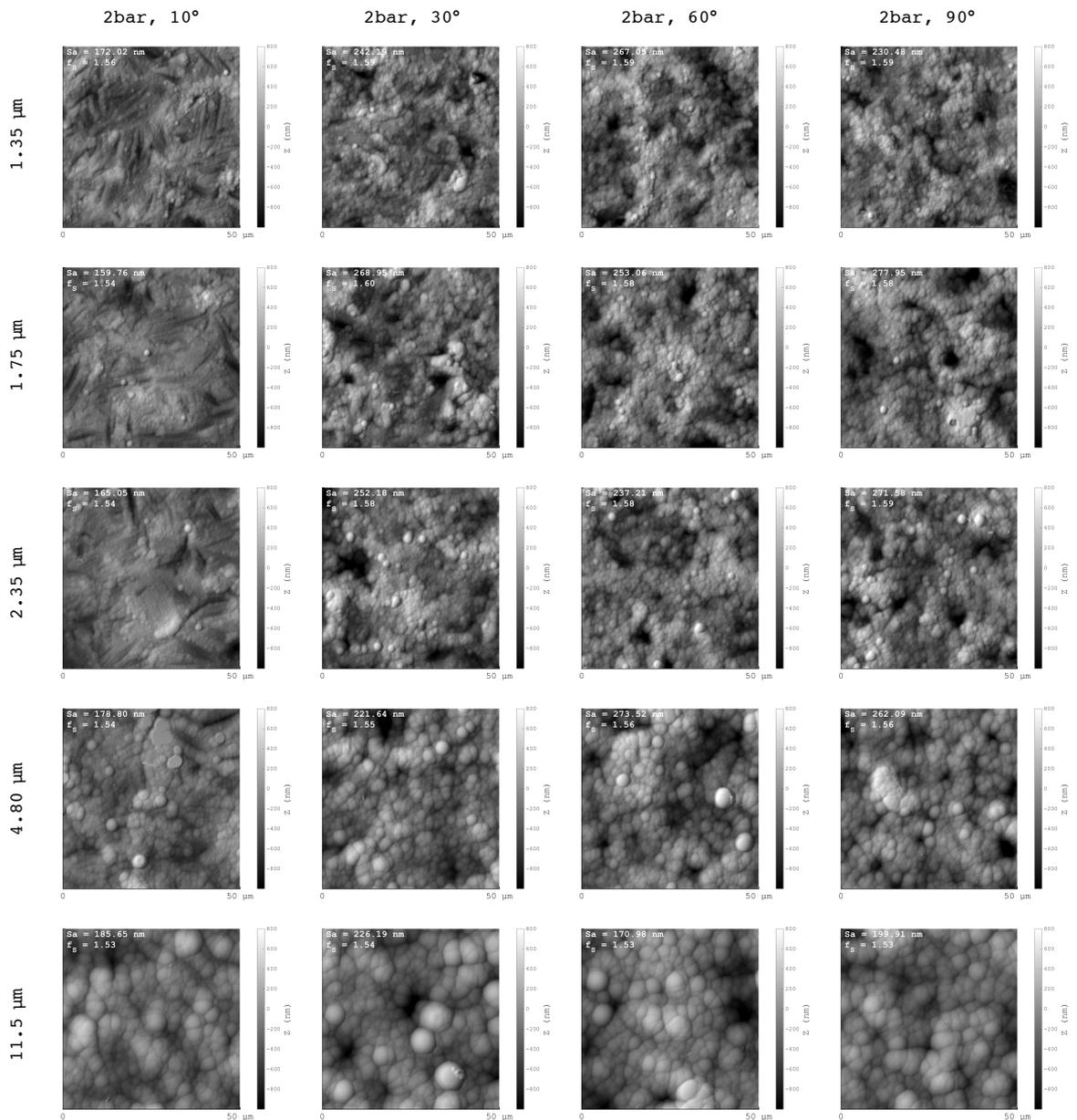
**Abbildung A.10:** Reduzierung des Gehalts an WC-Strahlmittelrückständen durch Ätzen mit Murakami-Lösung. Das Wolframkarbid erscheint im Materialkontrast des BSE-Modus hell, während die Stahloberfläche dunkel ist.

### A.3 Schichtwachstum und Strukturentwicklung



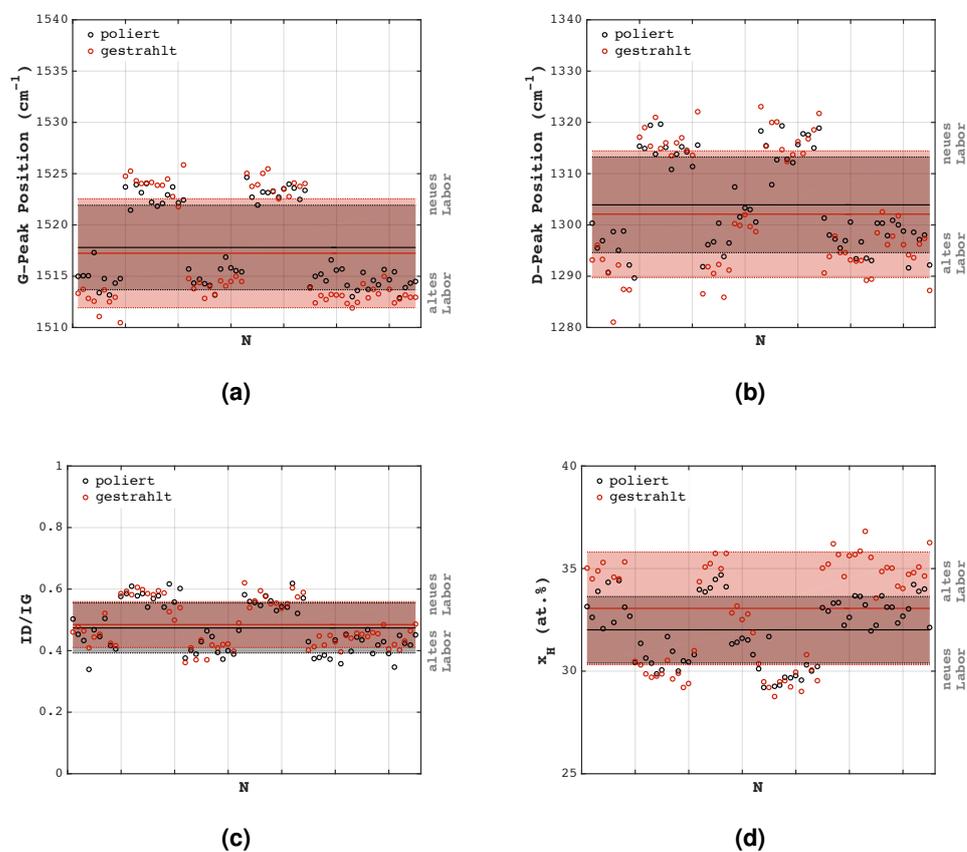
**Abbildung A.11:** Powerspektren aus den topografischen Analysen (AFM) der DLC-Oberflächen verschiedener Schichtdicke. Die Spektren wurden aus Aufnahmen mit einer Bildgröße von  $50 \times 50 \mu\text{m}$  ermittelt. Bei der unter einem Winkel von  $10^\circ$  gestrahlten Oberfläche ist gerade bei mittleren und kleinen Strukturen eine kontinuierliche Einglättung mit steigender Schichtdicke zu erkennen. Die größeren Strukturen ändern sich kaum. Steilere Strahlwinkel zeigen einen Wechsel zwischen Einglättung und Aufrauung mit wachsender Schichtdicke, bei der maximalen Schichtdicke ist die Oberfläche für alle Strahlbehandlungen sichtbar einglättet. Dieses Verhalten spiegelt das pilzartige Schichtwachstum an Asperiten wider, die abhängig von den Strahlparametern unterschiedlich stark ausgeprägt sind. Die zugehörigen AFM-Aufnahmen befinden sich in Abb. A.12.

### A.3 Schichtwachstum und Strukturentwicklung



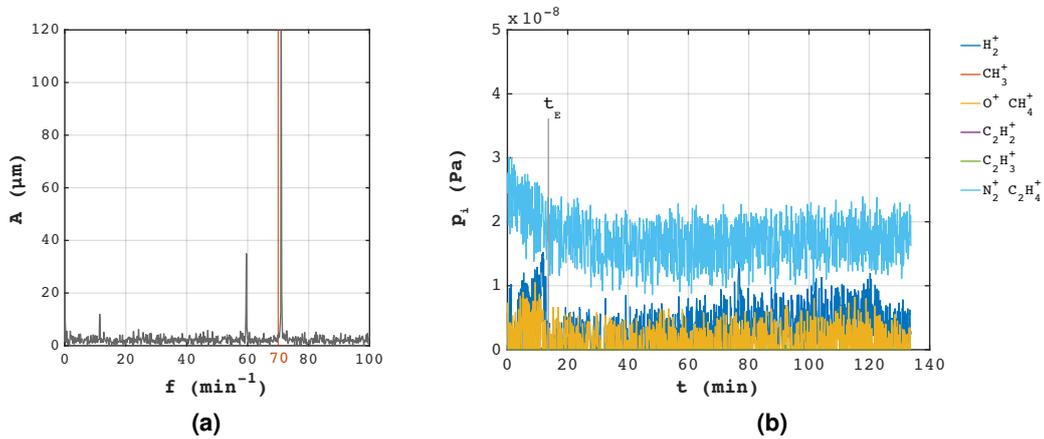
**Abbildung A.12:** Strukturentwicklung der DLC-Oberfläche bei wachsender Schichtdicke für vier verschiedene Strahlbehandlungen (M2), aufgenommen mittels AFM und einer Bildgröße von 50x50  $\mu\text{m}$ . Die zugehörigen Powerspektren befinden sich in Abb. A.11.

## A ANHANG

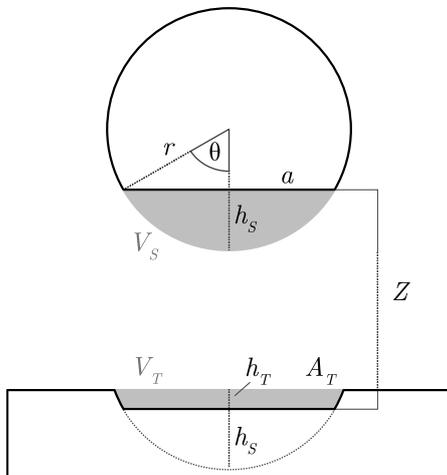


**Abbildung A.13:** Daten der Analysen Schichtstruktur polierten und gestrahlter Proben mittels Raman-spektroskopie. (a) Position (Raman-shift) des G-Peaks. (b) Position (Raman-shift) des D-Peaks. (c) Verhältnis der Intensitäten des D- und G-Peaks. (d) Wasserstoffgehalt der Schicht, errechnet aus dem Lumineszenzuntgrund. Die Blockweise auftretenden Abweichungen der Eigenschaften sind einem Anlagenumzug geschuldet, der im Zuge dieser Arbeit notwendig war.

## A.4 Analysen zur Vakuumtribologie



**Abbildung A.14:** (a) Fourieranalyse des Reibsignals der Probe M0/15N/trocken aus Abb. 4.59. (b) Primärsignale des Massenspektrometers in Form der Partialdrücke  $p_i$  als Funktion der Versuchszeit für die Probe M3/15N/trocken.



**Abbildung A.15:** Skizze zu Bestimmung der Verschleißtiefen der Kugel  $h_S$  und der Schicht  $h_T$  am Ende eines Versuchs. Deren Summe sollte dem maximalen Verfahrsweg des Tribometers  $Z(t_{max})$  entsprechen. Nur wenn dies der Fall ist, kann der Verfahrsweg  $Z(t)$  als zeitabhängige Verschleißtiefenmessung herangezogen werden.

## A ANHANG

### A.5 Methodenübersicht

Eine Übersicht aller verwendeten Geräte und Methoden ist in Tab. A.4 zusammengefasst.

**Tabelle A.4:** Angewandte Charakterisierungsmethoden zur Analyse polierter und gestrahlter Oberflächen im unbeschichteten und beschichteten Zustand.

Methoden (Kürzel)	Firma, Gerät	Anwendungszweck
Profilometrie	HOMMEL-ETAMIC, T8000	Oberflächentopografie, Rauheit, Schichtdicke
Rasterkraftmikroskopie (AFM)	NANOSURF, EasyScan 2	Oberflächentopografie, Rauheit
Digitale 3D-Lichtmikroskopie (LM)	ZEISS, AxioVision	Mikroskopische Analysen
Laserscanningmikroskopie (LSM)	KEYENCE, VK-9700K	Topografische Analysen
Elektronenmikroskopie (REM)	ZEISS, Supra 40VP HITACHI, S-3400N	Oberflächenanalyse, Interfaceanalyse
Energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX)	EDAX, Pegasus XM4 Oxford Instruments, INCA	Quantitative Elementzusammensetzung
Ionenfeinstrahlanlage (FIB)	FEI, Helios 600	Grenzflächenuntersuchungen
Ramanspektroskopie	RENISHAW, inVia Raman Mikroskop	Oberflächensensitive Strukturanalyse
Kontaktwinkelmessung	DataPhysics Instruments GmbH, OCA20	Oberflächenenergie
Härtemessung nach Vickers	Fischer, FISCHERSCOPE® HM2000	Bewertung der Randschichthärte
Rockwellindentation	ENGINEERING SYSTEMS, CK10	Rissinitiierung, Delamination
Akustische Rissdetektion	vallen systeme, ASCO-PH5 Sensor: VS600-Z2	Messung der akustischen Emission
Tribometer (MTM)	PCS Instruments, Mini Traction Machine	Lebensdaueruntersuchungen, Einlaufverhalten
CNN-Kamera	Fraunhofer IPM	Lebensdaueruntersuchungen, Delaminationsverhalten
Vakuumtribometer	CETR, Vacuum Tribometer	Tribochemische Charakterisierung
Massenspektrometer	MKS Instruments, Quadrupol Spektrometer	Elementanalyse