

Schlussbericht vom 15.02.2023

zu IGF-Vorhaben Nr. 20431 N

Thema

Entwicklung selbstschmierender (Cr,Al)N+X:S-Beschichtungen mittels gepulster Arc-PVD-Technologie für trockenlaufende Antriebsstrangkomponenten

Berichtszeitraum

01.09.2019 - 31.08.2022

Forschungsvereinigung

Europäische Forschungsgesellschaft Dünne Schichten e.V. (EFDS)

Forschungseinrichtung

Institut für Oberflächentechnik (IOT) der RWTH Aachen University

Univ.-Prof. Dr.-Ing. K. Bobzin

Kackertstraße 15

52072 Aachen

Gefördert durch:



aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

Inhaltsverzeichnis

Thema	1
Berichtszeitraum	1
Forschungsvereinigung	1
Forschungseinrichtung	1
Einleitung	8
Zielsetzung und Lösungsansatz	9
Durchgeführte Arbeiten	9
Kickoff-Meeting - Ableitung des Beanspruchungskollektivs	12
Herstellung und Analyse der dc-(Cr,Al)N-Referenzbeschichtung	12
Herstellung der dc-(Cr,Al)N-Referenzbeschichtung	12
Grundcharakterisierung der dc-Referenzbeschichtung	13
Integration der gepulsten Leistungsversorgung PLASMATEC	16
Herstellung von dc-(Cr,Al)N-Beschichtungen mittels PLASMATEC	18
Grundcharakterisierung der dc-(Cr,Al)N-Beschichtungen	20
Zwischenfazit dc-Vergleichsprozesse	21
Entwicklung von (Cr,Al)N-Beschichtungen unter Verwendung der PLASMATEC- Leistungsversorgung im gepulsten Modus	21
Plasmadiagnostik	21
Gepulste Herstellung und Grundcharakterisierung von (Cr,Al)N-Beschichtungen	24
Zwischenfazit der Versuchsreihe zu (Cr,Al)N-Beschichtungen unter Verwendung der PLASMATEC	31
Entwicklung von (Cr,Al)N+Mo:S-Beschichtungen mittels gepulster Arc-PVD- Technologie, Versuchsreihen 1-4	31
Einfluss gepulster Lichtbogenverdampfung auf Targetwerkstoffe mit geringer elektrischer Leitfähigkeit	32
Herstellung und Grundcharakterisierung – Versuchsreihe 4	33
Tribologische Untersuchung der (Cr,Al)N+Mo:S-Schichtverbunde	42
Entwicklung von (Cr,Al)N+W:S- und (Cr,Al)N+(Mo,W):S-Beschichtungen, Versuchsreihe 5	50

Herstellungsprozess und Grundcharakterisierung – Versuchsreihe 5	50
Tribologische Untersuchung der (Cr,Al)N+W:S- und (Cr,Al)N+(Mo,W):S-Schichtverbunde der 5. Versuchsreihe	58
Tribologische Untersuchungen mittels Schwingverschleißtribometer	62
Fazit und Nutzen der erzielten Ergebnisse für KMU	66
Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit	67
Einsatz von wissenschaftlich-technischem Personal, Geräten und Leistungen Dritter	67
Zusammenstellung aller Arbeiten, die im Zusammenhang mit dem Vorhaben veröffentlicht wurden oder in Kürze veröffentlicht werden	68
Plan zum Ergebnistransfer in die Wirtschaft	69
Literaturverzeichnis	70

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1:	Ablaufdiagramm durchgeführter Arbeiten im Projekt TRISTAN.....	10
Abbildung 2:	Arbeitsplan des Forschungsvorhabens nach Laufzeitverlängerung	11
Abbildung 3:	a) Anlagenschema der Flexicoat 850 und Kathodenbelegung für die Abscheidung der dc-Referenzbeschichtung, b) Schichtarchitektur der dc-Referenzbeschichtung..	13
Abbildung 4:	Phasenanalyse der (Cr ₄₇ ,Al ₅₃)N-Referenzbeschichtung auf 100Cr6 mittels XRD	14
Abbildung 5:	REM-Querbruchaufnahme der dc-(Cr ₄₇ ,Al ₅₃)N-Referenzbeschichtung in 10.000-facher Vergrößerung, a), und in 20.000-facher Vergrößerung, b)	14
Abbildung 6:	Topographieaufnahmen der dc-(Cr,Al)N-Referenzbeschichtung mittels CLSM, a), und REM, b)	15
Abbildung 7:	Bewertung der Verbundhaftung mittels Rockwelleindringprüfung, a), und Ritztest, b), an der dc-(Cr,Al)N-Referenzbeschichtung auf 100Cr6.....	16
Abbildung 8:	Durchgeführte Arbeiten zur Integration der gepulsten Leistungsversorgung in die Arc-Anlage Flexicoat 850.....	17
Abbildung 9:	Anlagenschema der Flexicoat 850 bei der Herstellung der dc-(Cr,Al)N-Beschichtungen unter Verwendung der gepulsten Leistungsversorgung	18
Abbildung 10:	Schichtarchitektur und Prozessabfolge, Kathodenaktivierung und Rotationsmodus bei der Herstellung der dc-Vergleichsprozesse.....	19
Abbildung 11:	EDX- und REM-Ergebnisse der dc-(Cr,Al)N-Beschichtungen	20
Abbildung 12:	a) Seitenansicht Messaufbau der OES, b) Zeit-Strom-Charakteristik der gepulsten Leistungsversorgung durch Pulsparameter.....	22
Abbildung 13:	Einfluss der Frequenz auf die Plasmaspezies; a) Intensitätsverhältnis Al und Cr, b) Intensitätsverhältnis des Prozessgases N ₂	23
Abbildung 14:	Vergleich des Einflusses von a) Peakstrom und b) Tastverhältnis auf die chemische Zusammensetzung des Plasmas	23
Abbildung 15:	Phasenzusammensetzung der dc-Vergleichsschichten und der gepulst hergestellten (Cr,Al)N-Beschichtungen.....	25
Abbildung 16:	Übersicht REM-Querbruchaufnahmen der mittels PLASMATEC hergestellten dc- und gepulsten (Cr,Al)N-Beschichtungen	26
Abbildung 17:	REM-Topographieaufnahmen der Beschichtungen aus der (Cr,Al)N-Versuchsreihe hergestellt unter Verwendung der PLASMATEC.....	26
Abbildung 18:	Vergleich von Eindringhärte H _{IT} und Eindringmodul E _{IT} , ermittelt mittels Nanoindentation	27
Abbildung 19:	Vergleich der Verbundhaftung des Schichtverbundes (Cr,Al)N/100Cr6 mittels Rockwellindentation.....	28
Abbildung 20:	Vergleich der Verbundhaftung des Schichtverbundes (Cr,Al)N/100Cr6 mittels Ritztest	29
Abbildung 21:	Verlauf der Substrattemperatur im Prozess	30
Abbildung 22:	Übersicht über Versuchsreihen 1-3 im Entwicklungsprozess der (Cr,Al)N+Mo:S-Beschichtungen	32
Abbildung 23:	Vergleich der Targetausnutzung elektrisch schwer leitender Targetwerkstoffe in Abhängigkeit des Betriebsmodus der Leistungsversorgung.....	33

Abbildung 24: Anlagenschema, a), Kathodenkonfiguration, b) und Schichtarchitektur, c), der 4. Versuchsreihe zur (Cr,Al)N+Mo:S-Schichtentwicklung.....	34
Abbildung 25: Phasenanalyse der (Cr,Al)N+Mo:S-Beschichtungen der 4. Versuchsreihe	35
Abbildung 26: Phasenanalyse zu den Peaks bei $2\theta \approx 34^\circ$ und $2\theta \approx 45^\circ$	36
Abbildung 27: Analyse der Schichtdicke und -morphologie sowie der Topographie und Oberflächenbeschaffenheit - Versuchsreihe 4	37
Abbildung 28: Chemische Zusammensetzung der (Cr,Al)N+Mo:S ₂₊₋ , a) und (Cr,Al)N+Mo:S ₄₊₋ -Beschichtung, b), mittels ESMA-Line Scan über der Schichtdicke am Kalottenschliff	38
Abbildung 29: Analyse von Eindringhärte H_{IT} und Eindringmodul E_{IT} mittels Nanoindentation.....	39
Abbildung 30: Analyse der Verbundhaftung mittels Rockwellindentation - Versuchsreihe 4	39
Abbildung 31: EDX-Messungen am Rand der Rockwelleindrücke zur Ermittlung der Stelle des Versagens im Schichtverbund	40
Abbildung 32: Verbundhaftungsuntersuchung mittels Kalottenschliff.....	41
Abbildung 33: Verbundanalyse mittels Scratchtest an den Schichtverbunden (Cr,Al)N+Mo:S auf 100Cr6 oder 42CrMo4	42
Abbildung 34: Verlauf des Reibungskoeffizienten in PoD-Versuchen zur Untersuchung des Schichtverbundes (Cr,Al)N+Mo:S auf 100Cr6.....	43
Abbildung 35: Verlauf des Reibungskoeffizienten in PoD-Versuchen zur Untersuchung des Schichtverbundes (Cr,Al)N+Mo:S auf 42CrMo4.....	44
Abbildung 36: CLSM-Aufnahmen der Verschleißspuren an Grund- und Gegenkörper in Systemen mit 100Cr6-Grundkörperwerkstoff.....	45
Abbildung 37: CLSM-Aufnahmen der Verschleißspuren an Grund- und Gegenkörper in Systemen mit 42CrMo4-Grundkörperwerkstoff.....	46
Abbildung 38: Bestimmung der Verschleißflächen am Beispiel des unbeschichteten Systems mit 100Cr6-Grundkörper.....	47
Abbildung 39: Analyse des Verschleißvolumen von Grundkörper, a), Gegenkörper, b) und Gesamt, c), für die (Cr,Al)N+Mo:S-Beschichtungen der 4. Versuchsreihe	48
Abbildung 40: Tribochemische Analyse mittels Ramanspektroskopie an Grundkörpern nach PoD-Versuchen der 4. Versuchsreihe.....	49
Abbildung 41: Anlagenschema zur Herstellung der (Cr,Al)N+W:S-Beschichtungen in der 5. Versuchsreihe.....	50
Abbildung 42: Anlagenschema zur Herstellung der kombinierten (Cr,Al)N+(Mo,W):S-Beschichtungen in der 5. Versuchsreihe.....	51
Abbildung 43: Phasenanalyse der Beschichtungen der 5. Versuchsreihe	52
Abbildung 44: Analyse von Schichtdicke, -morphologie und -struktur sowie der Topographie und Oberflächenbeschaffenheit	53
Abbildung 45: Chemische Zusammensetzung der (Cr,Al)N+(Mo,W):S-Beschichtung mittels ESMA-Line Scan über der Schichtdicke am Kalottenschliff.....	54
Abbildung 46: Analyse von Eindringhärte H_{IT} und Eindringmodul E_{IT} mittels Nanoindentation.....	55
Abbildung 47: Verbundanalyse mittels Rockwellindentation an den Schichtverbunden der 5. Versuchsreihe.....	56
Abbildung 48: Verbundanalyse mittels Scratchtest an Schichtverbunden der 5. Versuchsreihe	57
Abbildung 49: Reibungskoeffizienten der Referenzbeschichtungen für die 5. Versuchsreihe	58

Abbildung 50: Analyse des Reibungskoeffizienten der triboaktiven Beschichtungen der 5. Versuchsreihe.....	59
Abbildung 51: Verschleißvolumen an Grund- und Gegenkörper nach den PoD-Versuchen der 5. Versuchsreihe.....	60
Abbildung 52: Tribochemische Analyse mittels Ramanspektroskopie an Grundkörpern nach PoD-Versuchen der 5. Versuchsreihe.....	61
Abbildung 53: Analyse des Reibungskoeffizienten mittels SVT	63
Abbildung 54: Optische Analyse der Verschleißspuren mittels CLSM an Grund- und Gegenkörper nach den SVT-Versuchen	64
Abbildung 55: Auswahl der Beschichtungen ohne vollständiges Versagen nach den SVT- Versuchen mit Nachweis mittels Tiefenprofil.....	65

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Prozessparameter zur Abscheidung der Referenz- und dc-Vergleichsschichten.....	20
Tabelle2: Parameterübersicht zur Korrelation von Pulsparameter mit den Schicht- und Verbundeigenschaften von (Cr,Al)N auf 100Cr6	24
Tabelle 3: Ergebnis der Rockwell-Härtemessungen am Substrat vor und nach der Beschichtung...	30
Tabelle 4: Beschichtungen der 4. Versuchsreihe.....	34
Tabelle 5: Parametervariation der teilfaktoriellen Versuchsmatrix.....	52
Tabelle 6: Chemische Zusammensetzung der Beschichtungen der 5. Versuchsreihe	54
Tabelle 7: Übersicht der Verschleißspurtiefe und Beurteilung über das Versagen der Beschichtungen	65
Tabelle 8: Durchgeführte Transfermaßnahmen	69
Tabelle 9: Geplante Transfermaßnahmen nach der Projektlaufzeit	70

Einleitung

Eine energieeffiziente, schadstoffarme und nachhaltige Mobilität ist notwendig, um in Zukunft Einschränkungen hinsichtlich der Mobilität zu vermeiden sowie die Umwelt und das Klima zu schützen. Die Steigerung des Wirkungsgrads bzw. der Energieeffizienz von Kraftfahrzeugantriebssträngen ist dabei von zentraler Bedeutung, um das Ziel einer effizienten und nachhaltigen Mobilität zu erreichen. Der Wirkungsgrad eines Antriebsstrangs wird maßgeblich durch die in tribologischen Kontakten vorherrschende Reibung beeinflusst. Reibung tritt bei allen technischen Komponenten wie z.B. Lagern, Gelenken und Getrieben auf. Emissionsbeschränkungen, steigende Energiepreise und ein zunehmendes Verkehrsaufkommen forcieren die Suche nach effizienten Lösungen zur Reibungsreduktion. Der zurzeit relevanteste Ansatz zur Reibungsreduktion im Antriebsstrang ist der Einsatz von Schmierstoffen, welcher jedoch in Abhängigkeit der Art sowie der physikalischen und chemischen Eigenschaften des verwendeten Schmierstoffs technische, wirtschaftliche und ökologische Nachteile birgt. Je nach Anwendung kann der Einsatz eines separaten Schmierstoffs unerwünscht bzw. technisch nicht realisierbar sein, wie beispielsweise in der Raumfahrt oder Vakuumtechnik. Im Bereich der Elektromobilität werden vermehrt wasserbasierte Schmierstoffe eingesetzt, um über die vergleichsweise niedrige Viskosität der Schmierstoffe die Reibung zu reduzieren und somit an Reichweite zu gewinnen. Eine vielversprechende Alternative zu diesem Ansatz hinsichtlich einer gesamtheitlichen Reibungsreduktion ist der vollständige Verzicht auf konventionelle Schmiermedien im Antriebsstrang, da so die innere Reibung im Schmierstoff wie Plansch- oder Walkarbeiten vollständig aus den tribologischen Systemen eliminiert werden können. Der Trockenlauf stellt somit ein Konzept zur Effizienzsteigerung von Antriebssträngen mit hohem Potenzial dar. Die Umsetzung dessen bedarf jedoch einer Anpassung der Oberflächeneigenschaften im tribologischen Kontakt aufgrund des veränderten Beanspruchungskollektivs. Infolge der Abwesenheit des konventionellen Schmierstoffs, welcher neben der Reibungs- und Verschleißreduktion Aufgaben wie den Korrosionsschutz und die Wärmeabfuhr übernimmt, ist aufgrund des direkten Kontakts der Funktionsoberflächen mit erhöhter Wärmeentwicklung zu rechnen. Eine Beschichtung, die den erhöhten thermischen und mechanischen Belastungen standhält und zudem eine Reibungsreduktion im Trockenlauf erzielen kann, ist demnach eine vielversprechende Lösung. Physical Vapour Deposition (PVD) ist eine weit verbreitete Technologie für die Herstellung von Beschichtungen. Dabei wird neben dem Magnetron Sputtering (MS) vor allem das Lichtbogenverdampfen (Arc-PVD) eingesetzt. Der Einsatz gepulster Arc-PVD-Technologie stellt eine aktuell vielversprechende Entwicklung dar. Neben den Vorteilen von Arc-PVD in Bezug auf Abscheiderate und Ionisierungsgrad bietet die gepulste Technologie Möglichkeiten zur Verringerung der Dropletmission bzw. Oberflächenrauheit, ohne dass die Abscheiderate wie bei gefilterter Arc-PVD-Technologie sinkt. Eine verringerte Oberflächenrauheit ist für tribologische Anwendungen, bei denen eine Reibungsreduzierung angestrebt wird, von großer Bedeutung, insbesondere unter Trockenlaufbedingungen. Als Schichtsystem für die angestrebte Anwendung zeigen (Cr,Al)N+X:S-Beschichtungen mit X = Mo, W ein hohes Potenzial zur Reibungs- und Verschleißreduktion aufgrund ihrer Fähigkeit, die Festschmierstoffe MoS₂ und WS₂ zu bilden. Die Abscheidung von elektrisch schwerleitenden, MoS₂- bzw. WS₂-haltigen Targetwerkstoffen ist jedoch eine Herausforderung für die Arc-PVD-Technologie. Hier könnten sich Vorteile durch den Einsatz der gepulsten Arc-PVD-Technologie ergeben.

Zielsetzung und Lösungsansatz

Ziel war die Entwicklung selbstschmierender (Cr,Al)N+X:S-Beschichtungen mit X = Mo, W unter Einsatz der gepulsten Arc-PVD-Technologie für trockenlaufende Antriebsstrangkomponenten. Die gepulste Technologie sollte dabei innerhalb des Projektes weiterentwickelt werden. Dazu sollte im Rahmen des ersten Arbeitspakets (**AP1.2**) erstmals die gepulste Leistungsversorgung PLASMATEC des Projektpartners J. Schneider Elektrotechnik GmbH, Offenburg, Deutschland, in die industrielle Arc-PVD Anlage Flexicoat 850 der Firma IHI Hauzer Techno Coating B.V., Venlo, Niederlande, eingebaut werden. Dies gewährleistete eine zeitnahe Übertragung der Ergebnisse in die Industrie. Innerhalb des Projektes sollten die Vorteile der gepulsten Arc-PVD-Technologie herausgearbeitet werden. Daher fanden zunächst Untersuchungen an (Cr,Al)N-Beschichtungen statt, welche in der Industrie deutlich breiter Anwendung finden, als die mit Mo, W und S dotierten Beschichtungsvarianten für den Trockenlauf. Anschließend wurden die triboaktiven Schichtvarianten entwickelt unter Verwendung der Targetwerkstoffe $Mo_x:S_y$ und $W_x:S_y$ mit geringer elektrischer Leitfähigkeit (**AP1.3**). Das Potenzial der gepulsten Technologie bei der Verdampfung dieser für die Arc-PVD herausfordernden Werkstoffe sollte dabei bewertet werden. Im gesamten Prozess der Schichtentwicklung wurden dabei Iterationen durchgeführt beginnend mit der Prozessauslegung und Schichtentwicklung (**AP1**) über die Grundcharakterisierung der Beschichtungen (**AP2**) und Untersuchungen der Verbundhaftung (**AP3**) hin zu tribologischen Untersuchungen mittels Pin on Disk (PoD)-Tribometer (**AP4**) oder an realen Bauteilen (**AP5**). Dabei fanden innerhalb der ersten Iterationen nur Untersuchungen aus AP2 und AP3 statt. Mit zunehmendem Entwicklungsstand der Beschichtungen wurden auch tribologische Untersuchungen (AP4 und AP5) durchgeführt. Zu Beginn der ersten Iteration wurde das Beanspruchungskollektiv der adressierten Anwendung gemeinsam mit dem Projektbegleitenden Ausschusses (PA) abgeleitet (**AP1.1**).

Durchgeführte Arbeiten

In Abbildung 1 ist eine Übersicht der durchgeführten Arbeiten zu sehen. Die Darstellung der Ergebnisse orientiert sich an diesem Ablauf. Zur Zielerreichung wurde eine Laufzeit von 24 Monaten beantragt. Im Laufe der Projektlaufzeit traten zeitliche Verzögerungen bei der Inbetriebnahme der gepulsten Leistungsversorgung und COVID-19 bedingter Einschränkungen auf. Es wurde eine kostenneutrale Laufzeitverlängerung von 9 Monaten beantragt. Im weiteren Verlauf ergaben sich erneute zeitlich Verzögerungen, wodurch eine zweite kostenneutrale Verlängerung um weitere 3 Monate beantragt wurde. In AP5 war die Beschichtung und Erprobung realer Antriebsstrangkomponenten geplant. Im Verlauf des Projektes wurde festgestellt, dass die Beschichtungen eine Reibungsreduktion gegenüber dem unbeschichteten Kontakt erzielten, die für den industriellen Einsatz jedoch nicht ausreichte. Gemeinsam mit dem Projektpartner GKN-Driveline wurde vereinbart, dass die Durchführung der Bauteilversuche aufgrund der hohen Reibungskoeffizienten nicht zielführend ist. Der Fokus wurde daher auf die Durchführung der tribologischen Versuche mittels Schwingverschleißtribometer gelegt, die als Teil von **AP5** stattfanden.