

Arbeitsbericht

als Anlage zum Fortsetzungsantrag DFG SCHE 1423 4-1

zum Vorhaben mit dem Titel

**Entwicklung eines mikrostrukturellen Konzepts
zur Unterdrückung der Wirkung von Wachstums-
fehlern bei PVD-Beschichtungen**

Berichtszeitraum

01.04.2012 bis 28.03.2014

Technische Universität Darmstadt
Staatliche Materialprüfungsanstalt Darmstadt (MPA)
Fachgebiet und Institut für Werkstoffkunde (IfW)
Dr. rer. nat. Herbert Scheerer
Grafenstr. 2
64283 Darmstadt

Inhalt

1	Vorbemerkung	3
1	Ergebnisse aus der ersten Antragsphase	6
1.1	Erzeugung von PVD-Beschichtungen mit gezielter lokaler Struktur (AP1)	6
1.1.1	Strukturen in Abhängigkeit von Stickstoffgehalt und Biasspannung am Substrat im hybriden DCMS:HiPIMS-Betrieb	6
1.1.2	Struktur in Abhängigkeit der HiPIMS-Pulsparameter im hybriden Betrieb	9
1.3	Untersuchung des Schichtnukleationsverhaltens um Oberflächendefekte mittels EBSD (AP2)	15
1.4	Optimierung des Bedeckungsgrades von Störstellen durch die Schichtmikrostruktur (AP3)	18
1.5	Bestimmung der Schichtbarrierewirkung in korrosiven Medien (AP4)	25
1.6	Flankierende Schichtcharakterisierung (AP5)	29
2	Zusammenfassung der Ergebnisse aus der ersten Antragsphase	33
3	Beurteilung der bisher erzielten Ergebnisse vor dem Hintergrund der originären Zielsetzung	34
4	Ausblick für den beantragten Projektzeitraum (siehe Fortsetzungsantrag 3. Jahr)	35
5	Im Rahmen des Projekts entstandene Veröffentlichungen, Tagungsbeiträge und durchgeführte Bachelorarbeiten	35

1 Vorbemerkung

Im Folgenden sind die bis zum Zeitpunkt der Antragstellung für den Fortsetzungsantrag erzielten Ergebnisse dargestellt. Zum Zeitpunkt der Antragstellung ist die erste Förderperiode abgeschlossen. Damit beträgt die verbleibende Laufzeit des Forschungsprojekts unter Berücksichtigung des Fortsetzungsantrags insgesamt 12 Monate.

Anlass für das Forschungsprojekt sind Störstellen in Bauteiloberflächen, die sich in der Regel ungünstig auf die Schichtnukleation bei PVD-Beschichtungen auswirken. Sie können beim Schichtwachstum zu Defekten in der Schichtstruktur führen. Die Konsequenzen sind eine Minderung der lokalen Haftfestigkeit, höhere Reibwerte und Fehlstellen in der Schicht. Eine hohe Sensitivität der Funktionalität gegenüber Nukleationsdefekten an Störstellen zeigt sich naturgemäß beim Einwirken korrosiver Medien. Die Entwicklung von lokalen Korrosionselementen und deren zeitabhängiges Wachstum sind im direkten Zusammenhang zum Schichtaufbau an der Störstelle zu sehen. Prinzipiell ist zu unterscheiden zwischen funktionellen Auswirkungen, die sich aus der Störung der Mikrogeometrie an überdeckten Störstellen ergeben, sowie Wechselwirkungen, welche im Zusammenhang zu an Störstellen vorliegenden Unterschieden in Kristallisation, Haftung und Zusammensetzung der Beschichtung stehen.

Im vorliegenden Projekt sollten Chromnitrid-Schichten zur Störstellenabdeckung mit Hilfe der Ende 2008 an der MPA / dem IfW in Betrieb genommenen DC-Sputteranlage Cemecon CC800/9 synthetisiert werden. Darüber hinaus ist die CC800/9 mit einem HiPIMS (High Power Impulse Magnetron Sputtering)-Target ausgestattet. Die mit Hilfe der HiPIMS-Technologie erreichten hohen Ionisationsraten sowie die erweiterten Möglichkeiten der Oberflächenvorbehandlung durch Plasma- und Ionenätzen bieten weiteres Potenzial zur Erhöhung der Schichthaftung und der gezielten Beeinflussung bzw. Optimierung der Schichtmikrostruktur und des damit verbundenen Eigenschaftsprofils. Neben der Schichtsynthese und der Einebnung von substratbedingten Störstellen mittels Dünnschichten sollten für die synthetisierten Systeme spezifische Korrosionsuntersuchungen angewendet werden, um durch Kenntnis der Korrosionsmechanismen eine systematische, mechanismenbasierte Schichtentwicklung zu ermöglichen.

Im laufenden Vorhaben konnten durch die Variation spezifischer Prozessparameter der bewilligten HiPIMS-Technologie PVD-Schichten gezielt mikrostrukturiert werden. Hierbei wurden bisher Beschichtungen mittels hybrider Prozesse bestehend aus einer DCMS- und einer HiPIMS-Kathode erfolgreich synthetisiert. Es konnte gezeigt werden, dass das Bedeckungsverhalten von Störstellen in der Oberflächenrandzone modifiziert und damit unmittelbar Einfluss auf das Systemverhalten des Werkstoffverbundes genommen werden konnte. So lassen sich beispielsweise die Haftfestigkeit, das Reibverschleißverhalten und die Korrosionsbeständigkeit gezielt beeinflussen. Einen weiteren Schwerpunkt bildet die Oberflächenvorbehandlung durch chemische und elektrochemische Methoden, um die für die PVD-Beschichtung im Ausgangszustand benötigten hohen Oberflächenqualitäten zu gewährleisten. Dem ging die Überlegung voraus, sowohl mit chemischen Methoden als auch elektrochemischen Verfahren die Porosität der Chromnitrid-Schichten zu bewerten.

Ziel des Projektes ist es, aufbauend auf ersten Ergebnissen für unterschiedlich mikrostrukturierte Schichtvarianten mittels hybrider DCMS:HiPIMS-Technologie ein grundlegendes Verständnis des Nukleationsverhaltens im Bereich von Störstellen zu erlangen. Es wurde in der ersten Antragsphase bereits erfolgreich ein Verfahren zur Bestimmung eines Bedeckungsgrades für PVD-Beschichtungen entwickelt. Der Bedeckungsgrad zeigt die mikrogeometrische Einebnung von Störstellen im Grundmaterial anhand gezielt unterschiedlich texturierter Beschichtungen methodisch auf. Die Ergebnisse aus der ersten Antragsphase zur Schichtmikrostrukturierung mittels hybrider DCMS:HiPIMS-Technologie wurden im Rahmen von verschiedenen Konferenzen und Veröffentlichungen positiv bewertet und die Nachfrage nach einer gleichen Forschungsstudie für die reine HiPIMS-Technologie hat großes Interesse geweckt. Der Erfolg einer weiteren Schichtmikrostrukturierung mittels reiner HiPIMS-Technologie soll entsprechend im beantragten Fortsetzungszeitraum untersucht werden.

Für das Gesamtprojekt, einschließlich des Fortsetzungsantrags, sollten gemäß der Zielsetzung und des Arbeitsprogramms des zugrunde liegenden Forschungsantrags SCHE 1423 4-1 die folgenden Ziele, gegliedert nach Arbeitspaketen, erreicht werden:

AP1: Durch Parametervariation der einzustellenden Prozessparameter (Biasspannung am Substrat, HiPIMS-Puls) sollen verschieden strukturierte Chromnitrid-Schichten abgeschieden werden. Die sich dabei ausbildenden strukturellen Unterschiede werden anhand der Röntgendiffraktometrie (XRD), Rasterelektronenmikroskopie (REM), Energiedispersiven Röntgenspektroskopie (EDX) und der Glimmentladungsspektroskopie (GDOES) untersucht und die Wirkkette Prozessparameter–Schichtstruktur geklärt.

- Variation des Stickstoffgehalts, der Biasspannung am Substrat und der HiPIMS-Pulsparameter (Pulsfrequenz und Pulslänge) im hybriden Betrieb (1:1 DCMS:HiPIMS) und im reinen HiPIMS-Betrieb (siehe Fortsetzungsantrag).
- Globale Strukturanalyse der applizierten Beschichtungen in Abhängigkeit der Beschichtungsparameter mittels XRD, GDOES, REM und EDX.

AP2: Mittels ortsauflösender Analysemethoden (EBSD, Konfokal-Mikroskopie) soll das Nukleationsverhalten an Oberflächendefekten des Substrats untersucht werden. Derzeit findet die ortsauflösende Phasenanalyse (EBSD im Dünnschichtbereich) jedoch noch keine Anwendung, so dass zunächst die Methodik im Rahmen des Forschungsprojekts untersucht und bewertet werden muss. Hohes Potential wird darüber hinaus in der Konfokal-Mikroskopie zur lokalen Strukturanalyse an einer definierten Stelle / Störstelle gesehen.

- Untersuchung lokaler Phasenanteile mittels Elektronenbeugung (EBSD) in Umgebung von auf dem Substrat eingebrachten Härteeindrücken, Probenkanten und Schichtdefekten.
- Untersuchung der Oberflächentopographie mittels Konfokal-Mikroskopie bzw. Methode der hochauflösenden Weißlicht-Interferometrie (siehe Fortsetzungsantrag).

AP3: Ziel ist eine quantitative Bestimmung und Optimierung des mikrogeometrischen Bedeckungsgrades von Fehlstellen der einzelnen Schichtvarianten in Abhängigkeit der Schichtnukleation. Der Bedeckungsgrad soll die Einebnung von Störstellen, die vor dem Beschichten im Grundmaterial vorhanden sind, in ihrer Auswirkung bewertbar machen.

- Ermittlung der Störstellengröße vor und nach dem Beschichten an künstlich eingebrachten Störstellen mit definierter Geometrie (Vickers-Geometrie) mittels Weißlicht-Interferometrie.
- Berechnung des Einebnungsgrades (EB %) anhand der Änderung des Störstellenvolumens.

AP4: Ziel ist die qualitative und quantitative Bestimmung der Schichtporosität mittels chemischer und elektrochemischer Messungen. Die Barrierewirkung der Beschichtungen, d.h. der Schutz des Substratwerkstoffs vor einem korrosiven Angriff, soll anhand von Polarisations-tests sowie mittels elektrochemischer Impedanzspektroskopie (EIS) ermittelt werden.

- Polarisationsversuche in 0,05 % NaCl-Lösung zur Bestimmung des Korrosionsverhaltens und der Schichtbarrierewirkung an beschichteten und unbeschichteten Referenzproben
- Berechnung des Polarisationswiderstands und der hieraus resultierenden Porosität auf Basis von Stromdichte-Potentialkurven gemäß Elsner et al. [ELSE 1989].
- Elektrochemische Impedanzspektroskopie (EIS) und Überführung der charakteristischen Messkurven in ein elektrisches Ersatzschaubild.

AP5: Ziel ist die flankierende Charakterisierung der Schichten anhand gängiger mechanisch-technologischer Methoden:

- Schichthaftung mittels Ritztest (DIN EN 1071-3)

- Schichthärte und Eindringmodul mittels registrierender Eindringprüfung (DIN EN ISO 14577-1)
- Oberflächenrauheit mittels Tastschnitt (EN ISO 13565-1) und Weißlicht-Mikroskopie (DIN EN ISO 25178-3)
- Kondenswasser-Wechselklima-Tests gemäß DIN EN ISO 6270 (ehemals DIN 50017)

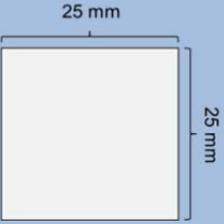
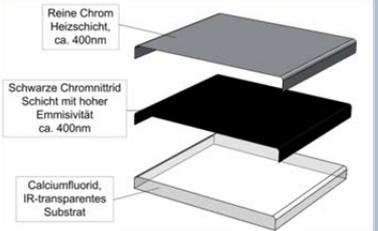
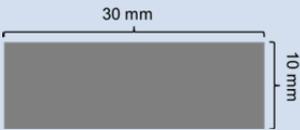
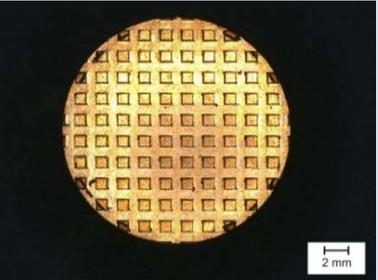
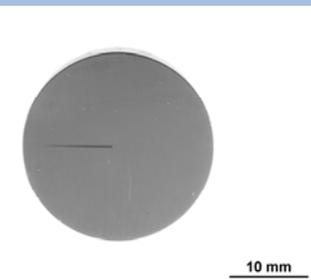
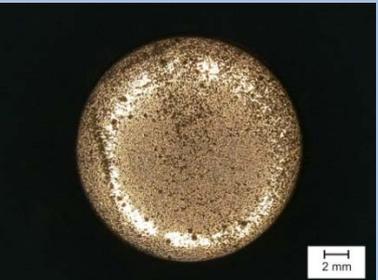
1 Ergebnisse aus der ersten Antragsphase

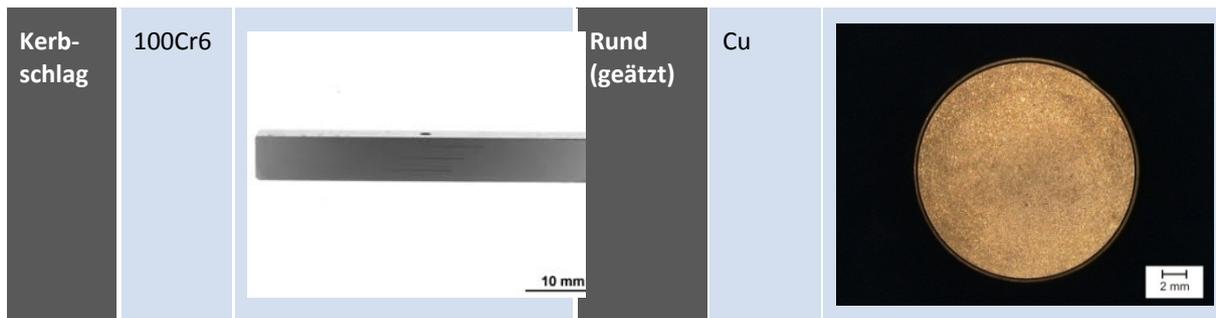
1.1 Erzeugung von PVD-Beschichtungen mit gezielter lokaler Struktur (AP1)

1.1.1 Strukturen in Abhängigkeit von Stickstoffgehalt und Biasspannung am Substrat im hybriden DCMS:HiPIMS-Betrieb

Unter Berücksichtigung der jeweiligen messtechnischen Bedingungen wurden Substratwerkstoffe in Abhängigkeit der unterschiedlichen Analyseverfahren ausgewählt. Zusätzlich sollte der Einfluss unterschiedlicher Substratwerkstoffeigenschaften auf die Schichtnukleation und auf die resultierende Kristallstruktur und die Schichtcharakteristika getestet werden. Im Rahmen der röntgenanalytischen und elektronenmikroskopischen Verfahren wurden Silizium-Wafer und Proben aus Wälzlagerstahl 100Cr6 genutzt. Alle verwendeten Proben wiesen vor dem Beschichten arithmetische Mittenrauheitswerte von $R_a = 0,01-0,05$ auf. Es wurden sowohl Kerbschlagproben aus gehärtetem Wälzlagerstahl (100Cr6) als auch Silizium-Wafer für die Analyse der Schichtdicke und der Schichtmorphologie mittels Rasterelektronenmikroskop verwendet. Vor dem Beschichten wurden zudem Silizium-Wafer, Wälzlagerstahlproben und Kupferproben mit künstlichen Profilen mittels Mikrofräsen oder mit künstlich erzeugten Störstellen in Form von Vickers-Härteeindrücken versehen, **Tabelle 1**.

Tabelle 1: Werkstoffe und Probengeometrie

Probe	Werkstoff	Geometrie	Probe	Werkstoff	Geometrie
Glas	CaF ₂		Glas	CaF ₂	
Si-Wafer	Si (111)		Kupfer (gefräst)	Cu	
Rund	100Cr6 oder Cu		Rund (gesintert)	Cu	

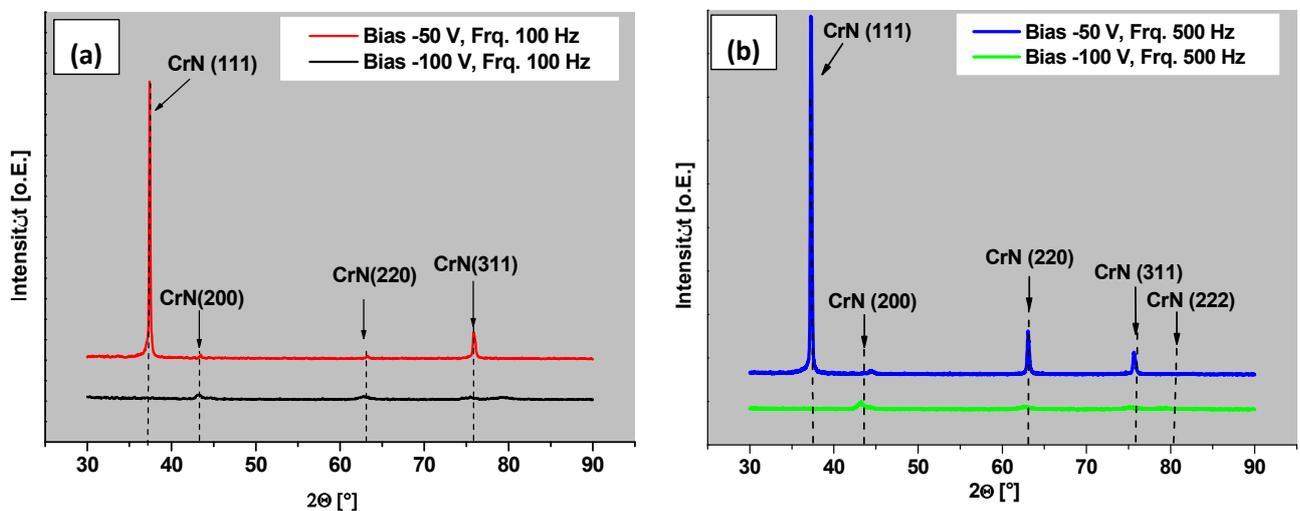


Zur gezielten Mikrostrukturierung mittels der hybriden DCMS:HiPIMS-Technologie wurden zunächst die Stickstoffzufuhr während der Abscheidung von Chromnitrid-Beschichtungen sowie die Biasspannung an den Substraten variiert, **Tabelle 2**.

Tabelle 2: Prozessparameter der Beschichtungsversuche mit Variation der Substrat-Biasspannung und des N₂/Ar-Verhältnisses im HiPIMS:DCMS Verfahren

Beschichtung	Booster [V]	Bias [V]	N ₂ /Ar [%]	Pulsfrequenz [Hz]	Kathodenleistung DCMS [W]	Kathodenleistung HiPIMS [W]
Cr CrN	90	-100	34-78	500	2500	3500
Cr CrN	40	-50	34-78		2500	3500
Cr CrN	90	-100	60	300	2500	2500
Cr CrN	40	-50	60		2500	2500
Cr CrN	90	-100	60	100	2500	1500
Cr CrN	40	-50	60		2500	1500

Die Analyse der sich ausbildenden kristallinen Strukturen mittels Röntgendiffraktometrie (XRD) zeigen eine starke Abhängigkeit von der Substratbiasspannung unabhängig von der Pulsfrequenz der HiPIMS-Kathode im hybriden Prozess, **Abbildung 1 (a), (b)**. Der Stickstofffluss darf dahingegen bei einer Biasspannung von -100 V ein Minimum von 41% nicht unterschreiten, da ansonsten keine kristalline Schichtstruktur mehr detektiert werden kann, **Abbildung 1 (d)**. Bei einer Biasspannung von -50 V und einem Stickstofffluss größer 40% ist keine Strukturänderung mittels XRD erkennbar, **Abbildung 1 (c)**.



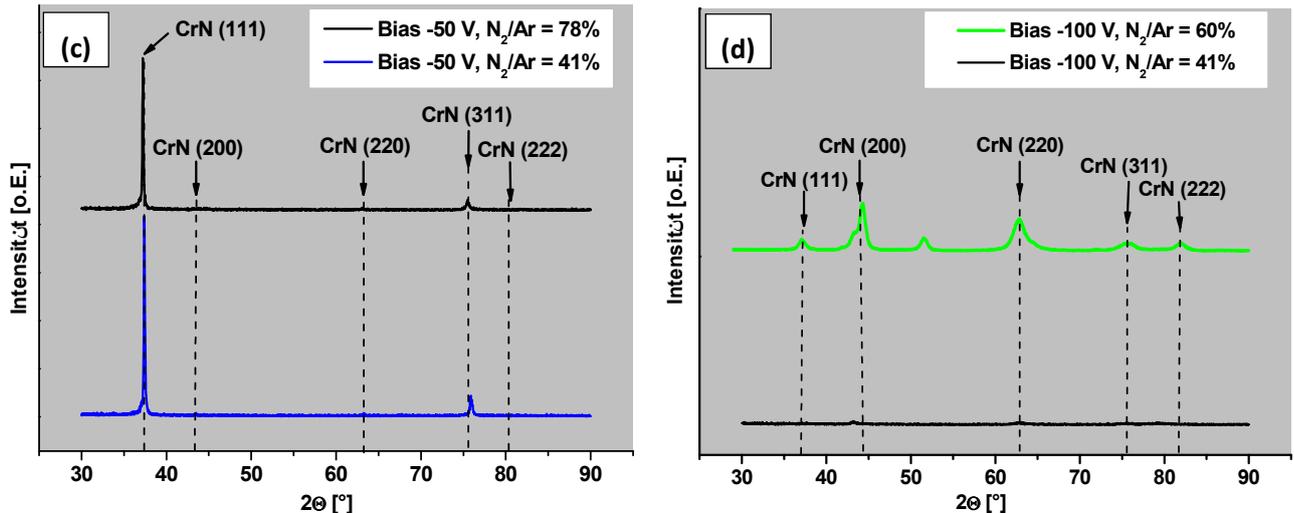


Abbildung 1: Chromnitrid-Einzelschichten abgeschieden bei (a) einer Pulsfrequenz von 100 Hz (b) einer Pulsfrequenz 500 Hz. Variation des Stickstoff/Argon-Verhältnisses mit (c) Bias -50 V und (d) Bias -100 V

Es lassen sich bei konstanter Stickstoffzufuhr (60%) drei Stufen der Kristallinität der Chromnitrid-Schichten primär in Abhängigkeit der Biasspannung am Substrat differenzieren, **Abbildung 2**.

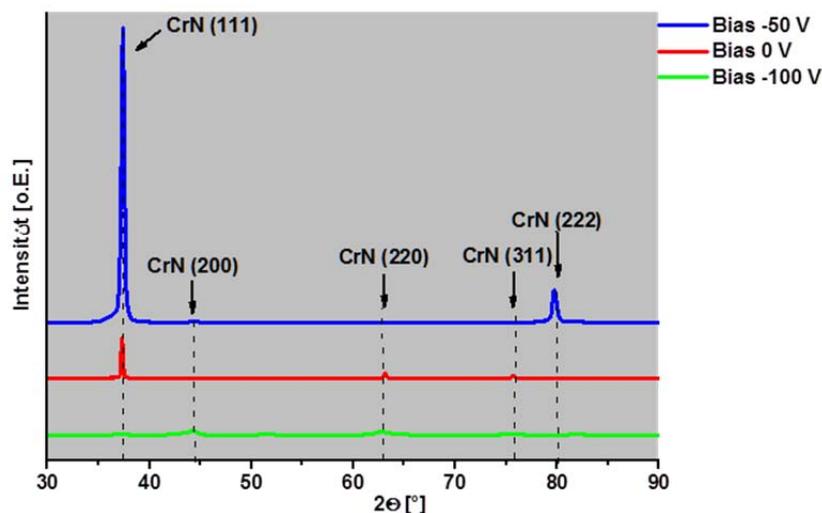


Abbildung 2: Röntgendiffraktogramm bei Substrat-Biasspannungen von 0 V, -50 V und -100 V

Die Betrachtung der Probenoberfläche mit bloßem Auge zeigt bereits deutliche Unterschiede der Beschichtungen in Abhängigkeit der Biasspannung am Substrat. Während die (1 1 1)-dominierte Beschichtung eine tief schwarze Optik aufweist, hat die (2 0 0)- und (2 2 0)-dominierte schwachkristalline Mikrostruktur eine für Chromnitrid typische silber-metallische Farbgebung. Der Vergleich im Rasterelektronenmikroskop zeigt, dass die Oberflächenfeingestalt der Beschichtungen mit (2 0 0)- und (2 2 0)-dominierten Mikrostruktur durch eine blättchenartige unregelmäßige Erscheinungsform gekennzeichnet sind, während die Beschichtung mit einer bevorzugten (1 1 1)-Kristallgitterorientierung eine pfeilspitzenartig geordnete Strukturierung aufweist, **Abbildung 3**.

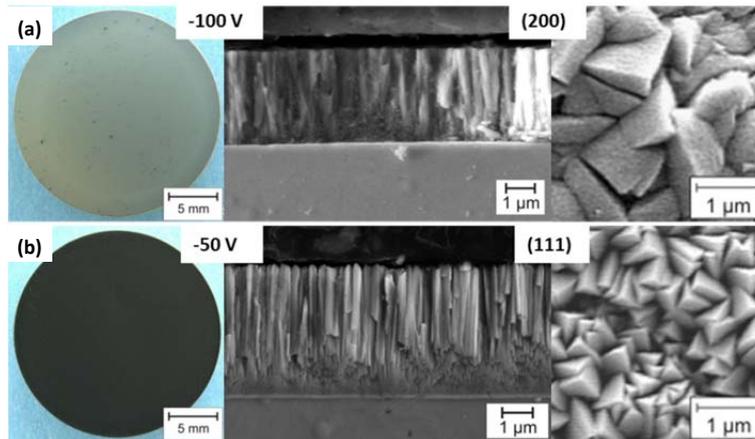


Abbildung 3: Optischer Vergleich der Chromnitrid Einzelschichten abgeschieden bei einer Substrat-Biasspannung von (a) -100 V und (b) -50 V

1.1.2 Struktur in Abhängigkeit der HiPIMS-Pulsparameter im hybriden Betrieb

Die Variation der HiPIMS-Pulsfrequenz und der HiPIMS-Pulslänge (on-time) der Kathodenspannung bietet anlagenspezifisch die Möglichkeit zur Reduktion des Duty Cycle der HiPIMS-Kathode von 10% bis 0,5 %. Durch die Reduktion der Pulsfrequenz von 500 Hz auf 300 Hz und schließlich 100 Hz stellt sich ein Duty Cycle von 10 %, 6 % und 2 % der HiPIMS-Kathode ein. Aufgrund der anlagentechnischen Voraussetzungen muss bei der Variation der HiPIMS-Pulsfrequenz jedoch die Kathodenleistung von 2500 W auf 1500 W angepasst werden, um die vermehrte Bildung von Lichtbogenentladungen und ein Aufschmelzen der Targets während des Beschichtungsprozesses zu verhindern [BRÄU 2010], **Tabelle 3**. Bei den verwendeten Prozessen zur Schichtapplikation handelt es sich jeweils um hybride DCMS:HiPIMS-Prozesse in einem 1:1-Verhältnis der DCMS- zur HiPIMS-Kathoden.

Tabelle 3: Prozessparameter der HiPIMS-Pulsfrequenzvariation

Be-schich-tung	Booster [V]	Bias [V]	Solldruck Argon-Regler [mPa]	N ₂ /Ar r [%]	Puls-länge [µs]	Pulsfre-quenz [Hz]	Duty Cycle [%]	Kathoden-leistung DCMS [W]	Kathoden-leistung HiPIMS [W]
Cr CrN	90	-100	450	60	200	500	10	2500	2500
Cr CrN	90	-100	450	60	200	300	6	2500	2500
Cr CrN	90	-100	450	60	200	100	2	2500	1500
Cr CrN	40	-50	450	60	200	500	10	2500	2500
Cr CrN	40	-50	450	60	200	300	6	2500	2500
Cr CrN	40	-50	450	60	200	100	2	2500	1500

Durch eine Reduktion der Pulslänge der HiPIMS-Kathodenspannung von 200 µs auf 150 µs, 100 µs und 50 µs wurde schließlich bei konstanter Pulsfrequenz von 100 Hz der Duty Cycle von 2 %, 1,5 %, 1 % auf 0,5 % weiter gesenkt, **Tabelle 4**. Die Beschichtungen wurden ebenfalls mittels eines hybriden DCMS:HiPIMS-Prozesses appliziert.

Tabelle 4: Prozessparameter der HiPIMS-Pulsängenvariation

Be-schich-tung	Booster [V]	Bias [V]	Solldruck Ar-gon-Regler [mPa]	N ₂ /Ar [%]	Puls-länge [µs]	Pulsfre-quenz [Hz]	Duty Cycle [%]	Kathodenleis-tung DCMS [W]	Kathoden-leistung HiPIMS [W]
Cr CrN	40	50	450	60	200	100	2	2500	1500

Cr CrN	40	50	450	60	150	100	1,5	2500	1500
Cr CrN	40	50	450	60	100	100	1,0	2500	1500
Cr CrN	40	50	450	60	50	100	0,5	2500	1500
Cr CrN	90	100	450	60	200	100	2	2500	1500
Cr CrN	90	100	450	60	150	100	1,5	2500	1500
Cr CrN	90	100	450	60	100	100	1,0	2500	1500
Cr CrN	90	100	450	60	50	100	0,5	2500	1500

Eine Verringerung des Duty Cycle von 10 % auf 6 % und 2 % führt zu einer geringfügigen Verstärkung aller Reflexe und insbesondere zur verstärkten Detektion des (1 1 1)-Reflexes bei einer Pulsfrequenz 100 Hz. Die kristalline Struktur ist durch die angelegte Substrat-Biasspannung von -100 V generell polykristallin ausgeprägt. Die REM-Aufnahmen zeigen einen kompakten Schichtaufbau mit Wachstumsrichtung senkrecht zur Substratoberfläche [SLOM 2013], **Abbildung 4**.

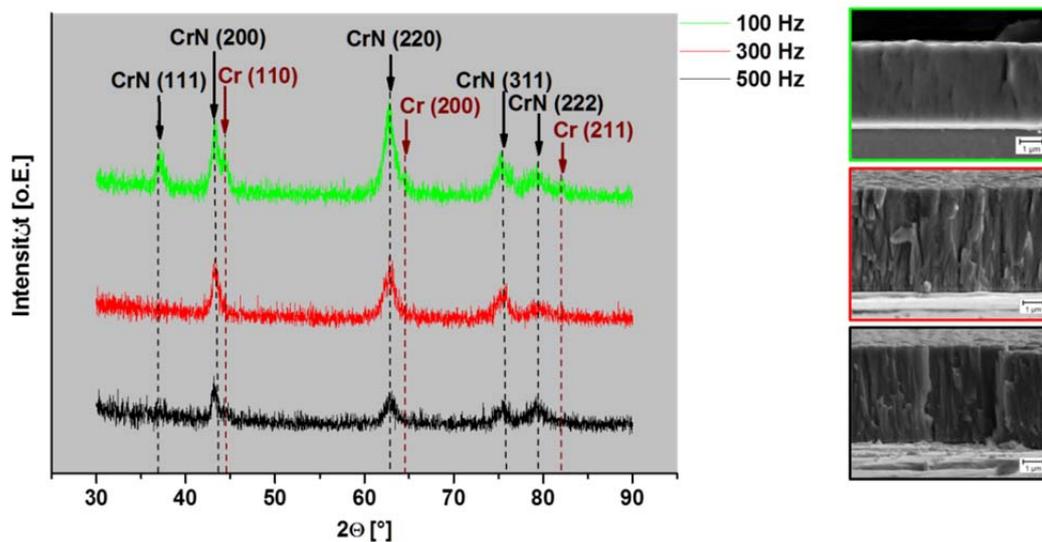


Abbildung 4: Röntgendiffraktogramm und REM-Aufnahmen der Kerbschlagproben des Typ Bias -100 V bei einer Reduktion des Duty Cycle von 10% auf 6 % und 2% durch Absenken der HiPIMS-Pulsfrequenz von 500 Hz auf 300 Hz und 100 Hz [SLOM 2013]

Bei einer Pulsfrequenz von 300 Hz ist eine Reduktion des (1 1 1)-Reflexes zu erkennen, während bei einer Frequenz von 100 Hz wieder ein deutlicher Anstieg der Reflexintensität erkennbar ist. Die REM-Aufnahmen zeigen ein kolumnares, gerichtetes Kristallwachstum. Aufgrund fehlender Oberflächendifusionsvorgänge kommt es anscheinend zur Ausbildung kolumnarer Grenzflächen mit teilweise interkolumnaren Zwischenräumen [SLOM 2013], **Abbildung 5**.

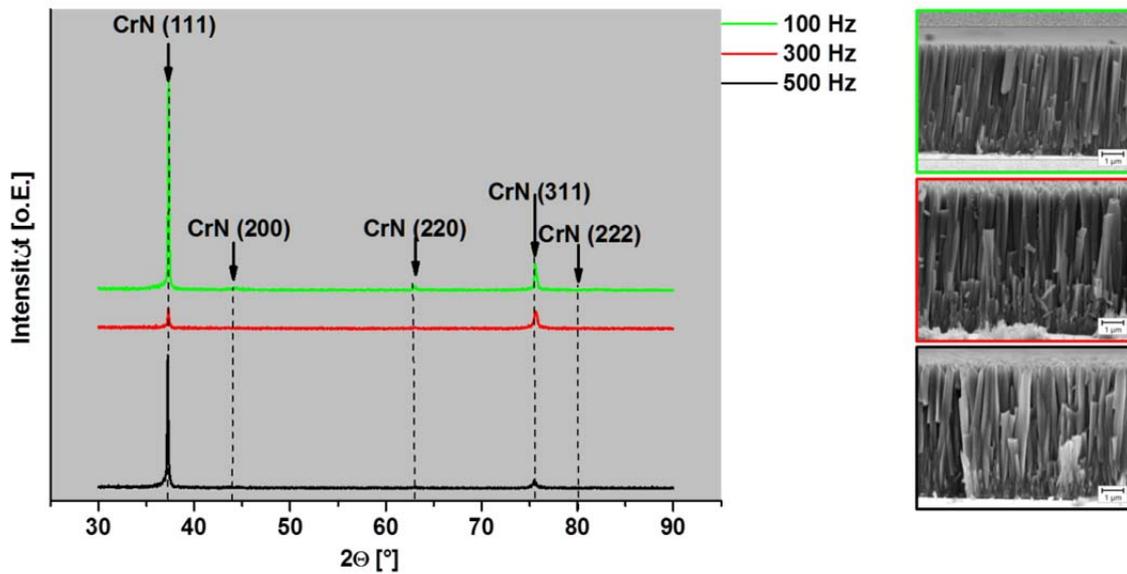


Abbildung 5: Röntgendiffraktogramm und REM-Aufnahmen der Kerbschlagproben des Typ Bias -50 V bei einer Reduktion des Duty Cycle von 10% auf 6 % und 2% durch Absenken der HiPIMS- Pulsfrequenz von 500 Hz auf 300 Hz und 100 Hz [SLOM 2013]

Mit sinkenden Pulslängen steigt die Kristallinität an, insbesondere der (1 1 1)-Reflex dominiert die detektierte kristalline Struktur bei einer Pulslänge von 50 μ s. Die Aufnahmen mittels Rasterelektronenmikroskopie zeigen wieder eine kompakte Struktur, wobei die Kristallwachstumsrichtung senkrecht zur Substratoberfläche deutlich zu erkennen ist [SLOM 2013], **Abbildung 6**.

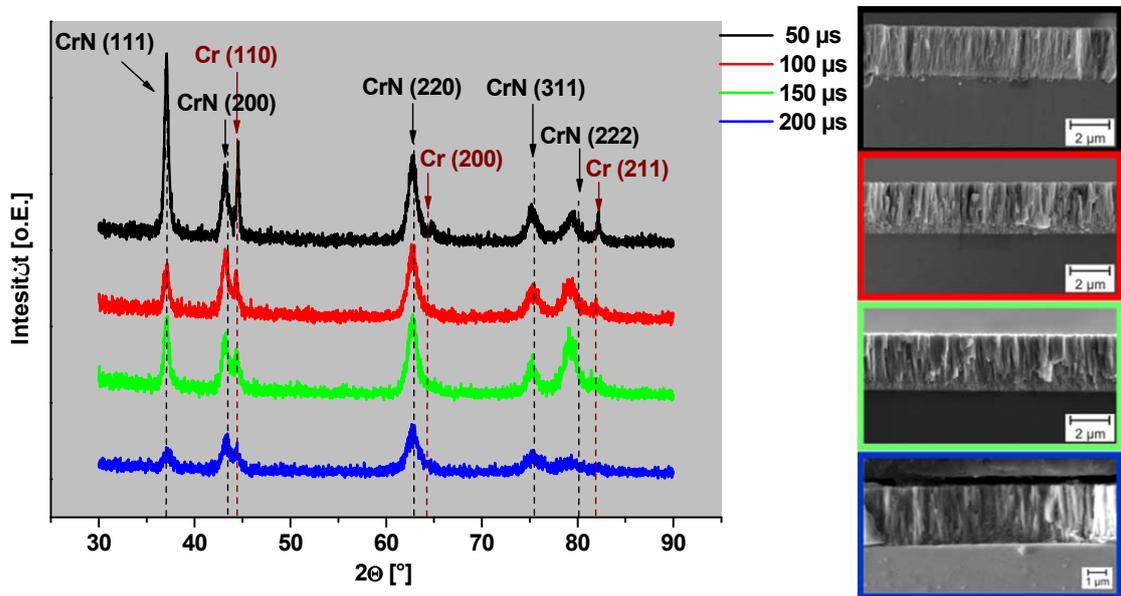


Abbildung 6: Röntgendiffraktogramm und REM-Aufnahmen der Kerbschlagproben des Typ Bias -100 V bei einer Reduktion des Duty Cycle von 2% auf 1,5 %, 1 % und 0,5% durch Absenken der HiPIMS-Pulslänge von 200 μ s auf 150 μ s, 100 μ s und 50 μ s [SLOM 2013]

Die Variation der Pulslänge bei konstanter Biasspannung von -50 V führt zu einer stark kristallinen Struktur mit bevorzugter (1 1 1)-Orientierung für alle Pulslängen. Bei Pulslängen von 150 μ s und 100 μ s wird verstärkt der (2 2 0)-Reflex detektiert. Insbesondere bei einer Pulslänge von 100 μ s ist die Kristallinität insgesamt hoch, wobei die (1 1 1)- und (2 2 0)-Reflexintensitäten am stärksten vertreten sind. Die REM-Aufnahmen zeigen für alle Beschichtungen ein kolumnares, gerichtetes Wachstum der Schicht senkrecht zur Substratoberfläche [SLOM 2013], **Abbildung 7**.

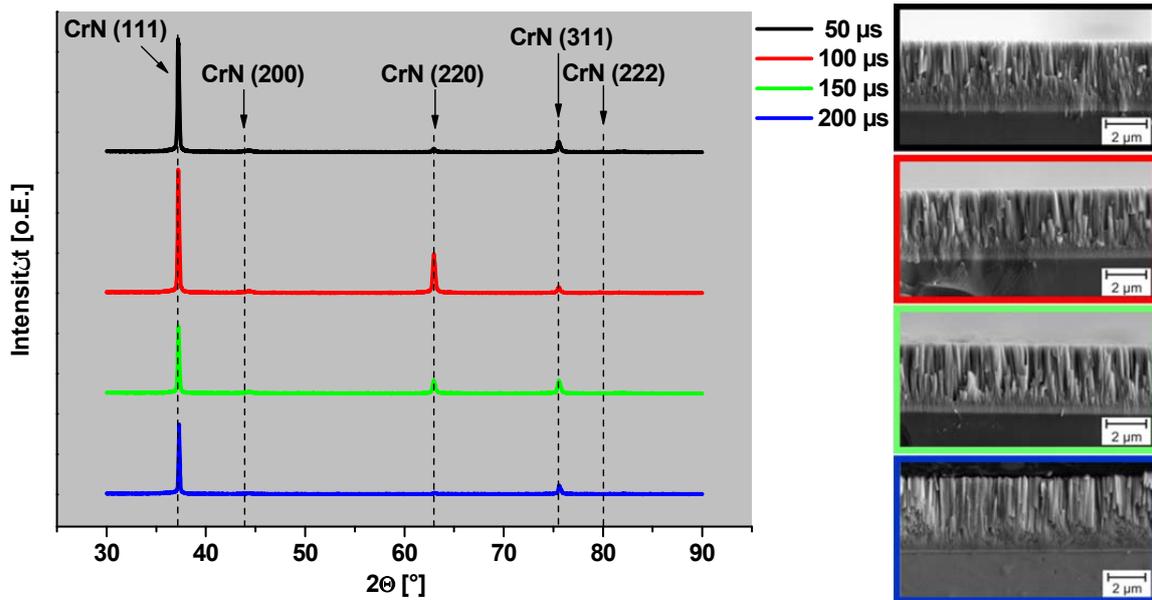
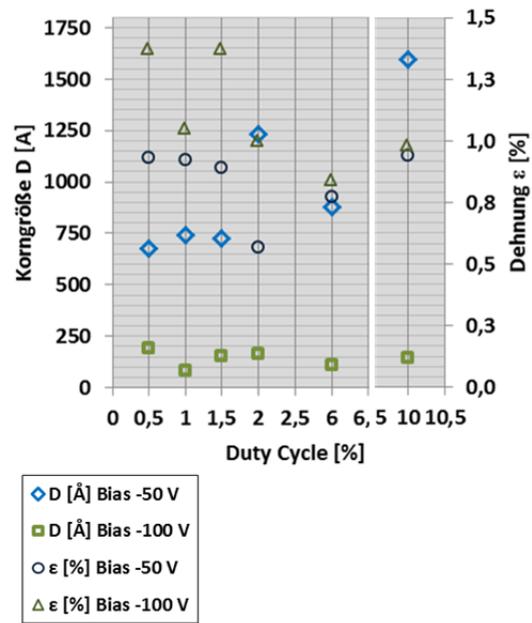


Abbildung 7: Röntgendiffraktogramm und REM-Aufnahmen der Kerbschlagproben des Typ Bias -50 V bei einer Reduktion des Duty Cycle von 2% auf 1,5 %, 1 % und 0,5% durch die Änderung der HiPIMS- Pulslänge (on-time) von 200 μs auf 150 μs, 100 μs und 50 μs [SLOM 2013]

Zusätzlich wurde die Korngröße der unterschiedlichen Beschichtungstypen bestimmt. Gemäß der Scherrer-Formel werden für die Beschichtungen des Typs Bias -50 V deutlich höhere Korngrößen im Vergleich zu den Beschichtungen des Typs Bias -100 V ermittelt. Die Korngrößen des Typs Bias -100 V bewegen sich in der Größenordnung 80 Å bis 192 Å. Die Korngröße ändert sich bei diesem Beschichtungstyp mit einer Änderung des HiPIMS-Duty Cycle nur geringfügig. Die Korngrößen des Typs Bias -50 V hingegen sinken von 1577 Å auf ein Minimum von 676 Å mit abnehmendem Duty Cycle. Die ermittelte Verzerrung des Kristallgitters ist hier als Dehnung des Gitters senkrecht zur Oberfläche zu verstehen. Die berechnete Dehnung anhand der Änderung des Netzebenenabstands Δd_{hkl} ergibt einen Anteil von mindestens 0,57 % im Fall des Typs Bias -50 V bis zu einem Maximum von 1,37 % im Fall des Typs Bias -100 V. Die kleinste Dehnung ergibt sich für die Beschichtung ohne Substrat-Biasspannung. Die Dehnung des Kristallgitters in Richtung der Oberflächennormalen ist für den Typ Bias -100 V im Durchschnitt um 0,27 % höher als die des Typs Bias -50 V [SLOM 2013], **Tabelle 5.**

Tabelle 5: Korngröße und Gitterverzerrung berechnet mittels Scherrer-Formel [SLOM 2013]

Beschichtung	Bias [V]	Duty Cycle [%]	D [Å] nach Scherrer	$\epsilon_{hkl} = \frac{\Delta d_{hkl}}{d_{hkl}}$ [%]
Cr CrN	-50	10	1595	0,94
Cr CrN	-100	10	143	0,98
Cr CrN	-50	6	878	0,77
Cr CrN	-100	6	110	0,84
Cr CrN	0	2	1577	0,47
Cr CrN	-50	2	1233	0,57
Cr CrN	-100	2	165	1,00
Cr CrN	-50	1,5	725	0,89
Cr CrN	-100	1,5	154	1,37
Cr CrN	-50	1,0	741	0,92
Cr CrN	-100	1,0	80	1,05
Cr CrN	-50	0,5	676	0,93
Cr CrN	-100	0,5	192	1,37



Die sich ausbildende kristalline Mikrostruktur wurde mittels der Berechnung des Texturkoeffizienten zusätzlich quantifiziert. Die vorangegangene röntgenographische Phasenanalyse hat gezeigt, dass die HiPIMS-Parameter die Kristallinität der Mikrostruktur verstärken, die Substrat-Biasspannung aber maßgeblich die grundlegende Vorzugsorientierung bestimmt. Die Berechnung des Texturkoeffizienten gemäß der Formel

$$T_k = \frac{I_m(hkl)/I_0(hkl)}{\left(\frac{1}{n}\right) \sum_1^i I_m(hkl)_i/I_0(hkl)_i}$$

T_k : Texturkoeffizient

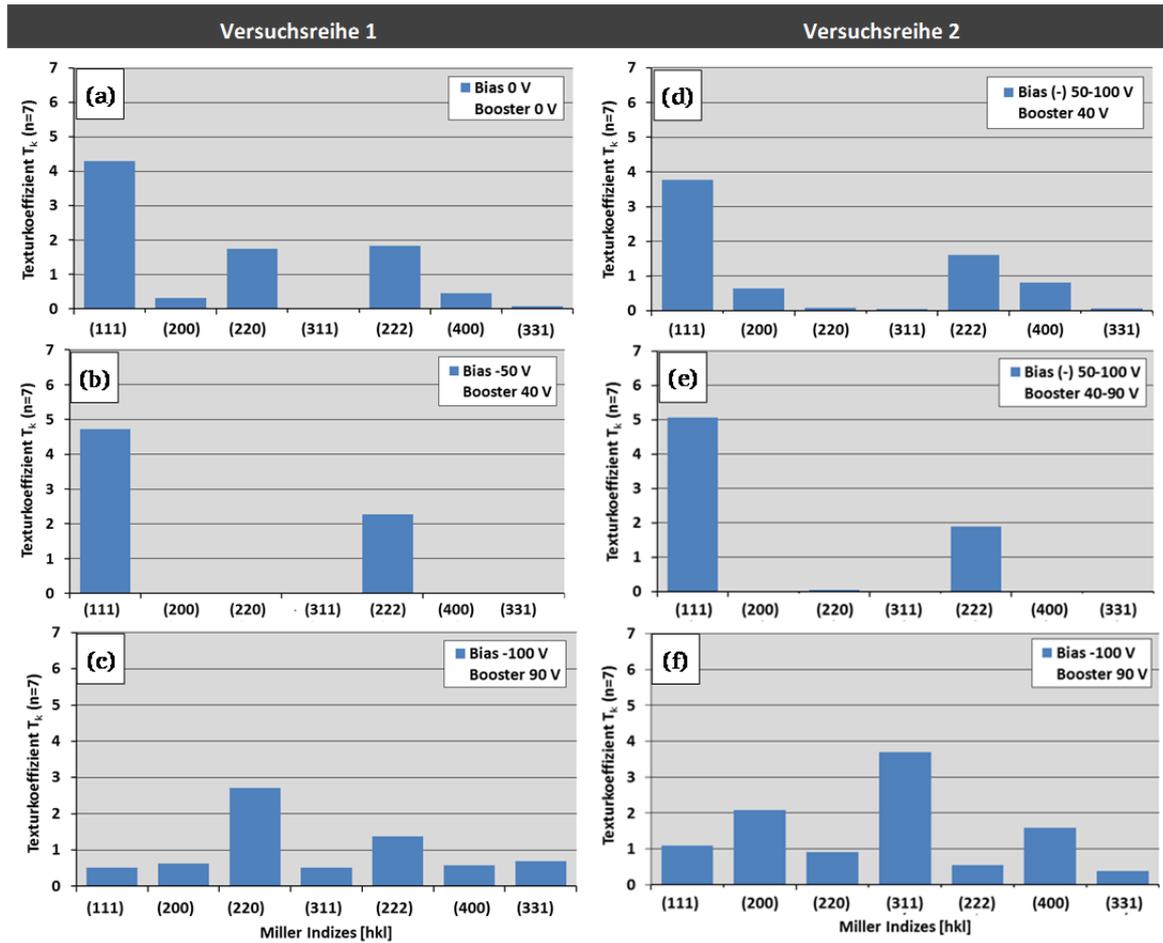
n : Anzahl der gemessenen Intensitäten

I_m : Standardisierte gemessene Intensität

I_0 : Referenzwert der Intensität (JCPDS-Standard)

bestätigt das Vorliegen einer Textur der Chromnitrid-Beschichtung im Fall einer Substrat-Biasspannung von -50 V, **Tabelle 6 (b)**. Bei einer Substrat-Biasspannung von -100 V ist die polykristalline Mikrostruktur ohne Vorzugsorientierung erkennbar, **Tabelle 6 (c)**. Für die Beschichtung Typ Bias 0 V ist der Texturkoeffizient des (1 1 1)-Reflexes auffällig hoch, es liegt hier aber keine eindeutige Textur vor, **Tabelle 6 (a)**. Die Beschichtungen abgeschieden mit einer ansteigenden Biasrampe (-) 50-100 V zeigen ähnlich ausgeprägte Texturkoeffizienten für den (1 1 1)-Reflex bei gleichzeitig geringen Texturkoeffizienten für die anderen Beugungsreflexe, **Tabelle 6 (d), (c)**. Dies deutet auf einen starken Einfluss der initialen Substrat-Biasspannung und der sich in den ersten Atomlagen ausbildenden Vorzugsorientierung auf die fortschreitende Schichtnukleation hin. Gemäß der Annahme eines epitaktischen Schichtwachstums bestimmt die anfängliche Substrat-Biasspannung das Kristallwachstum trotz einer kontinuierlichen Veränderung der Substrat-Biasspannung während des Beschichtungsprozesses [SLOM 2013].

Tabelle 6: Texturkoeffizienten der verschiedenen Beschichtungstypen [SLOM 2013]



1.3 Untersuchung des Schichtnukleationsverhaltens um Oberflächendefekte mittels EBSD (AP2)

Die Untersuchungen des Schichtnukleationsverhaltens mittels EBSD führten zu keinen eindeutig interpretierbaren Ergebnissen. Die lokalen Messungen der Kristallgitterorientierungen ergaben für gleiche Beschichtungen an unterschiedlichen Oberflächenpositionen divergierende Ergebnisse. Es wurde erwartet, dass aufgrund des nadelförmigen Kristallitwachstums in Richtung der Oberflächennormalen, welches in den REM-Bildern deutlich zum Vorschein kommt, eine Vorzugsorientierung messbar ist.

Die hochaufgelösten Bilder durch die Rasterelektronenmikroskopie zeigen sehr lange aber schmale Körner in Richtung der Oberflächennormalen. Im vorliegenden Fall konnte auf Basis des farblichen Mappings zur Darstellung der Orientierungswechsel und der Korngrenzen zwischen den Strukturen eine verstärkte (1 1 1)-Orientierung detektiert werden, **Abbildung 8**.

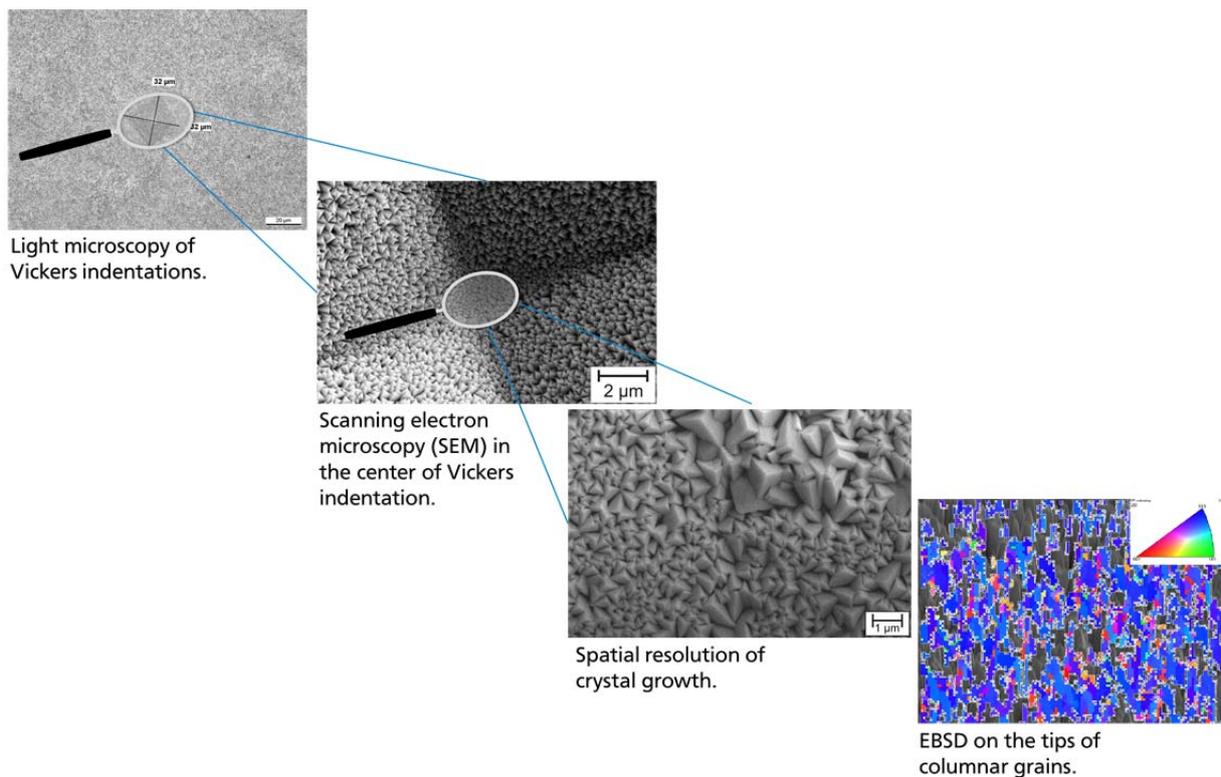
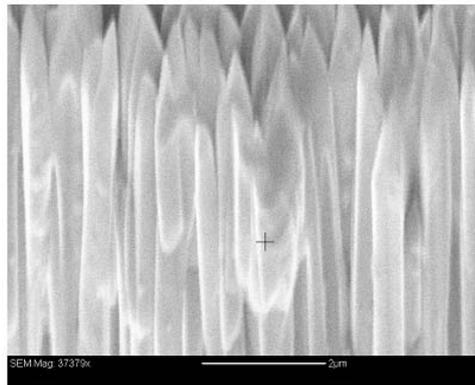


Abbildung 8: Untersuchung der lokalen Schichtorientierung an beschichteten Vickers-Härteeindrücken mittels EBSD

Dieses Ergebnis deckt sich mit den XRD-Messungen und Texturberechnungen für die Beschichtungen des Typs Bias -50 V. Messungen an sechs unterschiedlichen lokalen Punkten auf der Oberfläche im Bereich von Störstellen resultierten, wie im Folgenden beispielhaft dargestellt, in divergierende Vorzugsorientierungen bzw. die Orientierungen konnten aufgrund der schwachen Rückstreusignale teilweise nicht bestimmt werden, **Abbildung 9, Abbildung 10, Abbildung 11**.



Composition:
 Definitely present:
 Si
 Maybe present:

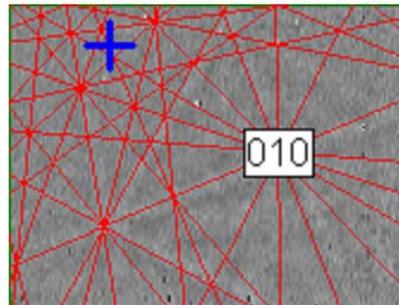
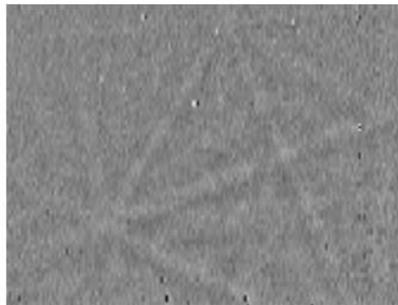
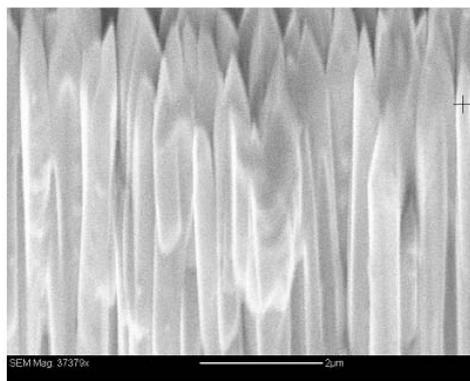


Abbildung 9: Beispiel EBSD an einer 6 µm dicken CrN-Beschichtung mit identifizierter 010 Orientierung



Composition:
 Definitely present:
 Si
 Maybe present:

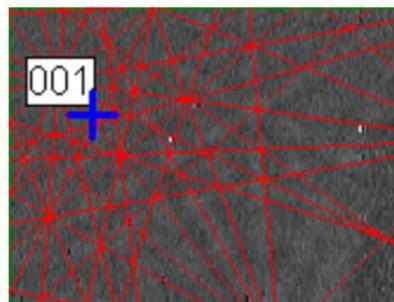
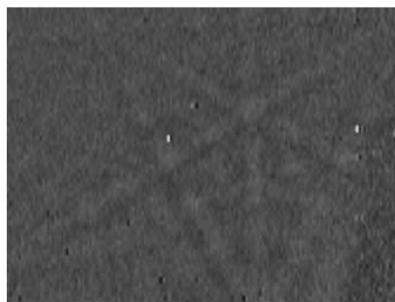
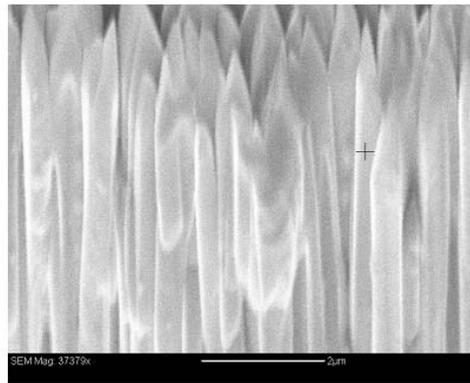


Abbildung 10: Beispiel EBSD an einer 6 µm dicken CrN-Beschichtung mit identifizierter 001 Orientierung



Composition:

Definitely present:
Si

Maybe present:

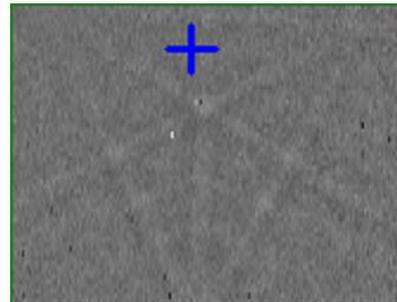
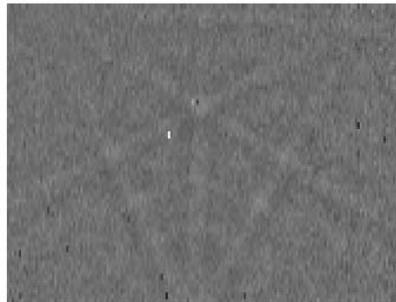


Abbildung 11: Beispiel EBSD an einer 6 µm dicken CrN-Beschichtung. Kein Mapping möglich

Die Texturbestimmung der aufwachsenden kristallinen Strukturen mittels EBSD ergab folglich keine eindeutige Vorzugsrichtung im Bereich lokaler Störstellen. Im Bereich dieser Störstellen sind die sonst nadelförmig aufwachsenden Strukturen teilweise gestaucht bzw. nicht deutlich differenzierbar (vgl. Kapitel 1.4). Es ist davon auszugehen, dass es im Bereich von Kanten und Vertiefungen zu einem konkurrierenden Schichtwachstum unterschiedlicher Vorzugsorientierungen kommt.

In der Texturbestimmung im Bereich lokaler Störstellen mittels EBSD konnten folglich im laufenden Vorhaben erste Ergebnisse erzielt werden.

1.4 Optimierung des Bedeckungsgrades von Störstellen durch die Schichtmikrostruktur (AP3)

Zur Quantifizierung des Einebnungsgrades (EB) von unterschiedlich mikrostrukturierten Beschichtungen mittels hybrider DCMS:HiPIMS-Technologie wurden Vickers-Eindrücke mit verschiedenen Laststufen zunächst in die Oberfläche von Stahlsubstraten (100Cr6) und Silizium-Wafern eingebracht. Je Probe wurden zwei Reihen Vickers-Härteeindrücke mit einer Last von HV0.5, HV0.3, HV0.2 und HV0.1 eingebracht. Pro Reihe wurden wiederum sieben Eindrücke generiert, so dass ein Raster von insgesamt $8 \times 7 = 56$ Eindrücken entstand. Mit Hilfe dieser Probenpräparation kann die Untersuchung der künstlichen Fehlstellen mittels hochauflösender Mikroskopie vor und nach dem Beschichten gewährleistet werden. Die geometrisch bestimmbaren Fehlstellen wurden mittels Weißlichtinterferometrie vermessen und die korrespondierenden Volumina der Fehlstellen vor (V_{ub}) und nach (V_b) dem Beschichten berechnet.

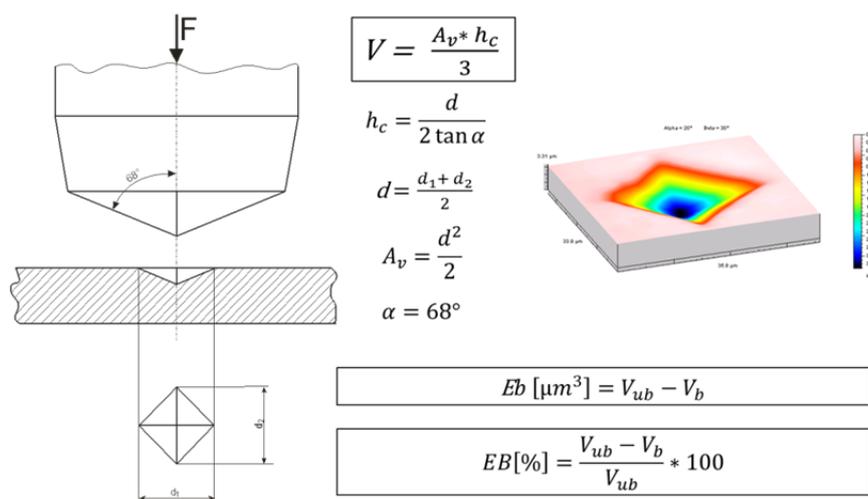


Abbildung 12: Berechnung des Einebnungsgrads EB [%] ausgehend von der Volumenänderung der Störstelle [SLOM 2013]

Die Beschichtungen wurden bei einer HiPIMS-Pulsfrequenz von 100 Hz und einer HiPIMS-Pulslänge von $200 \mu s$ bei sonst gleichen Beschichtungsparametern in hybriden Beschichtungsprozessen appliziert. Einziger Unterschied war die Biasspannung am Substrat, die nachweislich zu deutlich unterschiedlichen Mikrostrukturen (vgl. Kapitel 2.1) und mechanisch-technologischen Eigenschaftsprofilen führt (vgl. Kapitel 2.6), **Abbildung 13**.

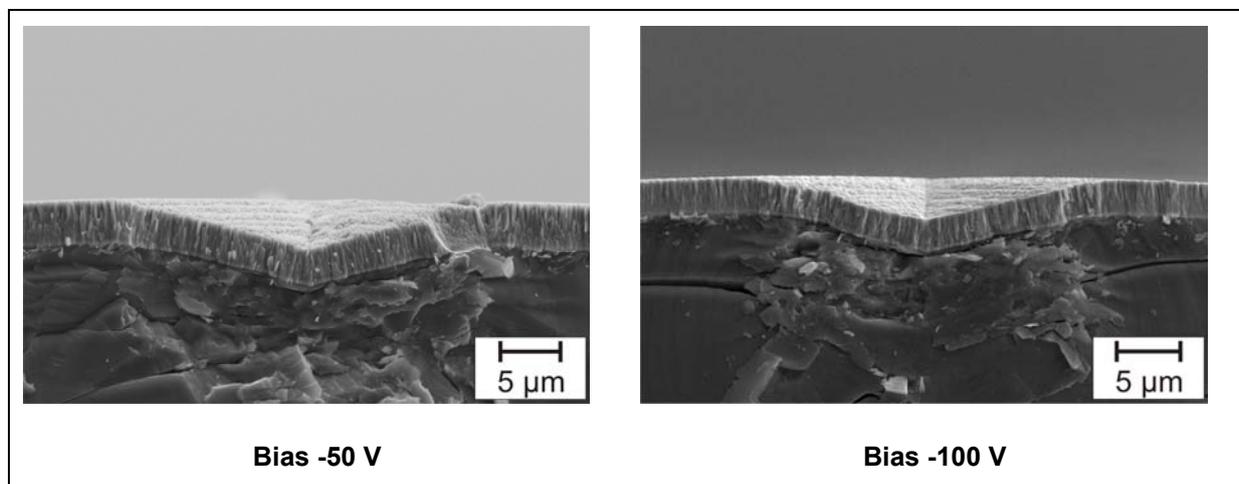


Abbildung 13: Beschichtete Störstellen bei unterschiedlicher Biasspannung am Substrat

Die Vickerseindrücke HV0.5 führten zu einem durchschnittlichen Ausgangsvolumen der Störstellen von ca. 620 μm^3 . Bei den Lasten HV0.3 wurde ein durchschnittliches Volumen von 174 μm^3 , bei HV0.2 von 144 μm^3 und bei HV0.1 von 45 μm^3 gemessen. Aus der Grafik in **Abbildung 10** geht demzufolge hervor, dass die Störstellen mit dem kleinsten Ausgangsvolumen schließlich die höchste Einebnung aufweisen. Auffällig ist zudem, dass nur zwei Beschichtungstypen zu einer Volumenabnahme, also einer tatsächlichen Minderung des Störstellenvolumens führen, **Abbildung 14**.

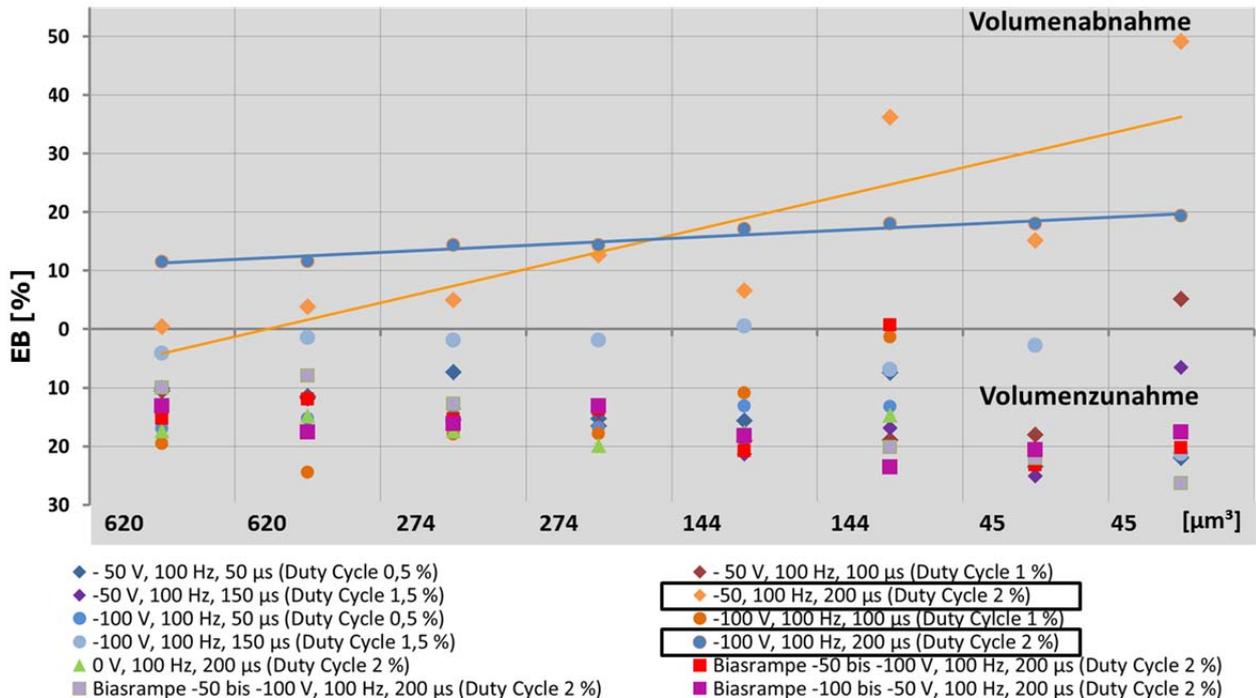


Abbildung 14: Volumenab- und zunahme bzw. Einebnungsgrad in Abhängigkeit des ursprünglichen Störstellenvolumens

Eine weitere Reduktion der Biasspannung am Substrat auf 0 V führt jedoch zu keiner erneuten Volumenabnahme der Ausgangsstörstelle, sondern zu einer Erhöhung des Störstellenvolumens und somit zu einer Verstärkung der Störstelle nach dem Beschichten, **Abbildung 15**.

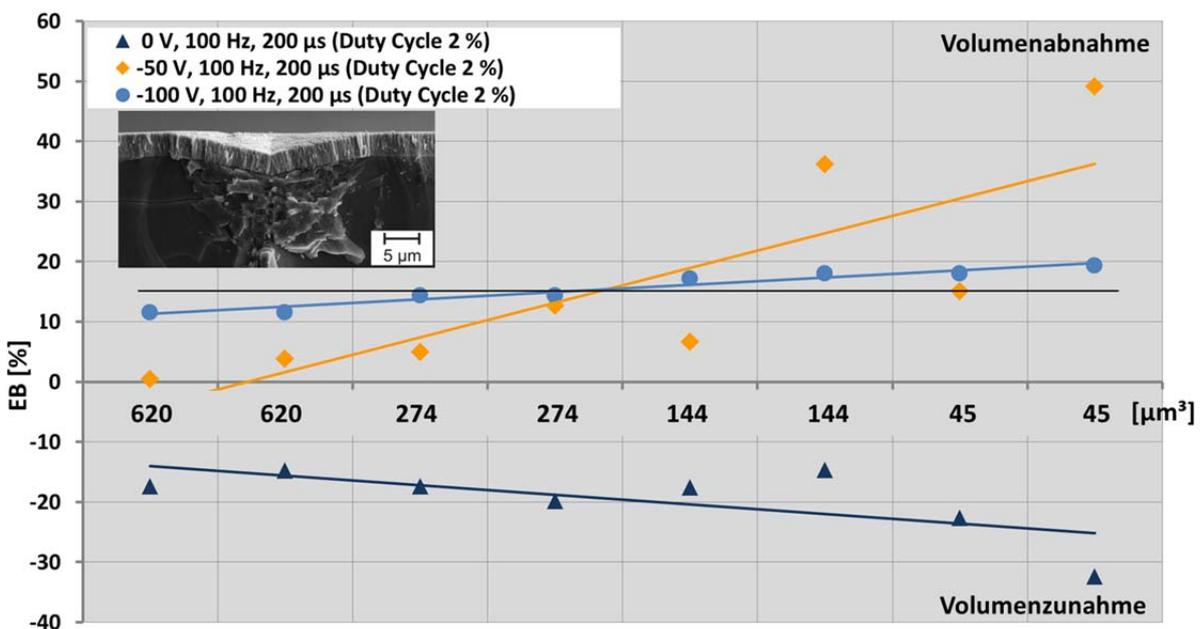


Abbildung 15: Volumenab- und zunahme bzw. Einebnungsgrad in Abhängigkeit des ursprünglichen Störstellenvolumens

Bei einem Betrag der Biasspannung von größer 0 V zeigt sich, dass eine positive Einebnung, also eine Abnahme des Störstellenvolumens ab einem Duty Cycle der HiPIMS-Kathode von größer 2 % erfolgt, **Abbildung 16**. Dies entspricht für den vorliegenden Beschichtungsanlantentyp einer Pulslänge von 200 μs und einer Pulsfrequenz von 100-500 Hz (vgl. Tabelle 1).

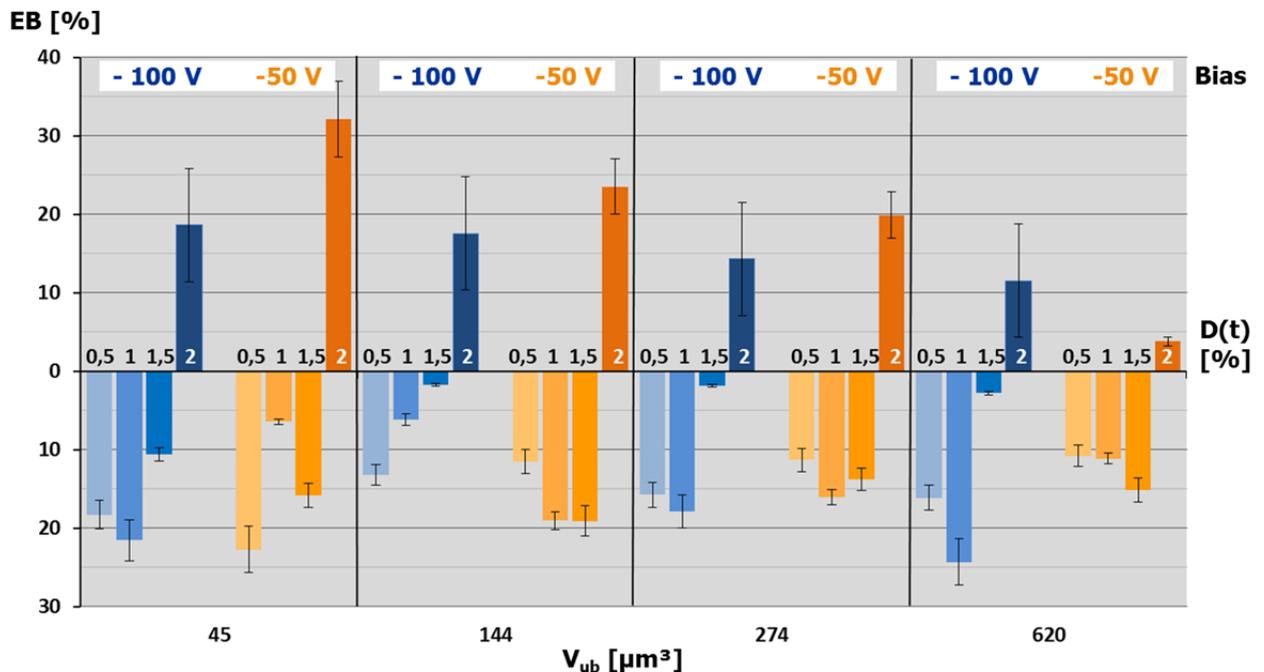
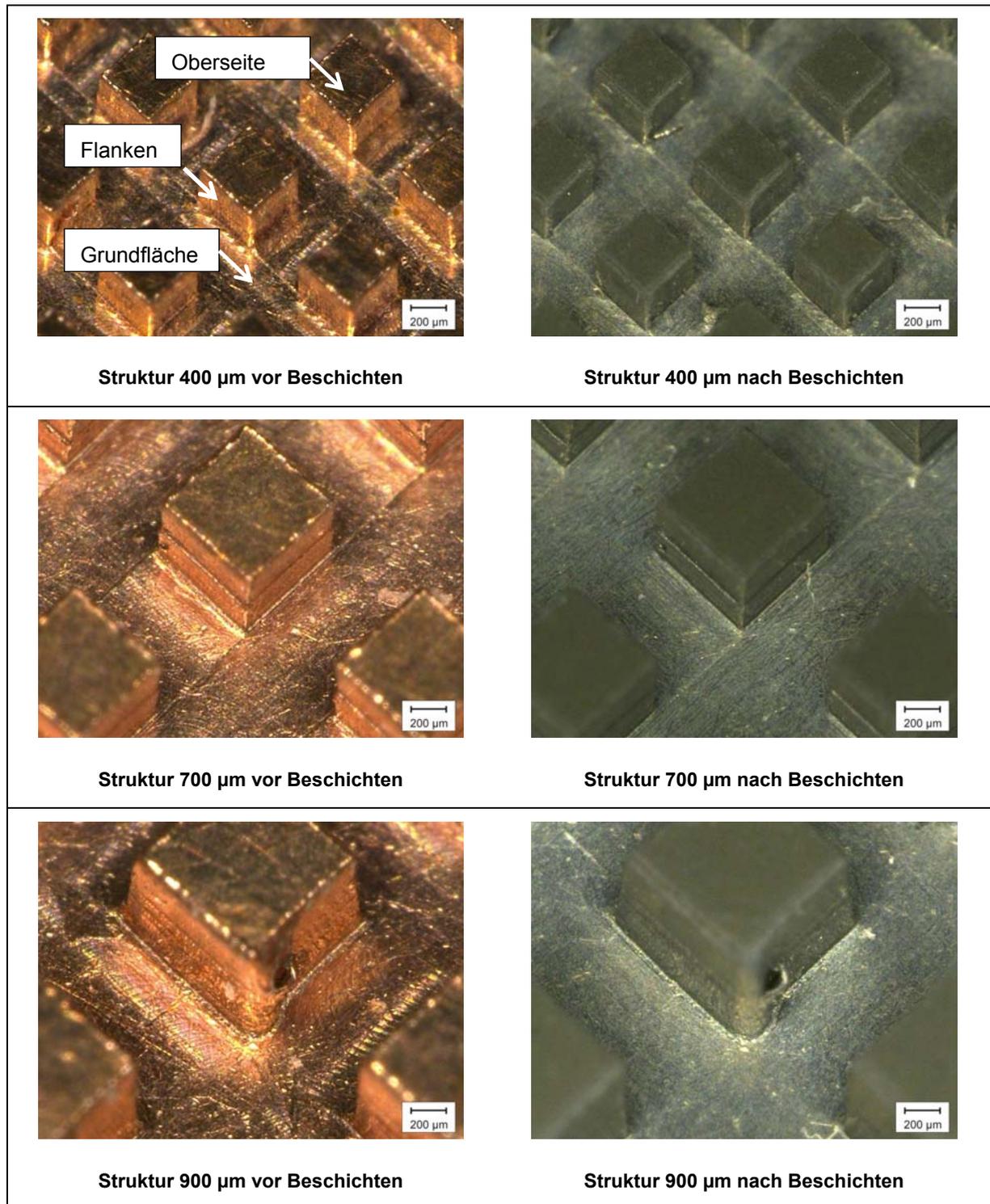


Abbildung 16: Störstelleneinebnung bei einem Duty Cycle größer 2 % [SLOM 2013]

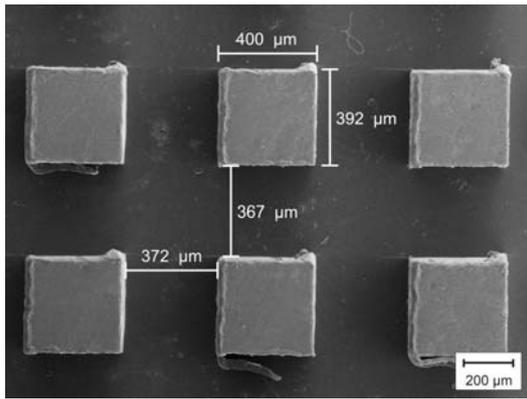
Auf die Anregung durch die Gutachter zur gezielten Präparation von Mikrodefekten wurde im folgenden Abschnitt eingegangen. Um zu überprüfen, ob sich die an den Vickersindrücken nachgewiesene Störstelleneinebnung und die Ausbildung spezieller Mikrostrukturen auch auf andere Werkstoffe und vorstrukturierte Oberflächen übertragen lassen, wurden profilierte, gesinterte und geätzte Kupferoberflächen beschichtet und das Schichtwachstum untersucht. Fraglich ist nun wie sich das Schichtwachstum um diese Mikrostrukturen hinsichtlich der ausgebildeten Feingestalt verhält. Die Probenoberfläche von Kupferproben wurde hierzu zunächst mittels Mikrofräsen profiliert, **Tabelle 7**. Unterschieden wurden dabei die Grundfläche der Geometrie als Vertiefungen im Bereich der Mikrofräsen, die Flanken als Seitenwände der würfelförmigen Geometrie und die Oberseite der Würfel. Die mit dem Beschichtungsmaterial (Targets) bestückten Kathoden liegen in der Beschichtungskammer frontal zur Probenaufhängung. Das Beschichtungsmaterial wird beim Beschichten aus den Targets herausgeschlagen und in Richtung der Substratoberflächen beschleunigt. Die Applikation des Beschichtungsmaterials erfolgt folglich senkrecht zur Probenoberfläche in Richtung der Oberflächennormalen. Da die Beschichtung der Substrate senkrecht zur Probenoberfläche erfolgt, liegen beim Beschichten der vorprofilierten Substrate die Oberseiten der Würfel senkrecht zur Richtung des ankommenden Beschichtungsmaterials. Die Grundfläche liegt ebenfalls senkrecht zur Richtung des ankommenden Schichtmaterials, wobei diese um die Höhe der entsprechenden Würfel weiter entfernt von den Targets liegen. Die Flanken der würfelförmigen Profile liegen dahingegen parallel zur Richtung des ankommenden Beschichtungsmaterials, wodurch die Wahrscheinlichkeit einer erfolgreichen Schichtapplikation im Bereich der Flanken verfahrenstechnisch vermindert ist.

Tabelle 7: Mikrofräsprofile vor und nach dem Beschichten

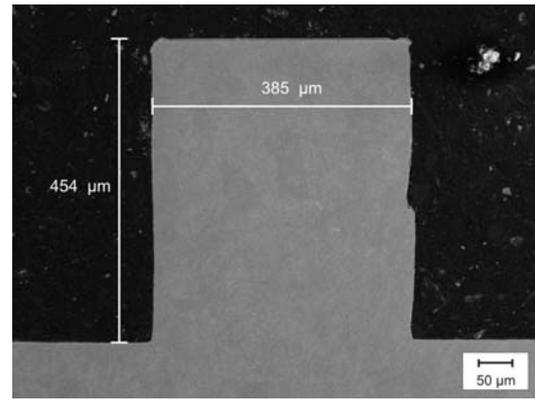


Zunächst wurden die unbeschichteten Substrate im Rasterelektronenmikroskop sowohl in der Draufsicht als auch in der Queransicht aufgenommen und die Profile vermessen. Die mittels Mikrofräsen eingebrachten würfelförmigen Profile haben Kantenlängen von ca. 400 µm, 700 µm und 900 µm. Die unterschiedlich vorstrukturierten Substrate wurden im Anschluss alle mit dem gleichen Beschichtungsprozess bei gleichbleibendem Duty Cycle von 2 % beschichtet. Dieser Prozess wies bereits eine gute Bedeckungsfähigkeit von künstlichen Störstellen mit Vickersgeometrie auf (vgl. Abbildung 16). Die sich ausbildenden, kristallinen Strukturen der Beschichtungen wurden im folgenden unter dem Rasterelektronenmikroskop untersucht, **Tabelle 8**.

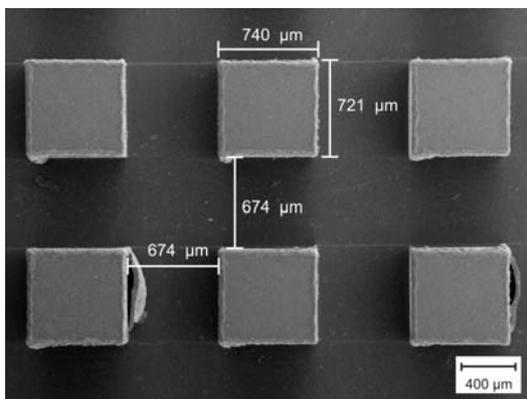
Tabelle 8: Mikrofräsprofile nach dem Beschichten



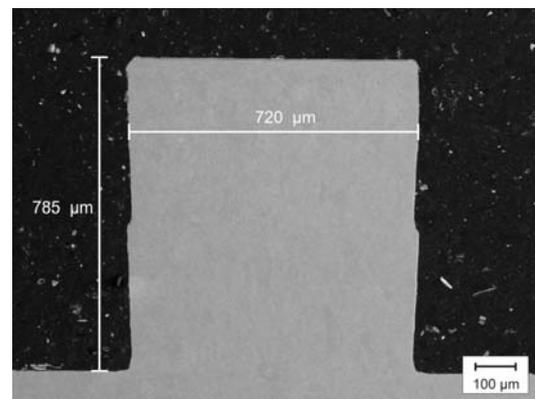
Struktur 400 µm nach Beschichten (Draufsicht)



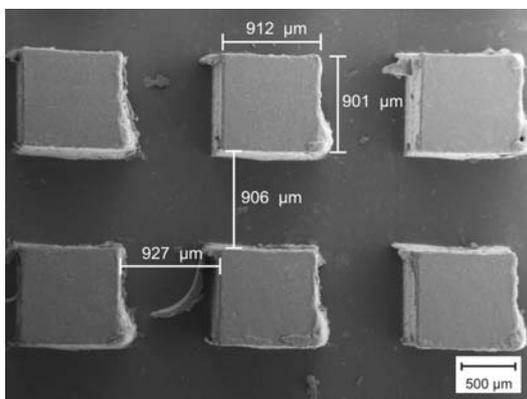
Struktur 400 µm nach Beschichten (Queransicht)



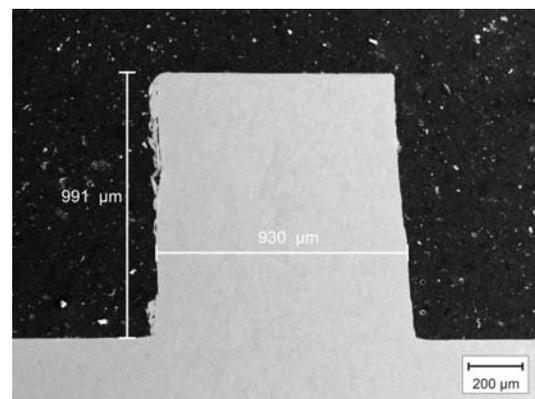
Struktur 700 µm nach Beschichten (Draufsicht)



Struktur 700 µm nach Beschichten (Queransicht)



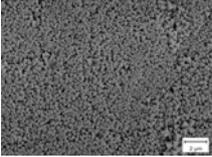
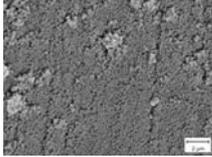
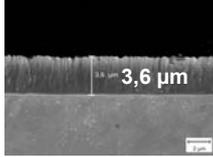
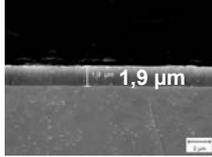
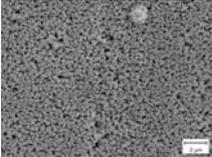
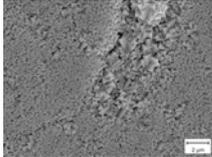
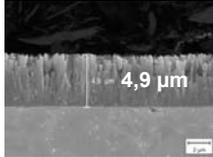
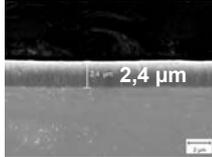
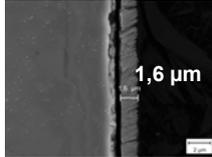
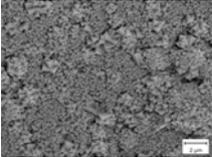
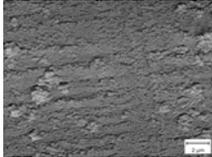
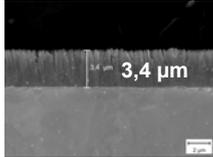
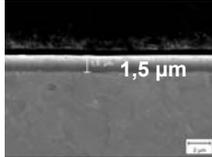
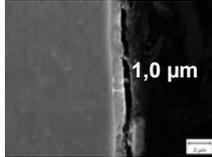
Struktur 900 µm nach Beschichten (Draufsicht)



Struktur 900 µm nach Beschichten (Queransicht)

Tabelle 9 zeigt rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Chromnitrid-Schichten auf der Oberseite der Würfel, sowie auf der Grundfläche. Die Oberflächen der Beschichtungen zeichnen sich durch tetraederförmige Kristallitspitzen aus. Die Chromnitrid-Schicht der vorprofilierten Substrate mit 900 µm auf der Oberseite der Würfel ist im Vergleich zu den Profilen mit 700 µm und 400 µm inhomogener. Bei den Profilen mit 700 µm und 400 µm sind die Beschichtungen sehr homogen ausgebildet. Die Schichten auf den Grundflächen sind in der Regel weniger gleichmäßig als auf den Oberseiten. Zudem nimmt die Schichtdicke an den Flanken und auf der Grundfläche der gefrästen Geometrie ab. Dies bestätigt die lichtmikroskopischen Aufnahmen. Die Inhomogenitäten der Beschichtungen sind hauptsächlich auf oberflächentopographische Unebenheiten zurückzuführen. Die Kristallite erscheinen zudem auf der Grundfläche dichter zu stehen als auf der Oberseite.

Tabelle 9: Aufwachsende Schichtstrukturen auf den würfelartigen, mikrogefrästen Oberflächen

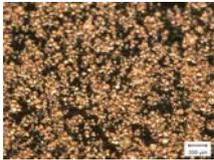
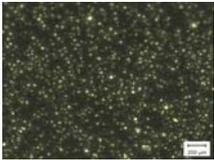
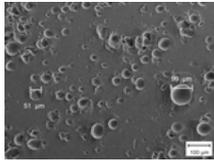
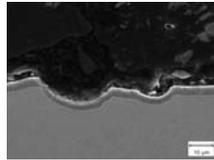
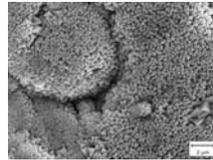
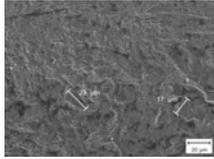
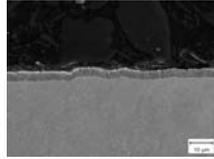
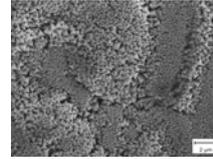
Würfeloberseite	Bodengrundfläche	Würfeloberseite Queransicht	Grundfläche Queransicht	Seitenwände (Queransicht)
				
Schichtstruktur 400 µm nach Beschichten				
				
Schichtstruktur 700 µm nach Beschichten				
				
Schichtstruktur 900 µm nach Beschichten				

Zudem zeigt der Vergleich im Querschliff eine Gegenüberstellung der Schichtausbildungen und Schichtdicken auf den Oberseiten, Grundflächen und Flanken der Profile in Abhängigkeit der Würfelgröße. Die einzelnen Chromnitrid-Kristallite auf den Oberseiten wachsen wieder in einer klaren Vorzugsrichtung senkrecht zur Oberfläche. Man erkennt feinnadelige Kristallite, die von der Substratoberfläche einzeln wachsen. Die Schichtdicken der Profile mit 900 µm, 700 µm und 400 µm sind in gleicher Reihenfolge 3,4 µm, 4,9 µm und 3,6 µm. Die Differenz in den Schichtdicken an der Oberseite der Geometrie ist wahrscheinlich durch die unterschiedlichen vertikalen Positionen der Substrate in der Beschichtungskammer zu begründen. An den Oberflächen der Kristallite sind die tetraederförmigen Spitzen im Querschnitt zu erkennen. Die Beschichtungen auf den Grundflächen zeigen im Querschliff dagegen wieder abnehmende Schichtdicken. Der Vergleich mit den Beschichtungen auf den Würfeloberseiten zeigt, dass die Kristallite weniger in stengeliger Weise, sondern vermehrt in einem Verbund wachsen. Die Schichtdicken sind mit 1,5 µm, 2,4 µm und 1,9 µm deutlich geringer. Die Verhältnisse zu den jeweiligen Schichtdicken der Würfeloberseiten sind 44 %, 49 % und 53 %. Die Abscheiderate von Chromnitrid-Teilchen auf der Grundfläche zwischen zwei Würfeln ist durch vorzeitiges Ablagern auf erhöhten Substratoberflächen trotz der senkrechten Lage zu den Targets geringer. Die zur Oberfläche senkrechte Vorzugsrichtung lässt sich an den wenigen Kristallitgrenzen erkennen. Die Verhältnisse der Schichtdicken von Grundfläche zu Oberseite nehmen mit abnehmender Profilgröße zu. Die Höhendifferenz der Flächen könnte die Ursache für die Differenz der Schichtdicken von verschiedenen Profilgrößen sein. Die Abbildungen der Beschichtungen auf den Flanken der Profile mit 700 µm und 400 µm zeigen, dass die Kristallite stärker voneinander abgegrenzt sind, als auf den Grundflächen der Profile. Zwischen einzelnen Kristalliten sind teilweise größere Lücken zu erkennen. Die Dichte der Schichten erscheint geringer als bei den Flächen in senkrechter Richtung zu den Targets. Bei den Profilen mit 900 µm sind die Kristallite sehr dicht zueinander angeordnet. Die Schichtdicken auf den Flanken betragen 1 µm, 1,6 µm und 1,6 µm für die Profile mit 900 µm, 700 µm und 400 µm. Die Verhältnisse zu den Schichtdicken der Oberseiten

betragen demzufolge 29 %, 33 % und 44 %. Die geringeren Schichtdicken lassen sich durch die Lage um 90° versetzt zu der Oberflächenebene und somit in Richtung des ankommenden Beschichtungsmaterials während des Prozesses erklären. Die unterschiedlichen Schichtausbildungen und Verhältnisse der Schichtdicken zu den Oberseiten und Grundflächen sind mit den relativen Lagen und Ausrichtungen der geschnittenen Würfelseiten zu den Targets zu begründen. Der gleiche Trend der Verhältnisse der Schichtdicken von Grundfläche zu Oberseite sind in den Verhältnissen der Schichtdicken von Flanken zur Oberseite festzustellen. Mit abnehmender Profilgröße steigen die Verhältnisse der Schichtdicken von Grundfläche und Seitenwand zur Oberseite.

Zusätzlich wurde die Oberfläche von Kupferproben mittels Sinter- und Ätzverfahren vorstrukturiert und hier ebenfalls das Schichtwachstum untersucht, **Tabelle 10**.

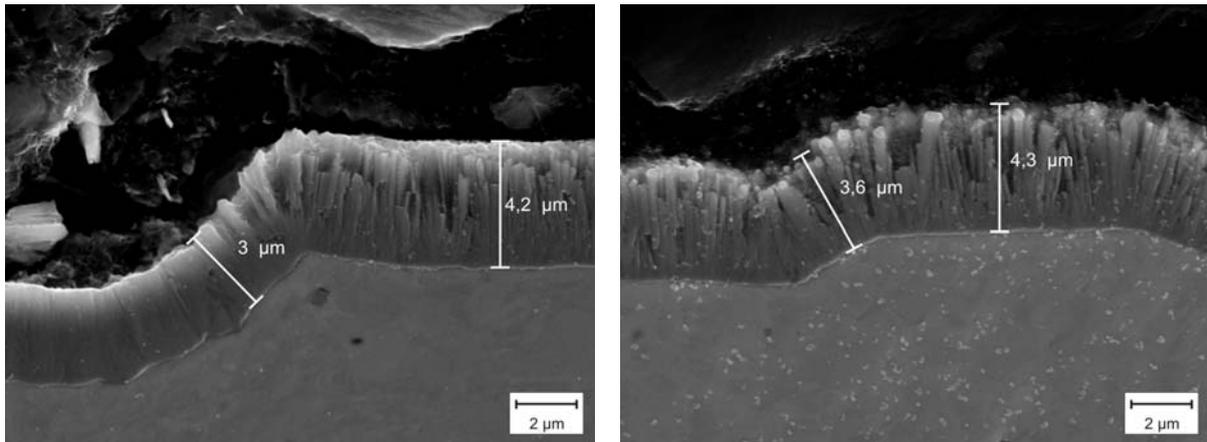
Tabelle 10: Aufwachsende Schichtstrukturen auf den gesinterten und geätzten Oberflächen

Vor dem Beschichten	Nach dem Beschichten	Draufsicht	Queransicht	Hochauflösend
				
Schichtstrukturen auf gesinterten Oberflächen				
				
Schichtstrukturen auf geätzten Oberflächen				

Die hochauflösten Bilder mittels Rasterelektronenmikroskopie in Queransicht sind nochmals vergrößert in **Tabelle 11** dargestellt. In der Abbildung der aufgepressten Sinterprofile erkennt man die Kante eines Eindrucks. Die Chromnitrid-Kristallite auf der Oberfläche wachsen zunächst in erkennbaren feinnadeligen Kristalliten in senkrechter Vorzugsrichtung zur Substratoberfläche mit einer Schichtdicke von ca. 4,2 µm auf. Im Übergang von der Oberfläche hin zur Vertiefung des Sinterindrucks sind die Kristallite noch deutlich zu erkennen. In der Vertiefung erscheinen viele Kristallite jedoch miteinander verwachsen zu sein und das Schichtbild erscheint dichter als außerhalb der Vertiefung. Die Schicht wächst dennoch auch innerhalb des Eindrucks in senkrechter Vorzugsrichtung zur Oberfläche, weist allerdings eine reduzierte Schichtdicke von ca. 3 µm auf. In der Queransicht der geätzten Profile erkennt man, dass die Kristallite in allen Bereichen feinnadelig senkrecht zur Substratoberfläche wachsen. Die Vertiefungen der geätzten Profile sind deutlich geringer und die kristallinen Strukturen unterscheiden sich beim Aufwachsen zwischen der Oberfläche und der Vertiefung sowie im Übergang nur geringfügig im Vergleich zu den wesentlich tieferen Sinterprofilen. Die Schichtdicke liegt bei diesen Profilen in Abhängigkeit der Richtung der Oberflächennormalen zwischen 3,6 µm und 4,3 µm.

Zusammenfassend lässt sich festhalten, dass der Krümmungsradius an der Kante des Übergangs von Oberflächen hin zur Vertiefung sowie die Höhe der Vertiefung selbst einen entscheidenden Einfluss auf die Struktur des kristallinen Schichtwachstums und die resultierende Schichtdicke in den tieferliegenden Oberflächenbereichen hat.

Tabelle 11: Hochaufgelöste REM-Bilder der Schichtstrukturen auf gesinterten und geätzten Oberflächen in Queransicht



Schichtstruktur auf gesinteter Oberfläche

Schichtstruktur auf geätzter Oberfläche

1.5 Bestimmung der Schichtbarrierewirkung in korrosiven Medien (AP4)

Die Schichtbarrierewirkung im Hinblick auf das Durchtrittsverhalten korrosiver Medien wurde anhand des Polarisationswiderstands der unterschiedlich strukturierten hybriden DCMS:HiPIMS-Beschichtungen quantifiziert. Eine Betrachtung der Stromdichte-Potenzialkurve im Bereich +/- 10 mV vom freien Korrosionspotential zeigt einen ungefähr linearen Verlauf. Mit diesem lässt sich der Polarisationswiderstand R gemäß

$$R = \frac{dU}{I}$$

dU : Polarisationsspannung

I : Summenstrom

berechnen. Umso größer der Polarisationswiderstand ist, desto kleiner ist die Korrosionsrate. In der einfachen logarithmischen Darstellung der Stromdichte-Potenzialkurven lassen sich zunächst die Tafelgeraden extrapolieren, **Abbildung 17**.

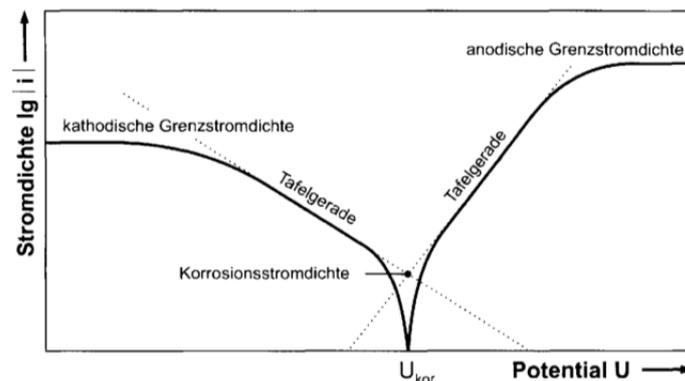


Abbildung 17: Schematische Darstellung einer elektrochemisch messbaren Stromdichte-Potential-Kurve [TOST 2001, S. 307]

Anhand des Tafelgeradenschnittpunktes kann hieraus die Korrosionsstromdichte ermittelt werden. Gemäß Elsner et al. ist die Porosität P der Quotient aus Polarisationswiderstand des Substrats R_{ps} und Polarisationswiderstand des beschichteten Substrats R_p zusätzlich einem Faktor, der die Differenz der freien Korrosionspotentiale der beschichteten und unbeschichteten Probe U_{korr} und die Stei-

gung der anodischen Tafelgeraden b_a des Grundmaterials berücksichtigt. Dieser Term berücksichtigt, dass das Substrat (100Cr6) im freien Korrosionspotential des Systems bestehend aus Substratwerkstoff und Beschichtung polarisiert ist. Die applizierten Beschichtungen selbst besitzen jedoch ein höheres freies Korrosionspotential als der Substratwerkstoff. Aus der graphischen Darstellung des freien Korrosionspotentials über der Zeit gemessen in 0,05 % Natriumchloridlösung (NaCl), ist in Abhängigkeit der Substrat-Biasspannung und des HiPIMS- Duty Cycle kein eindeutiger Trend zu erkennen, **Abbildung 18**. Auch bei einer größeren Stichprobe der Messungen streuen die Werte für das freie Korrosionspotential der Beschichtungen im Verbund mit dem Grundwerkstoff teilweise deutlich, so dass hier nur festgehalten werden kann, dass die Potentiale der Beschichtungen allgemein höher sind als die des reinen Grundwerkstoffs. Das Gesamtsystem bestehend aus Grundwerkstoff mit Beschichtung ist folglich grundsätzlich edler und entsprechend korrosionsbeständiger.

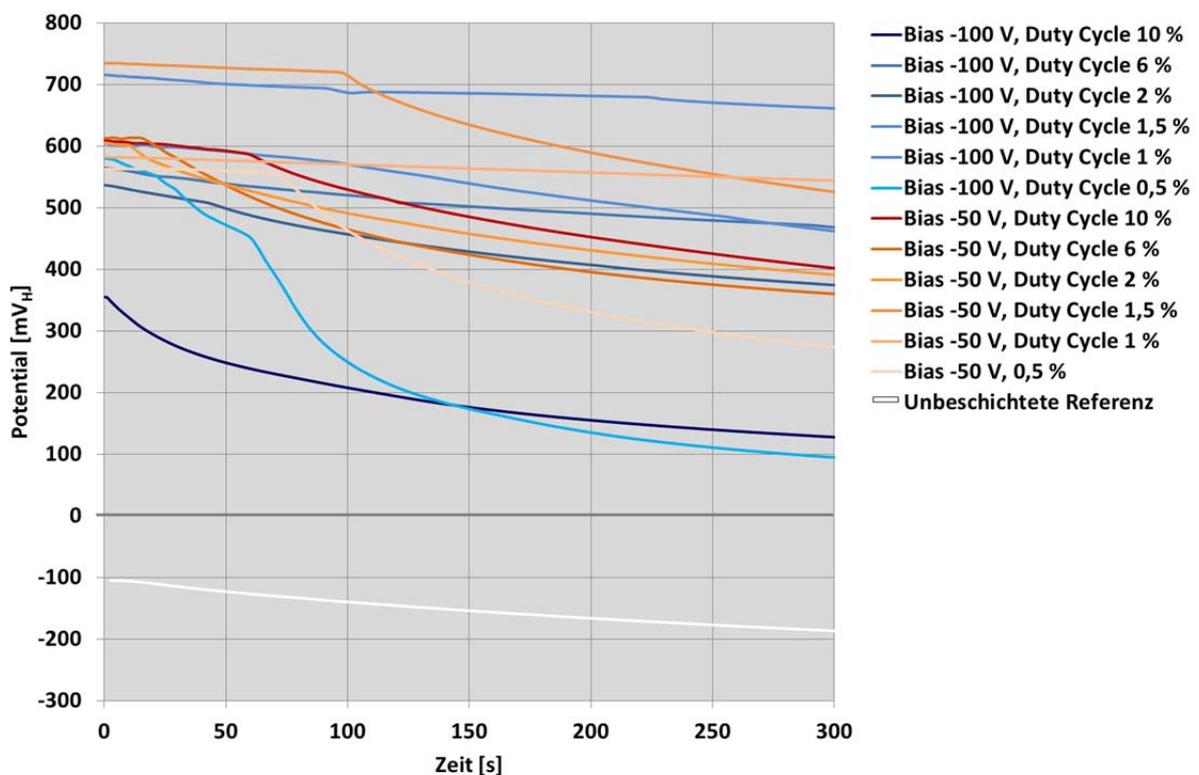


Abbildung 18: Freies Korrosionspotential der Beschichtungen in Abhängigkeit der Biasspannung und des Duty Cycle über der Zeit

Durch die Kontaktierung von Substratwerkstoff und Beschichtung wird das Substrat im freien Korrosionspotential des Systems aktiv aufgelöst [TOST 2001].

$$P = \frac{R_{ps}}{R_p} * 10^{-\frac{|\Delta U_{korrr}|}{b_a}}$$

Die Berechnung der Schichtporositäten gemäß Elsner et al. führen zu dem Ergebnis, dass bei einer Substrat-Biasspannung von -50 V zunächst eine geringe Porosität vorliegt, während die Porosität der Beschichtungen des Typs Bias -100 V eine sehr hohe Porosität bei einem Duty Cycle von 10 % aufweist. Mit abnehmendem Duty Cycle steigt die Porosität für eine Biasspannung bei -50 V an, wobei sie für eine Biasspannung von -100 V zunächst stark abnimmt. Für beide Beschichtungstypen nimmt die Porosität schließlich ein Minimum bei einem Duty Cycle von 1 % an, **Abbildung 19**.

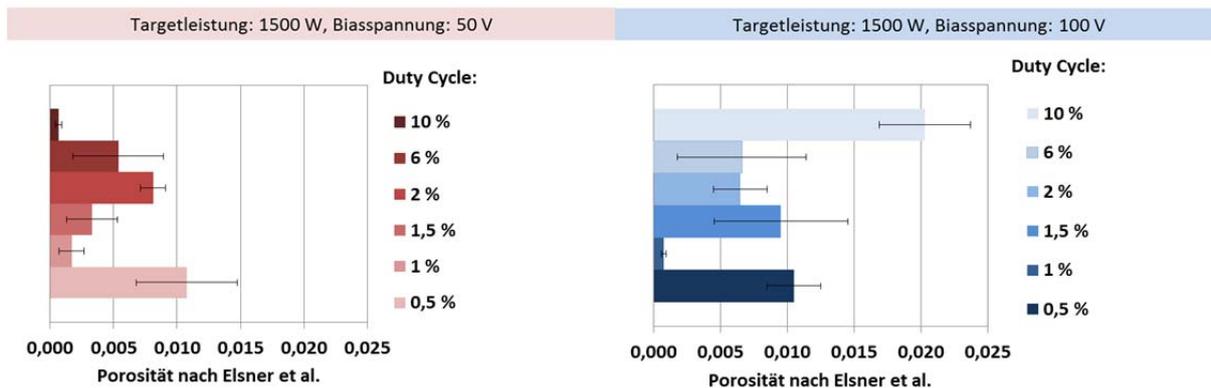


Abbildung 19: Porosität nach Elsner et al. in Abhängigkeit des HiPIMS Duty Cycle

Stromdichte-Potentialkurven (IE-Kurve) der unterschiedlichen Beschichtungen sind beispielhaft in **Abbildung 20** dargestellt. In Abhängigkeit der während des Beschichtens angelegten Biasspannung am Substrat ist mit abnehmendem Betrag der Biasspannung eine Zunahme des freien Korrosionspotentials zu vermerken. Die Beschichtungen, die bei einem Duty Cycle von 10 % abgeschlossen wurden, verzeichnen einen Anstieg des freien Korrosionspotentials in Abhängigkeit der Biasspannung von über 500 mV_H (Bias -100 V) und liegen bei ca. 100 mV_H (Bias -70 V), ca. 550 mV_H und ca. 600 mV_H (Bias -50 V). Die Beschichtungen, abgeschlossen bei einem Duty Cycle von 2 % hingegen liegen in einem engeren Bereich von 100 mV_H bis etwa 300 und 400 mV_H. Während für beide Duty Cycle der Kurvenanstieg des anodischen Astes im Vergleich flach ist, steigen bei geringeren Biasspannungen die Kurven steiler an. Im Fall der Beschichtungen, abgeschlossen bei einem Duty Cycle von 2 % ist deutlich zu sehen, dass der anodische Ast für eine Biasspannung von 0 V am steilsten ist. Die Sprünge zu höheren Stromdichten der IE-Kurve deuten auf ein Öffnen neuer Korrosionsstellen in der Schicht hin, also ein Durchbrechen der Barrierschicht und das Wachstum von zusätzlichen lokalen Korrosionselementen. Es ist davon auszugehen, dass an Störstellen und insbesondere in interkristallinen Zwischenräumen der Beschichtungen Korrosion zunächst lokal auftritt.

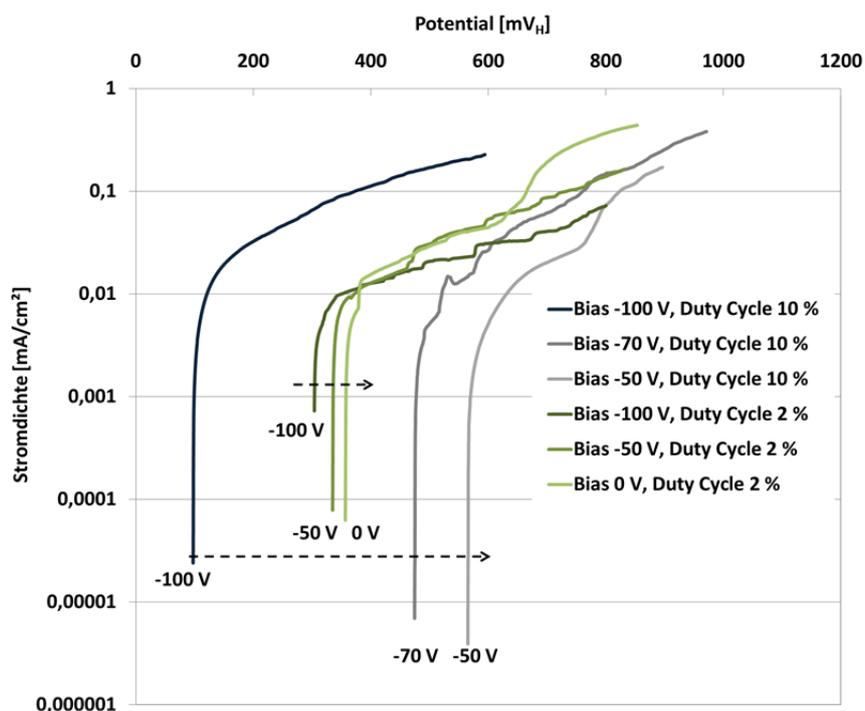


Abbildung 20: Einfluss der Biasspannung am Substrat auf die IE-Kurve unterschiedlicher Beschichtungen

Die visuelle Begutachtung des Korrosionsangriffs mittels Lichtmikroskopie bestätigt die Annahme, dass die Beschichtungen während der Stromdichte-Potential-Messungen lokal versagen. Es liegt kein flächiger Angriff der Oberfläche vor. Eine sichere Vorhersage, dass die Beschichtung primär an einer Störstelle versagt, kann nicht getroffen werden. Der korrosive Angriff tritt oft an Schichtunregelmäßigkeiten auf aber nicht zwingend. Ein korrosiver Angriff konnte ebenfalls häufig an Stellen identifiziert werden, an denen die Schicht vor dem Versuch einen intakten Eindruck vermittelt hat, **Abbildung 21**.

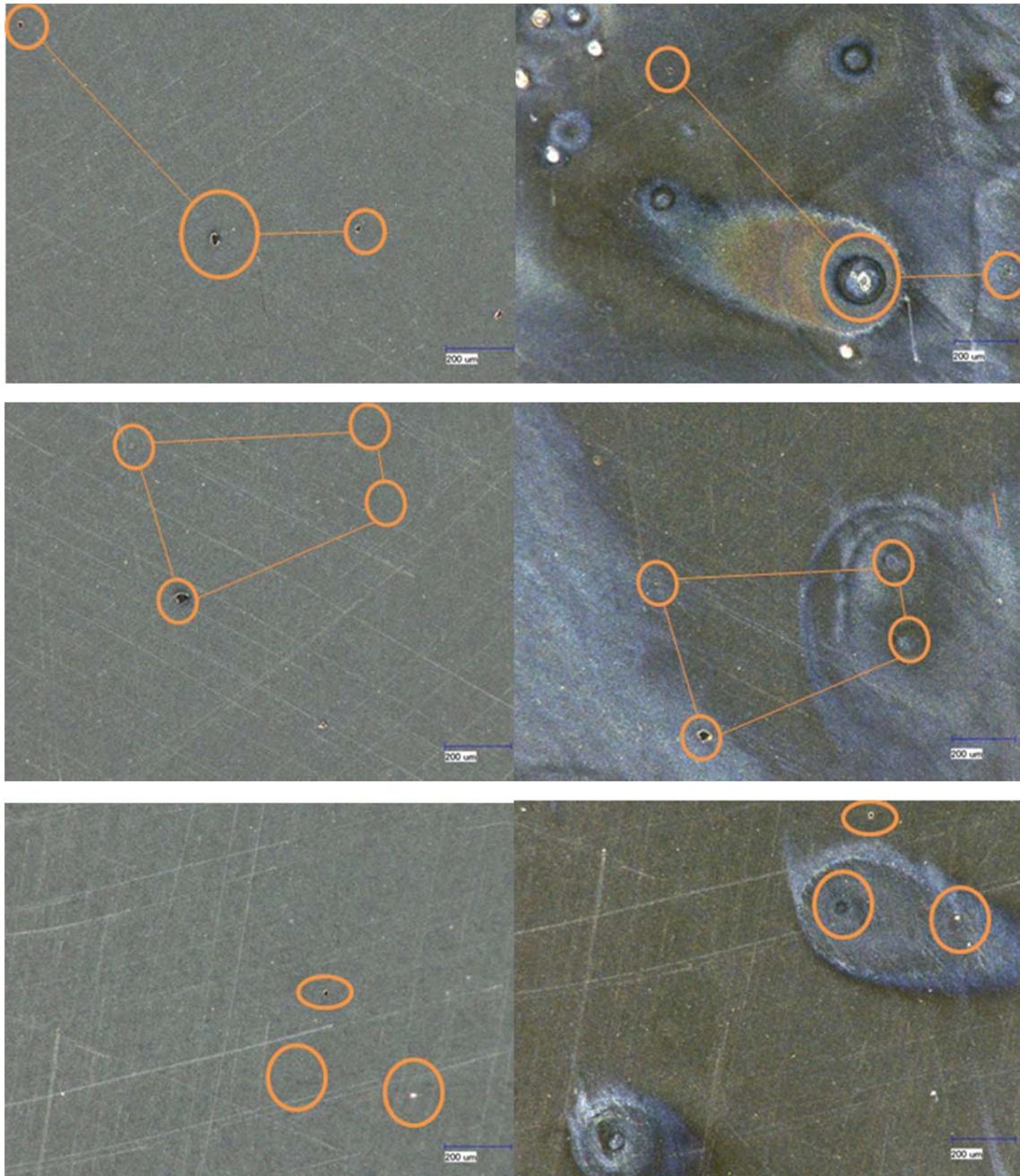


Abbildung 21: Analyse des lokalen korrosiven Angriffs mittels Lichtmikroskopie

Der Versuch, die Schichtbarrierewirkung mittels elektrochemischer Impedanzspektroskopie (EIS) zu quantifizieren ist derzeit noch Stand laufender Untersuchungen und können in einem Folgevorhaben durchgeführt werden..

1.6 Flankierende Schichtcharakterisierung (AP5)

Schichthärte und Eindringmodul mittels registrierender Härte-Eindringprüfung (DIN EN ISO 14577-1)

Mittels registrierender Härte-Eindringprüfung wurde die Härte und der Elastizitätsmodul der Beschichtungen mit einer Maximalkraft von durchschnittlich 10 mN gemessen. Das Auswerten der Schichthärte und des Eindringmoduls erfolgt gemittelt über 10 Messungen pro Schicht. Eine Erhöhung der Biasspannung am Substrat von 0 bis -100 V äußert sich in höheren Härtewerten und einem höheren Elastizitätsmodul. Ansteigende oder absteigende Biasrampen weisen zudem höhere Härtewerte und Elastizitätsmoduln auf, wenn die letzten Atomlagen bei einer Substrat-Biasspannung von -100 V abgeschlossen werden, **Abbildung 22**.

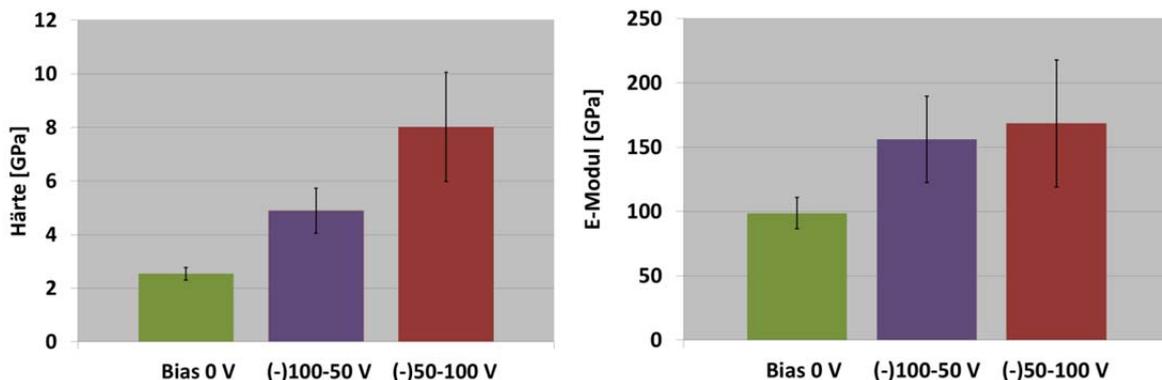


Abbildung 22: Einfluss der HiPIMS-Pulslänge beim hybriden DCMS:HiPIMS-Prozess auf die Schichthärte und den Elastizitätsmodul bei konstanter HiPIMS-Pulslänge von 200 μ s und Pulsfrequenz von 100 Hz [SLOM 2013]

Die Beschichtungen, die bei einer Substrat-Biasspannung von 0 Volt appliziert wurden, zeichnen sich durch extrem niedrige Härtewerte von 2,81 GPa aus. Die Beschichtungen, die bei einer Biasspannung von -100 V abgeschlossen wurden, weisen höhere Härtewerte bis zu 16 GPa und einem Elastizitätsmodul von 263 GPa bei einer HiPIMS.-Pulslänge von 150 μ s (Duty Cycle 1,5 %) auf. Die Auftragung der gemessenen Härtewerte zeigt eine Zweiteilung der Werte. In Abhängigkeit der Biasspannung am Substrat von -50 V oder -100 V liegt die Schichthärte entweder in einem Bereich von 2 bis 3 GPa oder zwischen 10 und 16 GPa, **Abbildung 23**. Die Änderung der HiPIMS-Pulslänge im hybriden HiPIMS:DCMS-Modus zeigt für beide Beschichtungstypen Bias -50 V und Bias -100 V einen ansteigenden Trend mit Verringerung der Pulslänge. Ein kleinerer Duty Cycle führt folglich zu höheren Härtewerten, wobei diese allgemein für den Typ Bias -50 V deutlich geringer sind. Der Elastizitätsmodul folgt dem gleichen Trend [SLOM 2013].

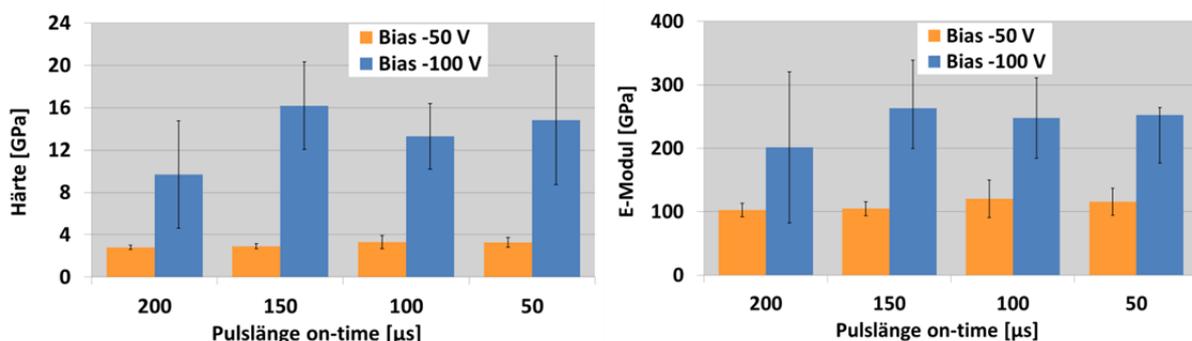


Abbildung 23: Beispielhafte Schichthärten und Elastizitätsmodule bei unterschiedliche Biasspannung in Abhängigkeit der HiPIMS-Pulslänge im hybriden DCMS:HiPIMS-Betrieb der Beschichtungsanlage [SLOM 2013]

Oberflächenrauheit mittels Tastschnitt (EN ISO 13565-1) und Weißlicht-Mikroskopie (DIN EN ISO 25178-3)

Es wurden jeweils drei P-Profile mit Taststrecken von 4,8 mm und einer Vorschubgeschwindigkeit von 0,5 mm/s gemessen. Durch Bildung des arithmetischen Mittels wurden die verschiedenen Rauheitskennwerte ermittelt. Die Rauheitswerte von unprofilierten, polierten Oberflächen wurden hier vergleichend mit den gesinterten und geätzten Oberflächen vor und nach dem Beschichten gegenübergestellt.

Der Wert R_a des geätzten und aufgepressten Sinterprofils liegt mit Überhöhungsfaktoren von 29 und 78 deutlich oberhalb des Wertes der Referenzstrukturen. Es ist zu erkennen, dass die Rauheitswerte der beschichteten Oberflächen stets größer als die der unbeschichteten sind. Der arithmetische Mittenrauwert erhöhte sich um ca. 40 %, 28 % und 8 % für die Referenz unprofiliert (I-III), geätzt und gesintert, **Abbildung 24**. Die relative Erhöhung des R_a -Wertes durch die Beschichtung hängt von der Größe des absoluten Rauheitswertes ab.

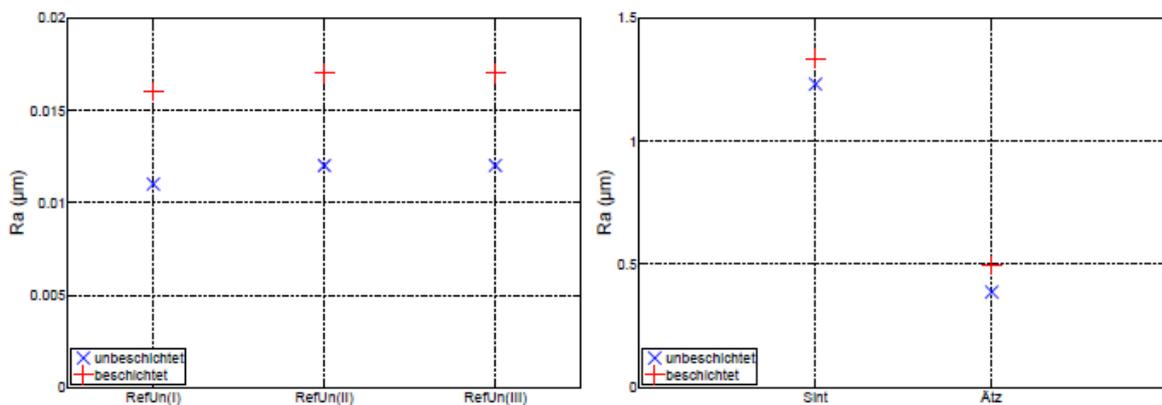


Abbildung 24: Arithmetischer Mittenrauwert R_a der unbeschichteten und beschichteten Oberflächen

In **Abbildung 25** ist die gemittelte Rautiefe R_z dargestellt. Die qualitativen Aussagen der bereits erwähnten Rauheitsänderungen können durch diese bestätigt werden. Die gemittelten Rautiefen R_z der geätzten bzw. gesinterten Profile sind um das 7-fache bzw. 36-fache höher, als bei den Referenzstrukturen. Der Unterschied zu den arithmetischen Mittenrauwerten R_a liegt an der höheren Empfindlichkeit der Rautiefe R_z , wodurch die Rauheit der unprofilierten Referenzoberflächen im Verhältnis zu den vorprofilieren Oberflächen höher ausfällt. Das gleiche Phänomen lässt sich bei der relativen Erhöhung der Rauheit durch die Beschichtung erkennen. Während sich der Wert der Rautiefe bei den unstrukturierten Oberflächen um 275 % erhöhte, sind es bei den geätzten und gesinterten Profilen lediglich 17 % und 24 %.

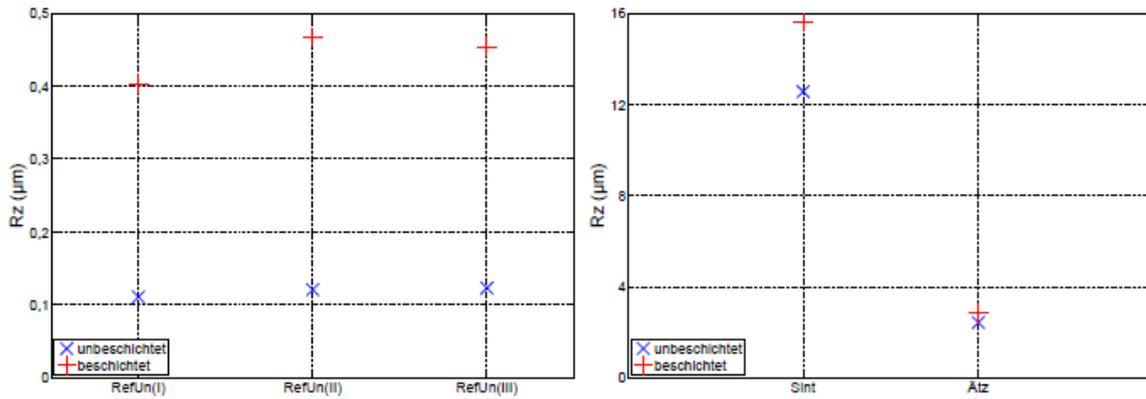


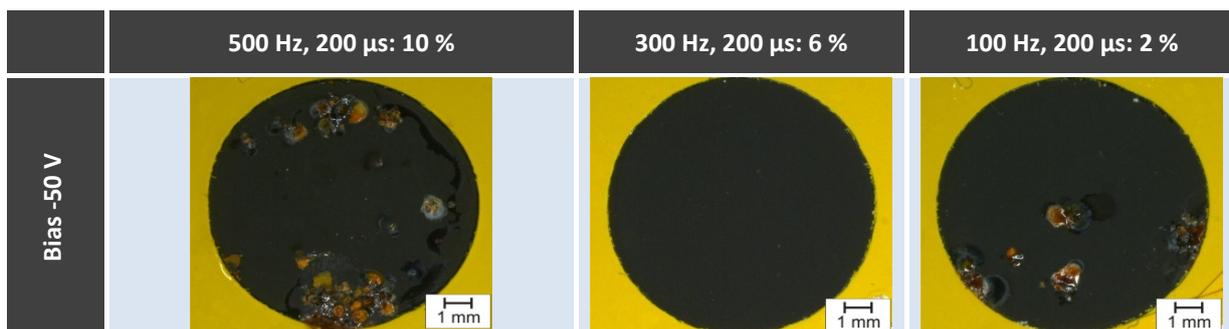
Abbildung 25: Gemittelte Rautiefe R_z der unbeschichteten und beschichteten Oberflächen

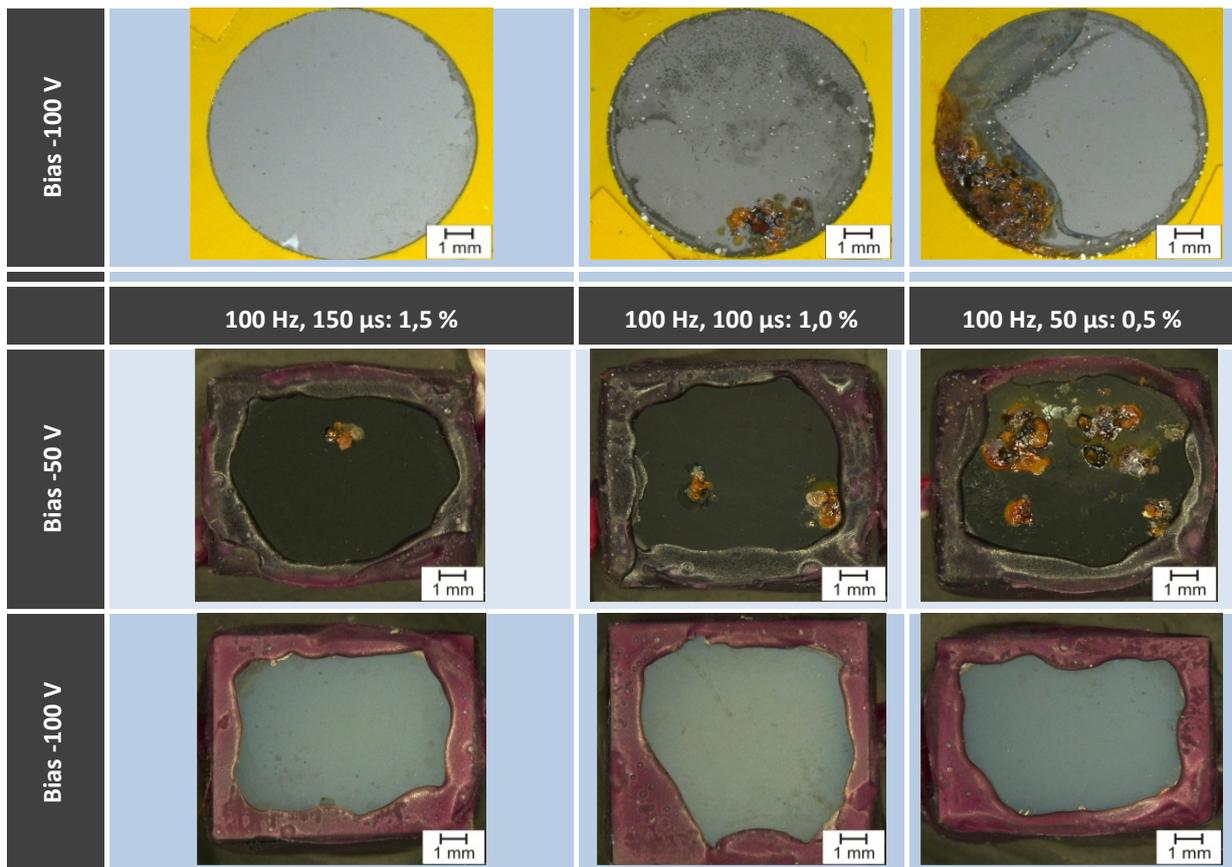
Die Erhöhung der Rauheitswerte durch das Beschichten der Oberflächen ist auf die mikroskopische Unebenheit der CrN-Schichten zurückzuführen. Durch die tetraederförmigen Kristallitspitzen werden Oberflächen mit stark ausgeprägten Spitzen und Tälern generiert, die sich in der Größenordnung höherer Gestaltabweichungen (Rauheit) befinden. Aufgrund vereinzelt vorzufindender Beschichtungsfehler werden erhöhte Rauheitswerte zusätzlich begünstigt.

Kondenswasser-Wechselklima-Tests gemäß DIN EN ISO 6270

Zusätzliche Kondenswasser-Wechselklimatests wurden zur Ermittlung der Schichtbarrierewirkung in moderat korrosiver Umgebung durchgeführt. Es wurden Versuchsreihen mit Beschichtungen des Typs Bias -100 V und Bias -50 V und Variation der HiPIMS-Pulsfrequenz und HiPIMS-Pulslänge für insgesamt zwölf Tage durchgeführt. Als Substratwerkstoff diente eine Wälzlagerstahl (100Cr6), dessen Korrosionsbeständigkeit in feuchtem Klima an sich gering ist. Die vergleichende optische Analyse der Proben zeigt, dass die Korrosionsbeständigkeit im Fall des Beschichtungstyps Bias -50 V mit sinkender Pulsfrequenz (Duty Cycle) abnimmt. Die Korrosion tritt lokal auf. Der Elektrolyt dringt an Zwischenräumen in der kolumnaren Mikrostruktur bis zum Grundwerkstoff vor und der Substratwerkstoff (100Cr6) geht in Lösung. Der Beschichtungstyp Bias -100 V zeigt nach zwölf Tagen Auslagerung noch keinen korrosiven Angriff für Beschichtungen im Bereich niedriger Duty Cycle. Es wird angenommen, dass durch eine polykristalline Mikrostruktur der Chromnitrid-Beschichtung der Substratwerkstoff besser abgeschirmt wird. Die flächig auftretende Korrosion beim Typ Bias -100 V abgeschlossen bei Duty Cycle 6 % und 2 % wird auf eine nicht vollständige Abdeckung der unbeschichteten Probenseiten mit der verwendeten Polyvinylchlorid (Weich-PVC)-Folie zurückgeführt. Hierdurch gelangt der Elektrolyt ungehindert bis zum Substratwerkstoff und die Korrosionsprodukte dringen vom Rand her unter der Schutzfolie bis auf die Probenoberfläche vor. Für die nachfolgenden Untersuchungen wurde in Konsequenz eine alternative Abdeckung, im vorliegenden Fall ein Galvaniklack (Turcoform Mask 537-42HT), zur Abdeckung der unbeschichteten Probenseiten verwendet, **Tabelle 12** [SLOM 2013].

Tabelle 12: Kondenswasser-Wechselklima-Test (KFW) von Chromnitrid-Einzelschichten auf Wälzlagerstahl-proben (100Cr6) nach zwölf Tagen Auslagerung [SLOM 2013]





Deutlich wird, dass bei den Proben, die mit Galvaniklack abgedeckt wurden im Bereich niedriger Duty Cycle für die Beschichtungen des Typs Bias -100 V keine Korrosionsprodukte an der Oberfläche festgestellt wurden. Dies lässt darauf schließen, dass im Bereich des Beschichtens bei einer Biasspannung von -100 V eine bessere Abschirmung des Grundwerkstoffs erfolgt und eine verbesserte Barriere Wirkung der Beschichtungen festgestellt werden konnte.

2 Zusammenfassung der Ergebnisse aus der ersten Antragsphase

AP 1

Mittels Variation der Biasspannung an den Substraten sowie der HiPIMS-Pulslänge und Pulsfrequenz können unterschiedlich mikrostrukturierte Dünnschichten mittels hybrider DCMS:HiPIMS-Technologie erzeugt werden. Die röntgenographische Untersuchungen und die Begutachtung der Schichtoberflächen mit dem Rasterelektronenmikroskop zeigen gleichartige Schichtsysteme unabhängig vom Substrattyp. Wesentliche Differenzierungsmerkmale der Schichtmikrostruktur in Abhängigkeit der Beschichtungsparameter sind die Korngröße, die Orientierung des Kristallwachstums gemäß den Phasenmodellen, die optisch farbliche Erscheinung mit bloßem Auge sowie die Härte. Im laufenden Projekt wurde primär hybride DCMS:HiPIMS-Prozesse zur Applikation und Schichtstrukturvariation genutzt. Es wird großes Potential in einer zusätzlichen Schichtstrukturmodifikation mittels reiner HiPIMS-Beschichtung gesehen (siehe Fortsetzungsantrag 3. Jahr).

AP 2

Die anhand der röntgenographischen Messungen (XRD) ermittelten Korngrößen in Richtung der Oberflächennormalen der unterschiedlich mikrostrukturierten Beschichtungen liegen Bereich von 80nm 1600 Å. Anhand hochauflösender bildgebender Verfahren (REM) wird deutlich, dass die Kornbreite (parallel zur Oberflächennormalen) noch sehr viel geringer im Vergleich zur Kornlänge (in Richtung der Oberflächennormalen) ist und die Schichtstrukturen nadelförmig in Richtung der Oberflächennormalen aufwachsen. Die Analyse der Schichtstruktur und Textur im Bereich lokaler Störstellen konnte mittels der hier verwendeten EBSD-Technologie als von der globalen Struktur abweichend identifiziert werden. Im Bereich der künstlich eingebrachten Vickers-Härteeindrücke wächst die Schicht mit unterschiedlichen Orientierungen im Vergleich zu ungestörten Bereichen auf. Es kommt zu einem Orientierungswechsel der kristallinen Strukturen. Ziel ist es im laufenden und folgenden Vorhaben diese Wechsel in der kristallinen Schichtstruktur vertiefend zu untersuchen.

AP 3

Auf Basis der Einebnungsversuche von künstlich erzeugten Störstellen in der Substratoberfläche ist es gelungen, Beschichtungsparameter zu identifizieren, die zu einer Einebnung, d.h. eine Volumenreduktion der Störstellen führen. Hier ist der Duty Cycle der HiPIMS-Kathode größer 2 % als ausschlaggebender Beschichtungsparameter zu nennen. Mittels der Variation des Duty Cycle über die HiPIMS-Pulsfrequenz und der HiPIMS-Pulslänge ist es in den verwendeten hybriden DCMS:HiPIMS-Prozessen gelungen, eine Einebnung der Störstellen bis zu 40 % zu erlangen. Hierin wird großes Potential zur Störstelleneinebnung mittels reiner HiPIMS-Prozesse gesehen (vgl. Folgeantrag 3. Jahr).

AP 4

Die Bestimmung der Schichtbarrierewirkung in korrosiven Medien anhand der Porositätsberechnung nach Elsner et al. verleitet zwar zur Annahme, dass die Porosität beider Beschichtungstypen Bias -50 V und Bias -100 V bei einem Duty Cycle von 1 % am geringsten ist, eine eindeutige Aussage über die Abhängigkeit der Schichtbarrierewirkung kann auf Basis dieser Analysemethode jedoch nicht getroffen werden. Die Ergebnisse für jeweils 3 unterschiedliche Proben und Messungen pro Beschichtung streuen weit und die Bildung von Mittelwerten ist hier irreführend. Auch die Ergebnisse der Kondenswasser-Klimawechsel-Tests zeigen widersprüchliche Ergebnisse für die optische Bestimmung der Schichtbarrierewirkung in mildem Klima. Hier erweist sich die Beschichtung des Typs Bias -100 V als besserer Barrierschutz für den Grundwerkstoff, unabhängig vom Duty Cycle des Beschichtungsprozesses. Für die Beschichtung des Typs Bias -50 V ergibt sich die beste Barrierewirkung im KFW-

Test bei 6 % und 1 % Duty Cycle. Die schlechtere Schutzwirkung des Grundwerkstoffs durch die Beschichtung des Typs Bias -50 V ist in Kombination mit den REM-Aufnahmen der Beschichtung auf eine kolumnare Schichtstruktur in Richtung der Oberflächennormalen mit interkristallinen Zwischenräumen zu erklären (vgl. Abbildung 3). Hier kann der Elektrolyt ungehindert zum Grundwerkstoff durchdringen und zur Korrosion führen.

Ob die weitere angedachte elektrochemische Impedanzspektroskopie (EIS) und Überführung der charakteristischen Messkurven in ein elektrisches Ersatzschaubild auf Basis dieser Ergebnisse sinnvoll ist, muss in Frage gestellt werden. Entsprechende vertiefende Untersuchungen könnten im Zusammenhang mit den Porositätsmessungen im Folgejahr bei Genehmigung erfolgen.

AP 5

Anhand der flankierenden Schichtcharakterisierung ist es gelungen die unterschiedlich mikrostrukturierten hybriden DCMS:HiPIMS-Beschichtungen hinsichtlich ihrer mechanisch-technologischen Eigenschaften zu differenzieren. Hierbei sind insbesondere die Haftfestigkeit, die Härte und die Barrierewirkung in korrosiven Medien zu nennen.

3 Beurteilung der bisher erzielten Ergebnisse vor dem Hintergrund der originären Zielsetzung

Im Folgenden sind die bis zum Zeitpunkt der Antragstellung für den Fortsetzungsantrag erzielten Ergebnisse dargestellt.

Die Entwicklung unterschiedlicher mikrostrukturierter Chromnitrid-Beschichtungen mit gezielter lokaler Struktur wurde in AP1 des Vorgängerprojekts erfolgreich umgesetzt. Für den Fortsetzungsantrag wird großes Potenzial in der Entwicklung von Schichtkonzepten mittels der Zukunftstechnologie des reinen High Power Impulse Magnetron Sputterns (HiPIMS) gesehen.

Die Untersuchung des Schichtnukleationsverhaltens um Oberflächenfehlstellen mittels EBSD (AP2) führten bei den hier untersuchten Schichtwerkstoffen Chrom und Chromnitrid zu ersten Ergebnissen. Durch die Änderung und gezielte Anpassung der Beschichtungsparameter lassen sich Korngrößenvariationen zwischen 80 Å bis maximal 1600 Å mittels Mikrostrukturänderung erzeugen. Für die erfolgreiche Bestimmung des Gefüges, der Textur und des Kristallwachstums kristalliner Materialien sowie Missorientierungen im Werkstoff mittels ortsauflösender Phasenanalyse Elektron Back Scatter Diffraktometrie (EBSD) wurden im Bereich lokaler Störstellen unterschiedliche Vorzugsorientierung detektiert. Im Vergleich zu der globalen Oberflächenanalyse mittels XRD mit deutlicher Vorzugsorientierung kann mittels der EBSD-Technologie das Schichtnukleationsverhalten von dünnen PVD-Schichten an lokalen Störstellen bestimmt werden.

Im laufenden Vorhaben wurde das Potential der Fehlstelleneinebnung (AP3) mittels Mikrostrukturierung von PVD-Dünnschichten untersucht. Durch die Variation spezifischer Prozessparameter der PVD-Technologie konnten Schichten gezielt texturiert werden, womit sich das Bedeckungsverhalten modifizieren lässt und damit unmittelbar auf die Korrosionseigenschaften Einfluss genommen wird. Zur Untersuchung der Fehlstellenabdeckung wurden jeweils vor der Beschichtung gezielt Vickers-Härteeindrücke, die eine definierte, reproduzierbare Geometrie aufweisen, in die Substratoberfläche eingebracht. Die Abdeckung der Fehlstellen wurde zunächst optisch im Rasterelektronenmikroskop begutachtet. Im weiteren Verlauf des Projekts wurden anhand eines Weißlichtmikroskops die Fehlstellen hinsichtlich ihrer geometrischen Veränderung (Volumen, Tiefe) ausgemessen und verglichen. Es wurde ein Einebnungsgrad EB [%] zur Quantifizierung und Gewährleistung der Vergleichbarkeit des Einebnungsvolumens bestimmt.

Die Korrosionsschutzwirkung unterschiedlicher Schichtmikrostrukturen bzw. die Bestimmung der Barrierewirkung der Beschichtungen wurde mittels elektrochemischer Impedanzspektroskopie untersucht (AP4). Hier wird weiteres Forschungspotenzial zur Verbesserung des Korrosionsschutzes und an Schichtdefekten und substratbedingten Fehlstellen gesehen.

4 Ausblick für den beantragten Projektzeitraum (siehe Fortsetzungsantrag 3. Jahr)

Unter Berücksichtigung der Ergebnisse aus den durchgeführten Untersuchungen werden für die verbleibende Projektlaufzeit und den beantragten Projektzeitraum folgende Schwerpunkte identifiziert:

Die bisherigen Untersuchungsergebnisse des laufenden Forschungsprojektes haben auf zahlreichen Konferenzbesuchen und Gesprächen mit anderen Wissenschaftlern auf diesem Gebiet ein hohes Interesse bekundet, gleiche Studien mit reinen HiPIMS-Beschichtungen durchzuführen. Es wird sich hohes Potential versprochen, die immer währende Fehlstellenproblematik von sich durch die Beschichtungen durchziehenden Oberflächenunebenheiten durch weitere Forschung auf dem Gebiet der PVD-Beschichtungen mittels HiPIMS zu lösen oder zumindest einzugrenzen. Im Fortsetzungsantrag soll aus diesem Grund in einem weiteren Jahr die Schichtapplikation mittels reiner HiPIMS-Technologie erfolgen.

Das lokale Schichtnukleationsverhalten an Störstellen soll zudem mittels 3D-Konfokal-Interferometrie untersucht werden. Seit 2013 besitzt das Institut für Werkstoffkunde eine entsprechende Technologie, die vielversprechend für die Analyse der Schichtstrukturbildung im Bereich von kleinsten Oberflächenunebenheiten ist. Mittels hochauflösender Bildgebung kann so die Oberflächentopographie in diesen Bereichen visualisiert und ausgewertet werden.

Aufgrund dieser neugewonnen Erkenntnisse und Möglichkeiten ist im Folgeantrag ein Projektkonzept für ein weiteres Forschungsjahr detailliert dargestellt.

5 Im Rahmen des Projekts entstandene Veröffentlichungen, Tagungsbeiträge und durchgeführte Bachelorarbeiten

Veröffentlichungen (peer-reviewed):

- [1] Slomski, E. M.; Fischer, S.; Scheerer, H. et al.: Textured CrN Thin Coatings Enhancing Heat Transfer in Nucleate Boiling Processes. *Surface and Coatings Technology* (2012).
- [2] Slomski, E. M.; Fischer, S.; Scheerer, H. et al.: Textured CrN thin coatings enhancing heat transfer in nucleate boiling processes. *Proceedings of the 39th International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films (ICMCTF) ICMCTF 2012 Proceedings of the 39th International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films (ICMCTF)*; 215/0 (2013a) 465–471.
- [3] Slomski, E. M.: Funktionsorientierte Mikrostrukturierung von Chromnitrid-Beschichtungen mittels hybrider PVD-Technologie. *Shaker Verlag* (2013b).

Tagungsbeiträge:

- [1] E. M. Slomski: Textured CrN Thin Coatings Enhancing Heat Transfer in Nucleate Boiling Processes. 39 th ICMCTF 2012 - San Diego, CA.
- [2] H. Scheerer, E.M. Slomski, G. Andersohn, M. Oechsner: Applying Specific Coatings Microstructure to Cover Sample Surface Imperfections. AEPSE 2013, Jeju.

Bachelorarbeiten:

- [1] T. Schuh, Bachelor-Thesis MPA-IfW 2012: Charakterisierung mikrostrukturierter Chromnitrid-Schichten zur Verbesserung des Wärmeübergangs beim Blasensieden.
- [2] S. Müller, Master.Thesis MPA-IfW 2013: Bestimmung der Schicht-Barrierewirkung von Chromnitrid PVD Dünnschichten.

Dissertationen:

Elena Maja Slomski ,Funktionsorientierte Mikrostrukturierung von Chromnitrid-Beschichtungen mittels hybrider PVD-Technologie, 2013

Literaturverzeichnis

- [BRÄU 2010] Bräuer, G.; Szyszka, B.; Vergöhl, M. et al.: Magnetron sputtering – Milestones of 30 years. Vacuum; 84/12 (2010) 1354–1359.
- [ELSE 1989] Elsener, B.; Rota, A.; Böhni, H.: Impedance Study on the Corrosion of PVD and CVD Titanium Nitride Coatings. Materials Science Forum; 44-45 (1989) 29–38.
- [SLOM 2012] Slomski, E. M.; Fischer, S.; Scheerer, H. et al.: Textured CrN Thin Coatings Enhancing Heat Transfer in Nucleate Boiling Processes. Surface and Coatings Technology (2012).
- [SLOM 2013] Slomski, E. M.; Fischer, S.; Scheerer, H. et al.: Textured CrN thin coatings enhancing heat transfer in nucleate boiling processes. Proceedings of the 39th International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films (ICMCTF) ICMCTF 2012 Proceedings of the 39th International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films (ICMCTF); 215/0 (2013a) 465–471.
- [SLOM 2013] Slomski, E. M.: Funktionsorientierte Mikrostrukturierung von Chromnitrid-Beschichtungen mittels hybrider PVD-Technologie. Shaker Verlag (2013b).
- [TOST 2001] Tostmann, K.-H.: Korrosion Ursachen und Vermeidung. Weinheim, New York, Chichester, Brisbane, Singapore, Toronto (2001).