

# Nano und die tribologische Charakterisierung von Beschichtungen

Von C. Tomastik, A. Schneider, S. Ilincic und A. Pauschitz, Österreichisches Kompetenzzentrum für Tribologie, AC<sup>2</sup>T research GmbH, Wiener Neustadt, Österreich

## 1 Einleitung

Grundlagenforschung in der Tribologie zielt darauf ab, neue Erkenntnisse zur Optimierung der Energie- und Werkstoffeffizienz zu gewinnen. Eine entsprechende Umsetzung vorausgesetzt hat dies direkten Einfluss auf unsere Umwelt. Wobei das tribologische Verhalten technischer Systeme nicht selten ein grundsätzliches Sicherheitsrisiko, verbunden mit entsprechenden finanziellen Auswirkungen, darstellt.



A. Pauschitz

Zur Beschreibung von tribologischen Systemen bedarf es einer Vielzahl an Parametern und des Wissens aus insbesondere den Disziplinen Physik, Chemie, Werkstoffwissenschaften, Maschinenbau und Elektrotechnik. Um die Funktionsfähigkeit von Tribosystemen zu erhalten und die Lebensdauerabschätzung zu ermöglichen, ist eine interdisziplinäre Herangehensweise erforderlich.

Eine der Hauptanforderungen im Rahmen der Forschung in der Tribologie ist es, Grundlagenwissen zu tribologischen Mechanismen in der Nano- und Mikrodimension zu erarbeiten und dieses Wissen in die Makrodimension zu übertragen. Die Ausprägung des tribologischen Verhaltens eines technischen Systems ist allerdings im Allgemeinen anwenderspezifisch. Es ist somit in vielen Fällen angebracht, der Grundlagenforschung eine reale Applikation als Randbedingung zugrunde zu legen. Energie- und Werkstoffeffizienz bedeutet daher nicht explizit die Minimierung von Reibung und Verschleiß, sondern deren funktionsbezogene Optimierung.

Spezifisches Ziel der im österreichischen Kompetenzzentrum für Tribologie durchgeführten Forschungs- und Entwicklungsprojekte ist die Simu-

lierung der Wissensgewinnung in zukunftsorientierten Bereichen der Tribologie, wie beispielsweise fortschrittliche Werkstoffe und Oberflächen mit funktionalen Eigenschaften, molekulardynamische Modellbildung und Simulation betreffend. Die Realisierung von neuartigen Werk- und Schmierstoffen, von Designkonzepten und Technologien, jeweils mit dem Ziel der Optimierung des Reibungsniveaus und der Reduktion von Verschleiß, Materialeinsatz und des erforderlichen Energiebedarfs sind weitere spezifische wissenschaftliche Ziele. Humanbezogene Ziele umfassen die Aus- und Weiterbildung des eigenen Forschungspersonals in der Tribologie genauso wie den Wissenstransfer zu den Unternehmenspartnern.

## 2 Methoden und Ergebnisse

### 2.1 Verschleißbestimmung

Tribometrische Methoden stehen heute vom Makro bis zum Nanobereich zur Verfügung. Dies ermöglicht eine skalenübergreifende tribologische Charakterisierung der Reibungs- und Verschleißmechanismen tribologisch beanspruchter Oberflächen. Nachfolgend sind hierzu auf unterschiedlichen Skalen erzielte Ergebnisse dargestellt. Wobei insbesondere die Beschreibung der Verschleißzonen ein zentrales Werkzeug zur Interpretation von Laborexperimenten darstellt und als Kriterium für die Auslegung des erforderlichen Funktionsvorrats eines Tribosystems Verwendung findet; da üblicherweise eine Extrapolation auf die Verschleißlebensdauer lediglich auf Basis von Kurzzeit-Laborexperimenten erfolgen kann.

#### 2.1.1 Nanoverschleißtest

Um im Nanometerbereich über einen einzelnen Scratch hinaus eine flächenartige Verschleißbestimmung durchzuführen, kann ein Atomic Force Microscope (AFM) verwendet werden. Hier können bei kleinsten Kräften sub-nm-Schichten verschlissen

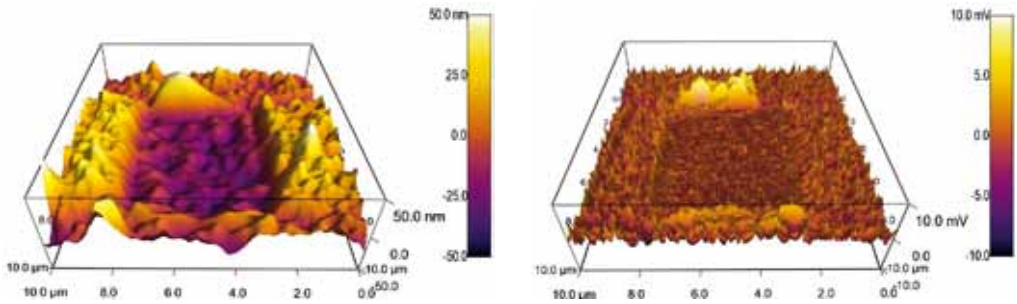


Abb. 1: Topografie und Lateralkraftaufnahme nach einem AFM-Verschleißtest

und das Ergebnis anschließend mit höchster Präzision dokumentiert werden. In *Abbildung 1* ist die Verschleißzone auf einer nanokristallinen  $\text{MoSe}_2$ -Schicht infolge eines AFM-Verschleißtests dokumentiert.

Das linke Bild in *Abbildung 1* zeigt hierbei die Topografie der Verschleißzone und das rechte Bild die gemessene Lateralkraft im nN-Bereich, in und neben der eigentlichen Verschleißzone.

### 2.1.2 Nanoscratchtest

Zur Bestimmung der Oberflächenqualität im  $\mu\text{N}$ -Bereich eignet sich ein Nanoscratchtest [1] (*Abb. 2* und *3*). Material und Geometrie der Prüfspitze sind hier nach wie vor ähnlich wie bei den größeren Skalen, der Spitzenradius des Diamanten liegt allerdings schon bei ca. 50 nm. Damit erhöht sich einerseits die laterale Auflösung, und andererseits ist es ebenso möglich, im Bereich von Lasten von

wenigen  $\mu\text{N}$  und Eindringtiefen von wenigen nm zu messen. Als Ergebnis aus dem Nanoscratchtest erhält man den Verlauf der Lateralkraft, der Eindringtiefe sowie der verbliebenen Tiefe über die Scratchlänge beziehungsweise die Normalkrafteerhöhung. *Abbildung 3* zeigt hierzu ein Ergebnis am Beispiel einer  $\text{WSe}_2$ -Schicht.

### 2.1.3 Mikrolast-Tribometer

Die Messtechnik von Mikrolast-Tribometern verwendet das vom AFM bekannte *Cantileverprinzip*. Die Bewegung der Cantileverspitze wird mittels faseroptischer Messtechnik detektiert (*Abb. 4*). Auf dem Cantilever wird der Gegenkörper (zum Beispiel eine Kugel mit 1 mm Durchmesser) fixiert, welcher gegen die zu untersuchende Oberfläche gerieben werden soll. Normallasten zwischen ca. 8 mN und ca. 200 mN lassen sich bei dem in *Abbildung 4* dargestellten Gerät je nach Cantilever realisieren.

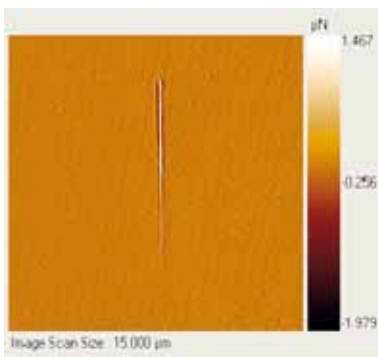


Abb. 2: Scanning Probe Microscopy Aufnahme eines Nanoscratches mit steigender Belastung auf einer  $\text{WSe}_2$ -Schicht

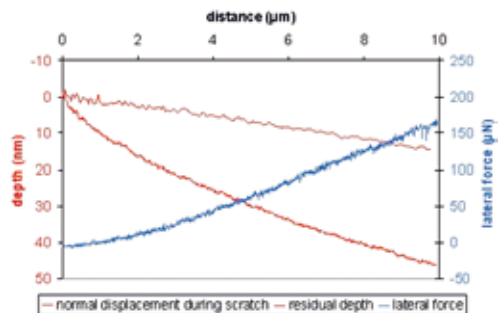


Abb. 3: Verlauf von Lateralkraft und Eindringtiefe sowie verbliebene Tiefe bei einem Nanoscratch mit steigender Belastung auf einer  $\text{WSe}_2$ -Schicht



Abb. 4: Testaufbau Kugel-Platte am Mikrolast-Tribometer (Falex Must Micro Tribometer)

Unterschiedliche Bewegungsmodulen ermöglichen sowohl linear rotierende als auch oszillierende Bewegungsmuster. Mittels berührungslos messender Konfokalmikroskopie werden nach dem Test die dabei entstehenden Verschleißzonen bestimmt [2] (Abb. 5). Ein beispielhafter Verlauf der Reibzahl zwischen einer Stahlkugel und einer DLC-Schicht

bei drei unterschiedlichen Lasten zeigt, wie unterschiedlich der Reibzahlverlauf sein kann (Abb. 6).

2.1.4 Nanoskalige Verschleißbestimmung bei Makrotests

Als derzeit weltweit einzigartige Technik der Verschleißbestimmung wurde im österreichischen Kompetenzzentrum für Tribologie die so genannte *nano wear Volume Coherence Technology*-Methode (*nVCT*<sup>®</sup>) [3] (Abb. 7) entwickelt, welche es ermög-

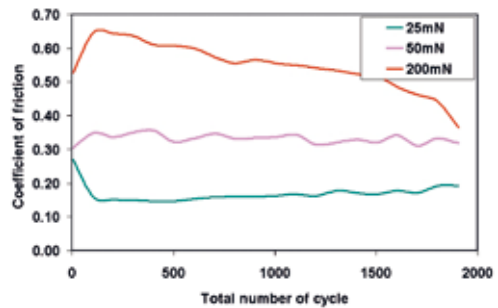


Abb. 6: Verlauf der Reibzahl zwischen einer Stahlkugel und einer DLC-Schicht bei drei unterschiedlichen Lasten; Mikrolast-Tribometertest; Kontaktprinzip: Kugel-Platte

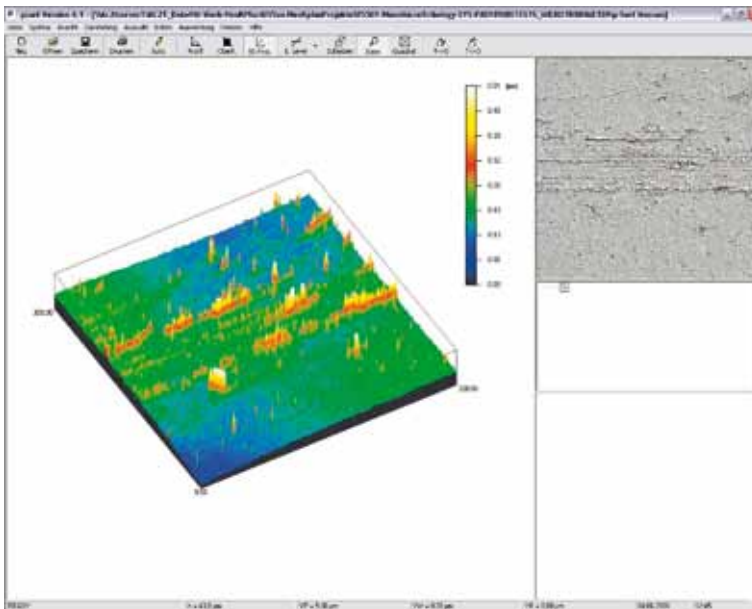


Abb. 5: Topografiedarstellung einer Mikroverschleißspur auf einer DLC-Schicht, bestimmt mittels Konfokalmikroskopie (Nanofocus µSurf)

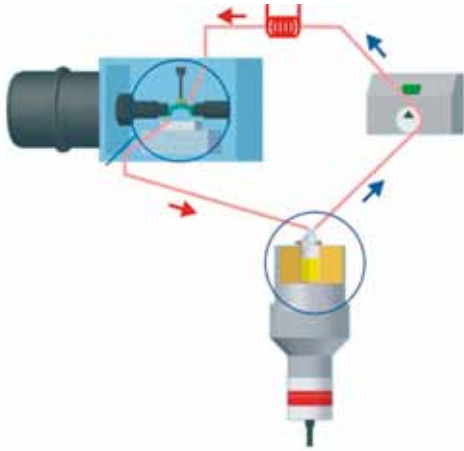


Abb. 7: Messprinzip beziehungsweise Messkreislauf nVCT<sup>®</sup>, appliziert bei einem SRV<sup>®</sup>-Tribometer mit linear oszillierender Bewegung

licht, online und in typischer Tribologielaborumgebung Verschleißraten in der Größenordnung von Nanometer pro Stunde zu bestimmen. Mit dieser Methode ist es möglich, tribologische Experimente mit realen Bauteilen und realen Belastungsgrößen mittels eines SRV<sup>®</sup>-Tribometers (Abb. 8) durchzuführen und trotz einer nur kurzen Dauer der Tribotests Verschleißraten hinreichend genau bestimmen zu können. Anhand des Tribosystems Kolbenring-Zylinderliner konnte zum Beispiel gezeigt werden, welchen Einfluss unterschiedliche Zwischenstoffe, Belastungskollektive und anderes auf den Einlaufverschleiß, den daran anschließenden kontinuierlichen Verschleißverlauf und das gesamte Verschleißvolumen der Paarung Kolbenring-Zylinderliner in einem Zwei-Stunden-Test haben (Abb. 9).

## 2.2 Oberflächenanalytik

Eine umfassende mechanische, chemisch/physikalische und topografische Charakterisierung von tribologisch beanspruchten Oberflächen und Verschleißspuren im Nanobereich ist unerlässlich, um das Verständnis von tribologischen Mechanismen zu erweitern und Daten für die computergestützte Multi-Skalen-Modellierung und Simulation von Verschleißprozessen zu erhalten. Zu diesem Zweck stehen heute zahlreiche fortschrittlichste Analysemethoden zur Verfügung.

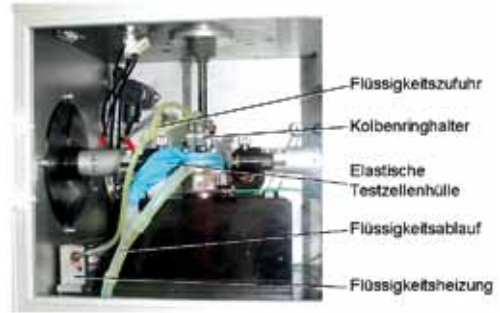


Abb. 8: Kolbenring-Zylinderliner-Testaufbau für die Verschleißbestimmung mittels nVCT<sup>®</sup>-Methode in der Testkammer des SRV<sup>®</sup>-Tribometers

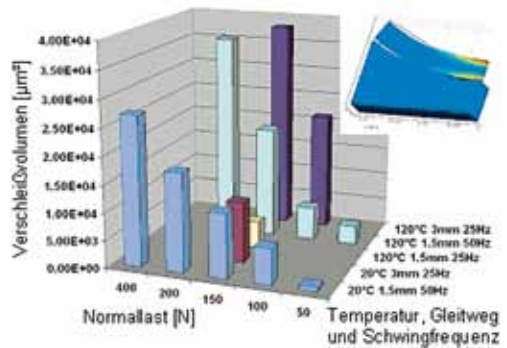


Abb. 9: Verschleißvolumen am Kolbenring (ermittelt mittels nVCT<sup>®</sup>) bei unterschiedlichen Belastungskollektiven

### 2.2.1 Weißlicht-Konfokal-Mikroskopie

Obwohl im industriellen Umfeld noch immer 2D-Rauheitsparameter häufig zur Anwendung kommen, sind 3D-Oberflächentopografiedaten (Abb. 10) mit einer lateralen Auflösung im sub-µm-Bereich heute Stand der Technik. Berührungslos messende Methoden ermöglichen eine rasche und flächenartige Bestimmung der Verschleißzonen. Stitchingmoden ermöglichen die Aneinanderreihung von Messbereichen zu größeren Flächen, so dass auch bei realen Bauteilen die gesamte Verschleißzone vermessen werden kann. Eine speziell entwickelte Software ermöglicht die automatische Paarung in allen Freiheitsgraden der Messdaten vor und nach dem tribologischen Test. Damit sind die Bestim-

mung und visuelle Darstellung der Verschleißhöhe, beziehungsweise gegebenenfalls auch von Materialauftrag in jedem *Pixel* möglich [1].

Die Verwendung derartiger Daten als Eingangsparameter in der Modellierung ermöglicht die Einbindung realer Topografiewerte und des Verschleißfortschritts in Simulationsberechnungen.

## 2.2.2 Nanoindentation

Nanoindentation ist die Fortsetzung der klassischen Härtemessung hin zu kleinsten Kräften. Die Indentation erfolgt mit einer Diamantspitze (Spitzenradius < 50 nm). Die kontinuierliche Messung von Last und Eindringtiefe liefert die notwendigen Daten zur Ermittlung von Härte und Elastizitätsmodul. Damit

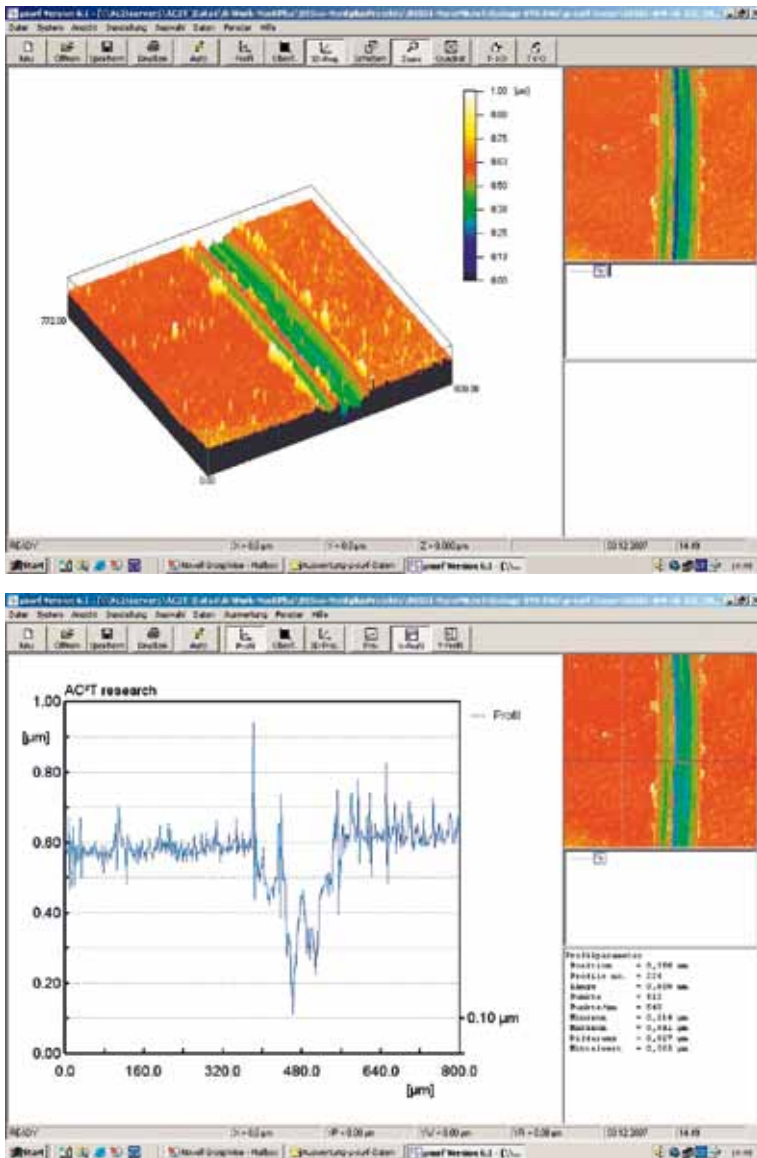


Abb. 10: Visuelle Darstellung einer Verschleißspur mit Querprofil, bestimmt mittels Konfokalmikroskopie (Nanofocus  $\mu$ Surf)

ist eine Charakterisierung von Schichten im sub- $\mu\text{m}$ -Bereich möglich [1, 2, 4]. *Abbildung 11* zeigt das Ergebnis eines Nanoindentationsversuchs auf einer  $\text{WSe}_2$ -Schicht. Im AFM-Topografiebild ist die charakteristische dreieckige Form des Eindrucks gut erkennbar. Die Auswertung der Last-Weg-Kurve ergibt eine Härte von 2,6 GPa und einen Elastizitätsmodul von 66 GPa.

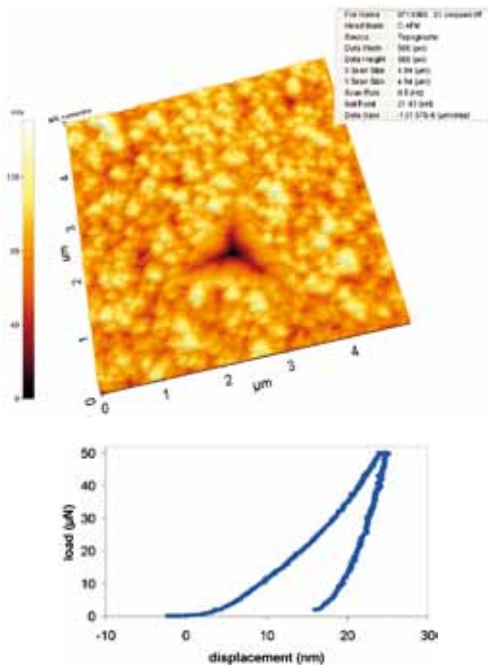


Abb. 11: AFM-Aufnahme und Kraft-Weg-Diagramm eines Nanoindents auf einer  $\text{WSe}_2$ -Schicht

### 2.2.3 Small-Spot-Röntgenphotoelektronen-Spektrometrie (XPS)

Diese Methode beruht auf der Emission von Elektronen von Oberflächen, die mit Röntgenstrahlung bestrahlt werden. Diese Elektronen stammen aus den obersten Lagen des Festkörpers (bis in wenige nm Tiefe) und liefern damit extrem oberflächenempfindliche Informationen. Sie ermöglichen Aussagen sowohl über die chemische Zusammensetzung des analysierten Materials, als auch über die Bindungsumgebung der vorhandenen Elemente [5].

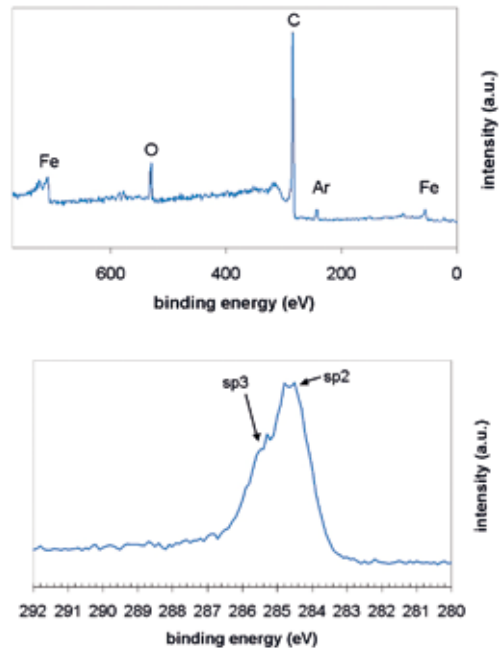


Abb. 12: Übersichts- (oben) und C-Detailspektrum einer Verschleißspur auf einer DLC-Schicht

*Abbildung 12* zeigt XPS-Spektren einer DLC-Schicht nach einem Mikrolast-Tribometertest mit einer Stahlkugel (*Absch. 2.1.3*). Im Übersichtsspektrum sind die vorhandenen Elemente erkennbar; das Detailspektrum des Kohlenstoffpeaks zeigt die Unterscheidung zwischen  $\text{sp}^2$ - und  $\text{sp}^3$ -Anteil in der nanokristallinen DLC-Schicht.

### 2.3 Modellierung tribologischer Kontakte am Beispiel der Randelement-Methode (Boundary Element Method)

Eine Vielzahl von Computersimulationsmethoden beschäftigt sich mit der analytischen Berechnung von theoretischen Kontaktsituationen, oft vereinfachend unter Verwendung von theoretisch glatten Oberflächen. Für die Betrachtung von Reibungs- und Verschleißprozessen mittels Computersimulation sind allerdings die an realen industriellen Oberflächen auftretende Topografie beziehungsweise Rauheiten, welche auf den verschiedensten Skalen liegen, erforderlich, um eine optimale Übereinstimmung zwischen Modell und Realität zu erzielen.

Eine im Kompetenzzentrum für Tribologie neu entwickelte Methode verbindet die Vorteile von Boundary Element Methode (BE) und Finite Element Methode (FE) und ermöglicht es, mittels 3D-Weißlicht-Konfokalmikroskopie vermessene raue Oberflächen in die FE-Berechnung einfließen zu lassen und den Kontakt zwischen zwei *realen* rauen Oberflächen numerisch zu modellieren (Abb. 13) [6]. Der Vorteil dieser Methode ist ihre Flexibilität bezüglich der verwendeten Geometrien, Topografien und der einfließenden mechanischen Materialparameter. Ein Ziel der Berechnung ist die Bestimmung der so genannten *wahren Kontaktfläche*, welche sich abhängig von der jeweiligen Topografie in der Verschleißzone erheblich von der nominellen Kontaktfläche unterscheidet (Abb. 14). Mit diesem Wissen zur Kontaktfläche wird die Ausprägung unterschiedlicher physikalischer Eigenschaften der Kontaktsituation, wie Wärmeübergang, Spannungsverteilung und Reibungskoeffizient realistischer in der Berechnung, zum Beispiel eines Verschleißprozesses, berücksichtigt.

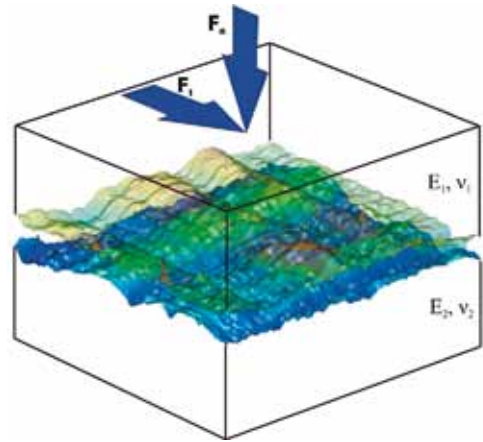


Abb. 13: BE-/FE-Modell der tribologischen Kontaktsituation zwischen zwei rauen Oberflächen

### 3 Zusammenfassung

Der Beitrag spannt einen Bogen zu ausgewählten Methoden zur Multi-Skalen-Charakterisierung von Oberflächen beziehungsweise von Verschleißzonen

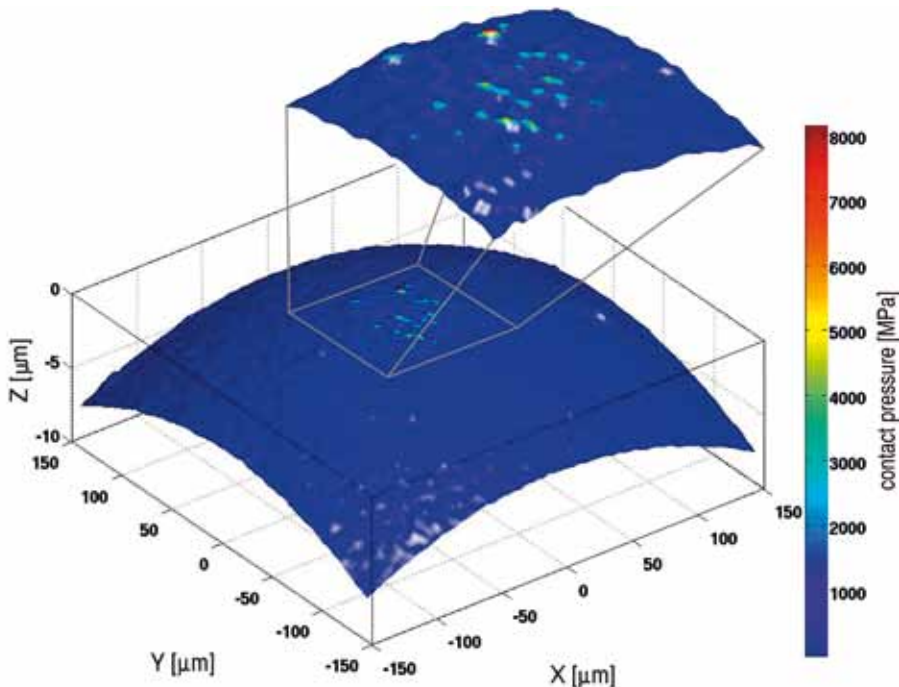


Abb. 14: Kontaktfläche und Kontaktdruckverteilung zwischen zwei rauen Oberflächen

in tribologischen Systemen. Moderne Methoden ermöglichen die Bestimmung von unterschiedlichsten Parametern vom Makro- bis in den Sub-Nanometerbereich, welche im Kompetenzzentrum für Tribologie zur Verfügung stehen. Die Einbindung dieser Parameter in Computersimulationsmodelle ermöglicht die Visualisierung und Quantifizierung der Kontaktsituation, um Reibungs- und Verschleißmechanismen in vielfältiger Weise zu analysieren und in FE-Berechnungen einfließen lassen zu können.

#### Danksagung

Die Forschungsarbeiten wurden gefördert vom Österreichischen *Kplus*-Programm (Regierungsförderungsprogramm für wettbewerbsvorgelegte Forschung), der Österreichischen Forschungsförderungsgesellschaft (FFG) und dem Land Niederösterreich (im Wege TecNet Capital GmbH) und sind im Österreichischen Kompetenzzentrum für Tribologie (AC<sup>2</sup>T research GmbH) durchgeführt worden.

#### Literatur

- [1] A. Pauschitz, E. Badisch, M. Roy, D. Shtansky: On the Scratch Behaviour of Self-Lubricating WSe<sub>2</sub> Films; *Wear*, In Press, Accepted Manuscript, Available online April 2009
- [2] A. Pauschitz, S. Kvasnica, R. Jisa, J. Benardi, T. Koch, M. Roy: Tribological behaviour of Ti containing nanocomposite DLC films under milli-Newton load range; *Diamond and Related Materials*, Volume 17, Issue 12, pages 2010–2018, 2008
- [3] M. Jech, T. Wopelka, A. Pauschitz, F. Franek: Performance of Bio-Based Lubricants investigated at nanoscale by means of nVCT®; 16th Int. Colloquium Tribology, TAE, 2008
- [4] A. Bogus, I. C. Gebeshuber, A. Pauschitz, M. Roy, R. Haubner: Micro- and nanomechanical properties of diamond film with various surface morphologies; *Diamond and Related Materials*, Volume 17, Issue 12, pages 1998–2004, 2008
- [5] A. Stadler, J. Brenner, A. Pauschitz, J. Wendrinsky, A. Schindel, G. E. Nauer: Surface analysis of different boundary layers on steel discs formed in a lubricated tribocontact during laboratory test compared with field application; *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, Volume 390, Issue 6, pages 1527–1535, 2008
- [6] S. Ilincic, G. Vorlaufer, P. A. Fotiu, A. Vernes, F. Franek: FEM-BEM Modelling of Elastic Multi-Asperity Contacts; *Journal of Engineering Tribology*, in press, 2009

**Alles**  
für die Oberflächentechnik...

[www.kiesow.org](http://www.kiesow.org)

Nutzen Sie unsere kompetenten Produkte zum

- Schleifen
- Polieren
- Vorbehandeln
- Galvanisieren
- Passivieren
- Phosphatieren

 KIESOW DR. BRINKMANN GmbH & Co. KG  
Wittekindstraße 27-35  
32758 Detmold  
Telefon: +49 (5231) 76 04-0  
Telefax: +49 (5231) 76 04-28  
vertrieb@kiesow.org