

Schlussbericht

zum FuE-Vorhaben, FKZ-Nr. 50 RT 0203,

im Rahmen des FIRST Chance-Programms des DLR im Auftrag des BMBF  
Bearbeitungszeitraum vom 01.04.2002 bis 30.09.2004

# Maßgeschneiderte Beschichtungen von Innenflächen mittels PLD

**Institutsleiter:**

Prof. Dr.-Ing. habil. Eckhard Beyer

**Projektleiter:**

Dipl.-Phys. Peter Gawlitza

Telefon: 0351/ 2583 431

Telefax: 0351/ 2583 314

E-mail: peter.gawlitza@iws.fraunhofer.de

**Mitarbeiter:**

Dipl.-Phys. T. Böttger

Dr. rer. nat. S. Braun

Dipl.-Ing. K. Jacob

Dipl.-Ing. M. Leonhardt

Dr. rer. nat. B. Schöneich

Dipl.-Ing. H. Schulz

Fraunhofer-Institut

Werkstoff- und Strahltechnik

Winterbergstraße 28

D-01277 Dresden

März 2005

# Inhalt

<b>1</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>5</b>
<b>2</b>	<b>Aufgabenstellung</b>	<b>10</b>
<b>3</b>	<b>Einleitung/Motivation</b>	<b>11</b>
<b>4</b>	<b>Methodisches zur Schichtcharakterisierung</b>	<b>13</b>
4.1	Verfahren zur Schichtdickenbestimmung	13
4.1.1	Röntgenreflektometrie (XRR)	13
4.1.2	Optische Interferometrie	14
4.1.3	Tastschnittmessungen	16
4.2	Schicht-Eigenspannungsbestimmung mittels Biegebalken-Methode	16
4.3	Bestimmung des E-Modul mittels Laser-Akustik	21
4.4	Bestimmung des sp <sup>2</sup> - und sp <sup>3</sup> -Gehalts von DLC-Schichten mittels Raman-Spektroskopie	23
4.5	Bestimmung optischer Konstanten mit spektraler Ellipsometrie	24
4.6	Charakterisierung des Reibverhaltens (Tribotest)	24
<b>5</b>	<b>Erweiterung und Charakterisierung der Anlagenhardware</b>	<b>25</b>
5.1	Charakterisierung des Verdampfungs-Lasers HAAS LAY1000M	25
5.2	Laseransteuerung zur Synchronisierung der Laser HAAS LAY1000M und Continuum NY82S-10	28
5.3	Optikaufbau der PLD-Innenbeschichtungsanlage	30
<b>6</b>	<b>Weiterentwicklung des Designs der ZrO<sub>2</sub>-Wärmedämmschichten</b>	<b>37</b>
6.1	Eigenspannungen an WDS hergestellt mit µs-PLD	37
6.2	Eigenspannungen an WDS hergestellt mit ns-PLD	40
6.3	Wärmedämmschichten hergestellt mit kombinierter µs- und ns-PLD	41
6.3.1	Prozessfotos	41
6.3.2	Übersicht Beschichtungen	44
6.3.3	Reduktion der Eigenspannungen durch alternierenden Betrieb von Laserverdampfung und –ablation	45

6.3.4	Reduktion der Eigenspannungen durch synchronen Laserbetrieb	46
6.4	Schichtmorphologie / Partikelbildung	48
<b>7</b>	<b>Entwicklung von Schichtsystemen zum Verschleißschutz</b>	<b>52</b>
7.1	Einleitung	52
7.2	Vorarbeiten – C/C-Multischichten für Röntgenoptiken	54
7.3	Übersicht über die Experimente zur DLC-Abscheidung	56
7.4	Eigenschaften von mittels ns-PLD abgeschiedenen Kohlenstoffschichten	58
7.4.1	Schichteigenspannungen	58
7.4.2	E-Modul	59
7.4.3	Dichte	61
7.4.4	Verhältnis von sp <sup>2</sup> - und sp <sup>3</sup> -Bindungsanteil	62
7.4.5	Optische Konstanten n(λ) und k(λ)	63
7.4.6	Reibverhalten (Tribotest)	66
7.4.7	Eigenschaften von DLC-Schichten mit Dicken größer 0,5 μm	68
7.4.8	Schichtabscheidungen mit λ = 355 nm (Nd:YAG-Laser, 3 <sup>rd</sup> harmonic)	74
7.4.9	Schichtabscheidungen mit λ = 193 nm (ArF-Laser)	77
7.5	Abscheidung von Kohlenstoffschichten mit Laser-Verdampfung	77
7.5.1	Übersicht Beschichtungen	78
7.5.2	Charakterisierungsergebnisse	80
7.6	Abscheidung von Kohlenstoffschichten mit synchronisierter ns- und μs-PLD	83
7.6.1	Übersicht Beschichtungen	83
7.6.2	Charakterisierungsergebnisse	84
7.7	Untersuchungen zum Ablations- und Verdampfungsverhalten von Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> und TiC	87
7.7.1	Charakterisierungsergebnisse an Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Schichten	88
7.7.2	Charakterisierungsergebnisse an TiC-Schichten	88
<b>8</b>	<b>Ergebnisse der Schichtabscheidung von Edelstahl und Hartmetallen</b>	<b>89</b>
8.1	Allgemeines	89
8.2	Eigenspannungsuntersuchungen	91
8.3	Strukturuntersuchungen von V2A-Schichten auf Kunststoff	92
<b>9</b>	<b>Beschichtungen für industrielle Anwendungen</b>	<b>94</b>
9.1	ZrO <sub>2</sub> -Wärmedämmschichten für Sensoren	95
9.2	Wärmedämmung und Verschleißschutz für Strangpresswerkzeuge	98
9.3	Anwendung von DLC als Schutzschichten für EUV-Optiken	99

9.4	Abscheidung von DLC auf mechanische Spannelemente	103
9.5	Abscheidung von V2A auf Kunststoff	104
9.6	V2A-Beschichtungen in PVC-Kunststoffrohren mit kleinem Innendurchmesser	105
9.7	Ag- und Cu-Beschichtungen in flexiblen PE-Rohren	106
<b>10</b>	<b>Literatur</b>	<b>108</b>
<b>11</b>	<b>Veröffentlichungen und Vorträge</b>	<b>110</b>

# 1 Zusammenfassung

Inhalt der hier beschriebenen Arbeiten war die Überführung des speziell für die Aufbringung von Wärmedämmschichten (WDS) auf die Innenwände von Triebwerksbrennkammern entwickelten Beschichtungsverfahrens der Puls-Laser-Deposition (PLD) auf „terrestrische“ Einsatzgebiete des Wärmedämm- und Verschleißschutzes.

Arbeitsschwerpunkte des Vorhabens waren sowohl grundlegende Untersuchungen des Verhaltens gängiger Materialien dieser Anwendungsgebiete unter den Prozessbedingungen der PLD-Innenbeschichtung, als auch die Umsetzung der Beschichtungskonzepte an realen Bauteilen mit komplexen Strukturen, um exemplarisch die Leistungsfähigkeit des Verfahrens demonstrieren zu können.

Zur Weiterentwicklung der vorgesehenen Schichtsysteme speziell hinsichtlich der Gefügeeigenschaften durch simultane Kombination der Laserablation (Verdampfung unter Plasmabildung) und Laserverdampfung (thermische Verdampfung) sind hardwaretechnische Erweiterungen der PLD-Innenbeschichtungsanlage eingeführt worden. Dies betraf sowohl den Bau einer Ansteuerung zur Lasersynchronisation als auch den Aufbau einer Optikeinheit (Einkoppelfenster, Fokussierungslinsen, ggf. Schutzgläser gegen Bedampfung), die beide Laser gleichzeitig auf das Target führen kann. Kapitel 5 dieses Berichtes gibt einen Überblick über die verwendete Beschichtungsanlage und die technischen Erweiterungen für die Projektbearbeitung.

Aus den Erfahrungen der WDS-Entwicklung für Raketenbrennkammern ist bekannt, dass sich die Schichthaftungseigenschaften bei variierenden Bedingungen der Laserverdampfung empfindlich ändern können. Dieses Verhalten wird durch verschiedene Wachstumsbedingungen bei den jeweiligen Energieeinträgen verursacht, welche u. a. auch mehr oder weniger starke Schichteigenspannungen induzieren.

Ein zentraler Punkt der hier vorgestellten Arbeiten sowohl für Wärmedämmschichten als auch für die Systeme des Verschleißschutzes, war demnach die Untersuchung der wesentlichen Einflussfaktoren auf die Schichteigenspannungen sowie deren Reduktionsmöglichkeiten durch geeignete Verfahrenkombination von Ablation und Verdampfung. Im Rahmen von Eigenspannungsuntersuchungen ist die Biegebalkenmethode in der Variante mit röntgenografischer Vermessung von Netzebenen des einkristallinen Materials des Biegebalkens weiterentwickelt und seine Genauigkeit verbessert worden.