

Laserzentrum Leoben: Innovative Raumtemperatur-Laserbeschichtung für Optik, Sensorik und Verschleißschutz

J. M. Lackner, W. Waldhauser, R. Berghauser, J. Mastnak, R. Ebner, G. Jakopic und T. Schöberl

Der Schutz von Oberflächen gegen äußere Einwirkungen wie Verschleiß und Korrosion sowie funktionale sensorische und optische Eigenschaften von Oberflächen gewinnen in jüngster Zeit immer mehr an Bedeutung. Vor allem Beschichtungen mit Dicken im Mikrometer- bis Nanometerbereich zeigen ein bisher unbekanntes Eigenschaftspotenzial für innovative Anwendungen von der Weltraumtechnik über die Medizintechnik und den Rennsport bis zum Maschinenbau. Derartige Schichtsysteme erfordern neue Herstelltechnologien, wie die „Pulsed Laser Deposition“ (PLD), ein Verfahren aus der Gruppe der physikalischen Gasphasen-Beschichtungsverfahren („Physical Vapour Deposition“, PVD), das als industrielles Beschichtungsverfahren am Laserzentrum Leoben der JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH, Österreich, entwickelt wurde. Durch Integration des Magnetron-Sputterns konnte ein Hybrid-Beschichtungsprozess verwirklicht werden, durch dessen Anwendung die optimale Schichthaftung von bei Raumtemperatur mittels PLD abgeschiedenen Schichten erstmals auch für gesputterte Schichten erreicht wurde und der damit eine großflächige Hochrate-Beschichtung auch von Kunststoffen erlaubt.

Laser Center Leoben: Innovative Room-Temperature Coating for Optics, Sensors and Wear Protection. Recently, wear and corrosion protection of surfaces combined with sensory and optical properties becomes more and more important. Mainly, coatings in the micro- and nanometer scale have a potential of properties for innovative products in e.g. space, medicine, racing and mechanical engineering applications. Such coatings need new manufacturing processes like the “Pulsed Laser Deposition” (PLD) technique, which belongs to the group of physical vapour deposition (PVD) processes and was developed as an industrial coating process at Laser Center Leoben of JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH. The additional integration of a magnetron sputter system in this PLD plant allows the combination of the advantages of the sputtering (high-rate and large-area deposition) and the PLD techniques (high adhesion even on substrates at room temperature) and, thus, the efficient coating of temperature sensitive materials like plastics.

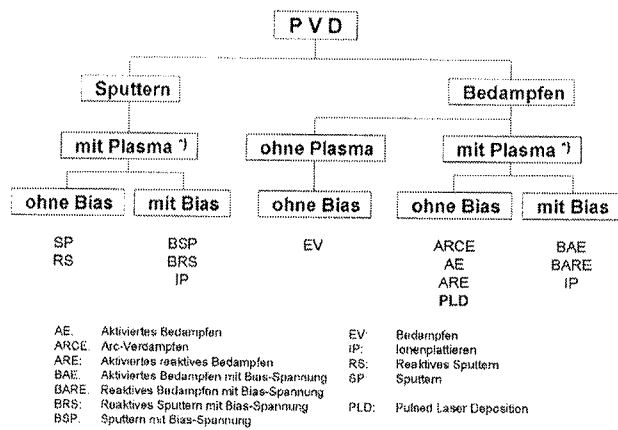
1. Einleitung

Funktionalen Oberflächenbeschichtungen kommt zukünftig vor allem im Bereich der (Mikro-)Elektronik, der Sensorik, der Optik, der Datenspeicherung, des Reibungs- und Verschleißschutzes sowie bei Konsumgütern große Bedeutung zu. Derzeit werden eine Vielzahl verschiedener physikalischer Gasphasen-Beschichtungsverfahren (PVD-Verfahren) zur Herstellung derartiger dünner Schichtsysteme angewendet, wie Abb. 1 entnommen werden kann^{1,2}. Diese lassen sich grundsätzlich nach der jeweiligen Art der Dampferzeugung in die Gruppe der Bedampfungsprozesse, die zur Verdampfung des Target-

werkstoffs – Ausgangswerkstoff für die Schichtbildung – thermische Energie verwenden³, und der Sputterprozesse einteilen, bei denen Partikel die Targetoberfläche mit hoher Energie treffen und daher Teilchen (Atome, Ionen, Cluster) aus dem Target heraus schlagen. Um qualitativ hochwertige Beschichtungen mit guter Schichthaftung zum beschichteten Werkstück (Substrat) und optimierter Mikrostruktur herstellen zu können, ist eine zusätzliche Dampfaktivierung durch Plasmatechniken notwendig^{1,3}.

Die Pulsed Laser Deposition (PLD) lässt sich der Gruppe der plasmaunterstützten Bedampfungsprozesse zuordnen⁴ (Abb. 1). Die Verdampfung und Aktivierung des abströmenden Dampfes (Plasmabildung) findet mittels eines fokussierten, gepulsten Laserstrahls statt. Abbildung 2 zeigt die Hauptkomponenten eines PLD-Beschichtungssystems. Grundsätzlich sind für die PLD-Beschichtung folgende Anlagenteile notwendig: Vakuummkammer, Vakuumpumpsystem, Gasversorgung, gepulstes Lasersystem, optische Laserstrahlführung und Targetmanipulator. Zusätzlich können auch Substratmanipulatoren, Einrichtungen für Substratreinigung, Substrat- und Targetbeheizung bzw. -kühlung und Einrichtungen für zusätzliche Plasmaaktivierung angewendet werden. Die PLD-Beschichtungsanlagen sind prinzipiell für vollständige Computerüberwachung geeignet, jedoch sind derartige Systeme derzeit eine Ausnahme.

Dipl.-Ing. Dr. mont. Jürgen M. Lackner, Dipl.-Ing. Dr. W. Waldhauser, R. Berghauser und Ing. J. Mastnak, alle: JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH, Laserzentrum Leoben, Leobner Straße 94, A-8712 Niklasdorf/Österreich; A. o. Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. R. Ebner, ebd. und Materials Center Leoben, Franz-Josef-Straße 13, A-8700 Leoben/Österreich; Dipl.-Ing. Dr. G. Jakopic, JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH, Institut für Nanostrukturierte Materialien und Photonik, Franz-Pichler-Straße 30, A-8160 Weiz/Österreich; Dipl.-Ing. Dr. T. Schöberl, Österreichische Akademie der Wissenschaften, Erich-Schmid-Institut, Jahnstraße 12, A-8700 Leoben/Österreich.



*) zusätzliche Ionisation möglich

Abb. 1. Klassifikation der physikalischen Gasphasen-Beschichtungsverfahren (PVD-Verfahren).

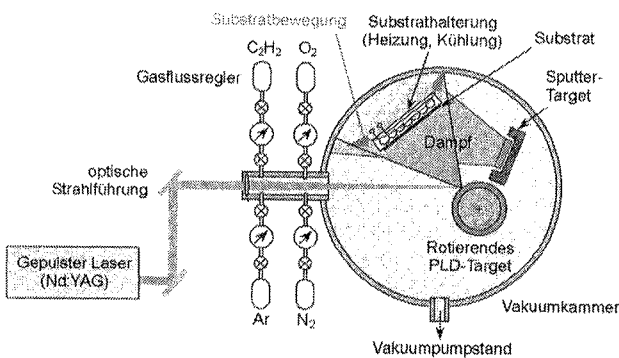


Abb. 2. Prinzip und Anlagenkomponenten der Hybrid-Beschichtungstechnik aus PLD und Magnetronsputtern am Laserzentrum Leoben, JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH.

2. Prinzip des Pulsed-Laser-Deposition-Prozesses

Infolge seiner außergewöhnlichen Prozessmerkmale ist das PLD-Verfahren eine Beschichtungstechnologie, die häufig für Laborzwecke eingesetzt wird. Dies ist vor allem auf die Abscheidbarkeit einer Vielzahl verschiedener Schichtsysteme mit komplexen chemischen Zusammensetzungen, die für magnetische, elektrische und mikroelektronische Anwendungen erforderlich sind, und die niedrigen möglichen Substrattemperaturen (Raumtemperatur) während der Beschichtung ohne Einschränkungen in deren Haftfestigkeit zurückzuführen⁵⁻⁹.

Um den Targetwerkstoff zu verdampfen, werden für die PLD gepulste Laserstrahlen mit hohen Pulsleistungen verwendet. Der Laserstrahl, der auf die Targetoberfläche fokussiert ist, heizt zunächst die bestrahlte Oberfläche auf. Infolge der kurzen Dauer der Laserpulse – zumeist im Nanosekundenbereich – werden sehr hohe Leistungsdichten ($> 10^9 \text{ W/cm}^2$) benötigt, um die Verdampfungstemperatur des Targetwerkstoffs im Wechselwirkungsbereich mit dem Laserstrahl innerhalb der kurzen Bestrahlungszeit zu überschreiten. Grundsätzlich kann jedoch jedes Material verdampft werden. Um eine hohe Verdampfungsleistung zu erreichen, muss ein Großteil der Pulsenergie für die Verdampfung zur Verfügung stehen. Verschiedene Typen von PulsLasern sind derzeit für die PLD in Verwendung^{4, 10}: Häufigste anzutreffende Lasertypen sind dabei Excimer-Laser, die im ultravioletten

Lichtbereich arbeiten. Darüber hinaus werden auch gepulste Nd:YAG-Festkörperlaser mit Wellenlängen im Infrarot- bis hin zum Ultraviolett-Bereich und infrarote CO₂-Gaslaser verwendet.

Die hohen Leistungsdichten während der Verdampfung des Targetwerkstoffs führen nicht nur zu sehr hohen Temperaturen im Wechselwirkungsbereich, sondern auch zu einer starken Wechselwirkung mit dem Dampf. Die Folgen daraus sind hohe Dampfdrücke in der Wechselwirkungszone und eine hohe Ionisation der Dampfteilchen¹¹. Diese hohen lokalen Dampfdrücke führen zu einer explosionsartig expandierenden, teilweise ionisierten Dampfwolke. Die Expansion erfolgt hauptsächlich senkrecht zur Targetoberfläche in Form eines Kegels. Der Teilchenstrom hat seine höchste Dichte im Zentrum der Dampfwolke. Die Teilchendichte nimmt mit steigender Entfernung vom Zentrum ab. Die Folge ist, dass die Dicke von PLD-Beschichtungen, die mittels einer einzigen Verdampferquelle hergestellt werden, im Zentrum am größten ist und rasch mit steigender Entfernung vom Zentrum abnimmt. Verschiedene Strategien wurden in den letzten Jahren verfolgt, um PLD-Beschichtungen mit einheitlicher Dicke herstellen zu können¹², von denen als vielversprechendste Lösung die Mehrquellenverdampfung angesehen wird.

3. PLD-Mehrquellenverdampfung

Mehrquellenverdampfung ist derzeit die flexibelste und anpassungsfähigste Lösung zur Erreichung von homogenen Schichtdicken von PLD-Schichten auf großen Substraten¹². Basierend auf einer zur Herstellung optischer funktioneller Schichten ausgelegten Einquellenverdampfer-Laboranlage¹³ wurde daher ein Mehrquellenverdampfersystem am Laserzentrum Leoben der JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH entwickelt. Die Zielrichtung war, ein Beschichtungssystem zur PLD-Abscheidung von verschiedensten Schichtsystemen auf für industrielle Anwendungen relevanten Bauteilen zu realisieren^{11, 15}. Als Lasersystem sind Nd:YAG-Laser mit Pulslängen im Nanosekundenbereich in Anwendung. Der Vakuumrezipient lässt erstmalig die PLD-Beschichtung von Bauteilen und Werkzeugen mit Maximalabmessungen von 750 mm Durchmesser und 500 mm Höhe zu. Mit dem realisierten Mehrquellenverdampfer, der auf der optimierten Überlagerung von Dampfkeulen mehrerer Dampfquellen (derzeit vier, erweiterbar auf acht) beruht, konnten Schichtdickenabweichungen von unter 5 % erreicht werden. Abbildung 3 zeigt eine typische Verteilung der Beschichtungsrate beim Einsatz von vier Dampfquellen und der dabei realisierten Beschichtungshöhe von etwa 200 mm. Wie gut zu erkennen ist, sinkt die Abscheiderate in den Überlappungszonen der Keulen nur wenig ab, am rechten und linken Rand hingegen ist ein deutlicher Abfall zu erkennen. Diese nur sehr geringe Schichtdickeninhomogenität, die durch die Überlagerung der Dampfwolken erreicht wird, ist für nahezu alle Anwendungen von PLD-Schichten ausreichend.

4. Hybrid-Beschichtungsprozess durch Kombination von PLD und Magnetronsputtern

Durch die Entwicklung eines Hybridprozesses aus PLD- und Magnetronsputter-Technik ergibt sich die Möglich-

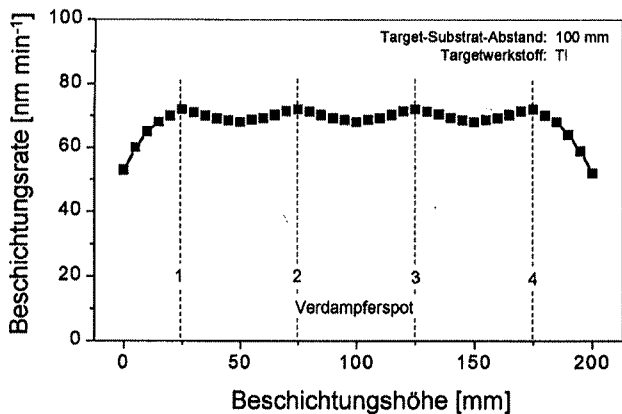


Abb. 3. Experimentell ermittelte Abscheideraten für Beschichtungen auf Basis Titan (Titanitrid, Titanoxid) unter Verwendung von vier überlagerten PLD-Verdampferquellen

keit, die Vorteile beider Verfahren uneingeschränkt nutzen zu können, zugleich jedoch auch die Probleme im Einsatz des Magnetronspüterns bei Raumtemperatur zu umgehen. Dabei führt vor allem die niedrige Teilchenenergie beim Sputtern zu sehr geringer Haftfestigkeit der bei niedrigen Temperaturen abgeschiedenen Schichten. Hingegen arbeiten die heute in industriellen Beschichtungsprozessen eingesetzten Magnetron-Sputterkathoden durch die hohen erreichbaren Aufdampfraten sehr kosteneffizient. In der PLD-Beschichtungsanlage am Laserzentrum Leoben der JOANNEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH wurde daher eine „unbalanced“ Rechteck-Sputterkathode, die bei Abmessungen von etwa $75 \times 430 \text{ mm}^2$ eine maximale DC-Sputterleistung von 10 kW ermöglicht, für die Verwirkli-

chung des Hybridprozesses integriert¹⁶ (Abb. 2). In der „unbalanced“ Magnetron-Sputtertechnik wird durch die teilweise Öffnung des Magnetfeldes hin zu den Substraten ein gegenüber anderen Sputterverfahren deutlich höheres Verhältnis von auf dem Substrat auftreffenden Ionen zu Neutralteilchen erreicht¹⁷. Trotzdem ist die „unbalanced“ Sputtertechnik in industriellen Beschichtungsprozessen wegen der mangelhaften Schichthaftung bei niedrigen Beschichtungstemperaturen erst ab etwa 200 bis 250 °C einsetzbar. Durch die Kombination mit der PLD, welche durch die hohen Teilchenenergien im Laserplasma extrem hohe Haftfestigkeit auch bei Raumtemperatur hergestellte Schichten ermöglicht und somit für die Abscheidung von Haftsichten außerordentlich gut geeignet ist, wird nun auch der Einsatz des Magnetronspüterns bei niedriger Substrattemperatur möglich. Somit erlaubt das entwickelte Hybridbeschichtungssystem die haftfeste, industriell einsetzbare Hochratebeschichtung von temperaturempfindlichen Bauteilen und Werkzeugen auch bei Raumtemperatur.

5. Leistungsmerkmale des PLD-Prozesses sowie des Hybridprozesses für die Herstellung von Hartstoffschichten und optischen Funktionsschichten

An dünne Oberflächenschichten für Anwendungen in der Optik und Sensorik sowie im Verschleißschutz wird eine Reihe verschiedenster Anforderungen gestellt. Neben einer ausgezeichneten Haftung auf dem Grundwerkstoff sind vor allem die mechanischen Eigenschaften wie Härte, Elastizitätsmodul und Zähigkeit sowie optische und elektrische Eigenschaften (Brechungsindex, Absorptionskoeffizient, Leitfähigkeit ...) von großer Bedeutung. Alle diese Anforderungen lassen sich durch drei wesentliche Einflussfaktoren beschreiben: (1) Die Wahl des Materialsystems und gegebenenfalls auch eines Mehrlagensystems, (2) die Herstellungsparameter und (3) das Mikrogefüge der Schicht¹⁸. Durch die Wahl des PLD-Verfahrens zur Abscheidung von Dünnschichten und die Abscheidebedingungen können diese Faktoren gezielt beeinflusst und für den Anwendungsfall optimiert werden¹⁹. Dafür steht im PLD-Prozess eine große Anzahl an veränderbaren Prozessparametern zur Verfügung, wie im Folgenden erläutert werden soll:

Durch die Verwendung von Prozessgasen (Gasart, Gasdruck) können gezielt die Schichtzusammensetzung sowie die Mikrostruktur und die Eigenschaften der wachsenden Schicht beeinflusst werden. Wird ein Inertgas wie z. B. Argon verwendet, scheidet sich i. Allg. ein Schichtwerkstoff mit ähnlicher oder gleicher Zusammensetzung wie jener des Targets ab, Reaktivgase hingegen erlauben die Herstellung von chemischen Verbindungen, bestehend aus Atomen des Targetmaterials und des Reaktivgases²⁰. Somit sind ausgehend von metallischen Targets, wie z. B. Fe, Cr, Ni, Cu, Bronze, Ti, TiAl, Si, W, V, Zn, Zr und Mg, komplexe Nitrid-, Karbid- und Oxidschichten abscheidbar. Derartige Schichtsysteme finden vor allem Anwendung in der Optik und Sensorik, da ausgehend von einem Halbleiterwerkstoff wie Silizium mit sehr hohem Brechungsindex und Absorptionskoeffizient durch reaktive Prozessführung mit Sauerstoff, Stickstoff oder Kohlenstoff-Trägergasen die optischen Eigenschaften in weiten Bereichen gezielt beeinflusst werden können²¹⁻²³. Wie Abb. 4 zeigt, führen amorphe Oxide, Nitride, Karbide und Carbonitride des

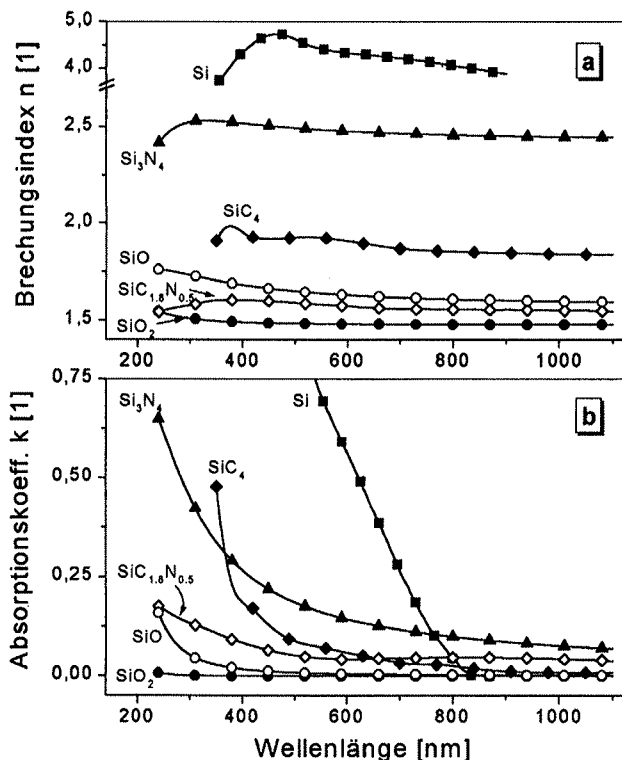


Abb. 4. Optisches Eigenschaftsspektrum (Brechungsindex, Absorptionskoeffizient) in Abhängigkeit der anregenden Lichtwellenlänge einer Reihe von Schichtwerkstoffen auf Basis Silizium (Silizium, Siliziummonoxid, Siliziumdioxid, Siliziumnitrid, Siliziumkarbid, Siliziumcarbonitrid)

Siliziums mit teils sehr starken Abweichungen von der stöchiometrischen Zusammensetzung bekannter kristalliner Phasen zu bisher unbekanntem Eigenschaftsspektrum, die zukünftig für Anwendungen im Bereich von Solarzellen, Verspiegelungen und mikroelektronischen Bauteilen interessant sein werden.

Ein großer Vorteil des PLD-Verfahrens ist die Möglichkeit, bei Raumtemperatur Beschichtungen mit exzellenter Haftfestigkeit auf dem Substrat herzustellen. Damit wird auch die Beschichtung von organischen Materialien und Verbundwerkstoffen erschlossen. Die hohe Haftfestigkeit wird aufgrund der hohen Energie der schichtbildenden Teilchen erreicht, die jedoch durch Anwendung spezieller Beschichtungstechniken kaum zu thermischen Schädigungen der Substratoberfläche führen. Dies ermöglicht somit auch eine extrem haffteste Beschichtung von Kunststoffen bei weitgehendem Erhalt der ursprünglichen Oberflächenstruktur. Die ausgezeichnete Haftung wird auch auf Metall- und Keramikoberflächen erreicht, wie Rockwell-Härteeindrücke zur Bestimmung der Haftfestigkeit nach DIN²⁴ an beschichteten Werkzeugstählen zeigen (Abb. 5). In den beiden Beispielen der im PLD-Prozess hergestellten Schichten (Abb. 5a Titanitrid, Abb. 5b Titanaluminiumnitrid) kommt es kaum zu Ablätterungen und auch nur zu vernachlässigbarer Rissbildung in den plastisch stark verformten Randbereichen außerhalb der Eindrücke, was somit der bestmöglich erreichbaren Haftfestigkeitsklasse „HF 1“ zugeordnet werden kann (vgl. ²⁵⁻²⁸). Eine außerordentliche Verbesserung der Haftfestigkeit, ebenfalls auf „HF 1“, wird durch die Hybridbeschichtungstechnik erreicht: Wird auf eine mittels PLD hergestellte Haftzwischen-schicht verzichtet (Abb. 5c), so zeigen bei Raumtemperatur gesputterte Schichten aus sehr gut plastisch verformbarem Reintitan (auch unter Anwendung von Bias-Spannungen bis 150 V) eine nur sehr geringe, für industrielle Beschichtungsprozesse nicht anwendbare Haftfestigkeit der Klasse „HF 6“. Wird jedoch die Aktivierung der Substratoberfläche sowie die Herstellung einer dünnen Haftzwischen-schicht mittels PLD angewendet, so kann die angesprochene extreme Steigerung der Haftfestigkeit von gesputtertem Titan- (Abb. 5d) und Titanitridschichten (Abb. 5e) erreicht werden.

Die Anwendung des Hybridprozesses aus PLD und Magnetronspütern zur Erzeugung von Haftzwischen-schichten führt nicht nur zu extrem hoher Haftfestigkeit, sondern auch zu Veränderungen des Schichtwachstums. Wie aus den rastelektronenmikroskopischen Aufnahmen der Wachstumsstrukturen der Schichten in Abb. 6 ersichtlich ist, sind bei Raumtemperatur gesputterte Titanschichten (Abb. 6a) porös und besitzen aufgrund der geringen Keimdichte an der Grenzfläche zum Substrat sehr grobkörnige Strukturen. Hingegen wird bei mittels des PLD-Verfahrens bei Raumtemperatur abgeschiedenen Schichten häufig eine sehr feinkristalline bis hin zur amorphen Schichtstruktur erreicht^{21, 25-29} (Abb. 6c). Wird jedoch das PLD-Verfahren zur Herstellung der Haftschrift für die Sputterschicht angewendet (Abb. 6b), so resultieren daraus um ein Vielfaches geringere Kristallitgrößen sowie Porositäten der Schichten. Zusätzlich zeigt sich aus dem Vergleich der mittels Röntgendiffraktometrie aufgenommenen Spektren die um vieles höhere Kristallinität der auf die PLD-Titan-Schicht aufgesputterten Titan-Schicht. Die Energie der schichtbildenden Teilchen im Sputterprozess reicht aber nicht aus, um die Vorzugsorientierung von (0 0 2) auf (1 0 0) oder (1 0 1) des α -Titals zu verschleiben, welche sich bei hochenergetischem Ionenbeschuss, wie er in der PLD-Beschichtung auftritt, bilden³⁰.

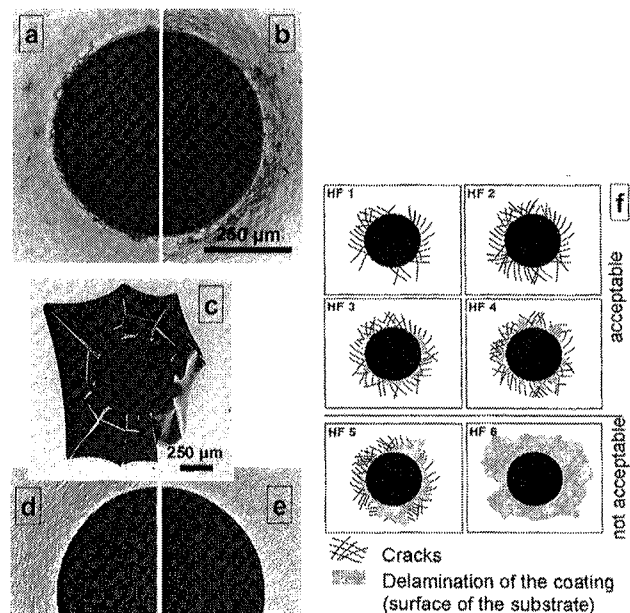


Abb. 5. Lichtmikroskopische Aufnahmen von DIN-Haftfestigkeitseindrücken nach dem Rockwell-Verfahren²⁴ in verschiedenen PLD- und Sputterschichten: (a) PLD-Titanitrid, (b) PLD-Titanaluminiumnitrid, (c) gesputtertes Titan (ohne PLD-Zwischenschicht), gesputtertes (d) Titan bzw. (e) Titanitrid mit haftungssteigernder PLD-Titan-Zwischenschicht. Für (a, b, d, e) wird die höchste, nach diesem Prüfverfahren definierte Haftfestigkeitsklasse „HF 1“ erreicht. (f) Vergleichsskala zur Beurteilung des Schädigungsausmaßes in der plastisch verformten Zone um den Rockwell-Eindruck²⁴. „HF 5“ und „HF 6“ sind für industrielle Anwendungen nicht akzeptabel

Zusätzlich lassen sich beim PLD-Prozess durch gezielte Einflussnahme auf die Energie der auf der wachsenden Schichtoberfläche abgeschiedenen Teilchen die ausgebildeten Schichtstrukturen steuern. Dies zeigen Beispiele von Beschichtungen auf Basis Silizium und „Diamond-like Carbon“ (DLC). Durch die Absenkung der Teilchenenergie ist die Herstellung von amorphen Siliziumschichten mit ihrem zuvor beschriebenen, exzellenten optischen Verhalten möglich, wie Transmissions-elektronenmikroskopische Untersuchungen in Abb. 7a zeigen. Auch bei DLC-Schichten ist die Ausbildung amorpher Strukturen zu erkennen (Abb. 7b), die jedoch auf die Mischung von Diamant- (sp^3 -hybridisierte C-Atome) und Graphitbindungen (sp^2) des Kohlenstoffs in den Schichten zurückzuführen sind.

Die Veränderung dieser Bindungsstrukturen und Bindungsanteile in DLC-Schichten können auch als besonders eindrucksvolles Beispiel für Auswirkungen von gezielt verändertem Gasfluss (C_2H_2 , Ar) während der Schichtherstellung angeführt werden. Dadurch lassen sich die mechanischen Eigenschaften wie Härte und Elastizitätsmodul der DLC-Schichten gezielt beeinflussen, wie Abb. 8 verdeutlicht. Wie im Folgenden auch aus den Reibungs- und Verschleißuntersuchungen erkennbar ist (Abb. 9), führt dies zur Änderung des Verschleißverhaltens der beschichteten Werkstoffe (Disk) und der darauf reibenden Gegenkörper (Pin)²⁹.

Das tribologische Verhalten einer kleinen Auswahl an PLD-Verschleißschutzschichten zeigt Abb. 9. Die Reibzahlen und Verschleißkoeffizienten wurden im „Pin-

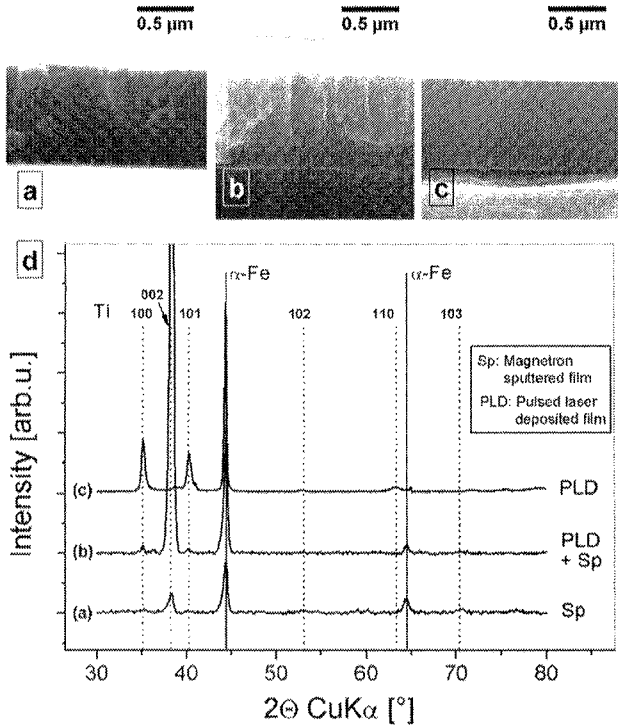


Abb. 6. Rasterelektronenmikroskopische Bruchflächenaufnahmen von reinen Titan-Schichten: (a) gesputterte Schicht (ohne PLD-Zwischenschicht) mit sehr grobkolumnarer Struktur, (b) gesputterte Schicht auf haftfestigkeitssteigernder PLD-Titan-Zwischenschicht mit feinkolumnarer Struktur, (c) PLD-Schicht mit extrem feiner, fast bruchamorpher Struktur. (d) Röntgenbeugungsspektren dieser Schichten mit indizierten Substrat- und α -Titan-Beugungspeaks

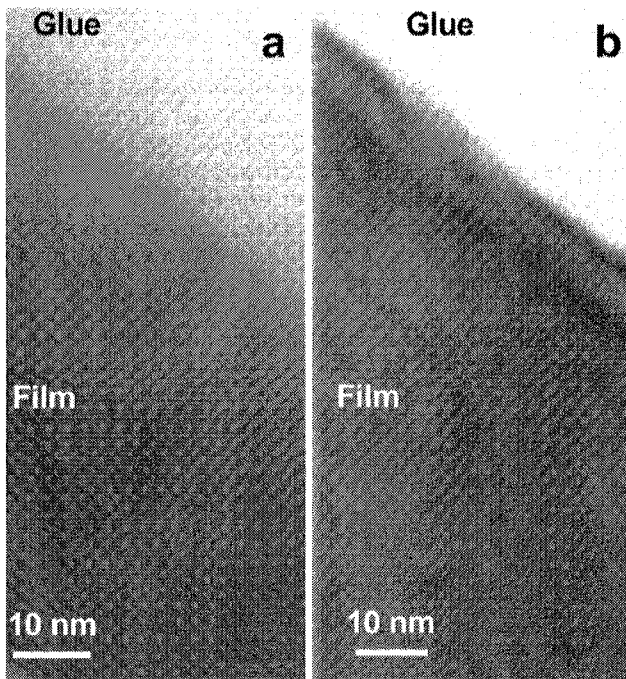


Abb. 7. Transmissions-Elektronenmikroskopische Hellfeldaufnahmen von (a) einer amorphen Siliziumschicht und (b) einer amorphen DLC-Schicht. In beiden Fällen sind keine nanokristallinen Bereiche erkennbar

on-Disk-Test[®] mit rotierenden, beschichteten Scheiben (Disk) und unbewegten, unbeschichteten 100Cr6-Wälzlagerstahl-Kugeln (Pin) unter Lasten von 10 N

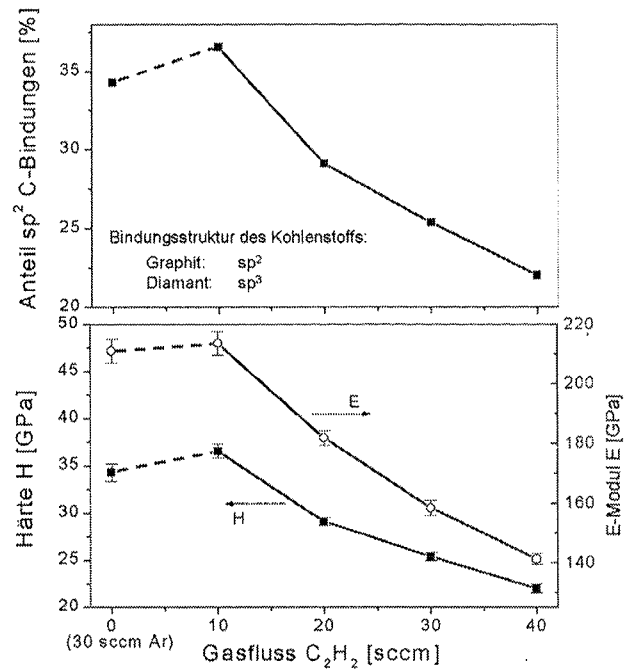


Abb. 8. Abhängigkeit des Anteils des sp²-gebundenen (graphitgebundenen) Kohlenstoffs sowie der Härte und des Elastizitätsmoduls von DLC-Schichten (DLC) vom C₂H₂-Prozessgasfluss

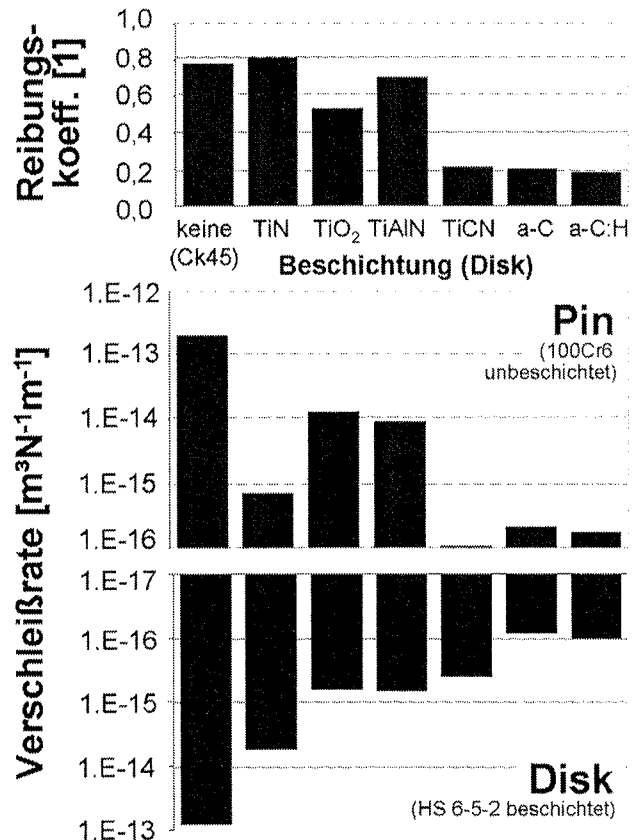


Abb. 9. Reibungs- und Verschleißverhalten von verschiedenen mittels der Pulsed Laser Deposition hergestellten Hartstoffschichten im „Pin-on-Disk-Test“ (200 m Gleitdistanz, 10 N Belastung, 25°C Umgebungstemperatur, 60 % Luftfeuchtigkeit, Reibpartner: 100 Cr 6-Kugellager-Stahl), Schichtwerkstoffe: Titanitrid (TiN), Titanoxid (TiO₂), Titanaluminiumnitrid (TiAlN), Titancarbnitrid (TiCN), wasserstoffreies DLC (a-C), wasserstoffhaltiges DLC (a-C:H)

(Herztsche Flächenpressung ~ 2 GPa) ermittelt. Die Übersicht zeigt, dass mittels PLD bei Raumtemperatur die Standardschichtwerkstoffe wie TiN²⁵, TiO₂²⁸ und TiAlN²⁶ mit exzellentem Erfolg hergestellt werden können. Diese sind durch relativ hohe Reibzahlen charakterisiert – etwa gleich einer unbeschichteten Stahl-Stahl-Paarung –, zeigen jedoch im Vergleich zu dieser einen um mehrere Größenordnungen geringeren Verschleiß. Eine weitere Verschleißreduzierung, verbunden mit zusätzlicher Abnahme des Reibkoeffizienten, ist mit „Low-Friction-/Low-Wear“-Schichtwerkstoffen wie DLC (a-C, a-C:H)²⁹ oder auch mit dem innovativen Konzept von TiCN-Schichten möglich.

6. Zusammenfassung

Durch Anwendung des Prinzips der Mehrquellenverdampfung wird am Laserzentrum Leoben der JOAN-NEUM RESEARCH Forschungsgesellschaft mbH der Pulsed-Laser-Deposition-Prozess (PLD) erstmalig zur Beschichtung von für industrielle Anwendungen relevanten Bauteilen angewendet. Die Beschichtungsanlage erlaubt zur Zeit maximale Beschichtungshöhen von 200 mm (ausbaubar bis 450 mm), um weitestgehend homogene Schichtdicken zu erreichen. Die Vakuumkammer besitzt einen Durchmesser von 750 mm und eine Höhe von 500 mm. Die eingesetzten Hochleistungslaser garantieren mit anderen Gasphasenabscheidungsverfahren (PVD) vergleichbare Schichtwachstumsraten. Durch die Anwendung von Laserlicht ist die Verdampfung fast aller Werkstoffe möglich. Eine reaktive Prozessführung lässt auch die Abscheidung neuer, bisher unbekannter chemischer Verbindungen auf Basis von Oxiden, Nitriden und Karbiden zu. Als außergewöhnliche Vorteile des PLD-Prozesses gegenüber anderen PVD-Verfahren können die exzellente Schichthaftung, die Vermeidung von gesundheitsschädlichen Emissionen und sehr niedrige Substrattemperaturen (sehr haffteste Beschichtungen bei Raumtemperatur) angeführt werden. Die optimale Schichthaftung in der PLD-Beschichtungstechnik kann auch in der Anwendung eines Hybrid-Beschichtungsprozesses erreicht werden, wie dieser durch Kombination von PLD und Magnetronputtern verwirklicht werden konnte. Dies gilt auch für mittels anderer PVD-Verfahren hergestellte Beschichtungen, z. B. für den Reibungs- und Verschleißschutz oder für optische bzw. sensorische Funktionsschichten. Mögliche Einsatzgebiete der PLD- und Hybrid-Beschichtungen liegen im Bereich von temperaturempfindlichen und nichtleitenden Bauteilen (Kunststoffe und Verbundstoffe) und Werkzeugen, der Herstellung von Multilayer-Schichten mit maßgeschneiderten Eigenschaften für tribologische und korrosionsmindernde Beschichtungen sowie für elektronische, optische und sensorische Zwecke.

Danksagung

Für die finanzielle Unterstützung zur Durchführung dieser Arbeiten sei dem Österreichischen Bundesministerium für Verkehr, Innovation und Technologie (BM VIT) im Rahmen des Forschungs- und Technologieschwerpunktprogramms der Österreichischen Bundesregierung, dem Österreichischen Forschungsförderungsfonds für die gewerbliche Wirtschaft (FFF), der Steiermärkischen Landesregierung, der Technologie-Impuls-Gesellschaft mbH im Rahmen des Kplus-Programms und der Europäischen Union gedankt.

- ¹ Frey, F. H., und G. Kienel: Dünnschichttechnologie. VDI, Düsseldorf, 1987.
- ² Hubler, G. K. in: *Chrisey, D. B.*, und G. K. Hubler (Hrsg.): Pulsed Laser Deposition of Thin Films. John Wiley & Sons; New York; 1994; S. 327 ff.
- ³ Rossnagel, S. M., in: *Sproul, W. D.*, und K. O. Legg (Hrsg.): Opportunities for Innovation: Advanced Surface Engineering. Technomic Publishing, Zürich, 1995.
- ⁴ Kreuz, E. W., M. Alunovic, T. Klotzbücher, M. Mertin, D. A. Wesner und W. Pfleging: Surf. Coat. Techn. 74–75 (1995), 1012 ff.
- ⁵ Xi, X. X., in: *Chrisey, D. B.* und G. K. Hubler (Hrsg.): Pulsed Laser Deposition of Thin Films. John Wiley & Sons, 1994, 381 ff.
- ⁶ Fork, D. K., in: *Chrisey, D. B.*, und G. K. Hubler (Hrsg.): Pulsed Laser Deposition of Thin Films. John Wiley & Sons, 1994, 393 ff.
- ⁷ Donley, M. S., und J. S. Zabinski, in: *Chrisey, D. B.*, und G. K. Hubler (Hrsg.): Pulsed Laser Deposition of Thin Films. John Wiley & Sons, 1994, 431 ff.
- ⁸ Lunney, J. G.: Appl. Surf. Sci. 86 (1995), 70 ff.
- ⁹ Muenchhausen, R. E., und X. D. Wu, in: *Chrisey, D. B.*, und G. K. Hubler (Hrsg.): Pulsed Laser Deposition of Thin Films. John Wiley & Sons, 1994, 357 ff.
- ¹⁰ Metev, S., in: *Chrisey, D. B.*, und G. K. Hubler (Hrsg.): Pulsed Laser Deposition of Thin Films. John Wiley & Sons, 1994, 255 ff.
- ¹¹ Geohegan, D. B., in: *Chrisey, D. B.*, und G. K. Hubler (Hrsg.): Pulsed Laser Deposition of Thin Films. John Wiley & Sons, 1994, 115 ff.
- ¹² Greer, J. A., in: *Chrisey, D. B.*, und G. K. Hubler (Hrsg.): Pulsed Laser Deposition of Thin Films. John Wiley & Sons, 1994, 293 ff.
- ¹³ Lenz, W.: Laserunterstützte Beschichtungstechnologie. Dissertation an der Montanuniversität Leoben, 1997.
- ¹⁴ Ebner, R., W. Waldhauser und W. Lenz: Pulsed Laser Deposition: A new technique for coating sheet materials and three-dimensional industrial components. Proc. Materials Week 2001, München, 2001.
- ¹⁵ Lackner, J. M.: Innovatives Schichtdesign mittels Pulsed Laser Deposition. Dissertation an der Montanuniversität Leoben, 2003.
- ¹⁶ Mastnak, J.: Implementierung und Inbetriebnahme einer Magnetronputterkathode zur Realisierung eines PVD-Hybridbeschichtungsprozesses. Diplomarbeit an der FH Mittweida, 2003.
- ¹⁷ Rother, B., und J. Vetter (Hrsg.): Plasma-Beschichtungsverfahren und Hartstoffschichten. Dt. Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1992.
- ¹⁸ Holleck, H., in: *Fischmeister, H.*, und H. Jehn (Hrsg.): Hartstoffschichten zur Verschleißminderung. DGM, Oberursel, 1986, 25 ff.
- ¹⁹ Pompe, W., und B. Schultrich: Laserhochratebeschichtung. VDI-Kolloquium Hochratebeschichtung, Dresden, 1991.
- ²⁰ Kelly, R., und A. Miotello, in: *Chrisey, D. B.*, und G. K. Hubler (Hrsg.): Pulsed Laser Deposition of Thin Films. John Wiley & Sons, 1994, 55 ff.
- ²¹ Lackner, J. M., W. Waldhauser, R. Ebner, W. Lenz, C. Suess, G. Jakopic, G. Leising und H. Hutter: Pulsed laser deposition: A new technique for deposition of amorphous SiO_x thin films. Surface and Coatings Technology 163–164 (2003), 300–305.
- ²² Lackner, J. M., W. Waldhauser, R. Ebner, W. Lenz, T. Schöberl, M. Beutl, G. Jakopic, G. Leising und H. Hutter: Pulsed laser deposited SiN_x thin films – Characterization of chemical, mechanical and optical properties. Surf. Coat. Techn. (2004); submitted.
- ²³ Lackner, J. M., W. Waldhauser, R. Ebner, A. Fian, G. Jakopic, G. Leising und T. Schöberl: Pulsed laser deposition of silicon containing carbon thin films. Surf. Coat. Techn. (2004), im Druck.
- ²⁴ Jehn, H., G. Reiners und N. Siegel: DIN-Fachbericht 39 – Charakterisierung dünner Schichten. Beuth-Verlag, Berlin 1993.
- ²⁵ Lackner, J. M., W. Waldhauser, W. Lenz, R. Ebner, B. Major und T. Schöberl: Structural and tribological characterization of pulsed laser deposited TiN thin films. Sonderbände der Praktischen Metallographie 34 (2003), 291–298.
- ²⁶ Lackner, J. M., W. Waldhauser, R. Ebner, J. Keckés und T. Schöberl: Low-friction pulsed laser deposited (Ti, Al)N and (Ti, Al)(C, N) thin films for wear protection. Surf. Coat. Techn. (2004), im Druck.
- ²⁷ Lackner, J. M., W. Waldhauser, R. Berghäuser, R. Ebner, B. Major, A. Fian und G. Jakopic: New trends in coating: Room temperature deposition of titanium-based films – structural, mechanical and optical properties. Proc. AMT 2004, Lodz.
- ²⁸ Lackner, J. M., W. Waldhauser, R. Ebner, B. Major und T. Schöberl: Room temperature pulsed laser deposition of titanium oxide coatings for industrial tribological applications. Surf. Coat. Techn. (2004), im Druck.
- ²⁹ Lackner, J. M., C. Stotter, W. Waldhauser, R. Ebner, W. Lenz und M. Beutl: Pulsed laser deposition of diamond-like carbon coatings for industrial tribological applications. Surf. Coat. Techn. 174–175 (2003), 402–407.
- ³⁰ Ko, D. H., E.-H. Kim und S. Choi: Thin Solid Films 340 (1999), 13–17.