

Schichtdicke und Verschleiß präzise bestimmen

Der Kalottenschliff ist ein weit verbreitetes, einfaches Prüfverfahren zur Bestimmung der Schichtdicke und der Verschleißfestigkeit von Beschichtungen und Werkstoffen. Die Prüfeinrichtung bietet eine relativ hohe Genauigkeit bei geringem Zeitaufwand.

Reinhold Bethke, Nadine Nöcker

Die Schichtdicken von wenigen Mikrometer dünnen Schichten können im Querschliff mit einem Lichtmikroskop nur sehr ungenau oder überhaupt nicht ausgemessen werden. Durch einen Schrägschliff wird eine sehr dünne Schicht um ein Vielfaches verbreitert und kann so mit einem Mikroskop vermessen werden.

Mit einem Kalottenschliff ist es möglich, die Schichtdicke auch dann zu bestimmen, wenn zerstörungsfreie Verfahren aufgrund der Materialeigenschaften keine Anwendung finden können. Diese Prüfmethode kann ebenfalls zur Bestimmung des Materialverschleißes von Beschichtungen oder Massivwerkstoffen eingesetzt werden. In der Norm DIN EN ISO26423 ist das Verfahren zur Schichtdickenbestimmung, in der Norm DIN EN 1071-6 die Methode zur Bestimmung der Verschleißfestigkeit beschrieben.

Bei dem Kalottenschleifverfahren liegt eine Stahlkugel gleichzeitig auf einer motorisch angetriebenen Welle und auf dem schräg gehaltenen Probenteil (Bild 1). In die zu prüfende Oberfläche wird mit der Kugel und etwas Schleifmittel eine Kalotte bis ins Grundmaterial eingeschliffen. Damit zwischen der Antriebswelle und der Kugel kein Schlupf entsteht, sind auf der Welle speziell angefertigte Antriebsringe aufgezogen. Über die Variation des Abstands s zwischen Welle und Probe und dem Anstellwinkel α kann die Schleifkraft für eine Stahlkugel mit einem Durchmesser von 30 mm in einem Bereich von circa 0,2 bis 0,8 N eingestellt werden. Es ist jedoch darauf zu achten, dass der Reibwert zwischen der Kugel und der Antriebseinheit umso größer werden muss, je kleiner der Anstellwinkel wird, damit ein einwandfreier Antrieb der Kugel erfolgt.

In der Praxis hat sich ein Winkel von 60° und ein Abstand von 15 mm bewährt. Aus dieser geometrischen Anordnung resultiert mit einer Stahlkugel (Durchmesser 30 mm) eine Normalkraft von circa 0,5 N. Die Drehgeschwindigkeit der Kugel lässt sich variabel einstellen. Am Fraunhofer-Institut für Schicht- und Oberflächentechnik IST hat sich eine Frequenz von 1 Hz etabliert.

Da der Messfleck sehr klein ist (Durchmesser < 2 mm), kann das Verfahren gezielt lokal angewendet werden. Die Methode lässt sich mit einer Kugel oder, wenn mehrere Kalottenschliffe gleichzeitig hergestellt werden sollen, mit bis zu drei Kugeln durchführen (Bild 2). Das erforderliche Schleifmittel (Suspension oder Paste) wird unmittelbar vor dem Versuch auf die Kugel aufgebracht.

Schichtdicke berechnen

Die Schichtdicke wird aus den Merkmalen der Kugel und der Kalotte abgeleitet. Eine Voraussetzung für das Verfahren ist der optische Kontrast zwischen den unterschiedlichen Werkstoffen, aus denen Schicht und Grundwerkstoff bestehen. Die Schichtdicke kann auf ebenen oder auf zylindrischen Proben bestimmt werden. Eine Probe kann bei folgender Beziehung als eben betrachtet werden:

$$rs > 100 \times rb \quad [1]$$

rs = Krümmungsradius der Probe;
 rb = Radius der Kugel

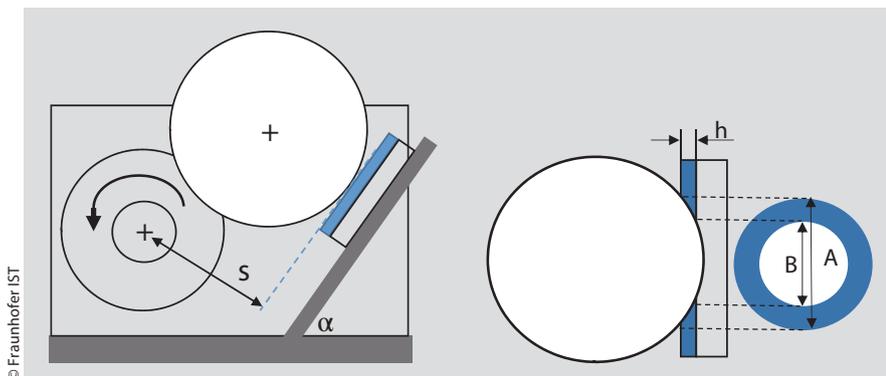
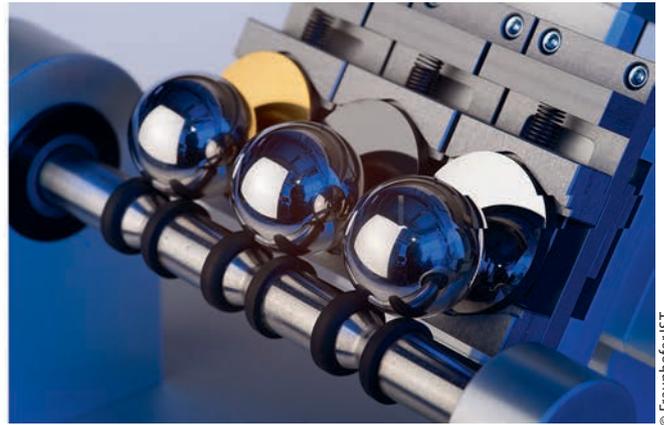


Bild 1 > Bei dem Kalottenschleifverfahren liegt eine Stahlkugel gleichzeitig auf einer motorisch angetriebenen Welle und auf dem schräg gehaltenen Probenteil.

Links: Seitenansicht, rechts: Draufsicht (h = Schichtdicke, A = äußerer Kraterdurchmesser, B = innerer Kraterdurchmesser, s = Abstand zwischen Welle und Probe, α = Anstellwinkel)



© Fraunhofer IST

Bild 2 > Kalottenschleifgerät mit einer Kugel (links) oder drei Kugeln (rechts).

Für die Berechnung der Schichtdicke können gemäß Norm DIN EN ISO26423 zwei Gleichungen verwendet werden. Da bei dünnen Schichten die Einschleiftiefe im Vergleich zum Kugelradius sehr gering ist, sind vereinfachte Formeln zur Schichtdickenbestimmung anwendbar. Der Rechenfehler zwischen der exakten und den vereinfachten Gleichungen ist kleiner als 0,3 % bei der Verwendung von üblichen Zahlenwerten für die Schichtdickenbestimmung [2].

Eine vereinfachte Formel zur Schichtdickenbestimmung lautet:

$$h = (A^2 - B^2) / 8r \quad (1)$$

h = Schichtdicke, r = Radius der Kugel, A = äußerer Kraterdurchmesser, B = innerer Kraterdurchmesser

Eine weitere Näherungsgleichung lautet:

$$h = x \times y / 2r \quad (2)$$

x und y siehe Bild 3

Beide Gleichungen sind für die Praxis geeignet, da die erforderlichen Messwerte aus dem Schliffbild (Bild 3) gut bestimmt werden können. Um den Einfluss der Messfehler auf die berechnete Schichtdicke beider Formeln qualitativ angeben zu können, wurde in der Norm eine Fehlerabschätzung durchgeführt. Danach ist die Varianz der berechneten Schichtdicke nach Gleichung (1) kleiner als bei Gleichung (2). Die Gleichungen können auch für die Schichtdickenbestimmung auf

konvex gekrümmten Bauteilen angewendet werden. Aufgrund der Geometrie ergibt sich hier eine Ellipse als Schliffbild, bei der die Kalottenmaße entlang der langen Achse zu bestimmen sind (Bild 4). Bevor die Maße für eine Schichtdickenberechnung abgenommen werden, sollte bei flachen Substraten überprüft werden, ob die Kalotte tatsächlich kreisförmig ist. Dafür ist der Kalottendurchmesser in zwei zueinander senkrechten Richtungen zu bestimmen. Unterscheiden sich die beiden Strecken um mehr als 10 % sollte diese Kalotte nicht für eine Schichtdickenbestimmung herangezogen werden, da der Fehler in der berechneten Schichtdicke größer als 10 % sein wird [1].

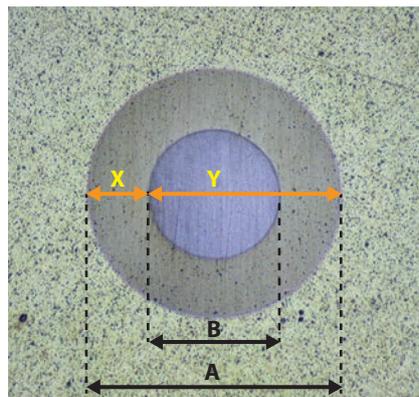
Optimierte Schliffherstellung

In den Arbeiten von Ch. Friedrich et al [2] wird eine optimierte Schliffherstellung

beschrieben, die einen möglichst kleinen Fehler für die Schichtdickenberechnung beinhaltet. Entscheidend für eine genaue Schichtdickenbestimmung ist das Verhältnis der Strecken x zu y . Bei optimierten Bedingungen beträgt der relative Fehler einer Schichtdickenmessung mit dem Kalottenschleifverfahren nur wenige Prozent. Ein Fehler von $> 5 \%$ liegt vor, wenn das Strecken-Verhältnis $x/y < 0,25$ beträgt (Bild 5) und die Einschleiftiefe somit zu groß gewählt wurde. Für eine genaue Schichtdickenbestimmung kommt daher der Einschleiftiefe T eine wichtige Rolle zu, die nicht viel größer als die Schichtdicke h sein sollte (Bild 5). Sie errechnet sich aus:

$$T = D/2 - 0,5 \cdot \sqrt{D^2 - (x + y)^2} \quad (3)$$

T = Einschleiftiefe; D = Kugeldurchmesser, x und y siehe Bild 3



© Fraunhofer IST

Bild 3 > Maße des Kalottenschliffs



© Fraunhofer IST

Bild 4 > Kalottenschliff auf einem Zylinder (Ø 20 mm)

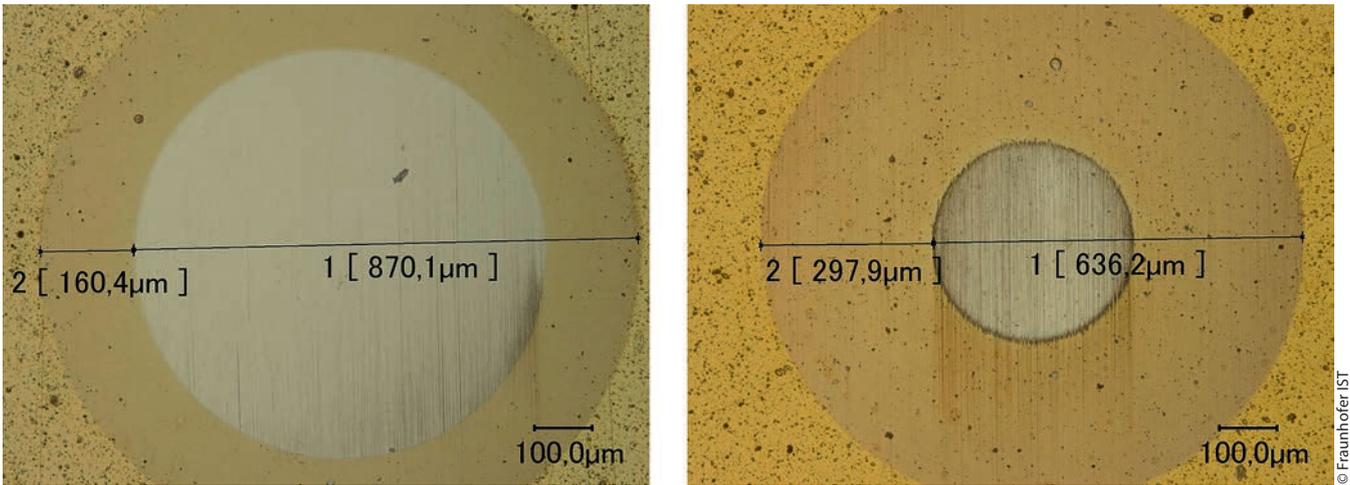


Bild 5 > Vergleichende Schlibfbilder: weniger guter Kalottenschliff (links) und guter Kalottenschliff (rechts).

Die Einschlifftiefe kann während eines Kalottenschliffes von Zeit zu Zeit bei noch eingespannter Probe anhand des Kalottendurchmessers abgeschätzt werden (Bild 6). Durch ein Beenden oder Fortsetzen des Schleifvorgangs lässt sich eine geeignete Einschlifftiefe einstellen. Oftmals wird, gerade bei Hartstoffschichten, zusätzlich zur Funktionsschicht noch eine sehr dünne Haftschiicht aufgetragen. Die Schichtdicken dieser Haftschiichten betragen meistens nur einige zehntel Mikrometer. Selbst im REM lassen sich die Schichtdicken anhand eines Querschliffes nur schwer oder überhaupt nicht messen. Damit diese dünnen Schichten im Kalottenschliff sichtbar werden und die Schichtdicke bestimmt wer-

den kann, muss der Streckenabschnitt X möglichst lang sein (Bild 7). Auch bei Multilagenschichtsystemen muss die Einschlifftiefe sehr genau angepasst sein, damit die Schichtdicken der einzelnen Schichten so präzise wie möglich bestimmt werden können (Bild 8).

Messgenauigkeit abhängig von der Oberflächengüte

Für eine verlässliche Schichtdickenangabe ist eine ausreichende Statistik erforderlich, welche die Messunsicherheit beschreibt. In einem Schliff sollten mehrere Messungen durchgeführt werden, um die Wiederholpräzision zu ermitteln. Die Genauigkeit der Messungen hängt letztendlich von

der Güte des Schlibfbildes ab, das heißt, der Schliff muss riefenfrei sein und einen scharfen Kalottenrand aufweisen, um die Maße sauber bestimmen zu können. Zudem wird die Schichtdickenbestimmung von der Oberflächenrauheit beeinflusst. Die genaue Bestimmung einer dünnen Schicht erfordert eine geringere Rauheit als die einer sehr dicken Beschichtung. Die Erfahrung zeigt, dass die Schichtdicke um den Faktor 5 oder mehr größer sein sollte als der Rz-Wert. Bei der Schichtdickenbestimmung auf Bauteilen, die eine sichtbare Bearbeitungsrichtung zeigen, ist eine genaue Schichtdickenmessung sehr schwierig. Hier stellt sich oft die Frage, ob es günstiger ist, den Kalottenschliff senkrecht oder parallel

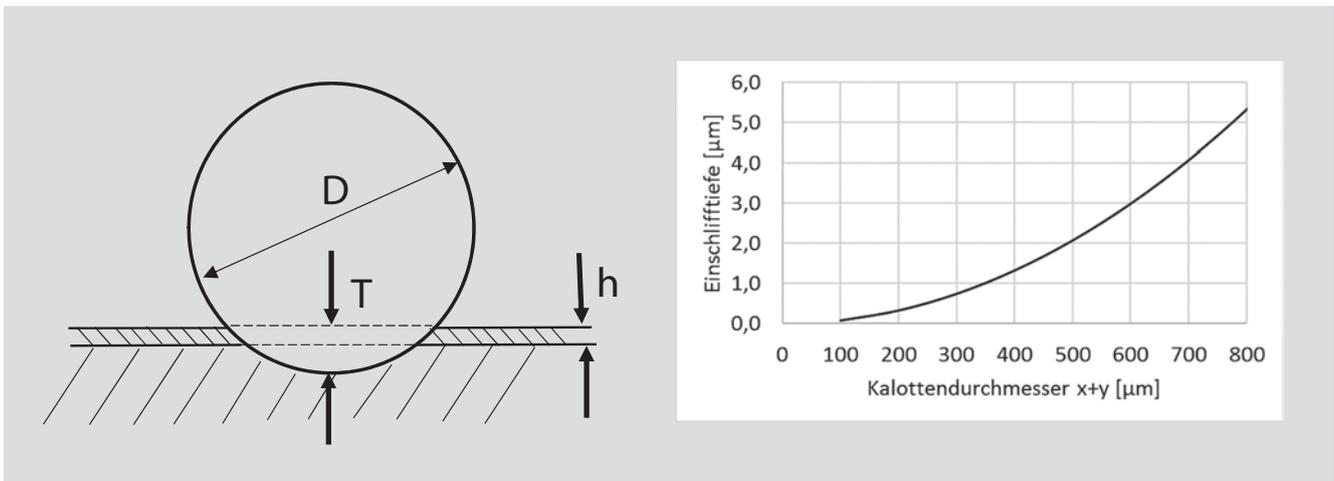
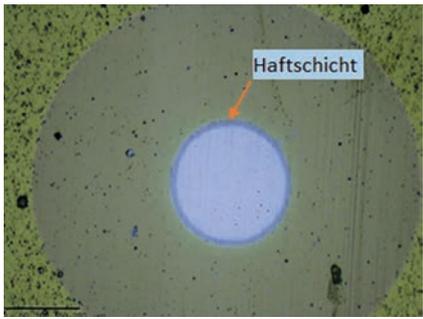


Bild 6 > Die Einschlifftiefe T kann während eines Kalottenschliffes anhand des Kalottendurchmessers abgeschätzt werden und sollte nicht viel größer als die Schichtdicke h sein (D = Kugeldurchmesser).



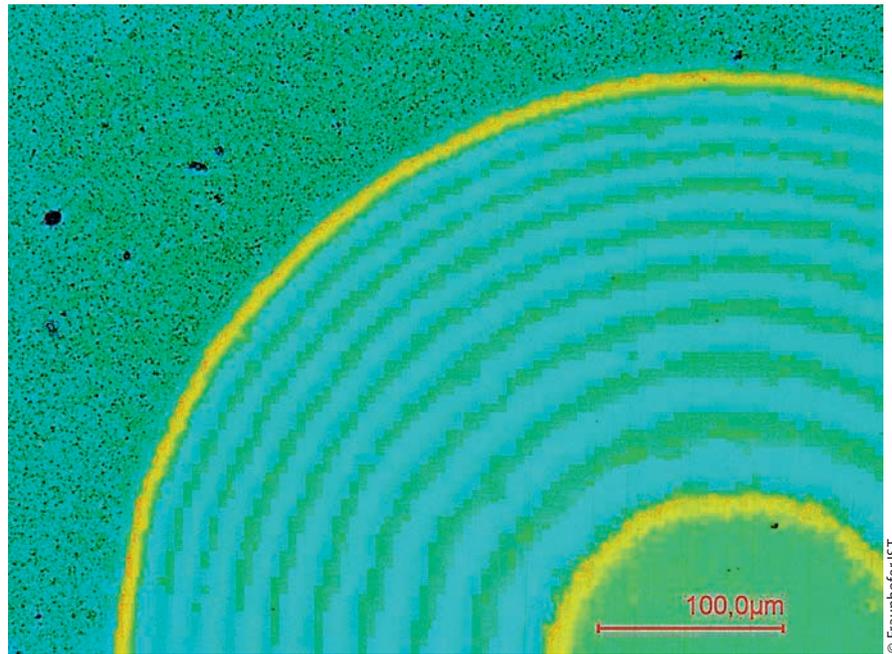
© Fraunhofer IST

Bild 7 > TiN-Schicht mit einer Schichtdicke von $5,8 \mu\text{m} \pm 0,1 \mu\text{m}$, die Haftschicht hat eine Schichtdicke von circa $0,1 \mu\text{m}$ und der Kalottenschliff eine Tiefe von $6,4 \mu\text{m}$. Das Verhältnis von x zu y beträgt 0,49.

zu den Bearbeitungsspuren herzustellen. Auch anhand vergleichender Schliffbilder lässt sich nicht eindeutig erkennen, ob die Schleifrichtung einen wesentlichen Einfluss auf die Auswertbarkeit, also auf das Vermessen der erforderlichen Größen, hat (Bild 9). Daher ist es eher Geschmackssache, welche Schliffpräparation vorgenommen wird.

Schleifmittel als bestimmender Faktor für das Schliffbild

Ein unscharfer Kalottenrand beziehungsweise ein schlechter Kontrast zwischen den unterschiedlichen Werkstoffen entsteht auch auf sehr glatten Proben, wenn das Schleifmittel für das Schichtsystem



© Fraunhofer IST

Bild 8 > Multilagen-Schichtsysteme mit einer Gesamtschichtdicke von $3,3 \mu\text{m}$, die Schichtdicken der Einzelschichten liegen zwischen $0,3$ und $0,5 \mu\text{m}$. Das Verhältnis von x zu y beträgt 0,56.

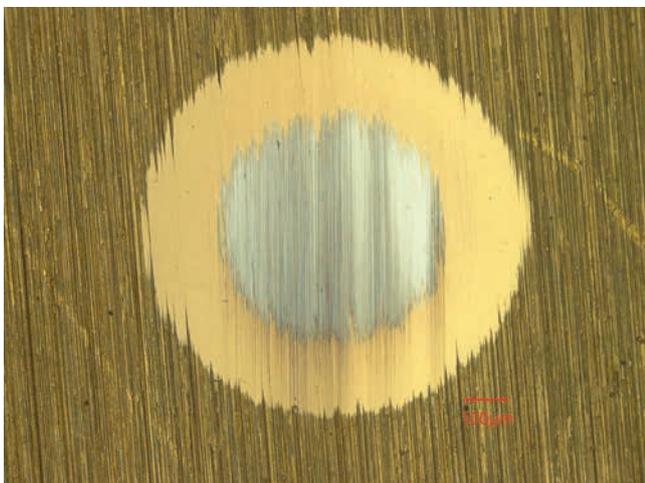
ungeeignet ist. Aufgrund der sehr unterschiedlichen mechanischen Eigenschaften der Beschichtungen, wie beispielsweise der Schichtdicke, Härte und E-Modul, müssen geeignete und auf das Schichtsystem angepasste Schleifsuspensionen verwendet werden, um ein gutes Schliffbild herzustellen.

Das Schleifmittel, bestehend aus den Abrasivkörnern einer bestimmten Größe, Form sowie Konzentration und dem Trä-

germedium (Flüssigkeit oder Paste), hat einen großen Einfluss auf den Schleifprozess und letztendlich auf das resultierende Schliffbild. Der Verschleißvorgang wird weiterhin von der Schleifkraft und von der Drehzahl der Kugel beeinflusst.

Zwei mögliche Verschleißarten

Der eigentliche Schleifprozess und damit die Kinematik des Schleifkorns ist ein



© Fraunhofer IST

Bild 9 > Kalottenschliffe in paralleler Schleifrichtung (links) und senkrecht zu den Bearbeitungsspuren (rechts). Der Rz-Wert beträgt $2,5 \mu\text{m}$ (gemessen senkrecht zu den Riefen), die Schichtdicke circa $5,0 \pm 0,3 \mu\text{m}$.

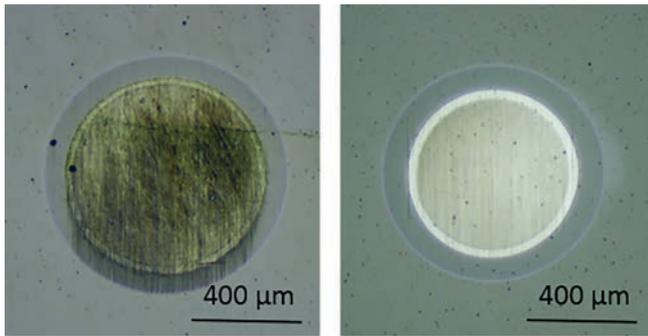


Bild 10 > Die Diamantpaste mit einer Körnung von 0,25 µm (rechts) zeigt im Vergleich zur Diamantpaste mit einer Korngröße von 1 µm (links) ein sehr gutes Schlibbild, an dem die Kalottenmaße gut zu bestimmen sind.

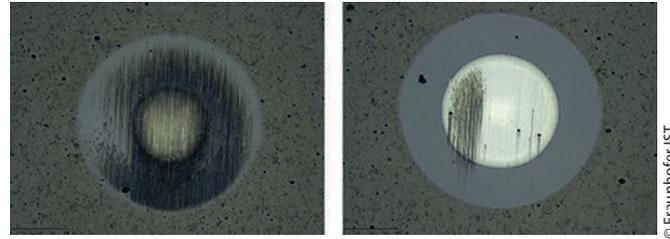


Bild 11 > Obwohl die Diamantpasten zweier Hersteller laut Herstellerangaben beide eine Korngröße von 1 µm haben, ergeben sich sehr unterschiedlich Schlibbilder.

sehr komplexer Vorgang, der von den oben erwähnten Faktoren abhängig ist. Dabei unterscheidet man im Wesentlichen zwischen zwei Verschleißarten, dem „grooving wear“ und dem „rolling wear“. Beim „grooving wear“ kratzen die Abrasivpartikel feine Riefen in die Krateroberfläche, während sie beim „rolling wear“ eine rollende Bewegung ausführen und dadurch ein glatteres Schlibbild ergeben. Inwieweit sich einer dieser beiden Verschleißarten einstellt ist abhängig von den gewählten Prüfparametern, der Schleif-suspension und den sich ergebenden Reibungseigenschaften in der Schleifzone. Den Einfluss des Schleifmittels zeigen beispielsweise die Schlibbilder einer DLC-Beschichtung (Diamond Like Carbon), die mit Diamantpasten desselben Herstellers, aber mit unterschiedlichen Korngrößen hergestellt wurden: Beide Schlibbilder weisen deutliche Unterschiede auf

(Bild 10). Auch Diamantpasten von verschiedenen Herstellern aber mit einheitlicher Korngröße können zum Beispiel bei einer CrN-Beschichtung sehr unterschiedliche Schlibbilder ergeben (Bild 11). Vermutlich nimmt hier das Trägermedium großen Einfluss auf den Schleifprozess. Zudem kann auch die Morphologie der Diamantpartikel trotz gleicher Korngröße sehr unterschiedlich ausfallen (eckig oder rund), was zu den unterschiedlichen Schlibbildern führen kann. Welches Schleifmittel für welche Beschichtung geeignet ist, lässt sich nur schwer vorhersagen und ist ein empirisches Ergebnis. Liegt ein guter Schliff mit eindeutigen Kontrasten vor, kann die Schichtdicke automatisiert mittels einer Bilderverarbeitung auf ebenen wie auch auf zylindrischen Proben bestimmt werden [3]. Mit dieser Software lassen sich auch die Schichtdicken von Multilagern bestimmen. Ein Kalottenschliff kann zudem qualitative Information über die vorliegende Schichthaftung enthalten. Zeigt die Beschichtung im Interfacebereich Schichtabplatzungen, liegt in der Regel eine nicht ausreichende Schichthaftung vor (Bild 12).

Verschleißfestigkeit ohne Perforation der Schicht bestimmen

Für die Bestimmung der Verschleißfestigkeit von Beschichtungen gibt es zwei unterschiedliche Methoden. Diese beiden Methoden sind in der Norm DIN EN 1071-6:2008-01 beschrieben und werden als „Perforation der Schicht“ und „Ohne Perforation der Schicht“ bezeichnet. Bei dem

ersten Verfahren wird, vergleichbar mit der Schichtdickenbestimmung, eine Kalotte eingeschliffen, wobei die Einschlibftiefe größer ist als die Schichtdicke. Bei der zweiten Methode ist die Einschlibftiefe stets kleiner als die Schichtdicke, womit nur die Beschichtung dem Verschleißprozess unterworfen wird. Dadurch kann das Schichtsubstrat hier keinen Einfluss auf den Schleifprozess und das Messergebnis nehmen, weswegen diese Methode als zuverlässiger betrachtet wird. Im Weiteren wird deshalb nur auf diese Methode eingegangen. Für die Berechnung des Verschleißkoeffizienten ist es erforderlich, das Verschleißvolumen, die Normalkraft (Auflagenkraft der Kugel auf die Probe) und den Schleifweg (Anzahl der Kugelumdrehungen) zu ermitteln. Eine Kalotte zur Bestimmung der Verschleißkoeffizienten ist in Bild 13 gezeigt. Die Einschlibftiefe ist hier kleiner als die Schichtdicke ($h = 5,8 \mu\text{m}$). Für die Berechnung des Verschleißvolumens auf ebenen Proben wird entweder der Kalottendurchmesser b bestimmt oder es wird mit einem Profilometer die Kalottentiefe h ermittelt. Das Verschleißvolumen errechnet sich aus:

$$V = \pi \frac{b^4}{(64 R)} \quad (4)$$

oder mit der Kalottentiefe:

$$V = \frac{\pi h T^2}{3(3R-T)} \quad (5)$$

b = Kalottendurchmesser; T = Kalottentiefe; R = Radius der Kugel

Der Verschleißkoeffizient V_k bezieht das Verschleißvolumen V auf die Normalkraft

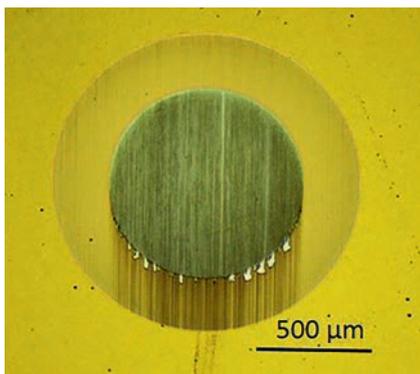


Bild 12 > Beschichtung mit mangelnder Schichthaftung

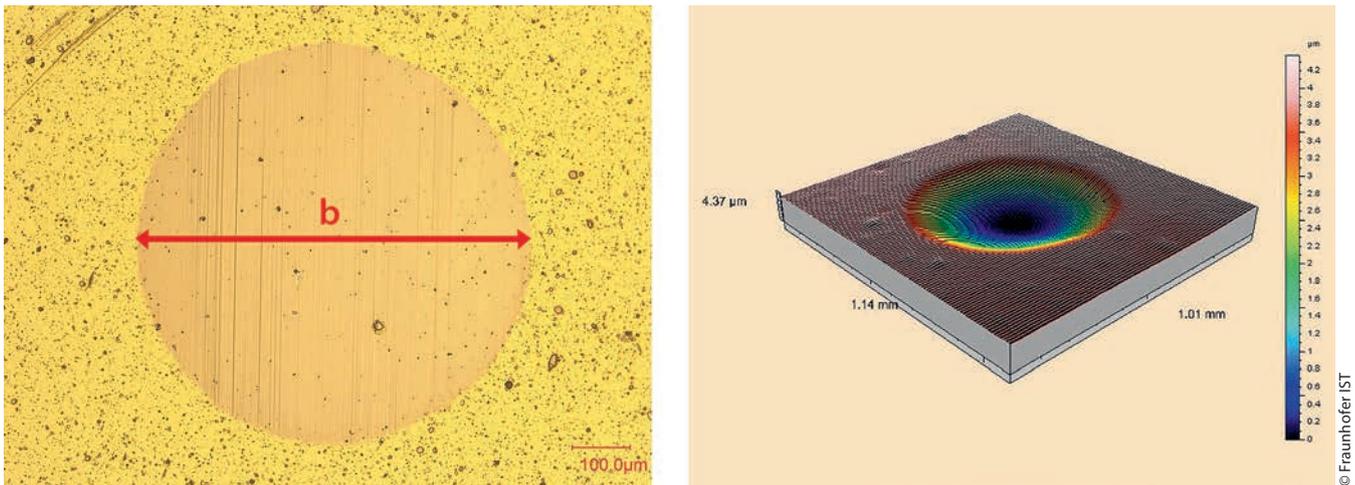


Bild 13 > TiN-Kalotte zur Verschleißmessung als Draufsicht (links) und 3D-Ansicht (rechts). (b = Kalottendurchmesser)

F und den Schleifweg S. S ergibt sich aus dem Produkt von Kugelumfang und der Anzahl der Kugelumdrehungen:

$$V_k = \frac{V}{(S \cdot F)} \quad (6)$$

Die Auswertung der Kalotten, das heißt die Messungen des Kalottendurchmessers oder der Tiefe, muss sehr sorgfältig vorgenommen werden, da die Tiefe mit dem Quadrat der Kalottendurchmesser mit der vierten Potenz in die Volumenberechnung eingeht. Innerhalb einer Messreihe von zum Beispiel fünf Verschleißmessungen sollte die Standardabweichung des V_k kleiner als 10 % sein.

Vergleichende Untersuchungen erfordern gleiche Prüfparameter

Wichtig zu erwähnen ist, dass sich der ermittelte Verschleißkoeffizient stets auf das verwendete Schleifmittel bezieht. Vergleichende Untersuchungen bezüglich der Verschleißfestigkeit von Beschichtungen oder Werkstoffen sind nur möglich, wenn die Prüfparameter einheitlich sind und immer das gleiche Schleifmittel verwendet wird. Auch sollte die zugeführte Menge für jede Messung konstant sein. Am Fraunhofer IST wird das Schleifmittel über eine Pipette zugeführt und dosiert. Zusätzlich sollten wie bei allen tribologischen Versuchen die klimatischen Bedingungen nahezu konstant sein, um eine Vergleichbarkeit der Ergebnisse sicherzu-

stellen. Wie schon bei der Schichtdickenbestimmung erwähnt, hat auch die Oberflächenrauheit einen Einfluss auf das Ergebnis. Bei Verschleißmessungen sollte die Kalottentiefe deutlich größer sein als der Rz-Wert (mindestens Faktor 5).

Unter Berücksichtigung dieser Vorgaben können Schichten oder Werkstoffe auf ihre Verschleißfestigkeit geprüft und mit einander verglichen werden. Auch kann die technische Entwicklung hin zu sehr verschleißfesten Oberflächen mit diesem Verfahren unterstützt werden. Am Fraunhofer IST wurde beispielsweise der Einfluss des Metall-Gehalts auf die Verschleißfestigkeit von Wolfram- und Titanhaltigen Kohlenstoff-Schichten untersucht. Die Untersuchungen zeigen, dass das Optimum der Verschleißfestigkeit für verschiedene Metalle unterschiedliche Metallgehalte erfordert [4].

Fazit

Besonders interessant ist das hier vorgestellte Verfahren unter dem Aspekt eines geringen Investitionsbedarfs. Die Prüfeinrichtung bietet eine relativ hohe Genauigkeit bei kurzer Zeitdauer für die Messungen. Für einen schnellen und präzisen Check der Schichtdicken oder der Verschleißfestigkeiten von mehr als einer Beschichtung oder einem Werkstoff ist der Drei-Kugel-Tester, wie die Erfahrungen am Fraunhofer IST und die Ausführungen oben zeigen, sehr gut geeignet. //

Literaturhinweise

- [1] Norm DIN EN ISO26423, Bestimmung der Schichtdicke mit dem Kalottenschleifverfahren
- [2] Christoph Friedrich, Günter Berg, Erhard Broszeit, Schichtdicke ermitteln, Material Prüfung 38 (1993) 3 und 4
- [3] T. Hiebert, Schichtdicken schnell und exakt erfassen, JOT 4.2014, (115-117)
- [4] K. Bewilogua et al, Effect of target material on deposition and properties of metal-containing DLC _Me-DLC/ coatings, Surface and Coatings Technology 127 _2000. 224-232

Autoren

Reinhold Bethke, Nadine Nöcker
 Analytik und Qualitätssicherung
 Fraunhofer-Institut für Schicht- und
 Oberflächentechnik IST
 Braunschweig
 reinhold.bethke@ist.fraunhofer.de
 nadine.noecker@ist.fraunhofer.de