



UNIVERSITY
OF APPLIED SCIENCES
UPPER AUSTRIA

MASTERSTUDIENGANG

EntwicklungsingenieurIn für Metall- und Kunststofftechnik

**Charakterisierung elektrolytisch
oxidiertes, chemisch vernickelter und
DLC beschichteter Oberflächen auf der
Aluminiumlegierung 5083**

ALS MASTERARBEIT EINGEREICHT

zur Erlangung des akademischen Grades

Diplom-Ingenieur für technisch-wissenschaftliche Berufe (Dipl.-Ing.)

von

Tobias Männer

September 2021

Betreuung der Arbeit durch

FH-Prof. Dipl.-Ing. Dr.tech. Daniel Heim

VORWORT/DANKSAGUNG

Im Zuge meines Masterstudiums und der Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter an der Fachhochschule Wels ist diese Diplomarbeit in Form meiner Abschlussarbeit entstanden.

Die Idee für mein Thema stammt aus dem Forschungsprojekt Next Mould. Die FH Wels ist in diesem Projekt mit einem Teil des Forschungsteams von FH-Prof. Dipl.-Ing. Dr.tech. Daniel Heim beteiligt. Auch ich war Teil dieses Teams und in diesem Rahmen konnte ich einen Großteil meiner Recherche durchführen und vorbereiten. Durch die großen Datenmengen sind in dieser Masterarbeit nur ausgewählte Auszüge der Forschungsarbeit angeführt.

Ich möchte meinen Begleitern, vor allem meinem Betreuer Daniel Heim, für ihre gute Anleitung und Unterstützung während des Prozesses bedanken. Stets stieß ich mit meinen Fragen auf ein offenes Ohr und erhielt eine durchdachte und qualifizierte Antwort. Auch bei MSc BSc Stefan Augl möchte ich mich ganz herzlich bedanken. Durch seine Hilfe habe ich den Umgang mit allen angewandten Messgeräten und das spätere Aufbereiten der Messdaten gelernt. Er gab mir wertvollen Input für die methodische Vorgehensweise, die das Niveau meiner Arbeit mit Sicherheit stark verbesserte.

Außerdem möchte ich mich auch herzlich bei meiner Familie bedanken. Es ist nicht selbstverständlich, dass man ein Studium in Angriff nehmen kann. Nur durch die unermüdliche, finanzielle als auch mentale Unterstützung meiner Eltern war ich in der Lage so weit zu kommen. Auch bei meiner Partnerin Laura Pfeiffer möchte ich mich nicht nur für die moralische und mentale Unterstützung bedanken, sondern auch für das Korrekturlesen meiner Arbeit.

Ich wünsche Ihnen viel Freude beim Lesen dieser Masterarbeit.

Tobias Männer

Weyregg am Attersee, 10.08.2021

EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG

Ich erkläre eidesstattlich, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig und ohne fremde Hilfe verfasst, andere als die angegebenen Quellen nicht benutzt und die den benutzten Quellen entnommenen Stellen als solche kenntlich gemacht habe.

Die Arbeit wurde bisher in gleicher oder ähnlicher Form keiner anderen Prüfungsbehörde vorgelegt und auch nicht veröffentlicht.

Die vorliegende Arbeit ist mit dem elektronisch übermittelten Textdokument identisch.

.....

Tobias Männer

Weyregg am Attersee, September 2021

KURZFASSUNG

Im Rahmen eines Projekts sollen Spritzgussformen mittels WAAM erzeugt werden. Dabei wird die Legierung AW-5083 verwendet. Um die Verschleißbeständigkeit und die Polierbarkeit der Formen zu gewährleisten, werden im Rahmen der Arbeit drei Oberflächenmodifikationen untersucht. Darunter die Oberflächenbehandlung des elektrolytischen Oxidierens und zweier Beschichtungsarten. Die Beschichtungen sind das chemische Vernickeln und das Abscheiden einer diamantähnlichen Kohlenstoffschicht mittels plasmagestützter Gasphasenabscheidung. Die wesentlichen Fragestellungen in der Arbeit sind: Wie genau können Schichtdicken eingestellt werden? Können diese homogen auf komplexen Geometrien abgeschieden werden und können sie poliert werden?

Die beschichteten Proben werden quer getrennt, eingebettet und poliert. So kann die Homogenität und die Schichtdicke im Lichtmikroskop geprüft werden. Diese wird außerdem im Rasterelektronenmikroskop (REM) überprüft, wo auch die Topografie der Deckschichten untersucht wird. Mithilfe eines Tastschnittgeräts wird die Oberflächenrauheit, nach dem Beschichten sowie nach einem Polierprozess erfasst. Es werden energiedispersive röntgenspektroskopische Messungen durchgeführt, um die chemische Zusammensetzung der Schichten zu analysieren. Die Haftung der Schicht wird durch einen Scratchtest geprüft. Die freie Oberflächenenergie der Schichten wird durch die Messung des Kontaktwinkels berechnet und der Versuch im Tribometer gibt Aufschluss über das Verschleißverhalten der Schichten.

Die Chemisch-Nickelschichten heben sich besonders durch ihr plastisches Verhalten im Scratchtest und einer besonders niedrigen Oberflächenenergie von 26,22 mN/m hervor. Die Härten liegen bei 600 HV und beim Polieren erreichen die Schichten am schnellsten die niedrigsten Rauheitswerte. Die DLC Schichten zeigen die höchsten Härten bei 1000 HV jedoch weisen sie sprödes Verhalten auf. Schwierig ist die Abscheidung auf scharfen Kanten und verunreinigten Flächen. Die elektrolytisch oxidierten Schichten lassen sich einfach erzeugen und erreichen Härten von 340 HV. Sie zeigen gute tribologische Eigenschaften jedoch ändern sich die Rauheitswerte beim Polieren nur langsam.

ABSTRACT

As part of a project, injection molds are to be produced using WAAM. The alloy AW-5083 is used for this purpose. To ensure the wear resistance and polishability of the molds, three surface modifications will be investigated as part of the work. Among them are the surface treatment of electrolytic oxidation and two types of coating. The coatings are electroless nickel plating and the deposition of a diamond-like carbon layer by plasma-enhanced vapor deposition. The main questions in the work are: How accurately can coating thicknesses be adjusted? Can they be deposited homogeneously on complex geometries and can they be polished?

The coated samples are transversely separated, embedded and polished. In this way, the homogeneity and the coating thickness can be checked in the optical microscope. This is also checked in the scanning electron microscope (SEM), where the topography of the surface layers is also examined. With the aid of a stylus instrument, the surface roughness is recorded, after coating as well as after a polishing process. Energy dispersive X-ray spectroscopic measurements are performed to analyze the chemical composition of the coatings. The adhesion of the coating is tested by a scratch test. The surface free energy of the coatings is calculated by measuring the contact angle, and the test in the tribometer provides information on the wear behavior of the coatings.

The electroless nickel coatings stand out in particular for their plastic behavior in the scratch test and a particularly low surface free energy of 26.22 mN/m. The hardnesses are around 600 HV and during polishing the coatings achieve the lowest roughness values most quickly. The DLC coatings show the highest hardness at 1000 HV, however, they exhibit brittle behavior. Deposition on sharp edges and contaminated surfaces is difficult. The electrolytically oxidized coatings are easy to produce and reach hardnesses of 340 HV. They show good tribological properties, but the roughness values change only slowly during polishing.

INHALTSVERZEICHNIS

1	Einleitung.....	1
2	Theoretische Grundlagen	4
2.1	Elektrolytisch Oxidieren (Eloxieren)	4
2.2	Chemisch-Nickel Abscheidung	5
2.3	Diamond-Like-Carbon-Beschichten (DLC).....	6
2.4	Methoden zur Charakterisierung	7
2.4.1	Härtemessverfahren	7
2.4.2	Härtemessverfahren – Nanoindenter	7
2.4.3	Härtemessverfahren – Kleinlast.....	8
2.4.4	Lichtmikroskopie	9
2.4.5	Rasterelektronenmikroskopie	11
2.4.6	Scratchtest	14
2.4.7	Kontaktwinkelmessung.....	16
2.4.8	Rauheitsmessung	17
2.4.9	Tribometer	19
3	Methodik.....	21
3.1	verwendete Messverfahren und Motivation	21
3.2	Probenmatrix & Geometrie	23
4	Charakterisierung und Diskussion der Beschichtungen	25
4.1	Visuelle Charakterisierung	25
4.1.1	Elektrolytisch Oxidieren	25
4.1.2	Chemisch-Nickel	26
4.1.3	Diamond-Like-Carbon	26
4.2	Schichtdicke – Lichtmikroskop	28
4.2.1	Schichtdicke – elektrolytisch oxidierte Oberfläche	28
4.2.2	Schichtdicke – Chemisch-Nickelschicht	30
4.2.3	Schichtdicke – Diamond-Like-Carbon-Schicht.....	31
4.2.4	Schichtdicke – Gegenüberstellung aller Schichten.....	33
4.3	Härte – Nanoindenter	34
4.4	Härte – Kleinlast.....	35
4.5	Topografie – Rasterelektronenmikroskopie und Tastschnittmessung.....	37

4.5.1	Topografie – elektrolytisch oxidierte Oberfläche	37
4.5.2	Topografie – Chemisch-Nickelschicht	38
4.5.3	Topografie – Diamond-Like-Carbon-Schicht.....	39
4.6	Topografie – Tastschnittmessung – Polierbarkeit	40
4.7	chem. Zusammensetzung – Energiedispersive Röntgenspektroskopie ...	43
4.7.1	chem. Zusammensetzung – elektrolytisch oxidierte Oberfläche .	43
4.7.2	chem. Zusammensetzung – Diamond-Like-Carbon-Schicht.....	45
4.7.3	chem. Zusammensetzung – Chemisch-Nickelschicht	46
4.8	Schichthaftung – Scratchtest	46
4.9	freie Oberflächenenergie – Kontaktwinkelmessung	53
4.10	Reibwert – Tribometer	54
4.10.1	Reibwert – trockener Versuch	54
4.10.2	Reibwert – geschmierter Versuch.....	57
5	Zusammenfassung	59
6	Verzeichnisse	66
6.1	Abbildungsverzeichnis	66
6.2	Tabellenverzeichnis	68
7	Literaturverzeichnis	69

1 EINLEITUNG

In der heutigen Zeit werden sehr viele Kunststoffteile in verschiedensten technischen Anwendungen benötigt. Darunter Zahnräder für Stellmotoren, Starkstromsteckdosen, Gehäuse für verschiedenste Baugruppen und vieles mehr [1].

Um der hohen Nachfrage an solchen Teilen gerecht zu werden, kommen Produktionstechnologien in Frage, die eine sehr hohe Produktivität und Wirtschaftlichkeit haben. Das Spritzgießen ist ein Verfahren, das diese Eigenschaften erfüllt und durch seine hohe Leistungsfähigkeit überzeugt. Markante Kennwerte sind niedrige Zykluszeiten und eine hohe Anzahl an simultan hergestellten Teilen. So können eine Vielzahl von artgleichen Teilen hergestellt werden, die maßgenau und von höchster Oberflächenqualität sind. Da dieses Verfahren viele Vorteile hat, wird es für knapp 30% aller global hergestellten Kunststoffteile eingesetzt [1].

Eine Spritzgussmaschine erfordert jedoch ein hohes Investment das bis mehrere hunderttausend Euro reicht [2]. Zusätzlich ist dazu noch die eigentliche Spritzgussform zu addieren, die den konkreten Bauteil abbildet. Auch diese kann unter Umständen sehr teuer sein, wenn sie mehrteilig ist oder spezifische Schieber benötigt. Da jedes Bauteil anders ist, variieren die Kosten der gesamten Maschine und des jeweiligen Werkzeuges.

Diese hohen Investmentkosten bewirken, dass die Maschine lange wirtschaftlich arbeiten muss, um einen positiven Erfolg für das Unternehmen erzielen zu können. Die Standzeit einer Spritzgussform hat aus diesem Grund einen besonderen Stellenwert und sollte möglichst lange sein.

Eine lange Betriebszeit bedeutet zu gleich ein hohes Potential an Optimierung, da kleine Verbesserungen langfristig eine signifikante Wirkung haben und so einen großen Wettbewerbsvorteil bewirken können. Die Zykluszeit ist ein Kennwert, der in diesem Fall von großer Bedeutung ist. Typischerweise liegt diese Zeit zwischen 10 und 30 Sekunden was auf einen Arbeitstag hochgerechnet mehrere tausend Zyklen ergibt. Eine Einsparung von wenigen Sekunden kann daher in einem großen Unterschied in hergestellten Fertigteilen resultieren.

Um die Zykluszeit zu reduzieren, muss die Einspritzzeit oder die Kühlzeit verringert werden. Da die Einspritzzeit in den meisten Fällen bereits optimiert ist, kann nur an der Kühlzeit gearbeitet werden.

Aktuell werden die Spritzgussformen aus Werkzeugstahl hergestellt. Diese Stähle besitzen eine Wärmeleitfähigkeit von circa 25 Watt pro Meter Kelvin und eine Härte von circa 560 HV [3]. Aluminium hingegen hat eine viel höhere Wärmeleitfähigkeit von 200 W/m*K aber auch eine niedrigere Härte von circa 60 HV. Da die niedrige Härte nicht die benötigte Widerstandsfähigkeit gegen Verschleiß bieten kann, wird auf eine Aluminiumlegierung ausgewichen. Die Legierung AW-5083 bietet dabei eine etwas höhere Härte von ca. 110 HV und gegenüber dem Stahl noch immer eine höhere Wärmeleitfähigkeit von circa 110 W/m*K [4].

Es existieren zwar um ein vielfaches härtere Legierungen, jedoch zeigen diese keine gute Schweißbarkeit. Diese ist relevant da die Werkzeugformen additiv gefertigt werden sollen. Dabei wird der Prozess des additiven Auftragschweißens angewandt, englisch "wire arc additive manufacturing", kurz WAAM. Die genannte Legierung, AW 5083, erfüllt die Anforderungen und ist somit die Metallmischung der Wahl.

Die additive Fertigung ist ein Verfahren, das es erlaubt die Werkzeugformen in Schichten aufzubauen. Es wird nacheinander "Layer per Layer" die Form aufgeschweißt. Dadurch ist es möglich Kühlkanäle zu erzeugen die konventionell mit Bohrungen nicht gefertigt werden können. Die Kanäle können dabei besonders nahe an die Kontur der Formflächen gebracht werden und auch in Spiral- oder Kurvenform.

Die Kombination der Maßnahmen aus vierfach höherer Wärmeleitfähigkeit und dem Einbau von konturnahen Kühlkanälen soll die Kühlzeit und somit auch die Zykluszeit signifikant reduzieren.

Die Schwachstelle des Systems ist jedoch die Oberflächenhärte der Aluminiumlegierung. Durch hohe Einspritzdrücke und das Verwenden von abrasiven Füllstoffen wird der Werkstoff sehr stark beansprucht. Es ist daher eine Oberflächenmodifikation zu finden die einen positiven Effekt auf die Verschleißbeständigkeit der Oberfläche hat.

Außerdem bewirkt die geringe Härte, dass die Oberfläche sehr schlecht poliert werden kann. Durch eine zu hohe Polierkraft wird die Fließgrenze des Werkstoffes, in der Randzone, überschritten und die Oberfläche ungleichmäßig abgetragen. Auch in diesem Fall bewirkt eine Steigerung der Härte einen positiven Effekt auf die Polierbarkeit.

Um diese Probleme zu lösen, soll die Werkzeugform beschichtet werden. Dieser neuartige Ansatz verbindet die Vorteile der konturnahen Kühlung, mit dem Verwenden eines geeigneteren Werkstoffes und der Applikation einer verschleißfesten Schicht.

Da Aluminium und Aluminiumlegierungen eine natürliche Oxidschicht besitzen, ist das elektrolytische Oxidieren und somit Verdicken dieser Schicht der naheliegendste Lösungsansatz. Diese Oberflächenbehandlung kann gute Härtewerte bei höheren Schichtdicken erreichen.

Auch andere Schichtsysteme wie eine Diamond-Like-Carbon-Schicht, kurz DLC, und die Chemisch-Nickelschicht erzielen hohe Härtewerte und können in zielgenauer Schichtdicke abgeschieden werden.

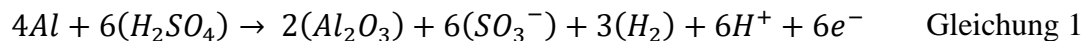
Im Zuge dieser Arbeit werden die Oberflächenbehandlung des Elektrolytisch-Oxidierens und die zwei Schichtsysteme der DLC und der Chemisch-Nickelschicht untersucht. Die Forschungsfrage richtet sich dabei in Richtung der Charakterisierung der Eigenschaften der Schichtsysteme. Durch ausgewählte Verfahren und Methoden sollen Schlüsseigenschaften wie, Härte, Verschleißfestigkeit, Topografie, Haftung, Geometrie oder Polierbarkeit ermittelt und verglichen werden. Die Schichtdicken und besonders die Gleichmäßigkeit der Dicken spielen eine große Rolle. Zu geringe Schichtdicken oder Bereiche mit geringer Dicke könnten zum Einbrechen der Schicht bei lokaler Belastung führen, der "Eierschaleneffekt" kann auftreten.

Die wesentlichen Fragestellungen der Arbeit sind: Sind die Schichten homogen auf komplexen Geometrien abscheidbar. Wie genau können die Schichtdicken eingestellt werden? Können die Oberflächenmodifikationen auf der Legierung realisiert werden? Können die resultierenden Oberflächen poliert werden? Und welche Topografien weisen die Oberflächen nach der Modifikation auf?

2 THEORETISCHE GRUNDLAGEN

2.1 ELEKTROLYTISCH OXIDIEREN (ELOXIEREN)

Unter dem elektrolytischen Oxidieren von Aluminium versteht man einen Prozess der auf Galvanik basiert [5]. Es wird dabei die natürliche Aluminiumoxidschicht auf dem Substrat bewusst, durch ein angelegtes elektrisches Potential, oxidiert und somit verdickt. Industriell werden viele verschiedene Dinge aus Aluminium und Aluminiumlegierungen eloxiert, darunter Mobiltelefone, Autofelgen oder andere Bauteile für Fahrzeuge. Die Oberflächenbehandlung ist ein “simples“ Verfahren. Das zu beschichtende Teil wird anodisch geschaltet und zum Beispiel in eine 10%ige wässrige Schwefelsäurelösung gehängt [6]. Eine meist aus Blei bestehende Kathode wird ebenfalls in die Lösung gehängt und bildet die Gegenelektrode.

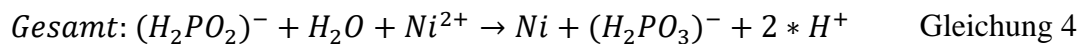
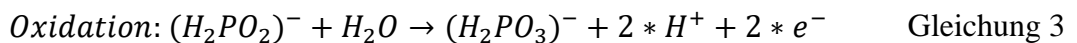
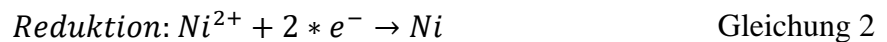


Bei der Beschichtung finden Reaktionen wie zum Beispiel in der Gleichung 1 statt. Auf der rechten Seite ist die Reaktion an der Anode zu erkennen. Es wird Aluminiumoxid und Wasserstoff in Gasform erzeugt [5]. Die Reaktion läuft effizient ab, solange das Gleichgewicht der Gleichung auf die rechte Seite ist. Ab einer bestimmten Schichtdicke wird die Schicht nicht mehr weiterwachsen, denn die Schwefelsäure in der Lösung ätzt die aufgebrauchte Schicht genauso schnell ab wie sie wächst. Dieses Verhältnis kann beeinflusst werden in dem das Elektrolyt gekühlt wird, die Reaktionsfähigkeit der Säure hängt stark von der Temperatur ab und wird dadurch verringert. Es werden Härtewerte im Bereich von 250 bis 350 HV erwartet und Schichtdicken im Bereich von 50 bis 100 μm erzielt [7], [8].

2.2 CHEMISCH-NICKEL ABSCHIEDUNG

Als die chemische Abscheidung von Nickel versteht man die Erzeugung einer Nickelschicht nach einem autokatalytischen Ablauf. Das bedeutet das die abgeschiedene Nickellegierung aus Phosphor und dem Metall sich selbst katalysiert. Es muss somit keine externe Energie zugeführt werden in Form von elektrischer Energie oder ähnlichem.

Der Mechanismus zur Abscheidung der Nickelatome ist durch eine Vielzahl facheinschlägiger Literatur beschrieben [9]. In Abbildung 1 links, ist zu erkennen wie ein Nickel-Ion, hydratisiert in wässriger Lösung, durch Ausrichtung und Abgeben der H₂O Moleküle sich an der Wachstumsstelle abscheidet [10]. Die Abscheidung folgt der Gleichung 2 bis 4. In der Regel wird als Reduktionsmittel Hypophosphit (H₂PO₂⁻) eingesetzt. So wurde es auch bei der Abscheidung der Probenkörper durchgeführt.



Auf der rechten Seite, in Abbildung 1, ist der Unterschied zwischen Schichten die galvanisch, mit Unterstützung von Strom, und nicht galvanisch (chemisch) erzeugt werden dargestellt [11]. Deutlich ist zu erkennen, dass die elektrisch unterstützte Schicht Ungleichmäßigkeiten der Schichtdicke in Eckbereichen aufweist.

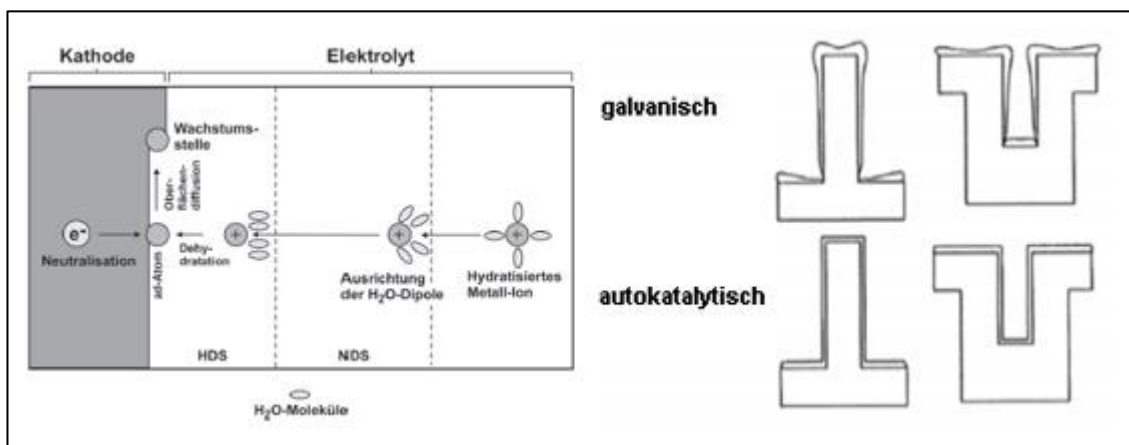


Abbildung 1: links chemische Nickelabscheidung, rechts Schichtausbildung

Im Vergleich dazu resultiert die chemische Abscheidung der Schicht in einer deutlich homogeneren Schichtdickenverteilung. Zur Beschichtung von Funktionsbauteilen mit definierten Maß ist dies eine gute Eigenschaft [11]. Es werden Schichthärten zwischen 500 bis 700 HV erwartet. Wobei die genaue Härte vom Phosphorgehalt der Schicht abhängt [10].

2.3 DIAMOND-LIKE-CARBON-BESCHICHTEN (DLC)

Die diamantähnlichen Kohlenstoffschichten, englisch Diamond-Like-Carbon kurz "DLC", spielen in der Industrie eine große Rolle. Sie weisen eine sehr hohe Härte auf, die bis zu 3000 HV reicht [12], [13]. Auch die tribologischen Eigenschaften der Schichten sind ausgezeichnet, nicht nur der Reibkoeffizient ist besonders niedrig, sondern es wird auch durch den Abrieb der Schichten Graphit erzeugt, welches ein besonders guter Festschmierstoff ist [14], [15].

Die Schichten bestehen hauptsächlich aus Kohlenstoff und werden mithilfe eines plasmagestützten Abscheidungsverfahrens aus der Gasphase erzeugt [16]. Dabei wird innerhalb eines evakuierten Reaktors ein kohlenstoffhaltiges Gas, zum Beispiel C_2H_2 (Acetylen) ionisiert. Das entstehende Radikal C_2H schlägt sich auf dem zu beschichtenden Teil nieder und es baut eine Schicht auf. Die Bindungen zwischen den Molekülen sind hauptsächlich sp^2 und sp^3 hybridisierte Bindungen [17]. Die hohe Vernetzung der Schichten und der hohe Anteil von sp^3 Bindungen sind ein Grund, wieso die Beschichtungen so hart und verschleißfest sind. Generell sind DLC Beschichtungen dafür bekannt, dass sie besonders verschleißarm sind und gute tribologische Eigenschaften aufweisen.

Problematisch an den Schichten könnte sein, dass sie durch ihren chemischen Aufbau stark mit einer Kunststoffschmelze interagiert. Die Schmelze besteht aus Kohlenstoff Polymeren und die Schichten auch aus Kohlenstoff. Durch die Ähnlichkeit könnte es zu Wechselwirkungen untereinander kommen, was zum Haften der gespritzten Teile an der Form führt.

2.4 METHODEN ZUR CHARAKTERISIERUNG

2.4.1 HÄRTEMESSVERFAHREN

Um die Härte der erzeugten Schichten zu charakterisieren, wird mit Härtemessverfahren gearbeitet die sehr geringe Lasten nutzen. Die Kräfte liegen bei der Nanoindentation im Millinewton (mN) Bereich. Im Vergleich liegen die Kräfte bei der Kleinlasthärte im einstelligen Newton Bereich [18]. Beide Verfahren haben ihre Vor- und Nachteile. Zum Beispiel eignet sich die Nanoindentation für sehr dünne Schichten, die von einer Kleinlastmessung durchgebrochen würden. Jedoch lassen sich raue Oberflächen mit einer so geringen Eindringtiefe schwer charakterisieren. Durch einer Messung mit höherer Last lässt sich auch eine Aussage über die Tragfähigkeit der Schicht treffen, wobei die Rauigkeit der Oberfläche nicht mehr so viel Einfluss hat.

Im Zuge der Arbeit wird das Kleinlasthärteverfahren und das Nanoindenterverfahren in Kombination verwendet. Da die erhöhte Rauheit der Schichten zu Fehlmessungen mit dem Nanoindenter führen könnte, ergänzt das zweite Verfahren der Kleinlast die Aussage und soll so als Überprüfung dienen. Durch den Nanoindenter lässt sich die "10%-Regel" der Schichthärtemessung einfach einhalten [19], [20]. Sie sagt aus, dass die Eindringtiefe des Tests maximal 10% der Schichtdicke der Beschichtung erreichen darf.

2.4.2 HÄRTEMESSVERFAHREN – NANOINDENTER

Es kann durch die geringe Last sichergestellt werden, dass es sich bei den gemessenen Härtewerten um die Schicht handelt und nicht um eine Kombination aus Substrat und Beschichtung.

Das Verfahren verwendet bei der Ermittlung der Härte, Lasten im Bereich von Millinewton bis in den einstelligen Newton Bereich. Es wird über den Eindruck die Kraft und die Eindringtiefe aufgezeichnet. Dadurch ergibt sich eine Kraft-Eindring-Kurve die als Berechnungsgrundlage für die Schichthärte dient. Eine Skizze der Kurve ist in Abbildung 2 unter a.) zu erkennen.

Als Eindringkörper bei der Nanoindentierung wird eine dreiseitige gleichschenkelige Pyramide verwendet die einen Flankenwinkel von $65,3^\circ$ (siehe Abbildung 2 unter b.) [21].

Dieser Eindringkörper besteht aus Diamant und ist bekannt als Berkovic-Pyramide oder Berkovic-Diamant. Da das Messgerät über die definierte Geometrie des Diamanten exakte Informationen hinterlegt hat und die Eindringtiefe während des Versuches misst, kann es die Härte der zu testenden Schicht berechnen.

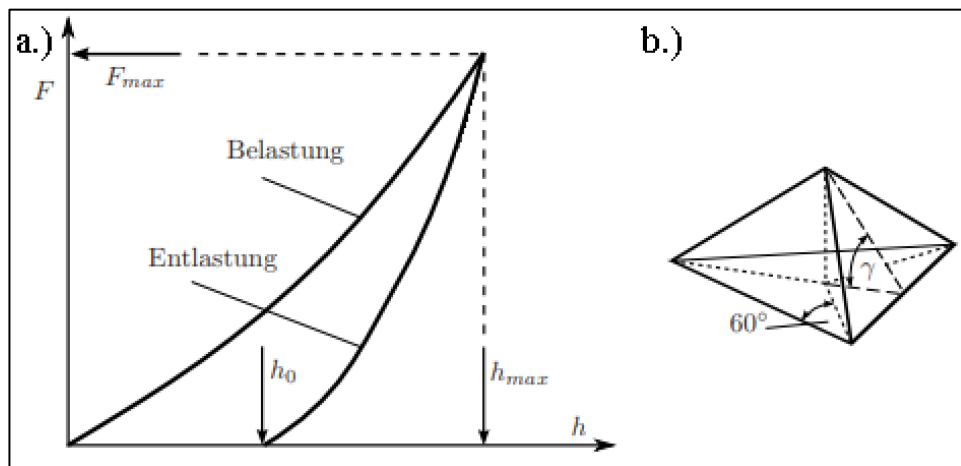


Abbildung 2: Kraft-Eindring-Kurve und Eindringkörper - Nanoindenter

Im Zuge dieser Arbeit wird mit Lasten von 30 Millinewton bei einer Lasthaltezeit von 20 Sekunden gearbeitet. Alle angegebenen Werte ergeben sich aus neun Teilmessungen, die zu einem Mittelwert mit Standardabweichung zusammengefasst werden.

2.4.3 HÄRTEMESSVERFAHREN – KLEINLAST

Die Kleinlasthärtemessung ist ein Verfahren der Eindringhärteprüfung. Dabei wird ein Eindringkörper in die zu prüfende Oberfläche gedrückt. Die Härte ist dabei ein Kennwert, der den Widerstand eines Körpers gegen Eindringen eines weiteren Körpers beschreibt.

Im Zuge der Messungen wird ein Vickers-Eindringkörper verwendet. Der Körper stellt dabei eine stumpfe, quadratische Diamantpyramide mit einem Spitzwinkel von 136° dar, wie in Abbildung 3 zu erkennen ist.

Die Prüfkraft wird innerhalb von 5 Sekunden, stoßfrei aufgebracht bis sie ihren Höchstwert erreicht. Die Kraft wird anschließend 10 Sekunden lang am Maximum gehalten und soll so einwirken.

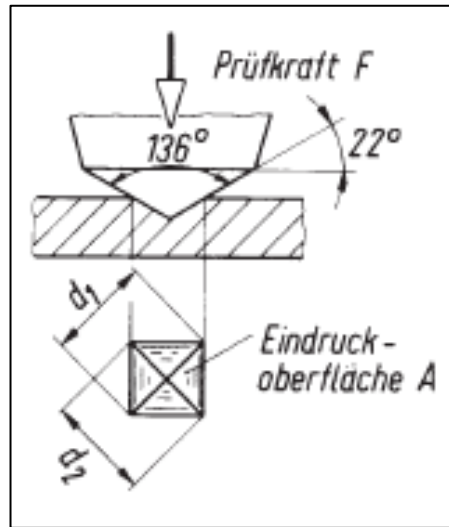


Abbildung 3: Vickers-eindringkörper - Kleinlasthärte

Nachdem entlastet wurde, werden mithilfe eines Mikroskops die Diagonalen des Eindrucks vermessen. Eine Skizze davon ist in Abbildung 3 unter der Seitenansicht zu erkennen. Mit dem Wissen über die Eindringkraft und den vermessenen Diagonalen, kann die Auswertesoftware den zugehörigen Härtewert berechnen.

Dieses Verfahren ist besonders für kleine Prüfflächen und dünne Schichten geeignet. Die verwendeten Prüfkraft für die Messungen befinden sich im Bereich von 0,981 Newton bis 4,91 Newton. Was den Prüfkurzzeichen von HV 0,1 beziehungsweise HV 0,5 entspricht.

2.4.4 LICHTMIKROSKOPIE

Mithilfe des Lichtmikroskops lassen sich Bilder aufnehmen, die die Schichtdicke der Beschichtungen abbilden. Zur Vorbereitung wird die Probe quer zur Beschichtung getrennt und eingebettet anschließend werden die eingebetteten Proben geschliffen und poliert bis sie spiegelnd glatt sind [22]. Um noch einen besseren Kontrast zwischen Schicht und Material sowie zwischen den unterschiedlichen metallischen Phasen zu erzeugen, werden die hergestellten Proben in einem Ätzmittel bearbeitet. Im Falle des Aluminiums handelt es sich hierbei um eine 10%ige NaOH (Natriumhydroxid) wässrige Lösung [23].

Die Schlitze werden anschließend im Lichtmikroskop analysiert und die Schichtdicke vermessen. Des Weiteren lassen sich durch das Ätzen, Rückschlüsse auf die Beeinflussung des Gefüges ziehen.

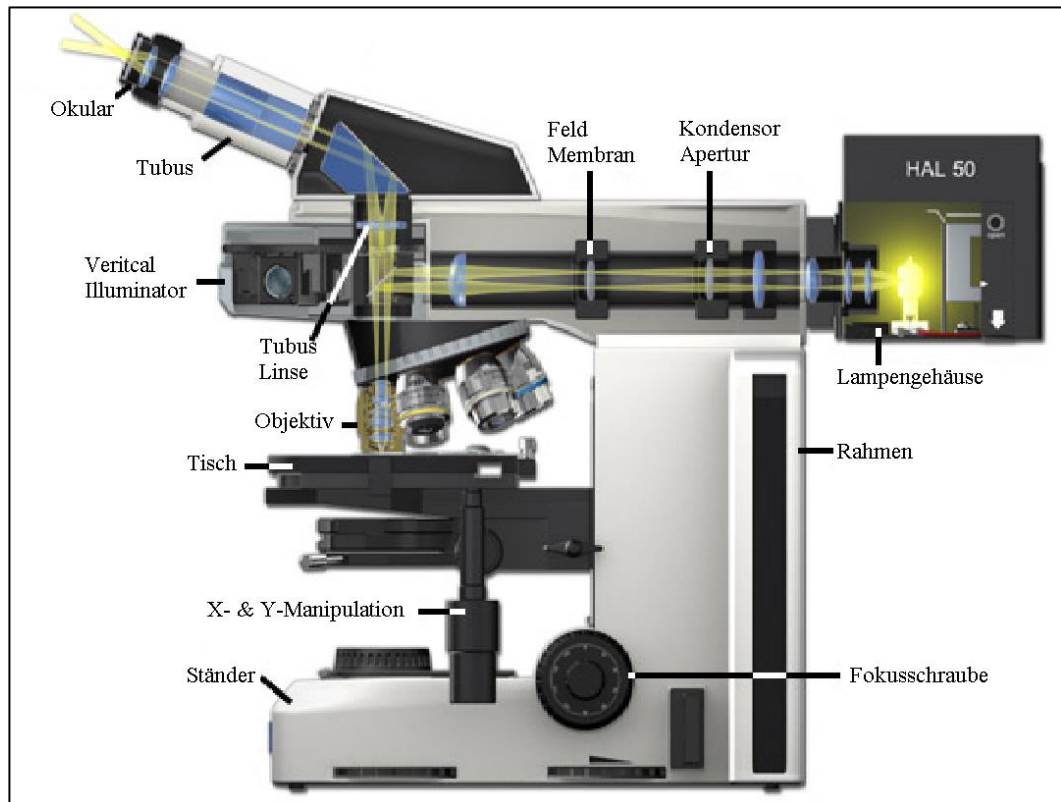


Abbildung 4: Skizze Lichtmikroskop

Die Proben werden unter dem Objektiv auf dem Probentisch platziert [24]. Da der metallographische Schliff nicht lichtdurchlässig ist, wird das Licht von oben eingeleitet, wie in Abbildung 4 zu erkennen. Die Oberfläche reflektiert das Licht welches durch den Tubus ins Okular gelangt. Durch das Okular kann die Oberfläche betrachtet werden beziehungsweise durch eine Kamera eine Abbildung aufgenommen werden.

Um dabei die Abbildung scharf zu stellen kann der Abstand der z-Achse durch die Fokusschraube eingestellt werden. Die x-und y-Achse wird mit den Navigationsschrauben manipuliert. Im Objektivrevolver sind verschiedene Linsen eingebaut. Sie realisieren eine Vergrößerung zwischen x5 und x100. Durch die statische Vergrößerung des Okulars mit x10 befindet sich der Bereich der Vergrößerung x50 bis x1.000. Es werden mithilfe des Geräts Querschliffe sowie Tribometerspuren dokumentiert und vermessen.

2.4.5 RASTERELEKTRONENMIKROSKOPIE

Nicht nur die Lichtmikroskopie spielt zur Charakterisierung von Beschichtungen und Werkstoffen eine große Rolle, sondern auch die Rasterelektronenmikroskopie. Sie nützt die viel geringere Wellenlänge der Elektronen, beziehungsweise der Abhängigkeit der Wellenlänge von der Beschleunigungsspannung aus. Die erzeugten Abbildungen weisen dadurch eine sehr hohe Auflösung, bei hoher Vergrößerung und guter Tiefenschärfe auf. Die zu prüfenden Proben müssen dabei elektrisch leitfähig sein. Die Leitfähigkeit kann auch verbessert werden indem die Proben mit Probenhalter, Kupferklebeband und einer sehr dünnen Gold Beschichtung versehen werden. Je besser die Leitfähigkeit der betrachteten Probe ist, desto leichter können hohe Auflösungen und Vergrößerungen erzielt werden.

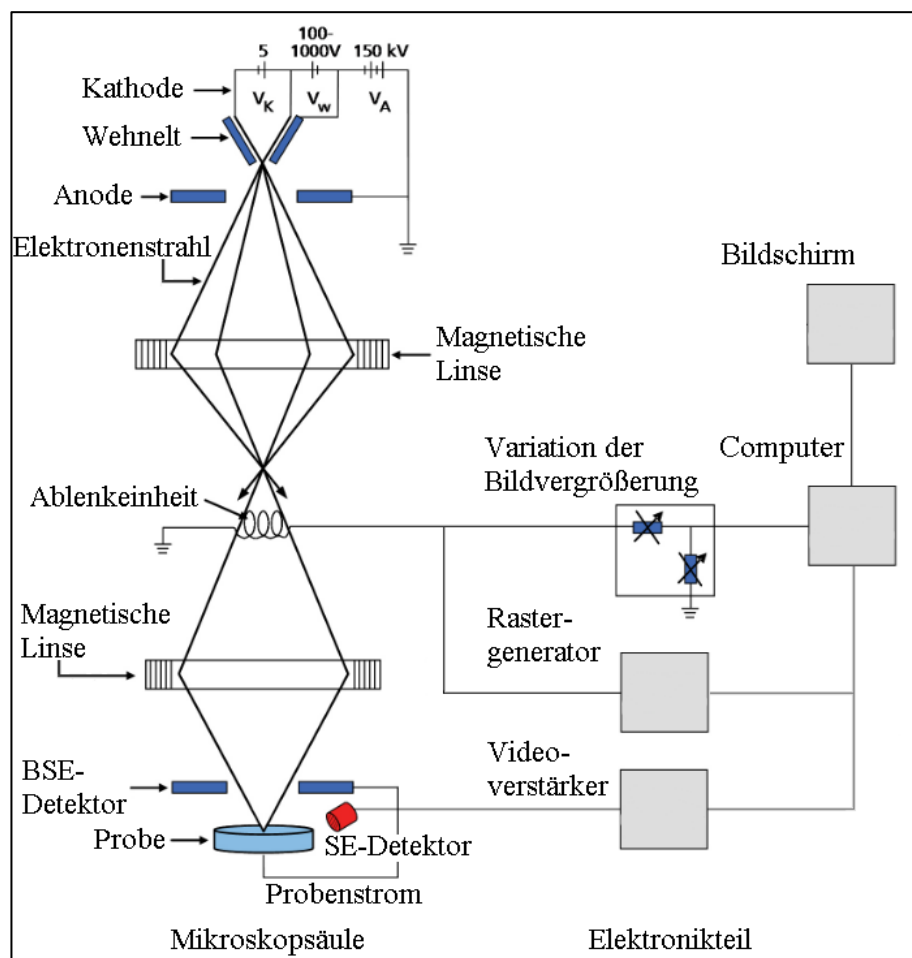


Abbildung 5: Skizze - Rasterelektronenmikroskop

In Abbildung 5 ist der schematische Aufbau des Rasterelektronenmikroskops dargestellt. Ein sehr dünnes Filament aus Wolfram wird durch hohe Spannung zum Glühen gebracht was Emission von Elektronen zu Folge hat. Diese Elektronen werden durch die Anode die sich, direkt unter der Glühkathode befindet, in Richtung der Probenoberfläche, beschleunigt. Zur Verbesserung der Elektronenstrahlqualität werden magnetische Linsen verwendet, die den Strahl bündeln und so die Aberration verringern. Darunter sind Linsen, die gezielt angesteuert werden können. Sie realisieren die Ablenkung des e-Strahls und ermöglichen so die Bilderzeugung.

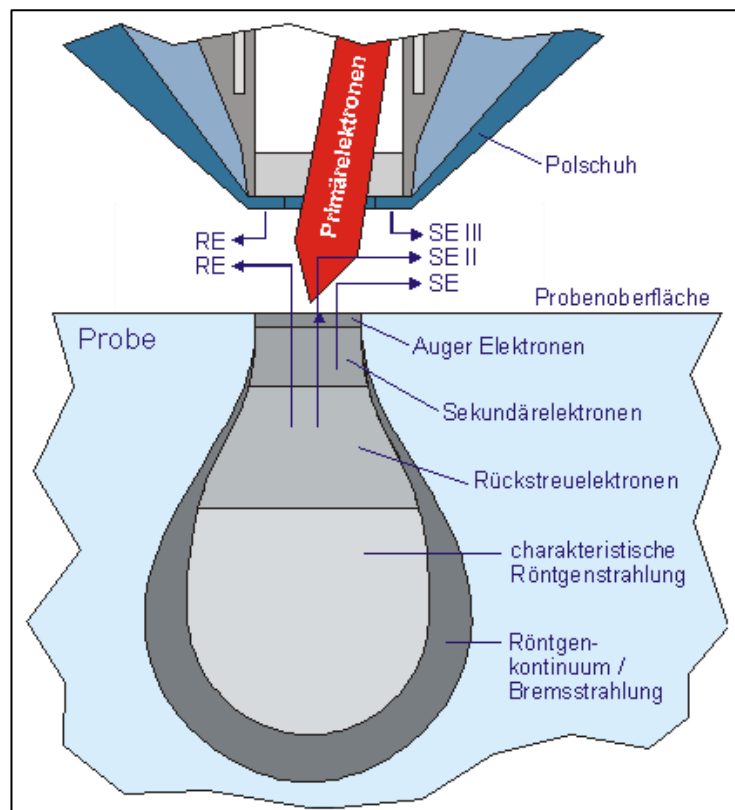


Abbildung 6: Anrege Reaktion von Proben durch e-Strahl

Der Elektronenstrahl interagiert mit der Probenoberfläche auf verschiedenste Arten, wie in Abbildung 6 dargestellt gibt es davon einige Varianten. Eine Art ist, dass der Strahl die Elektronen der Probenatome anregt und somit auf ein höheres Energieniveau hebt. Diese begeben sich nach Abgabe der aufgenommenen Energie wieder auf ein niedrigeres Energieniveau zurück. Diese überschüssige Energie wird in Form einer charakteristischen Röntgenstrahlung abgegeben. Die Strahlung wird in weiterer Folge durch einen Detektor aufgefangen und ausgewertet.

Charakteristische Röntgenstrahlung hat die Eigenschaft, dass sie für jedes Element einzigartig ist. Somit kann im Elektronenmikroskop eine Elementenanalyse erfolgen die Menge und Art der Strahlungen trennen kann. Dieses Verfahren wird genutzt, um zu überprüfen welche Zusammensetzung die betrachtete Oberfläche hat. Weitere Wechselwirkungen der Elektronen mit der Probe ergeben Sekundär- (SE) und Rückstreuelektronen (BSE), wobei die SE durch ein Auftreffen der Primärelektronen hervorgerufen werden. Die BSE Elektronen werden ebenfalls durch Primärelektronen erzeugt, jedoch werden sie hier im Feld des Atomkerns gestreut und zurückgelenkt. Dieses Verhalten ist stark abhängig von der Ordnungszahl des streuenden Atomkerns, wodurch ein Materialkontrast durch die BSE Elektronen entsteht. Ein Vergleich der beiden Kontrastarten ist unter Abbildung 7 zu erkennen, links Topografiekontrast (SE) und rechts Materialkontrast (BSE). Die Abbildung zeigt ein geätztes Stahlgefüge. Deutlich sind links die Korngrenzen zu erkennen sowie die einzelnen Körner an sich. Durch den Topografiekontrast werden die Vertiefungen und Erhöhungen gut sichtbar gemacht, die durch das Ätzen entstanden sind. Auf der rechten Seite sind die Grenzen schlechter zu erkennen, dafür deutlich ein weißer Fleck. Dieser ist ein Wolframeinschluss mit hoher Ordnungszahl. Die BSE Elektronen werden dort besonders zahlreich emittiert und so zeigt dieser Bereich eine hohe Signalstärke.

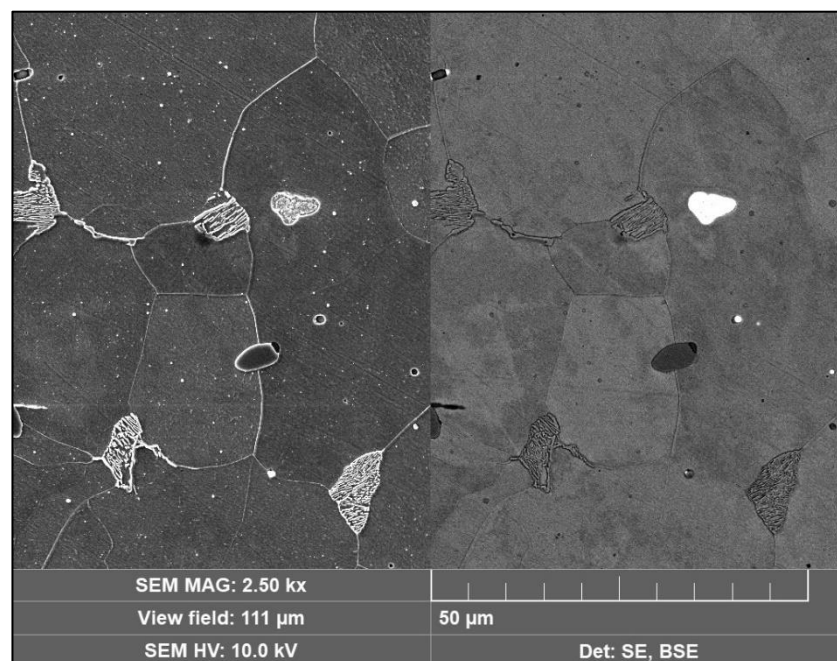


Abbildung 7: Vergleich SE (links) und BSE (rechts) Kontrast

2.4.6 SCRATCHTEST

Mithilfe des Scratchtest kann die kritische Last ermittelt werden, der eine Beschichtung standhält, bevor sie abplatzt oder anders versagt. Dies ist Methode, um die Kraft zu ermitteln, die nötig ist um eine Abplatzung zu erzeugen. Hierbei wird ein Rockwell-Diamant, mit Spitzenradius 120° , über die Oberfläche bewegt [25]. Auf die definierte Distanz wird inkrementell Kraft aufgebracht. Üblicherweise wird auf einen Weg von 10 Millimeter eine Kraft von 100 Newton aufgebracht. Unter Abbildung 8 ist der prinzipielle Aufbau zu erkennen [26].

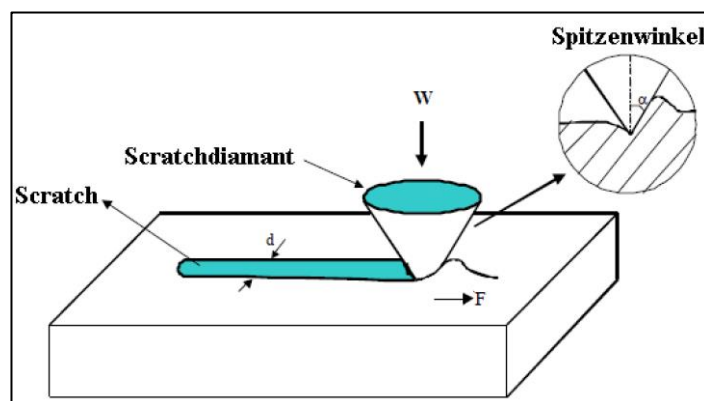


Abbildung 8: Prinzipaufbau Scratch Test

Zur Auswertung wird das erzeugte akustische Signal aufgenommen und die Eindringtiefe gemessen. In Abbildung 9 ist deutlich zu erkennen, wie die abrupte Veränderung in der Eindringtiefe mit einem Sprung im akustischen Signal übereinstimmt. Diese starke Steigung ist mithilfe der schwarzen Skalar einer Distanz zuordenbar. Da mit dem Lichtmikroskop eine Abbildung von jedem Scratch gemacht wird, kann durch das Vermessungstool die ermittelte Distanz eingezeichnet werden. Der kalkulierte Punkt entspricht dabei einem Lastereignis L_c .

Auch umgekehrt kann durch das Vermessen der Ereignisse und der daraus folgenden Distanz ein Vergleich mit dem Diagramm durchgeführt werden. Die beiden Verfahren ergänzen sich bei der Ermittlung der kritischen Lasten.

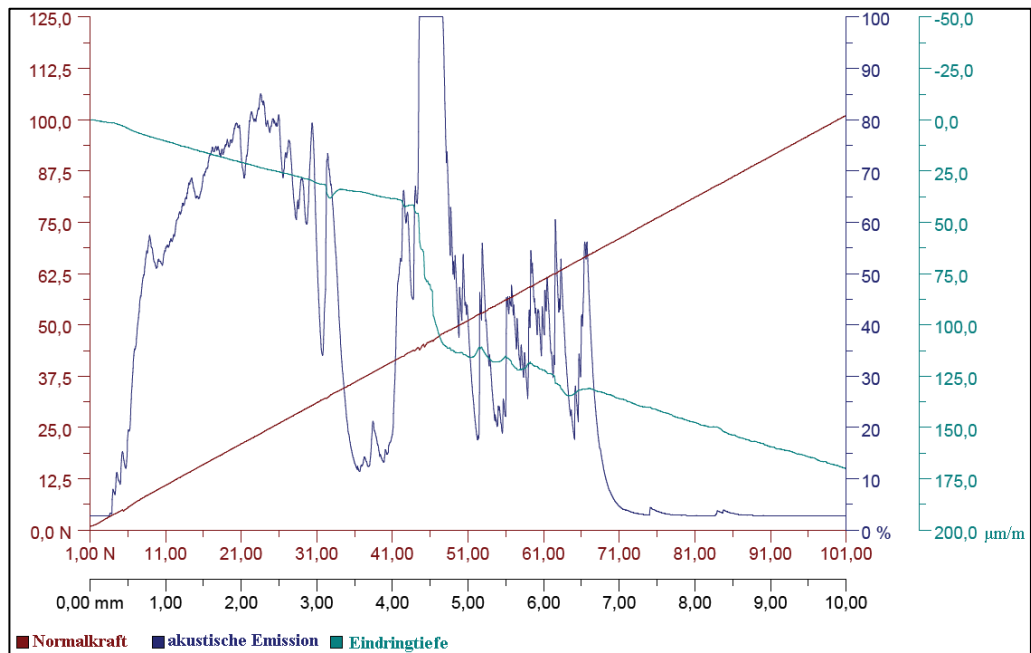


Abbildung 9: Scratch Test Diagramm

Die kritische Last wird nach Ereignis eingeteilt, wobei L_{C1} der plastischen Deformation mit feinen Rissen, L_{C2} dem kompletten Reißen der Schicht und L_{C3} dem Durchdringen der Schicht bis auf das Substrat entspricht. Eine Darstellung davon ist in Abbildung 10 zu erkennen [27].

Die Unterscheidung in verschiedene Ereignisse wird besonders wichtig, wenn sich Schichten in ihrem Verhalten unähnlich sind. Im Vergleich zur chemisch-Nickelschicht unterscheidet zeigen die DLC Schichten sprödes Verhalten.

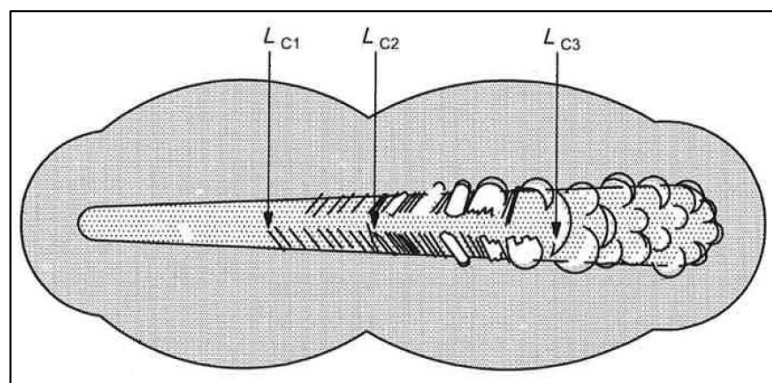


Abbildung 10: Scratch Test Lastereignisse

2.4.7 KONTAKTWINKELMESSUNG

Die Kontaktwinkelmessung gibt Aufschluss über die freie Oberflächenenergie der zu messenden Probe. Dabei kann in dispersen und polaren Anteil unterschieden werden. Die Werte sind hilfreich, um zu bestimmen, wie gut eine Kunststoffschmelze auf der getesteten Beschichtung benetzt. Da jede Kunststoffart aus unterschiedlichen Monomeren aufgebaut ist, variiert das Verhältnis zwischen polaren und dispersen Anteil. Somit kann auch eine Aussage für unterschiedliche Arten getroffen werden [28].

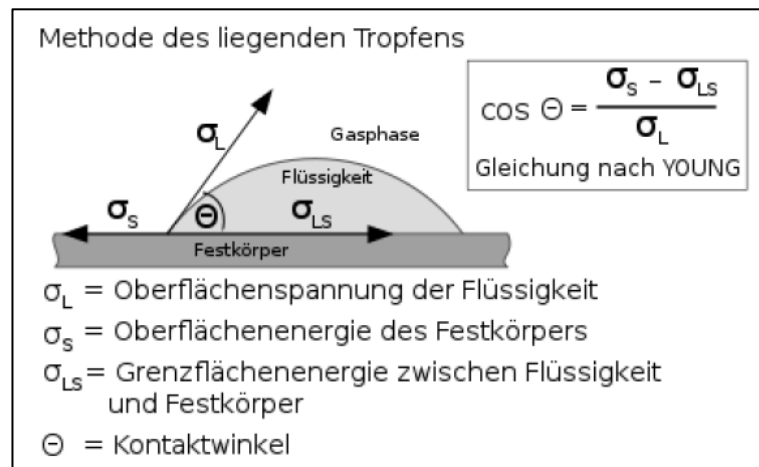


Abbildung 11: Prinzip des liegenden Tropfens YOUNG

Eine Spritze mit bekanntem Fluid und bekannter Oberflächenspannung wird in eine Messvorrichtung eingespannt. Mittels Computer und Bedienprogramm wird der Kolben der Spritze angesteuert und ein Tropfen mit exakt bestimmten Volumen abgelegt. Es handelt sich dabei um einen liegenden Tropfen, zu sehen in Abbildung 11 [29]. Nachdem der Tropfen auf der Probe abgelegt und eine normierte Zeit, abgewartet worden ist, wird der Kontaktwinkel Theta vermessen. Dies geschieht mittels Computerauswertung oder händisch. Es werden mehrere Messungen durchgeführt, um ein statistisch auswertbares Ergebnis zu erzeugen. Nach der gewählten Berechnungsmethodik für die Oberflächenenergie, werden verschiedene Fluide zur Tropfenerzeugung verwendet, wie in Tabelle 1 abgebildet. Mithilfe der Young'schen Gleichung (siehe Abbildung 11) und dem Modell von Owens, Wendt, Rabel und Kaelble (OWRK) wird mit mindesten zwei Flüssigkeiten die freie Oberflächenenergie des Körpers bestimmt. Die entstandenen Messergebnisse lassen sich in einem Diagramm als Punkte auftragen [30].

Aus den erstellten Punkten wird eine Ausgleichsgerade konstruiert, aus welcher der Wert der Oberflächenenergie ermittelt werden kann. Es sind mindestens zwei Fluide für ein Ergebnis notwendig, für ein Ergebnis mit Abschätzung der möglichen Streuung sollten jedoch zumindest drei Fluide analysiert werden.

Tabelle 1: Oberflächenspannungen der Testfluide

Flüssigkeit	Oberflächenspannung [mN/m]	σ_D [mN/m]	σ_P [mN/m]	Dichte [g/cm ³]	Viskosität [mPa·s]	$\sqrt{\frac{\sigma_P}{\sigma_D}}$	Anmerkung
Wasser (Ström)	72,8	21,8	51	0,998	1,002	1,53	25°C
Diiodmethan (Ström)	50,8	50,8	0	3,325	2,762	0	20°C
1,5-Pentandiol (Gebhardt)	43,3	27,6	15,7	0,994	140,7	0,75	20°C

2.4.8 RAUHEITSMESSUNG

Die Rauheit der Oberflächen wird mit einem mechanischen Abtastverfahren ermittelt. Es misst dabei die Welligkeit der Oberfläche und die zugehörige Software errechnet die typischen Rauheitskennzahlen R_a und R_z .

Eine Spitze wird entlang der festen Oberfläche geführt und so das Profil abgetastet (Abbildung 12). Die Prüfspitze ist an einem Hebel befestigt dessen Bewegung von einem Sensor aufgenommen wird. Die Ausschläge werden über die abgetastete Distanz gespeichert und so das Rauheitsprofil gezeichnet.

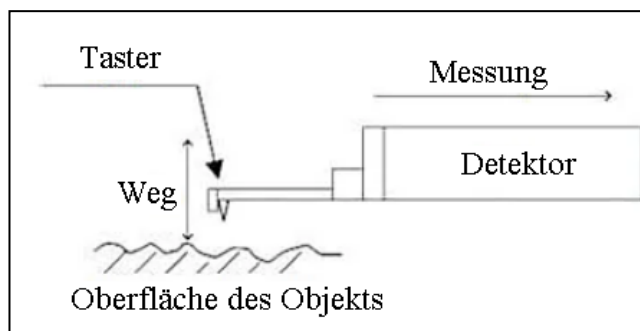


Abbildung 12: Tastschnittgerät Skizze

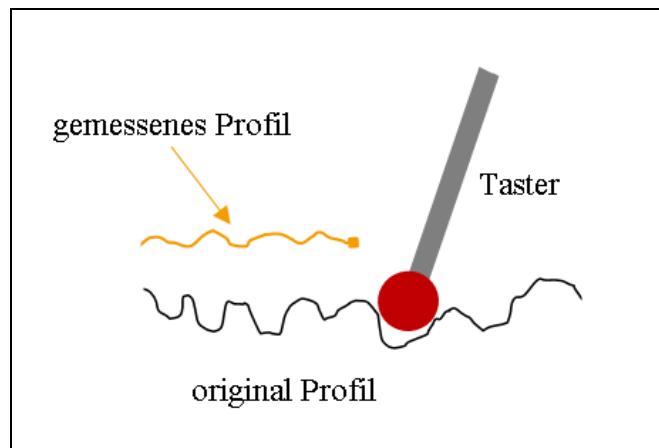


Abbildung 13: Tastschnittgerät Spitze

Die Spitze des Tasters weist eine definierte Verrundung auf wie in Abbildung 13 dargestellt wird. Der Radius an der Spitze führt zur Begrenzung der lateralen- und der Tiefenauflösung. Da es sich um einen systematischen Fehler handelt, können die unterschiedlichen Oberflächen durch dieses Messverfahren trotzdem verglichen werden und wesentliche Erkenntnisse zur Rauheit gewonnen werden.

Um die gemessene Welligkeit der Oberfläche in Zahlen auszudrücken, werden die Kenngrößen R_a und R_z verwendet. Die Werte spiegeln dabei verschiedene Eigenschaften der Oberfläche wider.

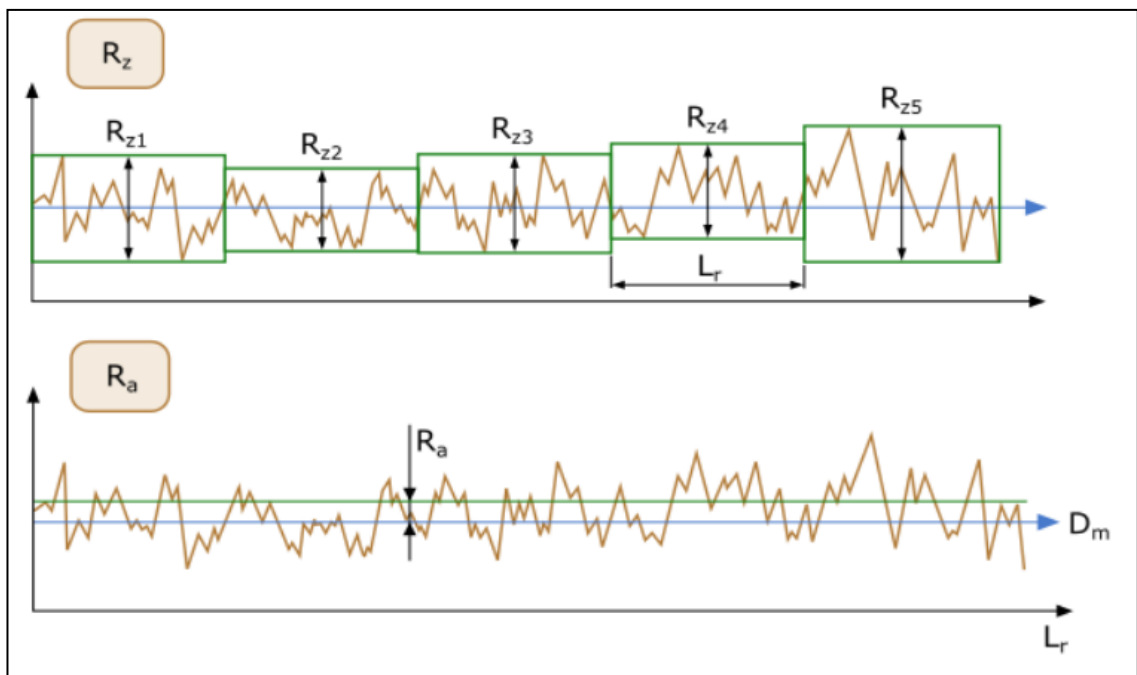


Abbildung 14: Skizze von R_z und R_a

In Abbildung 14 sind die beiden Werte graphisch dargestellt [31]. Es zeigt das R_z der Mittelwert aus fünf aufeinander folgenden Teilstrecken ist. In jedem Teilabschnitt werden die Extremwerte, die Differenz zwischen Maxima und Minima, gemessen und zu einem Wert addiert. Durch das Dividieren dieser Werte durch die Anzahl der Teilabschnitte entsteht die gemittelte Rautiefe R_z , siehe Gleichung 5 [32]. Da der R_z Wert der Durchschnitt mehrerer Teilstrecken des Rauheitsprofil ist, hat dieser Wert eine besondere Aussagequalität bezüglich der Inhomogenität der Rauheit.

$$R_z = \frac{1}{5} * (R_{z1} + R_{z2} + R_{z3} + R_{z4} + R_{z5}) \quad \text{Gleichung 5}$$

$$R_a = \frac{1}{L_r} * \int_0^{L_r} |z(x)| dx \quad \text{Gleichung 6}$$

R_a ist der Mittenrauwert, es handelt sich dabei um den rechnerischen Mittelwert aller Ausschläge von der mittleren Linie des Profils. Die beiden Werte werden in Kombination verwendet, um die Glattheit beziehungsweise die Welligkeit der Oberflächen zu beurteilen.

2.4.9 TRIBOMETER

Der Widerstand gegen Verschleiß ist in der Anwendung der Schicht besonders wichtig. Die Härte der Schicht gibt einen ersten Indikator wie verschleißfest sie sein kann, jedoch ist dies nur ein Anhaltspunkt.

Daher wird ein Verschleißtest mit einem Tribometer durchgeführt. Es wird der Reibwert zwischen dem Reibpaar ermittelt. Zum Beispiel einem Stahlstift und der beschichteten Probe. Zusätzlich wird mithilfe des Lichtmikroskops die Verschleißspur dokumentiert.

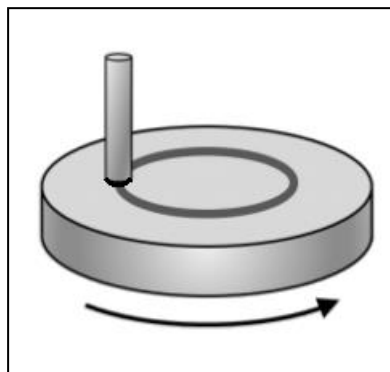


Abbildung 15: Skizze Tribometer

In Abbildung 15 ist eine schematische Darstellung des Tribometers zu erkennen. Es handelt sich dabei um ein Stift-Scheibe-Tribometer. Im Testaufbau wird die Normalkraft mit 3 Newton und der Fahrtenweg mit 1000 Meter gewählt. Durch den jeweiligen Radius der Spur wird die korrespondierende Umdrehungszahl vom zugehörigen Programm berechnet.

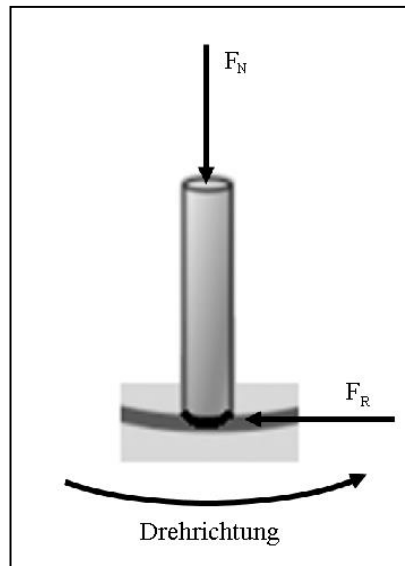


Abbildung 16: Tribometer Kraftdetails

In der Abbildung 16 sind die wirkenden Kräfte dargestellt. Da der Pin in einer Halterung mit Sensor eingespannt ist, kann so die Kraft, die den Pin auslenkt gemessen werden. Die gemessene Kraft entspricht dabei der Reibkraft F_R . Mithilfe der angegebenen Gleichung 7 wird im nächsten Schritt der Reibkoeffizient berechnet.

$$F_R = F_N * \mu \rightarrow \mu = \frac{F_R}{F_N} \quad \text{Gleichung 7}$$

Der berechnete Koeffizient wird über die Zeit in ein Diagramm aufgetragen. Der erzielte Graph wird für die Auswertung in Kombination mit den Aufnahmen des Lichtmikroskops verwendet.

3 METHODIK

Um die Eigenschaften der Oberflächen zu ermitteln, werden verschiedene Messverfahren angewandt, welche jedes für sich eine spezifische Eigenschaft ermitteln soll. Die Verfahren und Parameter zur Oberflächencharakterisierung wurden spezifisch gewählt, um abzuschätzen, ob die Schicht den Belastungen der gegenständlichen Anwendungen standhalten kann.

3.1 VERWENDETE MESSVERFAHREN UND MOTIVATION

Die Dicke der Schichten wird durch quer getrennte, eingebettete und polierte Proben im Lichtmikroskop ermittelt. Für die Beschichter wurde als Ziel eine Schichtdicke von 50 µm festgelegt, wobei eine Toleranz von 10 Mikrometer erlaubt ist. Besonders interessant ist, wie homogen die Schicht verläuft. In Bereichen, wo die Schicht besonders dünn ist, kann es passieren, dass bei hoher lokaler Last die Schicht dort "einbricht". Man spricht dabei vom "Eierschaleneffekt", bei dem die Schicht und das darunterliegende Substrat der Beanspruchung nicht mehr standhalten. Des Weiteren ist von Interesse wie empfindlich die Schichten auf die Geometrie der Proben sind. Kritische Stellen die betrachtet werden sind dabei scharfe Kanten, Bohrungen und Außenfasen der Proben.

Auch der Scratchtest wird verwendet, um den Widerstand gegen eine solche lokale Beanspruchung zu ermitteln. Da der Scratchdiamant lokal mit hoher, inkrementell steigender Belastung über die Schicht gezogen wird, kann dies verglichen werden mit einem Werker, der zum Beispiel einen Schraubenzieher in der Spritzgussform benutzt, um ein verkantetes Teil zu entfernen. Es sind zwar dazu keine Vergleichswerte einer solchen Belastung bekannt, jedoch können die Schichten untereinander verglichen werden und so eine qualitative Aussage getroffen werden.

Die Härte wird durch zwei verschiedene Verfahren gemessen, der Kleinlasthärtemessung und der Nanoindentierung. Da die Härte mit der Verschleißbeständigkeit sehr stark zusammenhängt, soll dieser Wert aussagen wie beständig eine Schicht gegenüber einem Kunststoff mit abrasiven Füllstoffen sein kann. Üblicherweise werden Glas- oder Kohlefaser verwendet, die an sich schon eine hohe Härte haben.

Durch das Spritzgussverfahren wird die Kunststoffschmelze, meist laminar in die Form eingespritzt. Dies hat zur Folge, dass die abrasive Schmelze stark an der Oberfläche der Beschichtung reibt und diese so abträgt. Je härter eine Schicht ist desto besser kann sie einer solchen Belastung standhalten.

Es werden zwei Härtemessverfahren verwendet, um sich gegenseitig zu ergänzen. Die Verfahren nutzen dabei verschiedene Lasten zur Messung und somit wird die Härte in verschiedenen Skalen betrachtet. Dies hat den zusätzlichen Vorteil, dass auch hier getestet werden kann, wie resistent die Schicht gegenüber dem "Eierschaleneffekt" ist. Eine Messung durch den Nanoindenter soll dabei die genaue Schichthärte bestimmen ohne jeglichem Beitrag des Substrates. Die Messung der Härte durch das Kleinlastverfahren nutzt im Vergleich eine um ein vielfaches höhere Last. Durch die höhere Last steigt auch die Eindringtiefe des Vickersdiamanten. Wenn diese zu groß wird, versagt die Schicht. Die Umgebung des Eindruckes liefert in diesem Fall eine wertvolle Information. Schichten die einen keramischen Charakter haben wie die DLC Schicht oder die elektrolytisch oxidierte Oberfläche zeigen hier ein charakteristisches Bruchmuster. Es kann eine Aussage getroffen werden wie sehr eine Schicht zum Einbrechen bei lokaler Belastung neigt.

Da die modifizierte Oberfläche jene ist, die in dem Anwendungsfall auch ein Formteil abbildet, ist die Topografie der Schicht von besonderer Wichtigkeit. Ein Kunststoffteil, das an einer rauen Grenzfläche aus der Schmelze erstarrt, bildet die exakte Topografie dieser Fläche ab. Es ergibt sich ein Bauteil, das eine raue Oberfläche hat, was aber meistens nicht gewünscht ist. Idealerweise soll die Beschichtung möglichst glatt sein, um Teile formen zu können, die von höchster Qualität sind. Um diese Topografie darzustellen, werden Abbildungen mithilfe dem Rasterelektronenmikroskop erzeugt. Außerdem werden die Oberflächenrauheitswerte R_a und R_z mit einem Tastschnittgerät gemessen.

Es ist zu erwarten, dass eine Oberflächenbehandlung die Rauheit der Topografie vergrößert. Es ist daher eine gängige Prozedur eine beschichtete Form nachzubehandeln. Bei der Nachbehandlung wird versucht durch Polieren die Rauheit der Oberfläche zu verringern. Dieser Vorgang wird durch Polierversuche simuliert und dokumentiert.

Das Tastschnittgerät wird benutzt, um die Änderung der Rauheit pro Polierminute zu erfassen. Die verwendeten Polierparameter werden dabei an die Vorgehensweisen in der Realität angepasst, um so gut wie möglich vergleichbar zu sein.

Da bei einem Spritzgussprozess die abgeformten Teile verlässlich aus der Form entfernt werden müssen, ist es notwendig, dass diese nicht an der Beschichtung haften bleiben. Durch die Messung des Kontaktwinkels, mit ausgewählten Fluiden, kann bestimmt werden wie gut polare oder unpolare Flüssigkeiten die Schicht benetzen. Es kann durch die Berechnung der freien Oberflächenenergie eine Aussage getroffen werden, wie gut verschiedene Kunststoffe die Beschichtungen benetzen.

Das Entfernen der abgeformten Teile wird durch Auswerfer unterstützt. Diese Auswerfer bestehen in der Regel aus Schnellarbeitsstählen. Aus diesem Grund werden im Reibversuch des Tribometers Pins der Stahlgüte, S600 verwendet. Da die Auswerfer in den Auswerferkanälen pro Zyklus einmal aus- und wieder eingefahren werden, ist ein Versuch der die Reibverhältnisse zwischen Schicht und Stahl erfasst sinnvoll. Um den Reibwert im Reibpaar zu verringern, werden oft Schmierstoffe verwendet. Auch diese Konfiguration im tribologischen System wird untersucht, um die Realität nachzubilden.

Es wurde die Topografie mittels REM dokumentiert. Mithilfe der energiedispersiven Röntgenspektroskopie wurde die chemische Zusammensetzung analysiert. Dabei soll ermittelt werden wie viel Verunreinigungen durch den Beschichtungsprozess eingebracht werden.

3.2 PROBENMATRIX & GEOMETRIE

Zur Ermittlung der Homogenität der Schicht über komplexen Geometrien werden spezifische Probenkörper angefertigt. Die genaue Geometrie der Probenkörper ist der Abbildung 17 zu entnehmen. Es ist zu erkennen das zwei Bohrungen auf der flachen Deckseite sind. Diese dienen zur Ermittlung der Beschichtbarkeit von Hinterschneidungen und Vertiefungen. In dieser Weise soll ermittelt werden, ob Beschichtungsprozess dies leisten kann.

Die Geometrie wird so gewählt, dass die Probenpräparation vereinfacht wird. Der Durchmesser der Probe entspricht mit 40 mm dem Durchmesser des Poliergeräts.

Die Höhe der Probe ist des Weiteren auch so gewählt, dass sie sich gut in die Poliermaschine einspannen lässt.

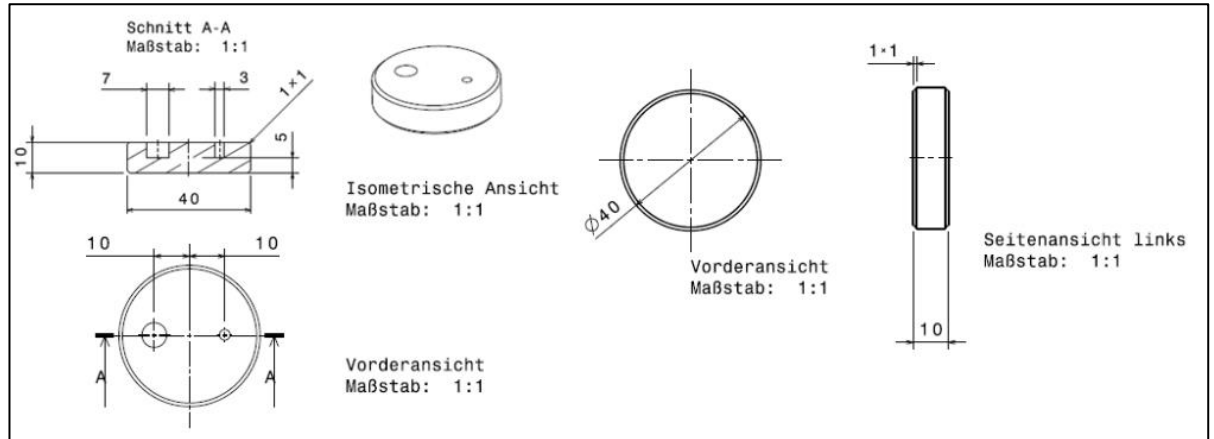


Abbildung 17: Probenkörper mit zwei unterschiedlichen Bohrungen

Die Probenkörper werden als Vorbehandlung für jeden Beschichtungsprozess poliert und mit Bohrungen versehen. Es soll für jeden Prozess ein vergleichbarer Ausgangszustand vorhanden sein.

Tabelle 2: Probenmatrix

	Beschichtung (Oberflächenbehandlung)	Information	Proben
1	elektrolytisch oxidiert "eloxiert, elox"	Durch elektrolytisches Oxidieren verdicken der natürlichen Oxidschicht des Aluminiums.	1x Probenkörper mit 2 Bohrungen 1x Probenkörper blank
2	Diamond-Like-Carbon "DLC"	Mittels PACVD (plasma assisted chemical vapour deposition) abgeschiedene Diamant ähnliche Schicht.	1x Probenkörper mit 2 Bohrungen 1x Probenkörper blank 1x WAAM gefertigte Probenkörper
3	Chemisch-Nickel "chem. Ni"	Durch autokatalytischen Prozess abscheiden einer Nickel-Phosphorschicht. (w% P = 3%)	1x Probenkörper mit 2 Bohrungen 1x Probenkörper blank 1x WAAM gefertigte Probenkörper

Die Probenmatrix enthält je eine Probe mit Bohrungen sowie eine Probe ohne Bohrungen, die genaue Aufstellung ist der Tabelle 2 zu entnehmen. Bei Position 2 und 3 ist zusätzlich eine Probe aus additiv gefertigten Material beschichtet worden. Die Proben wurden mittels "wire arc additive manufacturing" erstellt, kurz WAAM. Für die Oberflächenbehandlung des elektrolytischen Oxidierens waren zeitlich die WAAM Proben noch nicht verfügbar, so wurden für dieses Verfahren ausschließlich Proben aus stranggepressten Material der Aluminiumlegierung AW 5083 verwendet.

4 CHARAKTERISIERUNG UND DISKUSSION DER BESCHICHTUNGEN

4.1 VISUELLE CHARAKTERISIERUNG

Es wird die Legierung EN-AW-5083, mit Hauptlegierungselement Magnesium, für die Proben ausgewählt [4]. Diese Legierung ist sehr gut schweißbar und eignet sich aus diesem Grund optimal für die additive Fertigung mittels Wire-Arc-Additive-Manufacturing. Die Proben werden erzeugt durch das Herunterschneiden einer stranggepressten Stange und stellen Scheiben mit Durchmesser 40 mm und einer Dicke von 10mm dar, siehe Abbildung 17.

4.1.1 ELEKTROLYTISCH OXIDIEREN

Die Eloxalschicht wird von der Firma EST in St. Florian am Inn erzeugt. Durch den Prozess wird die natürliche Oxidschicht des Aluminiums verdickt. Eine Aufrauung der Oberfläche tritt kaum auf und auch in den Bohrungen wird eine konstante Schichtdicke erzeugt. Bei Bohrungen mit sehr geringen Durchmessern kann es jedoch zu Problemen kommen. Hier kann trotz gut kontrollierbaren Prozess die Schichtdicke nicht konstant gehalten werden. Die Proben weisen nach der Beschichtung eine dunkelgraue und leicht bräunliche Färbung auf, zu erkennen in Abbildung 18.

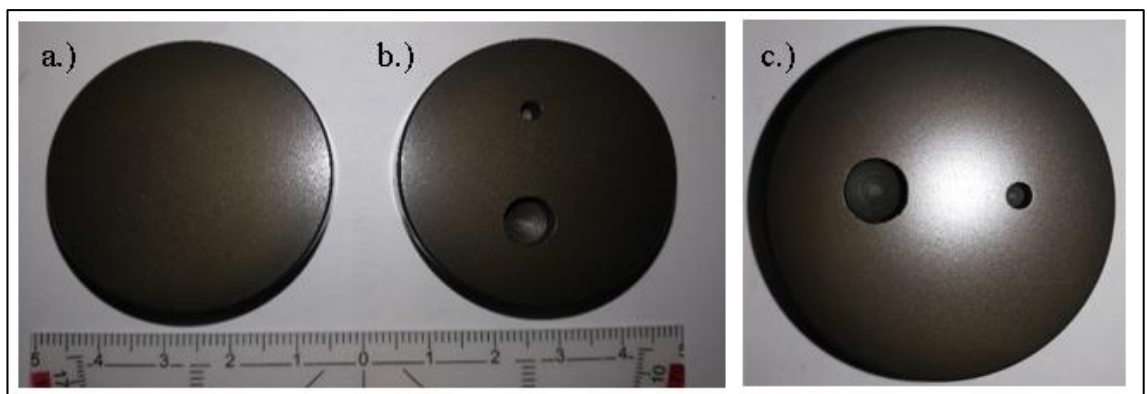


Abbildung 18: elektrolytisch oxidierte Oberflächen auf a.) polierter Probe für Polierversuch b.) poliert und gebohrter Probe c.) polierter und gebohrter Oberfläche

Unter b.) und c.) ist jene Probe zu erkennen die zur Ermittlung der Beschichtbarkeit von Bohrungen dient. Die Probe unter a.) wird für Polierversuche verwendet.

4.1.2 CHEMISCH-NICKEL

Die Probenkörper unter Abbildung 19 wurden von der Firma Lenhard, ansässig in Weng im Innkreis, mit einer Nickelschicht versehen. Es fällt auf, dass die Probe unter a.) matt ist. Dies ist der Ausgangszustand, eine gering "warzige" Oberfläche ist zu erkennen. Unter b.) ist die WAAM gefertigte Probe zu erkennen, die Schweißraupen sind eindeutig sichtbar. Die Probe unter c.) wurde nachpoliert, um die Bearbeitbarkeit zu ermitteln, des Weiteren wurde eine Tribospur, zwei Kalottenschliffe und drei Scratchtests darauf erzeugt.

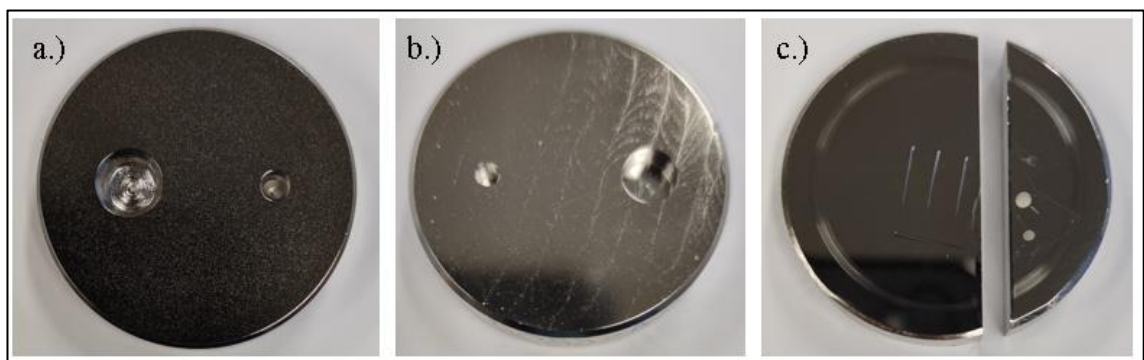


Abbildung 19: chemisch-Nickelschicht auf: a.) stranggepresster unpolierter Probe b.) WAAM gefertigter Probe c.) stranggepresster polierter Probe

4.1.3 DIAMOND-LIKE-CARBON

In Abbildung 20 sind die Proben zu erkennen, auf denen eine Diamond-Like-Carbon-Schicht "DLC" abgeschieden wurde. Diese wurde im Versuchsreaktor der Firma Rübiger an der FH Wels erzeugt. Unter b.) ist eine Probe von der stranggepressten Stange mit polierter Oberfläche zu erkennen. Die Schicht ist glänzend und haftet vollständig. Unter a.) und c.) sind jeweils zwei Proben aus WAAM gefertigten Probekörpern dargestellt.

Besonders der Unterschied zwischen den stranggepressten und additiv gefertigten Proben ist zu beachten. Die Proben werden nach dem Strangpressen von der Stange mittels Drehmaschine, gebohrt und trocken abgestochen. Die geschweißten Rohkörper weisen nach der Herstellung keine perfekte, kreisförmige Außenkontur auf. Somit müssen sie mittels CNC-Fräsmaschine nachbearbeitet werden. Bei der Nachbearbeitung wird die Außenkante, die Außenfase und die Bohrungen erzeugt. Durch die Vielzahl an Bearbeitungsschritten ist das Verfahren auf Kühlschmierstoffe angewiesen.

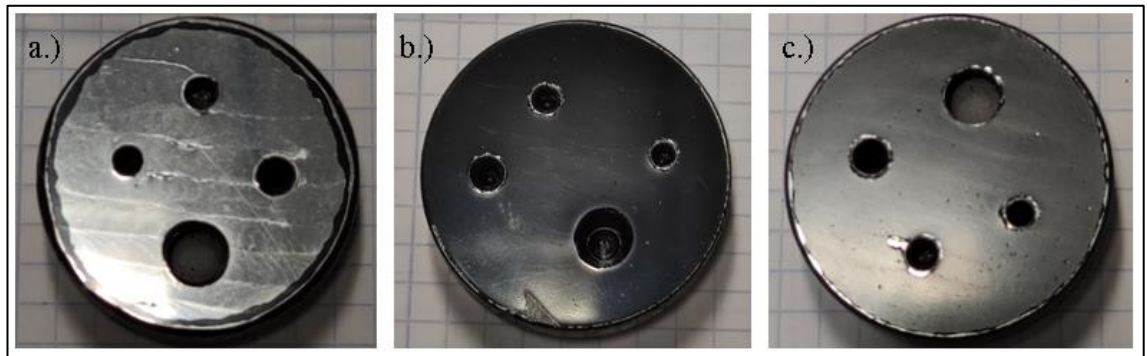


Abbildung 20: DLC Schicht auf: a.) WAAM gefertigter polierter Probe b.) stranggepresster polierter Probe c.) WAAM gefertigter polierter und gebeizter Probe

Durch die Bearbeitung werden “Erhöhungen“ auf der Oberfläche umgebogen und der Schmierstoff darunter eingeschlossen. Außerdem können Mikroporen im Körper entstehen, in denen sich weiterer Schmierstoff sammeln kann. Bei einer späteren Beschichtung kann dies zu Schichtabplatzungen führen.

Da bei der Abscheidung der DLC Schicht mit hohen Temperaturen von rund 400°C gearbeitet wird, pyrolysiert der Kühlschmierstoff und es können Rückstände an der Oberfläche verbleiben. Diese Rückstände können Haftung vermindern und es entstehen Abplatzungen, wie in der folgenden Abbildung dargestellt.

In Abbildung 21 ist die Kleinserie zu den Vorbehandlungen abgebildet. Sie zeigt das Beizen unter b.) bereits ausreicht damit die Schicht auf der ganzen Fläche haftet.

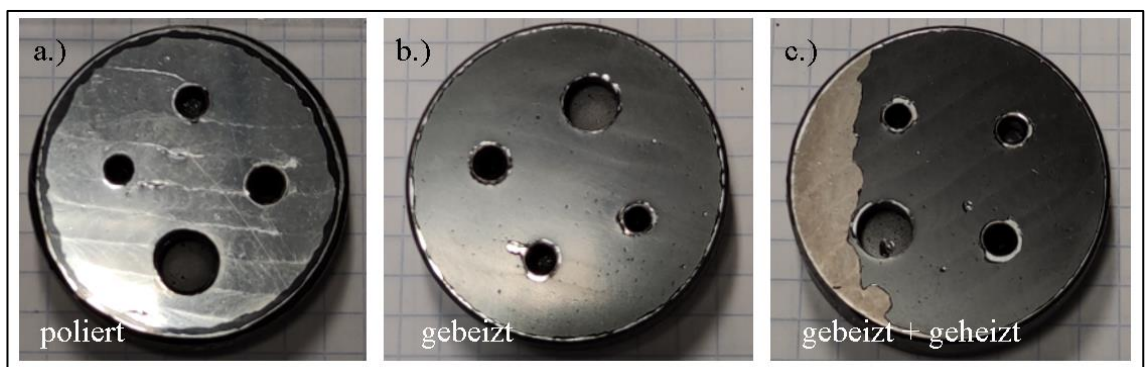


Abbildung 21: DLC Schicht auf WAAM gefertigten poliert und verschieden behandelten Oberflächen: a.) polierter Probe b.) gebeizter Probe c.) gebeizt und gebeizter Probe

Beizen und Ausheizen in Kombination stellt keine Lösung dar, da ein Teil der Schicht abgeplatzt. Unter a.) ist eine ausschließlich polierte Probe zu sehen, an der die Schicht schlecht haftet. Sie ist fast zur Gänze abgeplatzt und nur am Rand und in den Bohrungen vorhanden.

Der Prozess des plasmagestützten Schichtabscheidens für eine DLC Schicht ist offenbar empfindlich bezüglich Verunreinigungen auf der Oberfläche. Eine besondere Reinigung ist vorzusehen und für eine Schicht ohne Abplatzungen unumgänglich. In der Anwendung für eine Spritzgussform muss dies besonders beachtet werden. Denn die additiv gefertigte Kontur wird nur schwer ohne Kühlschmierstoff gestützte Bearbeitung auskommen.

4.2 SCHICHTDICKE – LICHTMIKROSKOP

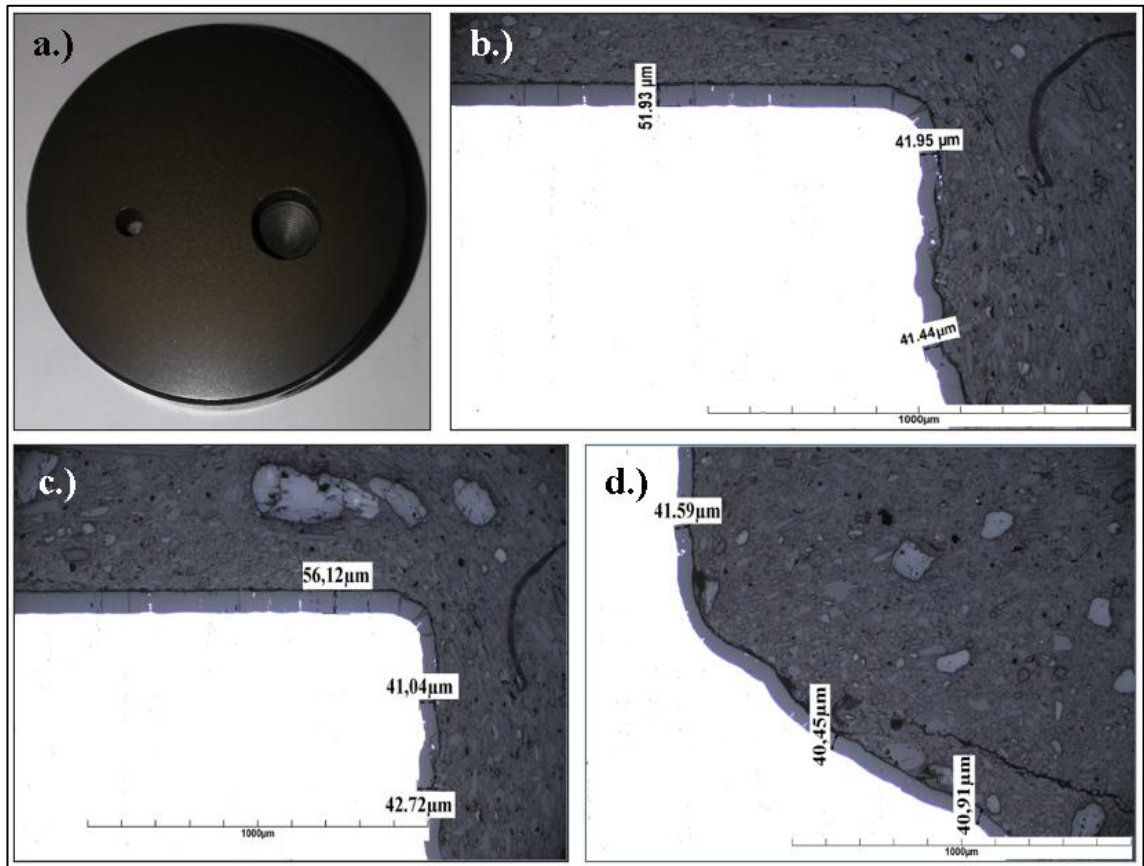
4.2.1 SCHICHTDICKE – ELEKTROLYTISCH OXIDIERTE OBERFLÄCHE

In Abbildung 22 bis Abbildung 24 ist je ein Auszug der Querschliffe einer Beschichtung zu erkennen. Dabei ist bei allen Bildsammlungen dieselbe Reihenfolge an Bildern eingehalten worden.

Unter a.) ist die Ausgangsprobe abgebildet, b.) zeigt die Fase der Bohrung mit geringem Durchmesser, c.) zeigt jene Fase die an die große Bohrung grenzt und d.) zeigt den Grund der Bohrung mit großem Durchmesser.

Die elektrolytisch oxidierte Oberfläche unter Abbildung 22 zeigt in fast allen Bereichen eine gleichbleibende Schichtdicke. Als Ziel wurden 50 Mikrometer Dicke für den Beschichter gesetzt. Dies wurde zufriedenstellend für die Planseiten erreicht.

Es muss beachtet werden, dass der Wert von 50 Mikrometern mit $\pm 10 \mu\text{m}$ schwankt, was aber in der Toleranz liegt, die festgelegt wurde.



*Abbildung 22: Schichtdicke der eloxierten Oberfläche: a.) Ausgangsprobe
b.) Außenphase der Probe c.) Phase der großen Bohrung d.) Grund der Bohrung*

Am Grund der großen Bohrung unter d.) ist eine Abnahme auf 40 µm der Schichtdicke zu erkennen. Beim Eloxieren beinhaltet der Elektrolyt Schwefelsäure. Wie weit die Schicht wächst, wird durch das Gleichgewicht zwischen Abätzen der Schicht und dem Aufwachsen der Schicht durch Oxidieren des Aluminiums bestimmt.

Um das Gleichgewicht zum Gunsten des Schichtwachstums zu verschieben wird der Elektrolyt zusätzlich gekühlt. Dies verringert die Potenz der Säure und die Schicht wird dicker. Damit die Schicht überall gleichmäßig aufwächst wird die Elektrolytflüssigkeit umgewälzt. Dies erfolgt mittels Rühren oder durch Einblasen von Luft im Bad.

Da die Bohrungen nicht durchgängig, sondern Sacklöcher sind, stellen sie einen Widerstand gegenüber dem Einfließen von frischem Elektrolyt dar. Somit ist die Wachstumsrate der Eloxalschicht in den Bohrungen vermindert. Besonders wirkt sich dies bei engen Bohrungen und Vertiefungen aus.

Optisch sind keine Fehler auf den Proben zu erkennen und das genaue Erreichen der Zielvorgabe der Schichtdicke sind große Vorteile dieses Schichtsystems.

4.2.2 SCHICHTDICKE – CHEMISCH-NICKELSCHICHT

In Abbildung 23 sind die Querschliffe der Chemisch-Nickelschicht zu erkennen. In der Teilabbildung a.) ist die Probe direkt nach dem Beschichten dargestellt. Sie zeigt eine leicht raue Struktur auf einer gänzlich metallisch glänzenden Grundfläche auf.

Auch hier wurde die Anforderung der Schichtdicke beim Dienstleister mit 50 Mikrometer gestellt. Die Messungen zeigen, dass dieser Wert sehr gut eingehalten wurde. Die Deckschichten weisen durchgängig die angeforderten Dicke auf, wobei sich unter b.) eine deutliche Abnahme der Schichtdicke in der Bohrung zeigt.

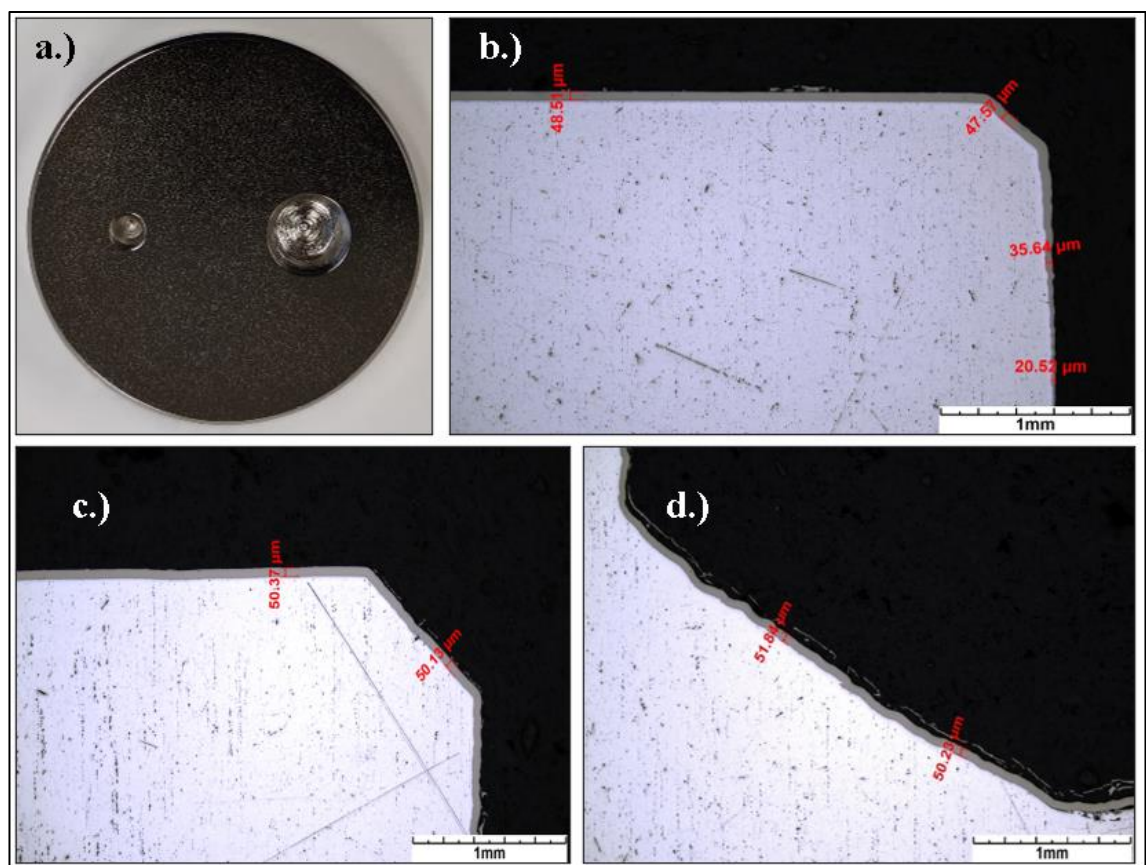


Abbildung 23: Schichtdicke der Chemisch-Nickel Probe: a.) Ausgangsprobe
b.) Außenphase der Probe c.) Phase der großen Bohrung d.) Grund der Bohrung

Ähnlich wie beim Eloxieren wird das Elektrolyt rein durch Konvektion oder unterstützt durch Rührern umgewälzt.

Da die Bohrungen nicht durchgängig sind kann die Flüssigkeit nicht hindurchfließen und wird am Eindringen gehindert. Das Elektrolyt wird durch die Umwälzung nur zu einem kleinen Grad in den Vertiefungen erneuert. Die Schicht wird aufgebaut durch die Reduktion von Nickelionen aus dem Elektrolyt. Wenn, wie in der Bohrung, kein frisches Elektrolyt angeliefert wird sind keine neuen Nickelionen vorhanden, die sich am Schichtaufbau beteiligen könnten. Der Effekt ist bei der großen Bohrung nicht so ausgeprägt wie bei der eloxierten Probe. Jedoch ist es bei der kleinen Bohrung umso mehr erkennbar. Die Schichtdicke sinkt hier bis auf unter 20 Mikrometer ab.

Bei der Abscheidung einer Chemisch-Nickelschicht können, im Gegensatz zum Eloxieren, auch Bohrungen mit kleineren Durchmessern homogen beschichtet werden. Wenn es aber zum Abfall der Schichtdicke kommt, dann ist dieser viel drastischer.

4.2.3 SCHICHTDICKE – DIAMOND-LIKE-CARBON-SCHICHT

In Abbildung 24 auf Seite 32 sind die Querschliffe nach der Abscheidung der DLC Schicht dargestellt. Unter a.) ist die beschichtete Probe direkt nach dem Beschichtungsprozess abgebildet. Die Schicht wirkt spiegelnd mit einer geringen matten Note. Auf der Deckfläche sind kaum Fehlstellen erkennbar. Auf Kanten und Fasen jedoch platzt die Schicht ab und es ist das Substrat darunter zu erkennen.

Diese Abplatzungen sind auch in den Querschliffen erkennbar. Besonders unter b.) fällt an den scharfen Kante auf, dass fast keine Schicht mehr vorhanden ist. Dieses Phänomen lässt sich durch die Probenpräparation erklären. Da der Härteunterschied zwischen der Aluminiumlegierung und der DLC Schicht so groß ist, wird das Substrat beim Polieren stärker abgetragen wie die Schicht. Die hervorstehende Schicht wird bei weiterer Belastung abgesichert. Der Bruch reicht bis in die Tiefe und die Schichtdicke wird schwer zu vermessen.

Auch unter c.) ist zu erkennen, dass die Schicht an den scharfen Kanten abgeplatzt ist, die ebenen Flächen lassen sich jedoch gut beschichten. Im Grund der großen Bohrung unter d.) ist zu sehen, dass die Schicht hier vorhanden ist und nicht dramatisch absinkt.

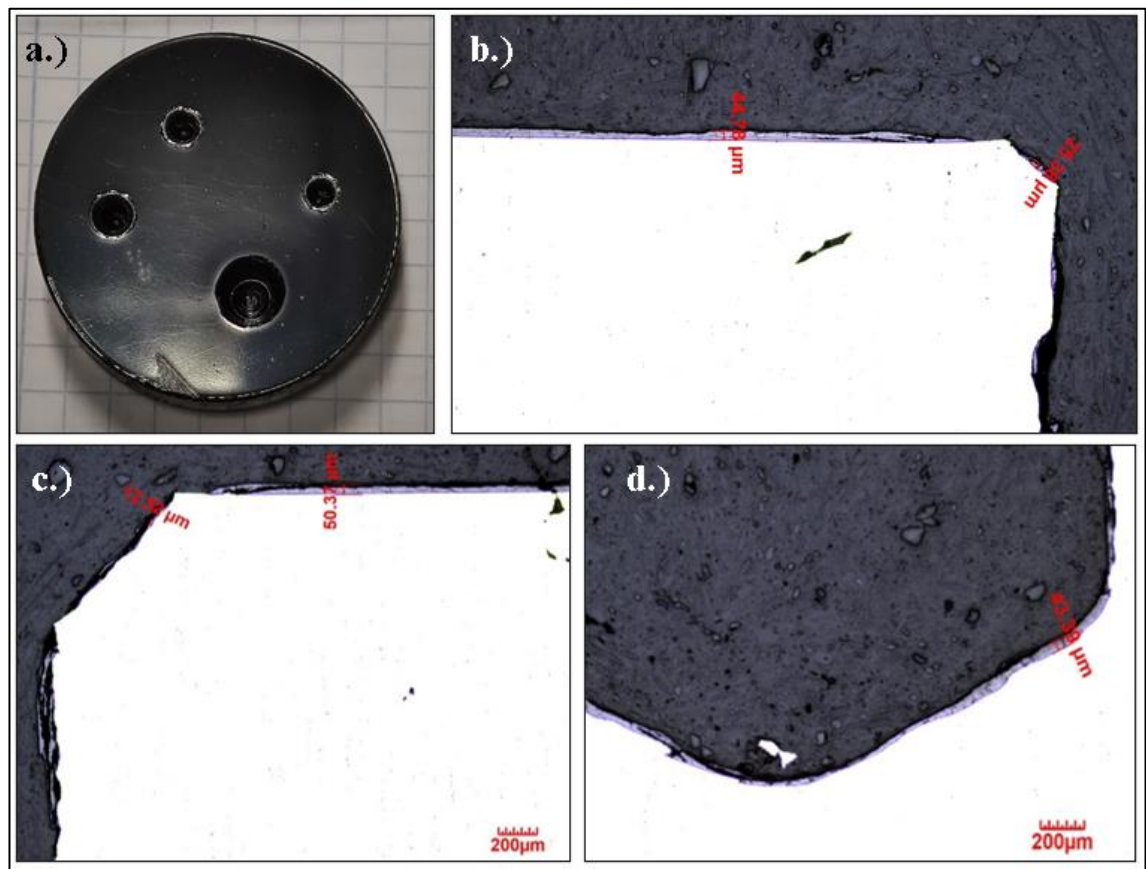


Abbildung 24: Schichtdicke der DLC beschichteten Probe: a.) Ausgangsprobe
b.) Außenphase der Probe c.) Phase der großen Bohrung d.) Grund der Bohrung

Der DLC Prozess wurde, sowie bei den anderen Schichten, mit einer Zielschichtdicke von 50 Mikrometern geplant.

Für die Deckschichten und die Bohrung mit großen Durchmesser ist dies gelungen. Die kleine Bohrung jedoch zeigt eine Abnahme der Schichtdicke bis auf ca. 11 Mikrometern. Die DLC Schicht lässt sich gut auf der Aluminiumlegierung AW-5083 abscheiden. Problematisch sind scharfe Kanten, die zu Abplatzungen der Schicht führen. Dies ist nicht nur bei den Fasen der Bohrungen der Fall, sondern auch bei den Fasen der Rundprobe.

4.2.4 SCHICHTDICKE – GEGENÜBERSTELLUNG ALLER SCHICHTEN

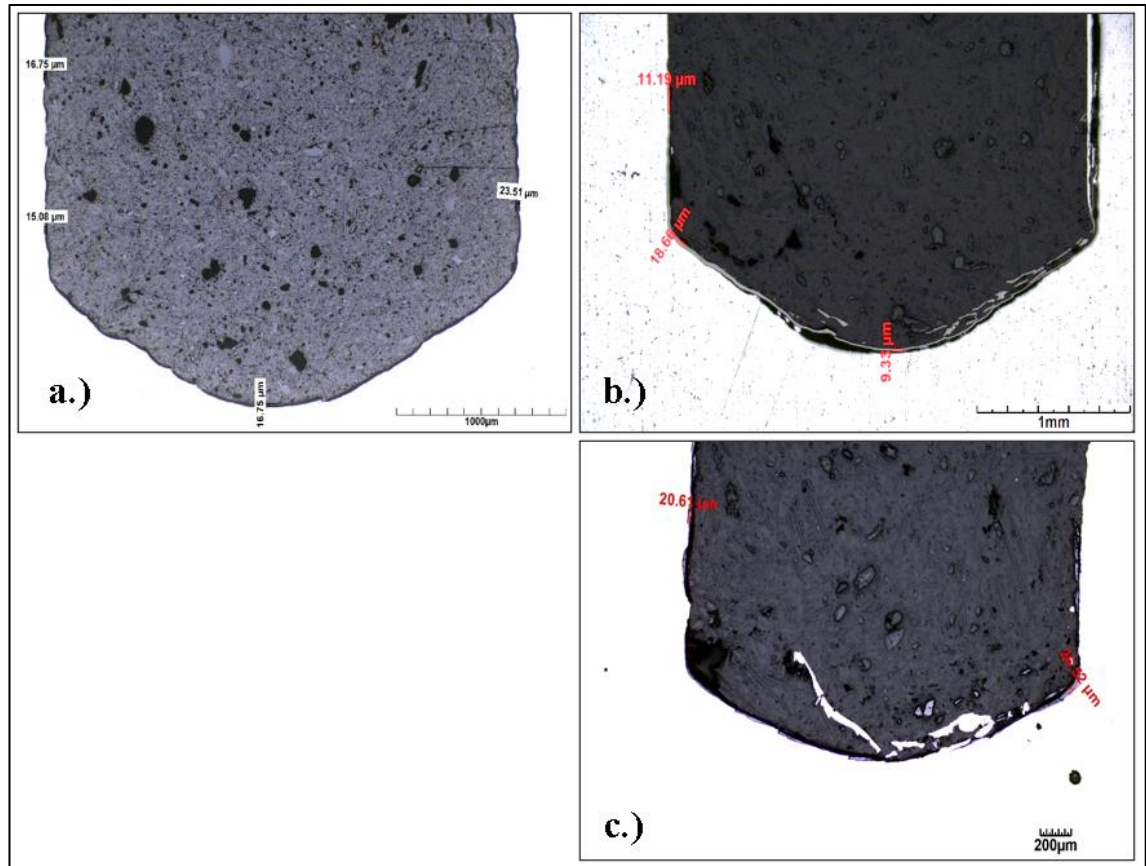


Abbildung 25: Querschnitt der kleinen Bohrungen: a.) eloxierte Probe b.) chemisch vernickelte Probe c.) DLC beschichtete Probe

In Abbildung 25 ist eine Gegenüberstellung der drei Schichten zu erkennen. Es wird dabei die Veränderung der Schichten bezüglich der Zielschichtdicke im Tiefenverlauf der kleinen Bohrung verglichen.

Unter a.) ist die Eloxalschicht abgebildet. Sie zeigt eine Verminderung der Schichtdicke von 50 Mikrometern auf ca. 16 Mikrometern. Rechts daneben ist die Chemisch-Nickelschicht abgebildet. Hierbei sinkt die Dicke bis auf unter 10 µm. Auch die DLC Schichtdicke, unter c.), sinkt in der kleinen Bohrung erheblich ab. Die Dicke beträgt dabei circa 20 µm. Bei allen Schichten nimmt die Dicke im Grund der Bohrung stark ab. Am stärksten sinkt die Chemisch-Nickelschicht mit einer Dicke bis auf unter 10 Mikrometer. Die DLC Schicht zeigt die höchste verbleibende Dicke von 20 µm. Der PACVD Prozess zum Abscheiden scheint also nicht so empfindlich auf Vertiefungen zu sein wie elektrolytbasierende Prozesse.

4.3 HÄRTE – NANOINDENTER

Der gemessene Wert setzt sich aus 9 Einzelmessungen des Nanoindenters zusammen. Diese Werte ergeben auch die Standardabweichung für die Messungen. Die 9 gewählten Punkte werden definiert durch ein 3 Zeilen und 3 Spalten Gitter. Der Abstand zwischen den Messpunkten beträgt dabei 50 Mikrometer.

Die Härte, H_T ergibt sich bei der Messung im Nanoindenter durch die Prüflast von 30 Millinewton, die über eine Zeit von 20 Sekunden gehalten wird. Die Auswertesoftware berechnet durch die gemessene Eindringtiefe die Nanohärte der Schicht.

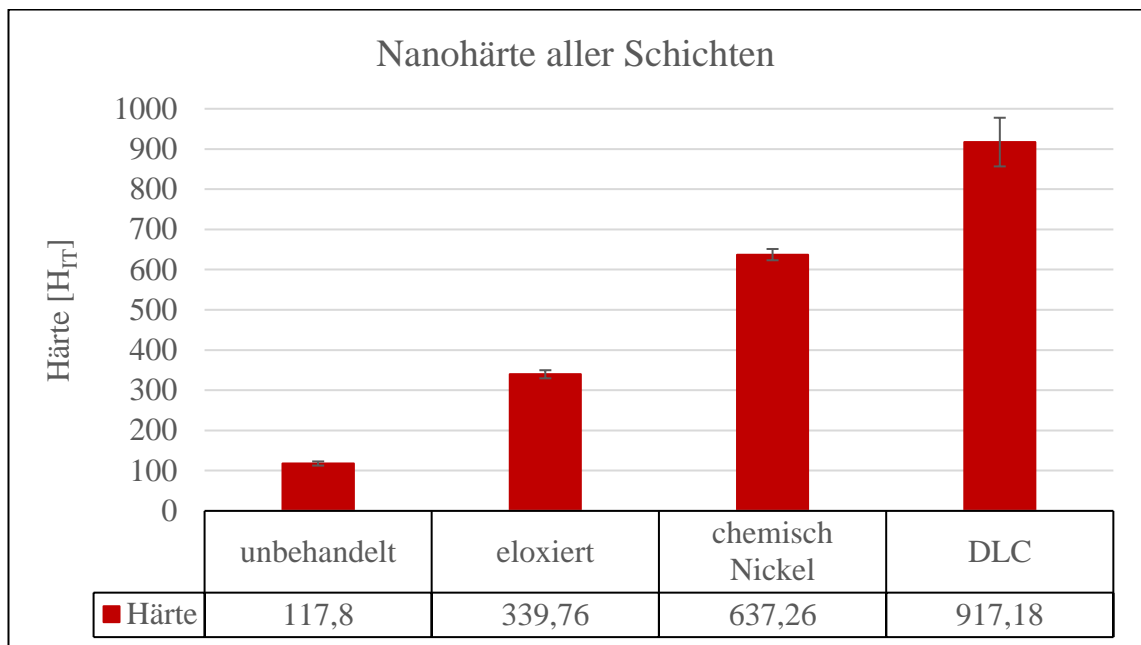


Abbildung 26: Nanohärte aller Schichten

In Abbildung 26 ist zu erkennen welche Werte die Messungen ergeben. Die DLC Schicht zeigt dabei mit 917 HV den höchsten gemessenen Wert. Wie zu erwarten ist der Wert recht hoch und im Bereich von 900 HV.

Die Chemisch-Nickelschicht zeigt mit 637 HV auch eine hohe Härte. Dieser Wert deckt sich gut mit den Referenzwerten aus der Literatur[33].

Die Oberflächenbehandlung elektrolytisch Oxidieren zeigt 339 HV und somit schon einen Zuwachs von über 200HV gegenüber der unbehandelten Oberfläche der Aluminiumlegierung.

4.4 HÄRTE – KLEINLAST

Die DLC und die Chemisch-Nickelschicht sind deutlich härter als die unbehandelte Aluminiumlegierung und die eloxierte Oberfläche. Deshalb werden die beiden harten Schichten mit HV0.5, was einer Prüflast von 4,91 N entspricht, und die weichen Proben mit HV0.1 (=0,981N) gemessen.

Die Prüflasten werden unterschiedlich gewählt, da sonst mit der geringeren Last auf den härteren Schichten kein Eindruck erzeugt werden kann, der groß genug ist für eine gültige Vermessung. Vice versa verhält sich die große Last auf den weicheren Prüfoberflächen so, dass der erzeugte Eindruck zu groß ist, um diesen zu vermessen.

In Abbildung 27 sind die Ergebnisse der Messung mittels Kleinlastverfahren aufgetragen. Wie schon bei der Messung mit Hilfe des Nanoindenters zeigt die DLC Schicht die höchste Härte mit 1030 HV0,5.

Die Chemisch-Nickelschicht zeigt mit 475 HV0,5 fast 150 HV weniger als mit der Messung durch den Nanoindenter. Da die Schicht genau im Übergangsbereich zwischen zu großem und zu kleinem Eindruck liegt, ist es naheliegend, dass die Prüflast mit 4,91N zu hoch war.

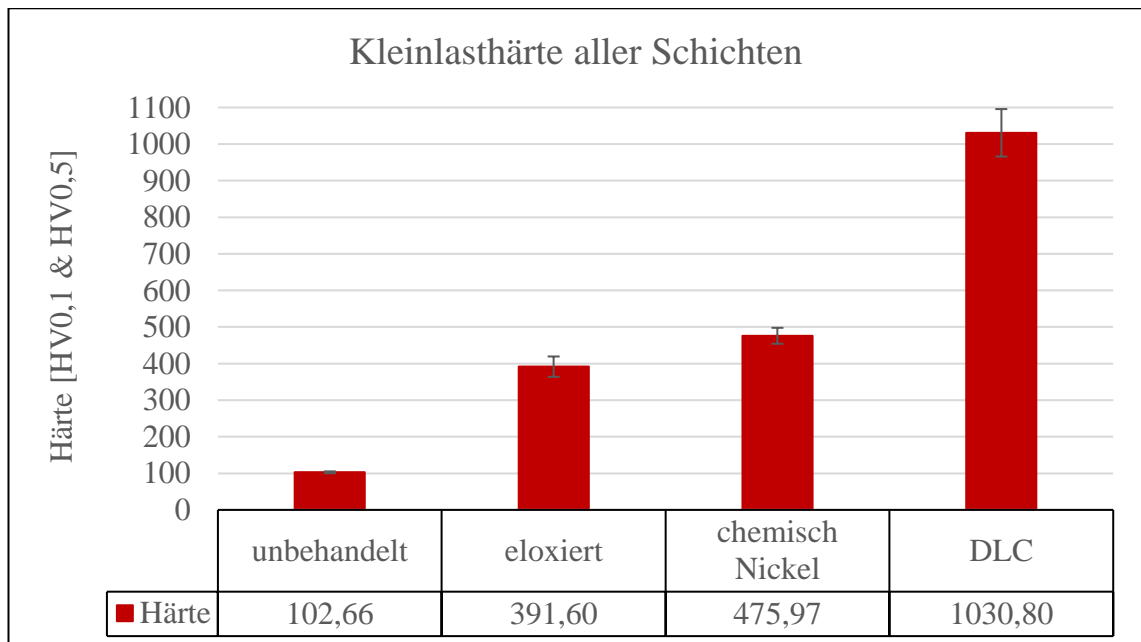


Abbildung 27: Kleinlasthärte aller Schichten

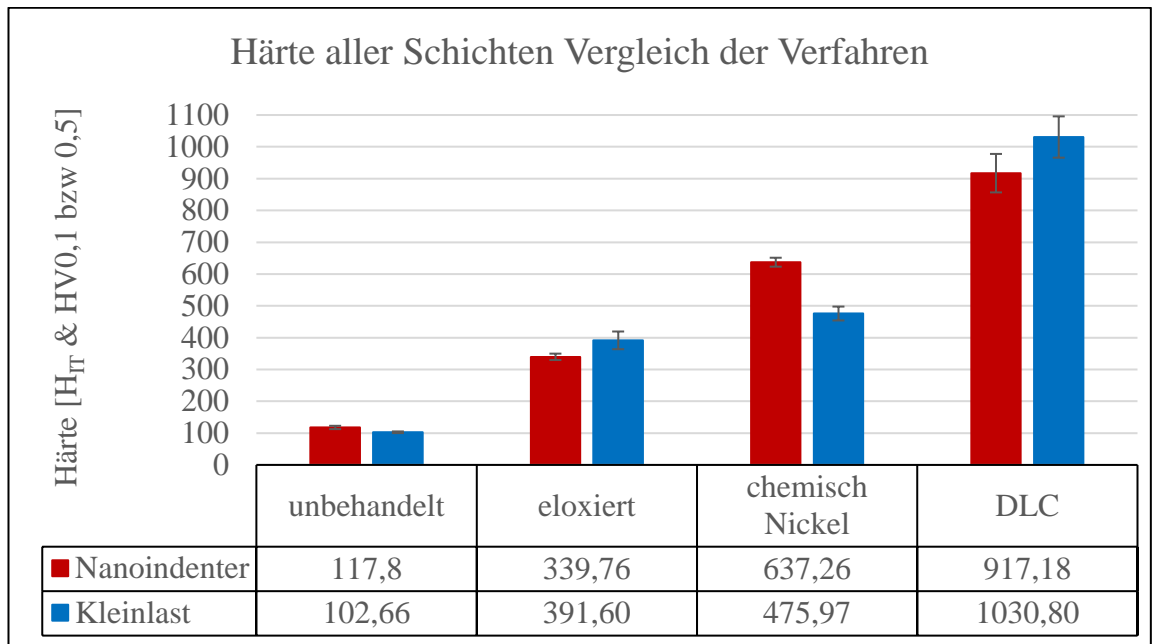


Abbildung 28: Härte aller Schichten im Vergleich der Messverfahren: in Rot.)

Messungen des Nanoindenters, in Blau.) Messungen des Kleinlastgeräts

In Abbildung 28 ist ein Vergleich der beiden Härtemessverfahren zu erkennen. Dabei wurden alle Messungen des jeweiligen Verfahrens aufgetragen und nebeneinander zum Vergleich gestellt. Es fällt auf, dass sich die beiden Messungen zum Großteil sehr gut decken.

Bei der Messung am unbehandelten Aluminium unterscheidet sich der Wert um ca. 15 HV. Bei der eloxierten Oberfläche ist die Differenz 52 HV. Auch bei der DLC Schicht unterscheiden sich die Messungen nur um ca. 110 HV.

Die Chemisch-Nickelschicht zeigt jedoch bei beiden Messungen eine Differenz von über 160HV. Es könnte sein, dass die oberflächennahen Bereich der Chemisch-Nickelschicht härter sind. Durch die hohe Last bei der Kleinlastprüfung und der daraus folgenden plastischen Verformung der Schicht könnte der weiche Untergrund die Härtemessung beeinflussen.

Eine Messung mit geringerer Last von 0,981N ist jedoch nicht möglich, da der Eindruck zu klein wird, um ihn zu vermessen.

Da Nickel in seiner reinen Form ein kubisch flächenzentriertes Gitter aufweist, lässt es sich besonders gut umformen [34]. Dies bewirkt, dass der Eindruck keine Risse oder Abplatzungen aufweist. Somit kann er aussehen als würde er gültig für eine Vermessung sein, jedoch bei zu geringer Schichtdicke das Substrat den Messwert beeinflusst.

4.5 TOPOGRAFIE – RASTERELEKTRONENMIKROSKOPIE UND TASTSCHNITTMESSUNG

4.5.1 TOPOGRAFIE – ELEKTROLYTISCH OXIDIERTE OBERFLÄCHE

Die Oberflächenbehandlung des elektrolytischen Oxidierens zeigt feine Risse auf der Oberfläche, wie in Abbildung 29 zu erkennen. Außerdem sind viele kleine Bereiche zu erkennen die Inhomogenitäten der Oxidschicht darstellen.

An die Oberfläche grenzen verschiedene Phasen der Legierung. Der Aluminiumgehalt in diesen Phasen variiert und beeinflusst das Schichtwachstum. Da weniger oder mehr Aluminium für die Bildung der Schicht verfügbar ist, unterscheidet sich auch die Wachstumsrate. Dies hat zur Folge, dass Inhomogenitäten in der Schicht entstehen.

Des Weiteren sind noch einige weiße Partikel in der Detailansicht zu erkennen. Dabei handelt es sich um Staubpartikel, die sich an der Oberfläche abgelagert haben. Da der Staub ein Nichtleiter ist, lädt er sich mit Interaktion des Elektronenstrahls statisch auf, die ihn weiß wirken lässt.

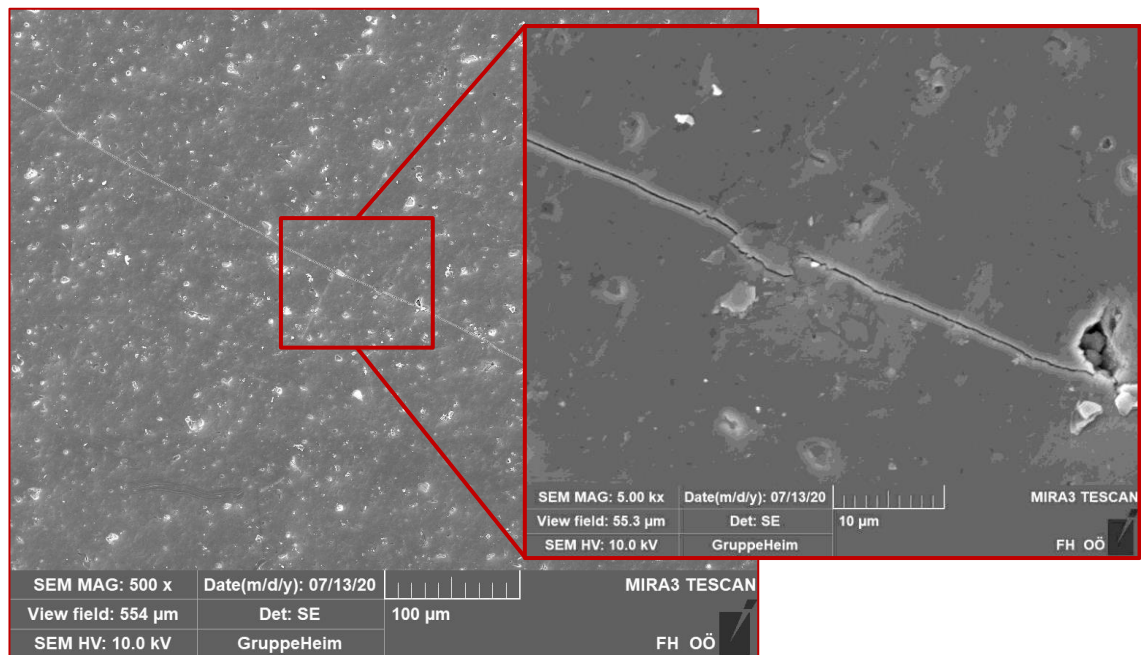


Abbildung 29: Oberflächentopografie - elektrolytisch oxidierte Oberfläche auf der Aluminiumlegierung in Mikro- und Makrodarstellung

4.5.2 TOPOGRAFIE – CHEMISCH-NICKELSCHICHT

In Abbildung 30 ist die Topografie der Chemisch-Nickelschicht zu erkennen. Die Schicht zeigt in der Makroaufnahme, links eine glatte Oberfläche. Es sind Wachstumsstrukturen zu erkennen. Die Mikroaufnahme zeigt eine solche Struktur vergrößert. Diese “warzenartigen“ Strukturen sind üblich für chemisch abgeschiedene Nickelschichten [35]. Weitere sehr kleine Partikel in weiß sind Staubpartikel der Atmosphäre. Diese haben sich vor Betrachtung der Schicht auf der Oberfläche abgesetzt. Die Schicht wirkt besonders glatt was für die Anwendung als Beschichtung einer Spritzgussform Vorteile bringen kann.

Des Weiteren wird sie bei einer Nachbearbeitung sehr schnell ansprechen. Es müssen nur wenige “Berge“ auf der Schicht abgetragen werden um eine vollständig ebene Oberfläche zu erzeugen.

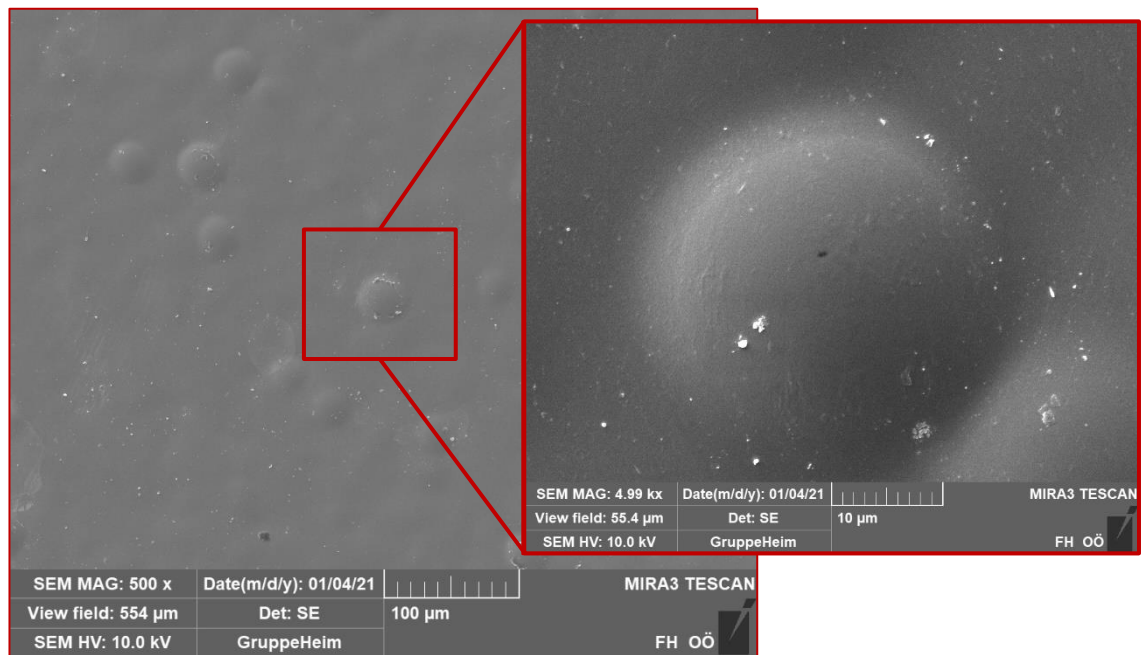


Abbildung 30: Oberflächentopografie – Chemisch-Nickelschicht auf Aluminiumlegierung in Mikro- und Makrodarstellung

4.5.3 TOPOGRAFIE – DIAMOND-LIKE-CARBON-SCHICHT

Die DLC Schicht in Abbildung 31 zeigt die typischen Wachstumsstrukturen einer CVD (chemical vapour deposition) Schicht. Die einzelnen Nuklei bei Wachstumsstart wachsen globular in alle freien Raumrichtungen. Sobald sie sich berühren, stoppt das laterale Wachstum. In unbehinderte Richtungen dehnen sich die Strukturen weiter aus, was zu einer Schicht führt, die komplett dicht ist. Die dichte Schicht kann im Anschluss nur mehr in die vertikale Richtung, vom Substrat weg, sich weiter aufbauen. So kann die Schicht kontrolliert verdickt werden.

Einzelne Strukturen wachsen noch weiter, wobei vereinzelt große “Warzen“ entstehen, wie in der rechten Mikroaufnahme zu erkennen ist. Diese entstehen besonders bei Verunreinigungen, die sich auf der Oberfläche ablagern.

Im Abscheidungsreaktor wird Acetylen in seine atomaren Bestandteile gespalten. Der Kohlenstoff bildet dabei die Schicht aus. Jedoch wächst auch an der Reaktorwand eine Schicht auf. Diese kann absplittern und wie Staub auf die Proben rieseln. Die größeren Partikel wirken als Wachstumsnuklei und so entstehen besonders große “Warzen“.

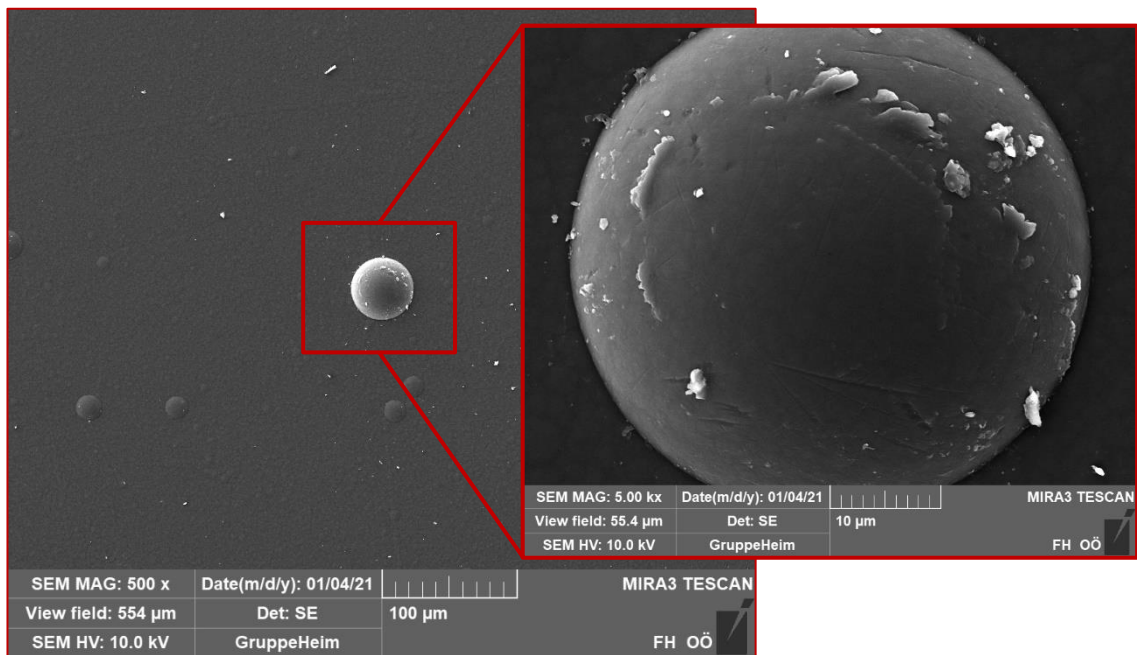


Abbildung 31: Oberflächentopografie - DLC auf Aluminiumlegierung in Mikro- und Makrodarstellung

4.6 TOPOGRAFIE – TASTSCHNITTMESSUNG – POLIERBARKEIT

Durch alle Beschichtungen steigt die Rauheit der Oberfläche gegenüber der unbehandelten Fläche. In Abbildung 32 sind die Rauheiten nach der jeweiligen Oberflächenbehandlung gegenüber der unbehandelten Ausgangsoberfläche zu erkennen. Deutlich ist zu erkennen, dass die eloxierte Oberfläche die höchste Rauheit aufweist, vor der Chemisch-Nickelschicht sowie der DLC Schicht. Zu beachten ist, dass die unbehandelte Oberfläche des Aluminiums als Vorbereitung für die folgende Behandlungen blank poliert wurde.

Besonders wächst der R_z Wert an. Dieser ist gegenüber der unbehandelten Oberfläche um ein Vielfaches höher. Es bedeutet, dass die Oberflächenbehandlung beziehungsweise Beschichtung eine inhomogene Aufrauung erzeugt. Die Eloxalschicht zeigt dabei die größte Wirkung. Wenn in derselben Überlegung Aussagen der Abbildung 29, der Oberflächentopografie, in Betracht gezogen werden, wird klar, dass es sich dabei in der Tat um eine hohe inhomogene Aufrauung handelt.

Auch die Chemisch-Nickelschicht und die DLC Schicht zeigen beide eine hohe Steigerung des R_z Wertes. Dieselbe Überlegung mit dem Vergleich der Topografie in Abbildung 30 und Abbildung 31 wird auch in diesem Fall angestellt.

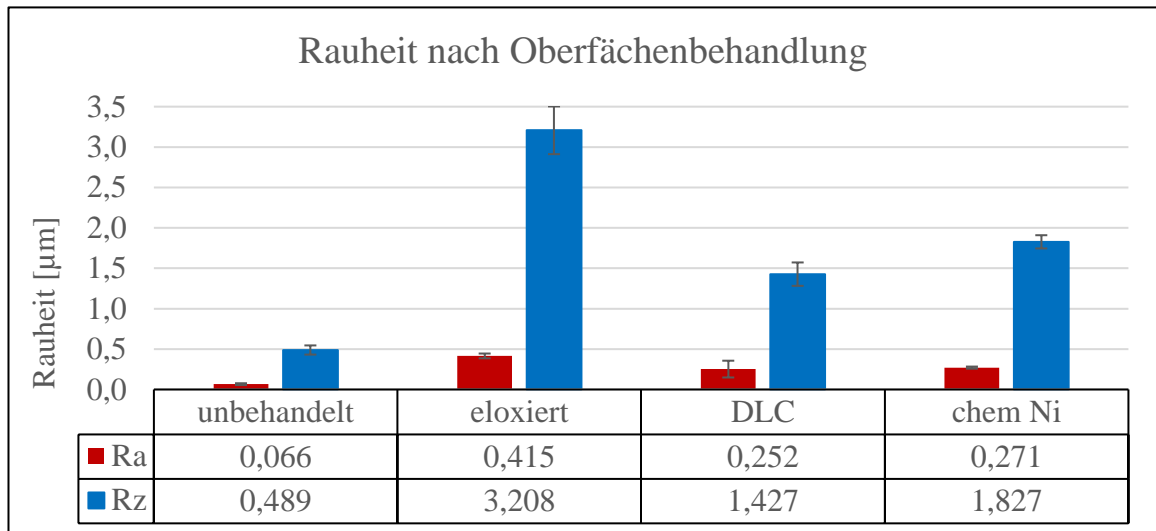


Abbildung 32: Rauheit nach Oberflächenbehandlung

Es ist erkennbar, dass den Wachstumsstrukturen der Schichten die hohen gemessenen R_z Werte zu Grunde liegen.

Die Verfahren zur Erzeugung einer verschleißfesten Schicht bewirken eine ungleichmäßige Aufrauung der Schicht. Für die Anwendung bedeutet dies, dass die Schicht in jedem Fall nachbehandelt werden muss.

Die Nachbehandlung kann durch Feinpolieren erfolgen. Dies wird mit einer Diamantsuspension durchgeführt, wobei die Diamanten üblicherweise einen Durchmesser von ca. 3 μm aufweisen.

Die folgenden Diagramme zeigen die Abhängigkeit der Rauheit von der Nachbehandlung. Dabei wird wieder zwischen R_a und R_z Wert unterschieden.

In Abbildung 33 und Abbildung 34 sind die Rauheitswerte gegenüber der Polierdauer zu erkennen. Die Abbildungen zeigen die Änderung des R_a und des R_z Werts über die Polierdauer in einzelnen Minutenschritten.

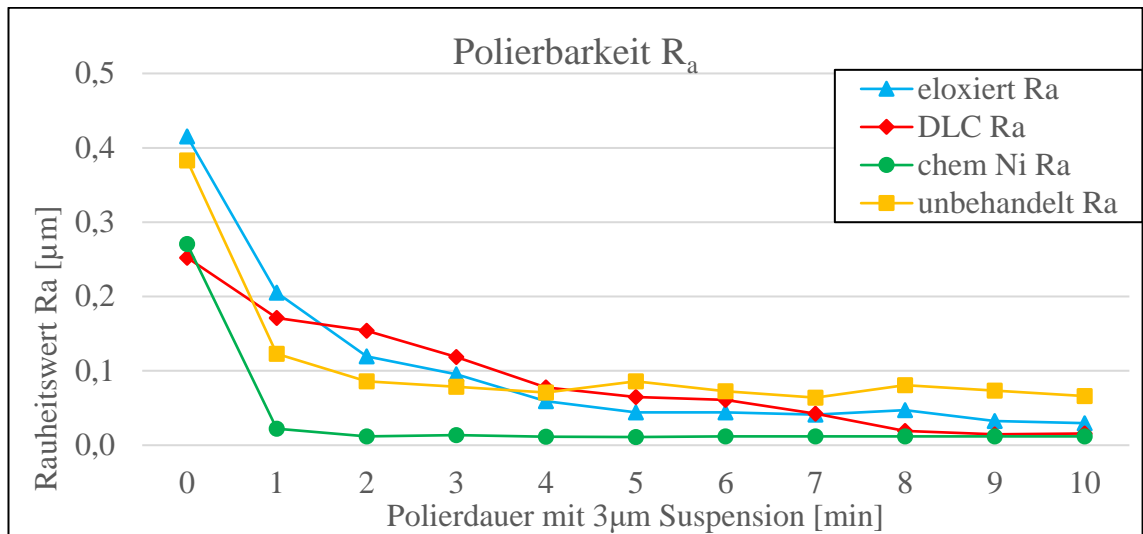


Abbildung 33: Polierbarkeit der Oberflächen R_a

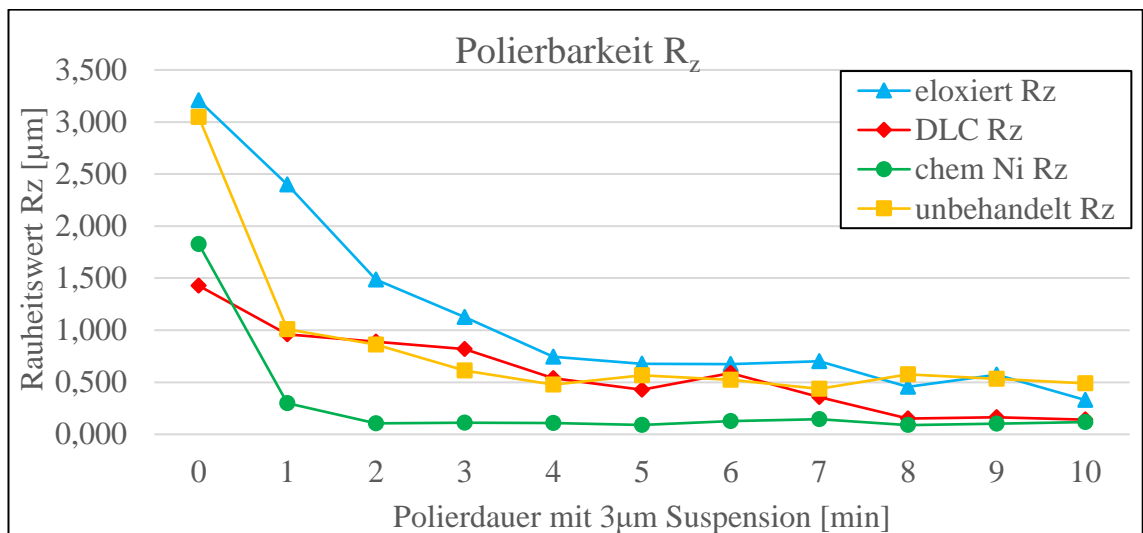


Abbildung 34: Polierbarkeit der Oberflächen R_z

Der R_a Wert der eloxierten Oberfläche beginnt bei ca. $0,4\mu\text{m}$ und fällt bereits nach einer Minute um über 50% ab. Die folgenden Minuten halbieren den Wert fortlaufend bis er nach 5 Minuten bei etwa $0,05\mu\text{m}$ sein Minimum erreicht. Auch der R_z Wert beginnt bei 5 Minuten sein Minimum zu erreichen. Die Polierdauer bei der eloxierten Oberfläche sollte also bei rund 5 Minuten liegen.

Die DLC Schicht startet bei beiden Werten am niedrigsten. Der R_a Wert liegt bei etwa $0,25\mu\text{m}$ und der R_z Wert bei etwa $1,4\mu\text{m}$.

Das Polieren bewirkt eine Reduktion beider Werte, jedoch ist die Veränderung gering. Nach 3 Minuten hat sich der Anfangswert halbiert und nach ca. 8 Minuten erreicht er sein Minimum.

Die Ausgangssituation der unbehandelten Oberfläche ist eine Fläche die Drehriefen von der Herstellung aufweist. Der R_z Wert bei $3,2\mu\text{m}$ und der R_a Wert bei $0,38\mu\text{m}$ wird bereits bei der ersten Polierminute um mehr als 50% reduziert. Nach zwei weiteren Minuten Polierdauer ist das Endstadium erreicht.

Die unbehandelte Oberfläche spricht also schneller auf das Polieren an als die DLC Schicht und die eloxierte Oberfläche. Jedoch erreicht sie nicht denselben Tiefstwert, wie die Schicht und die Oberflächenbehandlung.

Die Chemisch-Nickelschicht zeigt beim R_a Wert nach einer Minute polieren einen sehr tiefen Wert von $0,022\mu\text{m}$. Dieser Wert wird mit den folgenden Polierschritten nicht mehr unterschritten, sondern er bleibt auf demselben Niveau. Im Vergleich zu allen anderen Oberflächen spricht diese Schicht am schnellsten an und erreicht den tiefsten Wert.

Auch der R_z Wert zeigt ein ähnliches Verhalten. Bereits nach der ersten Minute ist der Anfangswert auf $0,299\mu\text{m}$ mehr als halbiert worden. Die nächste Minute bringt die Oberfläche auf ihr Endstadium, bei ca. $0,1\mu\text{m}$.

Im Vergleich reduziert die Chemisch-Nickel-Beschichtung am schnellsten ihre Rauheitswerte. Außerdem erreicht sie durch das Polieren die tiefsten Werte. Die Behandlung kann bei der Anwendung in einer kurzen Zeit erfolgen und erzielt dabei die geringsten Rauheitswerte.

4.7 CHEM. ZUSAMMENSETZUNG – ENERGIEDISPERSIVE RÖNTGENSPEKTROSKOPIE

4.7.1 CHEM. ZUSAMMENSETZUNG – ELEKTROLYTISCH OXIDIERTE OBERFLÄCHE

In Abbildung 35 ist die chemische Zusammensetzung der eloxierten Oberfläche dargestellt. Da die Oberflächenbehandlung eine Verdickung der natürlichen Aluminiumoxidbeschichtung ist, erscheinen die gemessenen Werte plausibel.

Ein hoher Gehalt an Sauerstoff und Aluminium ist deutlich zu erkennen. Die theoretischen Gehälter des Reinstoffes Aluminiumoxid, betragen Al = 52,92 m% und O = 47,07 m%. Der Sauerstoffgehalt stimmt mit der Messung gut überein, der Aluminiumgehalt weicht jedoch ab.

Die Abweichung ergibt sich aus den sonstigen enthaltenen Elementen, die in die Schicht eingebaut werden. Es handelt sich bei der entstehenden Schicht nicht um reines Aluminiumoxid.

In der Aluminiumlegierung ist Magnesium enthalten, welches auf einen Anteil von 1,17 m% kommt. Auch hier ist eine Abweichung vorhanden, denn für die Legierung liegt der Bereich von 4 bis 4,9 m% Magnesium vor.

Der gemessene Schwefel stammt aus dem Elektrolyt, dass während der Behandlung verwendet wurde und der Kohlenstoff stammt aus Verunreinigungen, die in die Schicht eingebaut wurden. Im Diagramm sind dabei die Werte abzulesen mit 3,87 m% Schwefel und 2,83 m% Kohlenstoff.

Da bei der Messung mit der Röntgenspektroskopie immer Kontaminationen der Oberfläche mitgemessen werden, können die exakten Zusammensetzungen der Schichten nicht gemessen werden. Es sollen die Elemente erfasst werden, die nach der Schichtabscheidung vorhanden sind, beispielsweise die Elemente aus dem Elektrolyt.

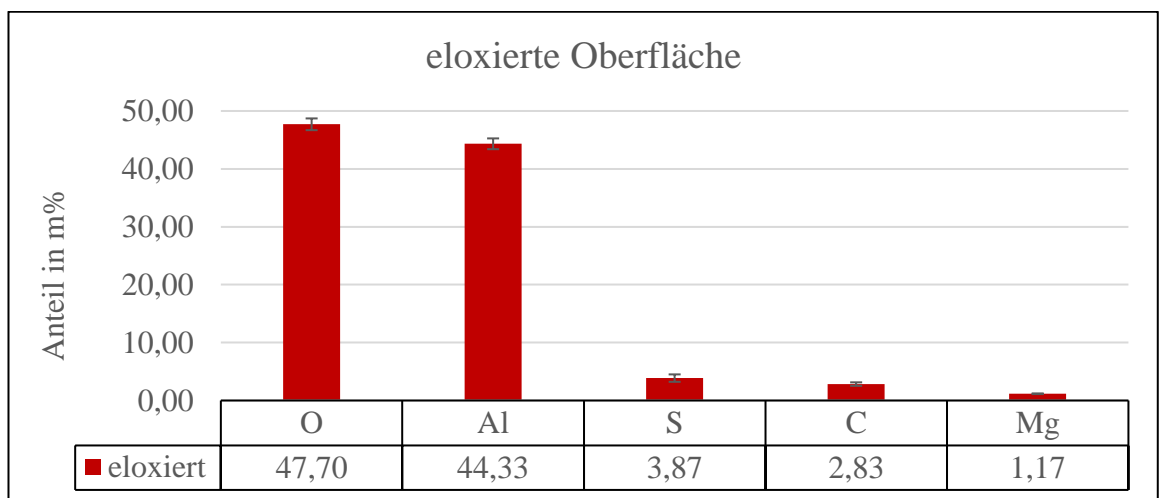


Abbildung 35: EDX - eloxierte Oberfläche

4.7.2 CHEM. ZUSAMMENSETZUNG – DIAMOND-LIKE-CARBON-SCHICHT

Im Diagramm unter Abbildung 36 ist die chemische Zusammensetzung der DLC Schicht abgebildet. Da die Schicht hauptsächlich aus Kohlenstoff aufgebaut ist, ist der hohe C-Gehalt keine Überraschung. Um die Haftung zwischen Schicht und Substrat zu verbessern, wurde vor der eigentlichen DLC Schicht eine Siliziumzwichenschicht aufgetragen.

Auch während der Abscheidung der eigentlichen DLC Schicht wird Silizium eingebaut. Dabei soll es die Härte der Schicht noch weiter steigern. Beides führt zu einem hohen Siliziumgehalt von etwa 39 Massenprozent. Die genaue Bezeichnung dieser Schichten ist a-C-H:Si, wobei dies für amorphe DLC Schicht mit Silizium steht.

Auch Sauerstoff wird in der Messung eindeutig nachgewiesen. Dieser stammt aus einer sich bildenden Oxidschicht nach der Beschichtung.

Sobald die Schicht mit Luft in Kontakt kommt, beginnt diese zu oxidieren. Die Oberfläche ist nach dem Beschichten sehr reaktiv weshalb sich sofort eine Siliziumoxidschicht ausbildet.

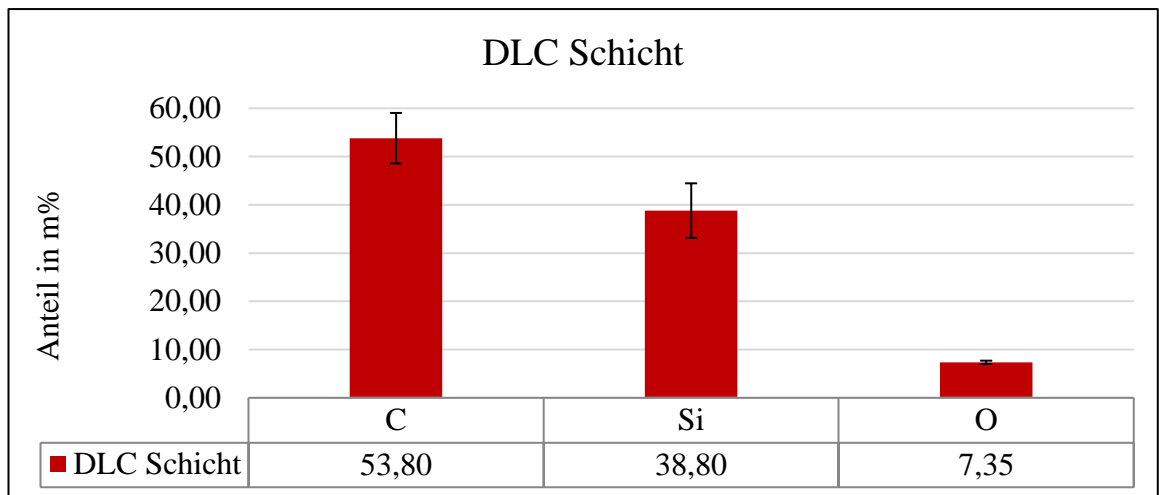


Abbildung 36: EDX - DLC Schicht

4.7.3 CHEM. ZUSAMMENSETZUNG – CHEMISCH-NICKELSCHICHT

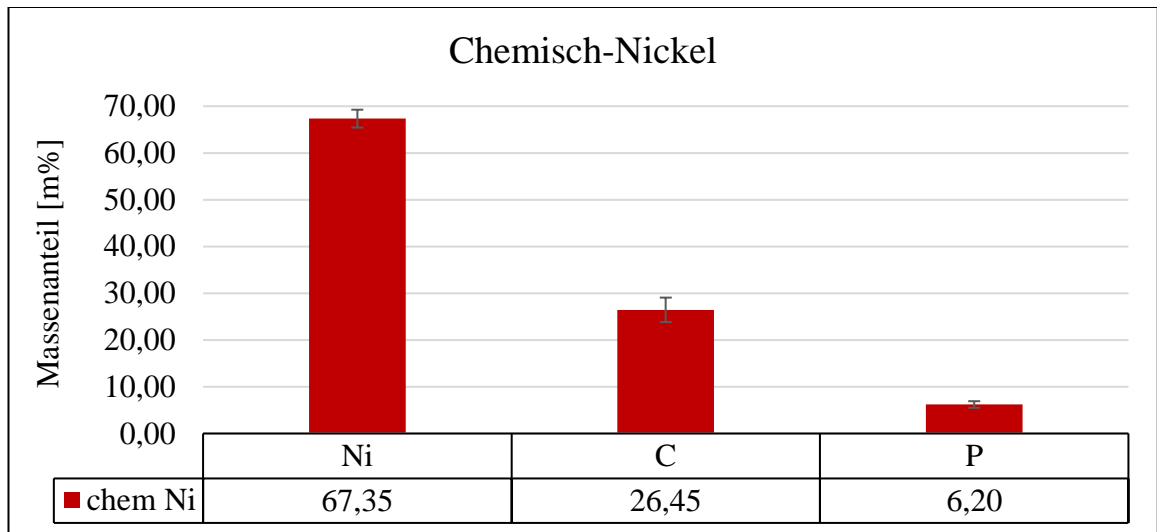


Abbildung 37: EDX – Chemisch-Nickel

Unter Abbildung 37 ist das Ergebnis der Röntgenspektroskopiemessung der Chemisch-Nickelschicht zu erkennen. Mit über 67 m% dominiert das Nickel in der Schicht. Da eine Chemisch-Nickelschicht immer aus einer Nickel-Phosphor-Legierung besteht, ist der P-Gehalt mit 6% vorhersehbar. Der Kohlenstoffgehalt ist mit 26 m% relativ hoch und auf Verunreinigungen zurückzuführen, die sich auf der Oberfläche abgelagert haben. Da die freie Oberflächenenergie von reinen Metallen sehr hoch ist, lagern sich viele Verunreinigungen ab sobald die Probe aus dem Beschichtungsbad kommt [36]. Außerdem werden während des Prozesses Verunreinigungen in die Schicht eingebaut, was den Kohlenstoffgehalt noch weiter steigert.

4.8 SCHICHTHAFTUNG – SCRATCHTEST

In Abbildung 38 sind die Verläufe aller Scratchspuren auf der jeweiligen Oberfläche zu erkennen.

Unter a.) ist der Verlauf des Scratch auf der DLC Schicht zu erkennen. Dabei wurde die Last des Scratchdiamanten von 1 bis 100 Newton gesteigert. Direkt darunter bei b.) ist der Scratch auf der eloxierten Oberfläche zu erkennen, wobei die Last von 1 bis 50 Newton gesteigert wurde. Es wurde bei jeder Schicht begonnen mit einem Versuch von 1 bis 50 Newton. Da das Durchbrechen der Schicht das komplette Versagen bedeutet, ist es nur sinnvoll einen Test bis zu diesem Punkt durchzuführen.

Im Falle der elektrolytisch oxidierten Oberfläche war dies der Fall beim Test von 1 bis 50 Newton. Für die DLC Schicht wurde beim zweiten Versuch, bei dem die Last von 1 bis 100 Newton gesteigert worden ist, dieses Versagensereignis erreicht. Somit ist ein Versuch von 1 bis 200 Newton nicht notwendig. In der Abbildung 38 wird jeweils jener Versuch gezeigt, der auch alle Versagensereignisse beinhaltet.

Die Chemisch-Nickelschicht zeigte bei dem ersten Scratch von 1 bis 100 Newton keine Versagenserscheinungen. Deshalb wird dabei die Last in einem zweiten Test von 1 bis 200 Newton gesteigert. Dieser Versuch ist unter c.) zu erkennen.

Bei allen Versuchen wird die gesamte Länge der Scratches mit 10 Millimetern bemessen.

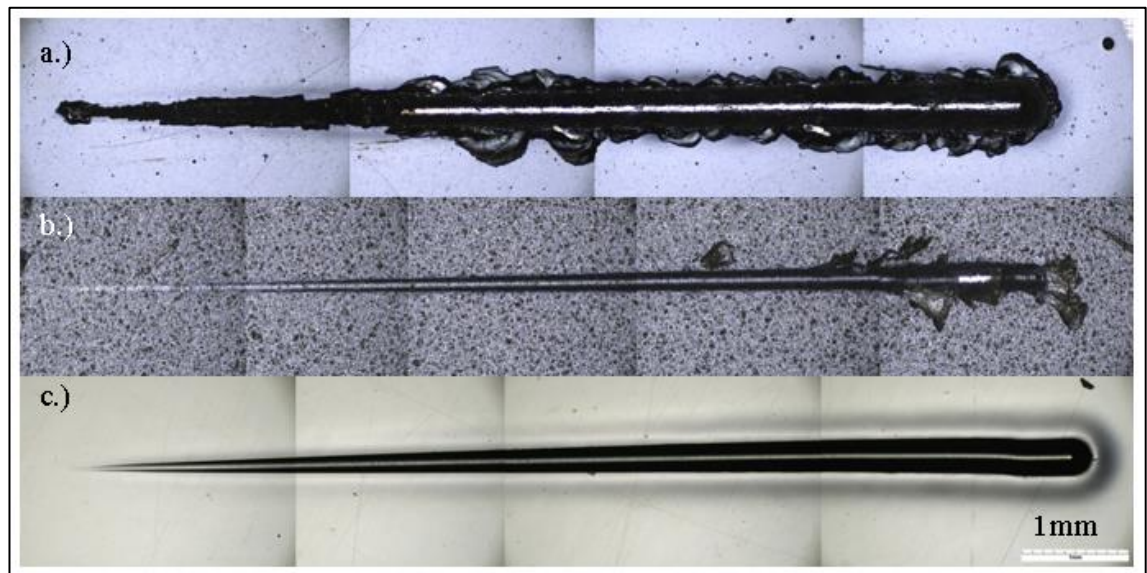


Abbildung 38: Scratchverläufe auf: a.) DLC Schicht (0-100 N) b.) elektrolytisch oxidierte Oberfläche (0-50 N) c.) chemisch vernickelter Oberfläche (0-200 N)

Unter a.) ist die Spur auf der DLC Schicht zu erkennen. Es fällt auf, dass schon bald das Substrat unter der Schicht erkennbar ist. Außerdem sind für Keramiken charakteristische “muschelförmige“ Ausbrüche zu sehen. Abbildung 39 zeigt den Verlauf der Eindringtiefe und des akustischen Signals über den Scratchweg. Auch der Wert der Normalkraft wird über den Weg dargestellt.

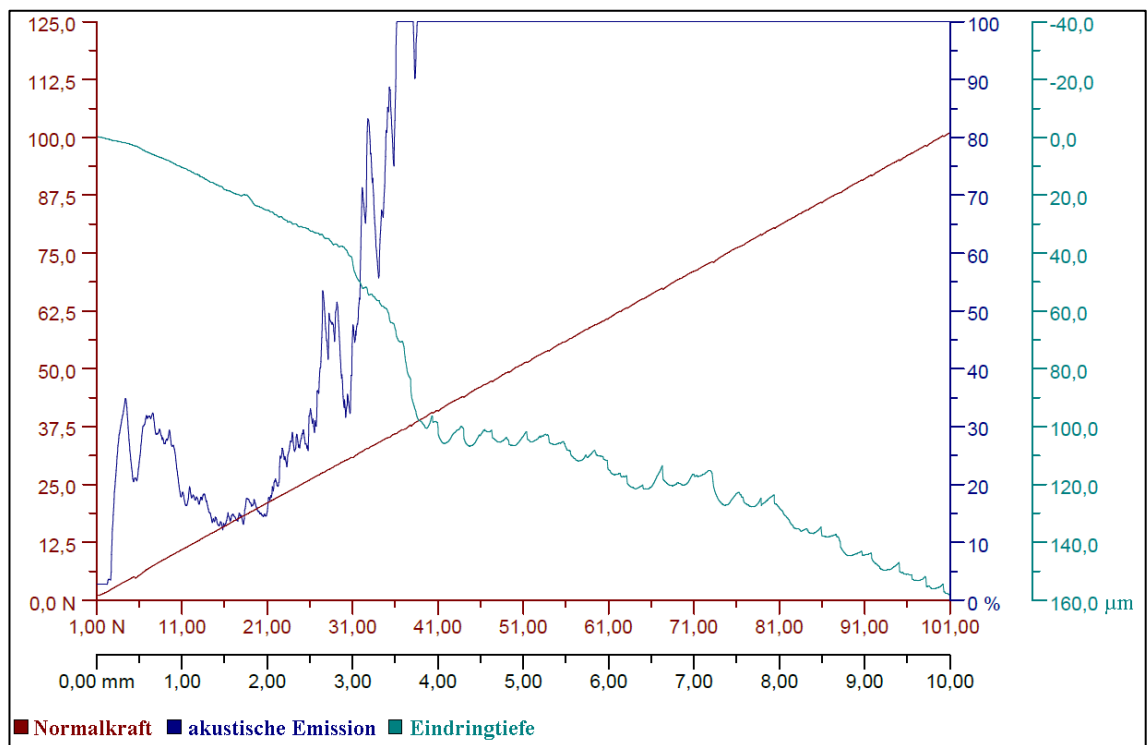


Abbildung 39: Scratch Kraft- und Wegverlauf der DLC Schicht

Nach circa 3mm Scratchweg schnell das akustische Signal stark in die Höhe. Zum selben Punkt steigert sich die Eindringtiefe rasant. Im Vergleich mit Abbildung 38 wird deutlich, dass die Schicht hier nachgibt und der Scratchdiamant schlagartig tiefer in die Probe eintritt. Dieses Ereignis entspricht der L_{C3} -Kraft, wobei der Diamant die Schicht durchdringt und aufs Substrat gerät. Der genaue Wert ist dabei der Tabelle 3 zu entnehmen. Auch das Ereignis des ersten Absplitters der Schicht ist gut zu erkennen. Im Diagramm bei circa 0,1 bis 0,2 Millimeter nimmt das akustische Signal ein erstes Mal rapide zu. In der Detaildarstellung des L_{C2} Ereignisses unter Abbildung 44 ist dies bildlich dargestellt.

Die L_{C1} -Kraft ist auf der DLC Schicht nicht erkennbar, da es zu keinerlei plastischen Verformungen kommt, sondern sofort zu Ausbrüchen.

In Abbildung 38 unter b.) sind auf der eloxierten Oberfläche am Ende “muschelartige“ Ausbrüche zu erkennen. Dieses Ereignis spiegelt sich in Abbildung 40 im akustischen Signal wider. Schon vor dem Durchdringen der Schicht bei circa 8,2 Millimeter, ist im akustischen Signal, in blau, ein Sprung zu erkennen, welcher das Absplittern der Schicht indiziert. Eine detaillierte Ansicht ist dabei in Abbildung 44 zu erkennen. Das Ereignis entspricht dabei der L_{c2} -Kraft, dem Splittern der Schicht.

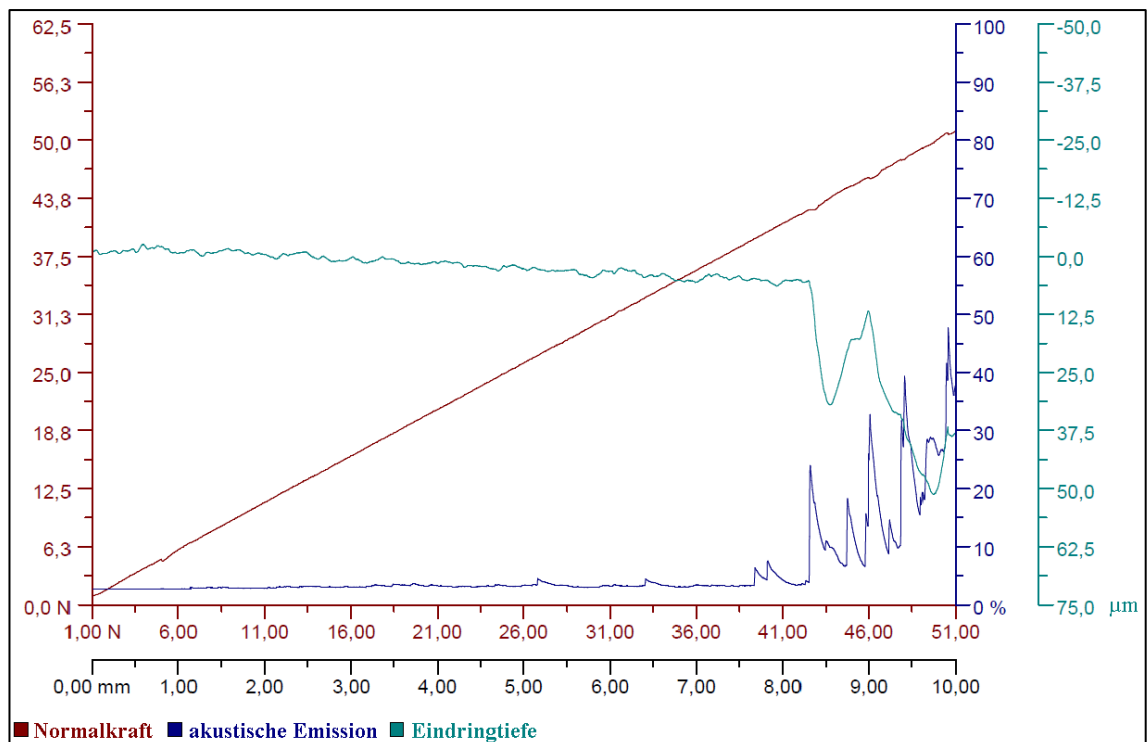


Abbildung 40: Scratch Kraft und Wegverlauf auf der eloxierten Oberfläche

In Abbildung 38 c.) ist die Chemisch-Nickelschicht dargestellt. Deutlich ist der Wulst neben der Scratchspur zu erkennen. Das Material wird zur Seite geschoben und bäumt sich auf, anstatt zu brechen. Da Nickel ein Metall mit einer kubisch flächen-zentrierten Gitterstruktur ist, hat es ein sehr hohes Umformvermögen was wiederum das Verhalten im Scratchtest erklärt [37].

Im stetigen Verlauf der Eindringtiefe in Abbildung 41 zeigt sich, dass keine besonderen Sprünge vorhanden sind. Dies bestätigt die Beobachtungen in der Abbildung des gesamten Scratches.

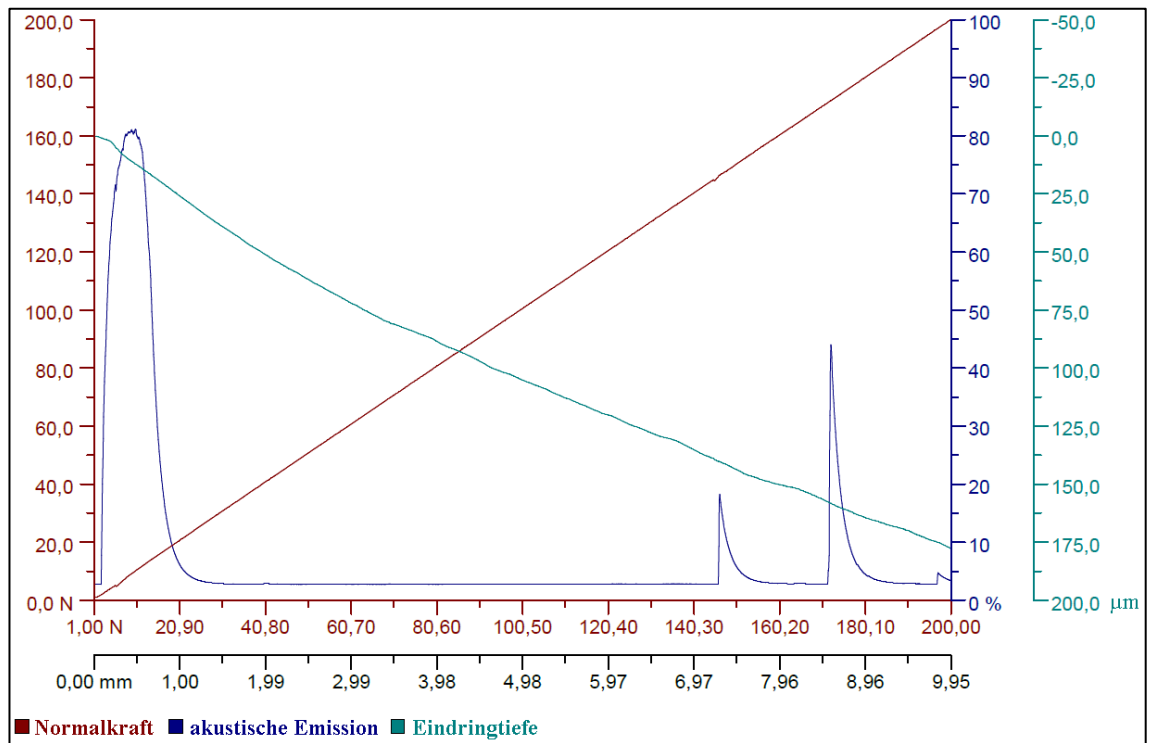


Abbildung 41: Scratch Kraft und Wegverlauf auf der Chemisch-Nickelschicht

Der erste Sprung im akustischen Signal lässt sehr schwer einem Versagensereignis zuordnen. In Abbildung 38 ganz am Anfang der Scratches auf der Chemisch-Nickelschicht sind keine Hinweise für ein Versagen erkennbar. Da bei den zwei anderen Test von 1-50 und von 1-100 Newton auch derselbe Peak zu erkennen ist, siehe Abbildung 42, muss es sich um ein anderen Effekt handeln. Unter a.) ist der Verlauf des Scratches von 1 bis 50 Newton zu erkennen, sowie die Abbildung des Scratches darunter. Das Gegenstück des Scratches von 1 bis 100 Newton ist daneben unter b.) mit der dazugehörigen Abbildungen des Scratches zu erkennen.

Es wird davon ausgegangen dass durch die tribologischen Verhältnisse zwischen dem Scratchdiamanten und der Chemisch-Nickelschicht eine Schwingungsanregung erfolgt. Diese Anregung findet zu Beginn des Scratchtests bei geringer Kraft statt und erzeugen ein akustisches Signal. Diese Anregung stört den weiteren Verlauf des Tests nicht und auch die Oberflächen zeigen keine erkennbaren Schäden. Die weiteren Ausschläge des akustischen Signals bei circa 7,5 und 8,5 Millimeter haben keine erkennbare Übereinstimmung, in Detailansichten oder in der Gesamtansicht des Scratches. Es wird vermutet, dass minimale Risse entstehen, die optisch nicht erkennbar sind.

Des Weiteren könnte der Scratchdiamant an Unebenheiten “hängen geblieben“ sein und beim Ablösen wurde das akustische Signal emittiert.

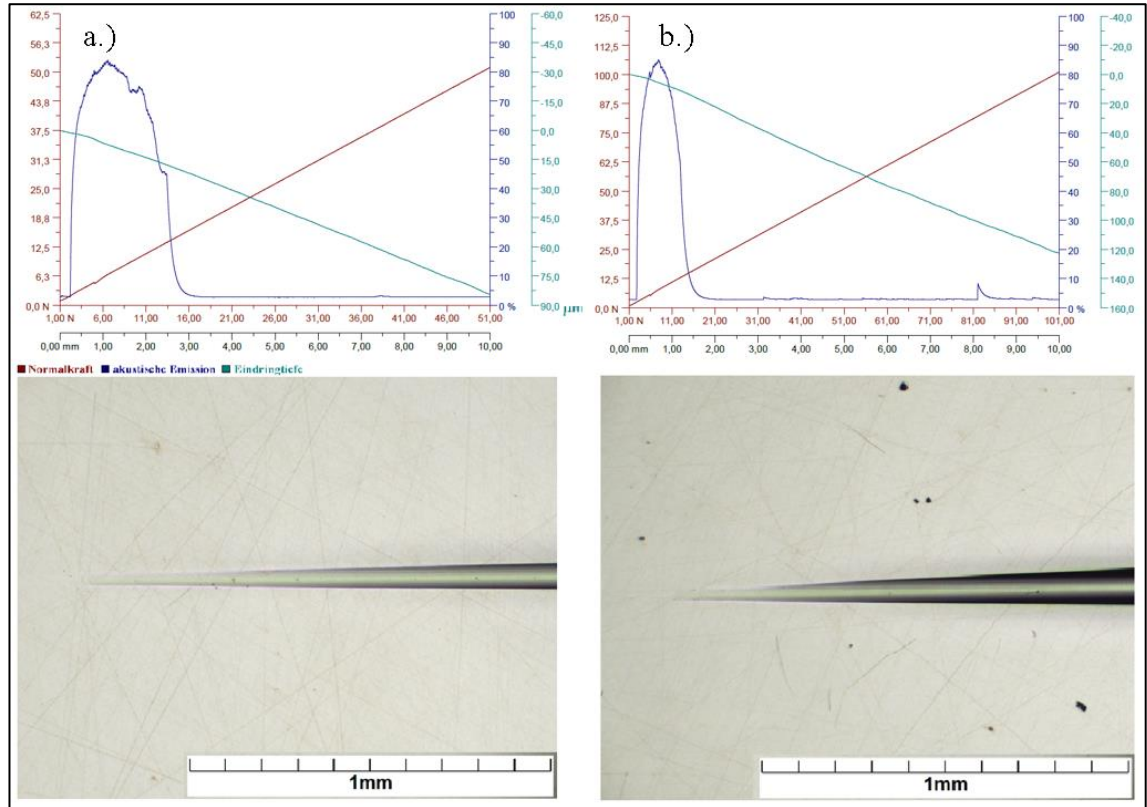


Abbildung 42: Scratchweg und Kraftverlauf auf der Chemisch-Nickelschicht sowie Abbildungen des Scratchanfangs der Versuche: a.) 1-50 und b.) 1-100 Newton

Die beschriebenen Ereignisse aller Schichten lassen sich auch in Werten ausdrücken. Diese werden ermittelt in dem die Länge von Scratch Ende bis zum jeweiligen Lastereignis vermessen werden. Da die Laststeigerungsrate bekannt ist, kann bei allen Punkten auf der Strecke die vorliegende Kraft berechnet werden. In Tabelle 3 sind die ermittelten Werte in der Einheit Newton aufgelistet.

Tabelle 3: kritische Lasten der Oberflächen

	DLC	eloxiert	Chemisch-Ni
Lc1	nicht messbar	4,7	16,4
Lc2	9,8	38,7	>200
Lc3	43,6	45,2	>200

Unter L_{c1} ist die Kraft aufgetragen, bei der die ersten Risse in der Schicht entstehen. Die eloxierte Oberfläche reißt bei 4,7 N und die Chemisch-Nickelschicht bei 16,4 N. Die Detailansicht der Lastereignisse sind in Abbildung 43 abgebildet. Deutlich ist erkennbar, wie die Schichten hier die ersten Risse aufweisen.

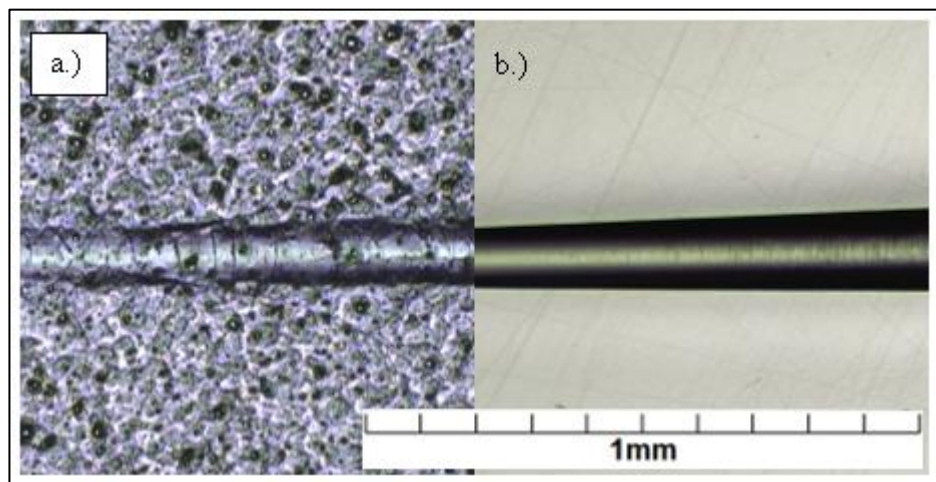


Abbildung 43: kritische Last L_{c1} : a.) eloxierte Oberfläche b.) Chemisch-Nickelschicht

An der DLC Schicht können keine Risse festgestellt werden. Das erste Ereignis ist in diesem Fall sofort ein Ausbruch der Schicht. Die Ausbrüche treten bei 9,8 N Belastung auf. Die eloxierte Oberfläche zeigt einen höheren Wert von 38,7 Newton. Beide Ereignisse sind in Abbildung 44 detaillierter dargestellt und entsprechen der kritischen Last L_{c2} .

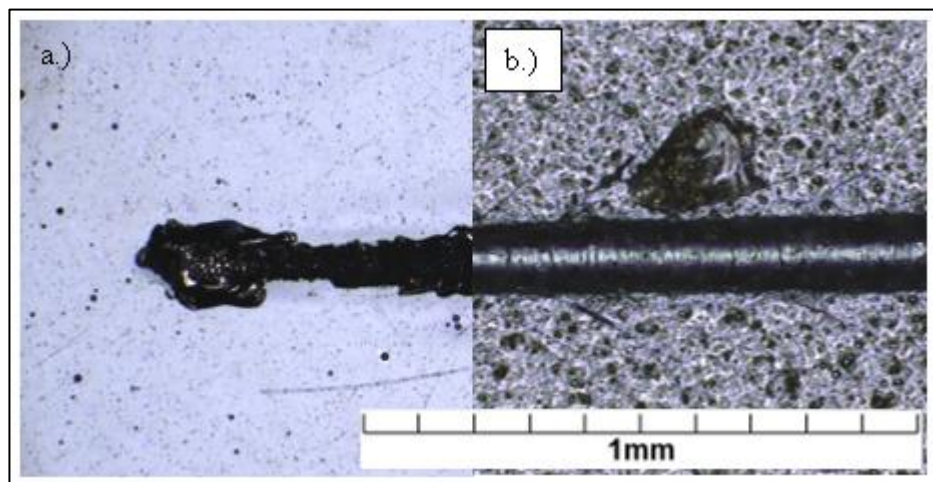


Abbildung 44: kritische Last L_{c2} : a.) DLC Schicht b.) eloxierte Oberfläche

Die Chemisch-Nickelschicht zeichnet sich besonders aus, da bis zur maximalen Last von 200 Newton, keine Ausbrüche sichtbar sind. Auch wird kein Durchbruch auf das Substrat festgestellt, wie unter c.) in Abbildung 38 zu erkennen ist.

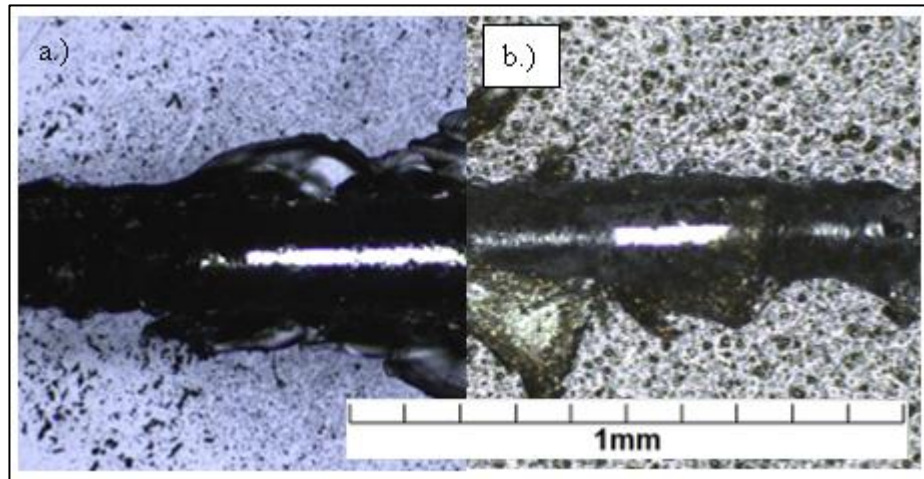


Abbildung 45: kritische Last L_{c3} : a.) DLC Schicht b.) eloxierte Oberfläche

Die DLC Schicht und die eloxierte Oberfläche zeigen jedoch beide einen Durchbruch bis auf das Substrat. In der Detailansicht in Abbildung 45 ist das Lastereignis der L_{c3} -Kraft zu erkennen. Deutlich blitzt die silberne Aluminiumlegierung im Grund des Scratches durch. Der Kraftwert entspricht bei der DLC Schicht 43,6 und bei der eloxierten Oberfläche 45,2 Newton.

4.9 FREIE OBERFLÄCHENENERGIE – KONTAKTWINKELMESSUNG

In Abbildung 46 ist die freie Oberflächenenergie der jeweiligen Schicht beziehungsweise Oberflächenbehandlung zu erkennen.

Die Chemisch-Nickelschicht zeigt mit 26,22 mN/m eine sehr niedrige freie Oberflächenenergie, die im Bereich von PTFE (Polytetrafluorethylen) liegt [38].

Die DLC Schicht ist mit 35,93 mN/m in einem ähnlichen Bereich wie die eloxierte Oberfläche mit 39,91 mN/m. Die elektrolytisch oxidierte Schicht wurde in der Literatur mit 169 mN/m gemessen [36]. Durch die hohe Energie lagern sich viele Verunreinigungen aus der Atmosphäre auf der Oberfläche ab und die freie Oberflächenenergie sinkt dadurch.

Die gegebenen Werte setzen sich aus polaren und dispersen Anteil zusammen. Dies spiegelt wider, wie gut die Oberfläche unpolare und polare Moleküle anzieht. Da in der Anwendung meist unpolare Kunststoffe mit der Fläche in Berührung kommen, sind hohe disperse beziehungsweise unpolare Anteile von Vorteil. Dieses Kriterium erfüllt die DLC und die Chemisch-Nickelschicht sehr gut. Die eloxierte Oberfläche weist einen höheren dispersen Anteil auf.

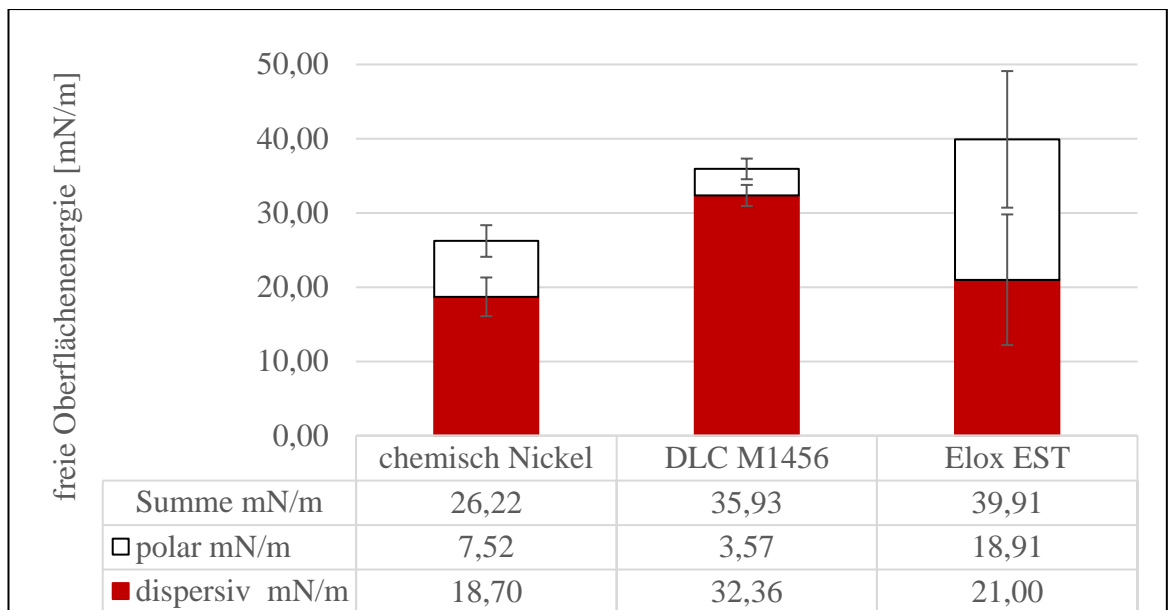


Abbildung 46: freie Oberflächenenergie der Proben

4.10 REIBWERT – TRIBOMETER

4.10.1 REIBWERT – TROCKENER VERSUCH

Da der Reibwert des jeweiligen Reibpaars im Tribometerversuch kontinuierlich gemessen wird, können Diagramme erstellt werden, die den Verlauf des Wertes über die gesamte Versuchsdauer darstellen.

Alle Oberflächenbehandlungen wurden denselben Prüfbedingungen unterzogen und so die Verläufe generiert. Als Standardparameter werden die Normalkraft mit 3 Newton, die Reibgeschwindigkeit mit 200 mm/s und der Reibweg bis 1000 Meter gewählt. Als Reibpaar wurde jeweils eine Schicht und ein Stahlstift der S600 Güte verwendet [39].

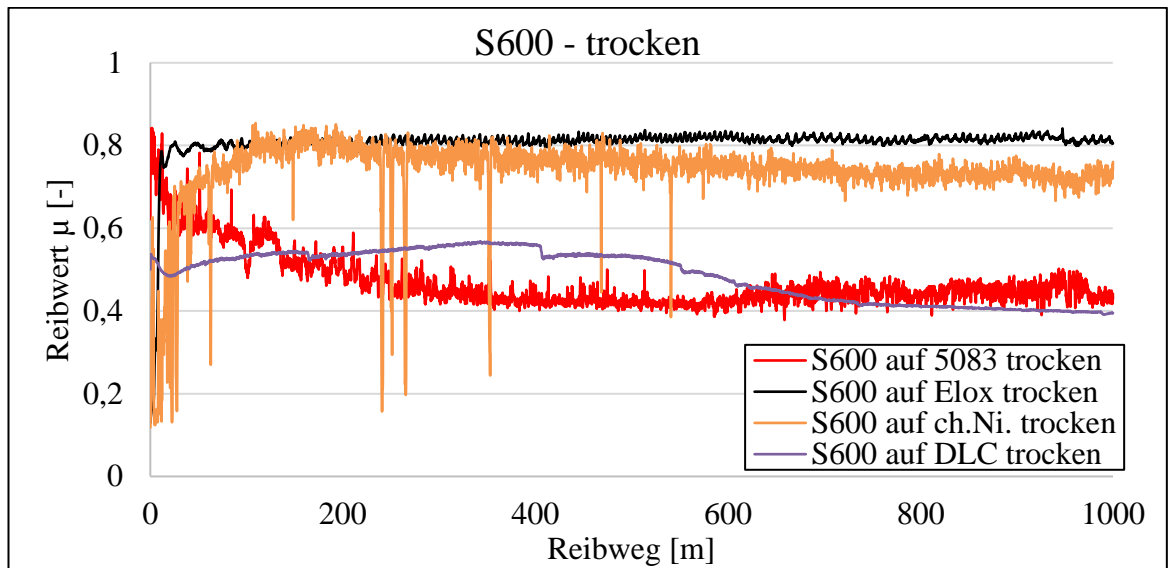


Abbildung 47: Reibwertverlauf über die Zeit des trockenen Versuches: in Rot.) Stahlpin auf unbehandeltem Aluminium, in Schwarz.) Stahlpin auf elektrolytisch oxidierte Oberfläche, in Gelb.) chemischer Nickelschicht, in Violett.) DLC Schicht

In Abbildung 47 sind die Reibwerte über den Reibweg im trockenen Zustand zu erkennen. Die eloxierte Fläche verhält sich über den gesamten Weg gleich. Es gibt keine großen Änderungen des Reibwertes, welcher stationär bei ca. 0,8 bleibt. Die einzige Abweichung ist am Anfang in der Einlaufphase zu erkennen. Dabei werden die obersten Lagen der Schicht verschlissen, bis sich ein Gleichgewicht einstellt und die stationäre Phase erreicht ist. Der Reibwert startet hier bei circa 0,3 und steigert sich sehr schnell auf seinen Endwert.

Der Reibwert der Chemisch-Nickelschicht zeigt am Beginn große Schwankungen. Während des gesamten Tests kommt es immer wieder zu "Ausreißen". Nach 200m Reibweg erreicht der Reibwert das Maximum bei 0,8 und fällt anschließend stetig bis auf 0,7 ab.

Der Reibwert der DLC Schicht startet mit ca. 0,5 niedriger und steigert sich bis 0,55 bei etwa 400 m Reibweg. Danach fällt der Reibwert ab und zeigt am Schluss der Messung einen Wert von 0,4. Im Vergleich zeigt die unbehandelte Aluminiumoberfläche einen hohen Reibwert bei 0,8 am Anfang, dieser fällt dann aber auf 0,4 zum Ende des Tests.

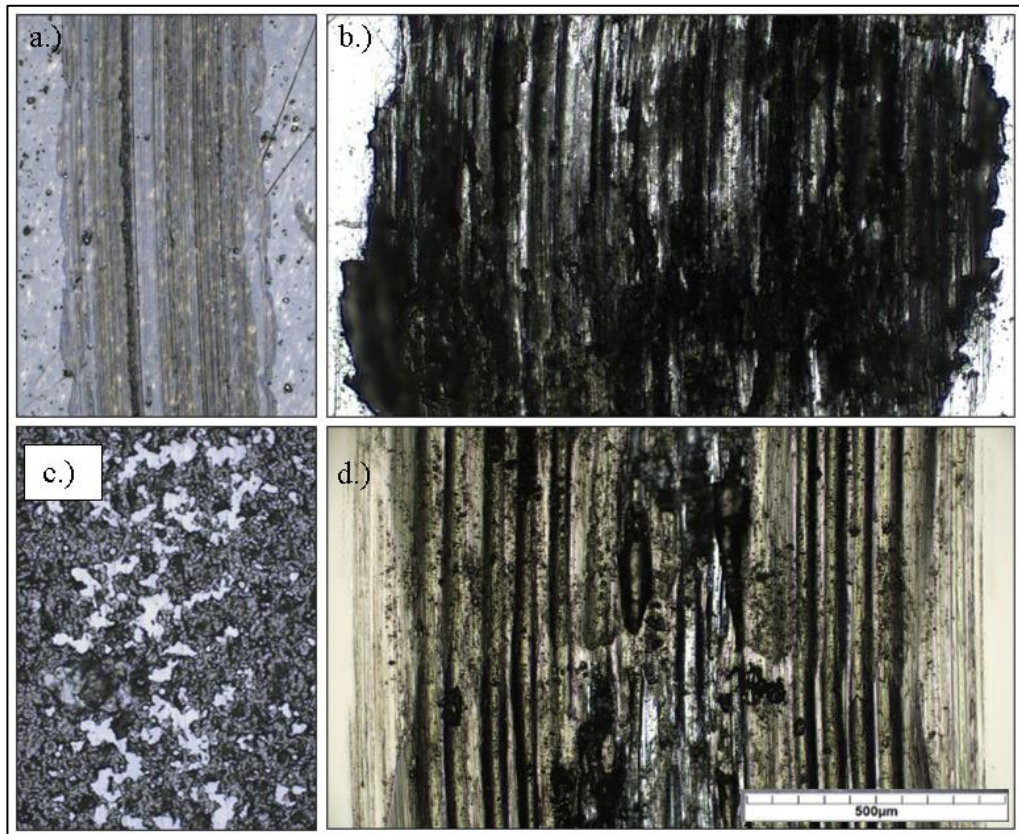


Abbildung 48: Reibspuren des trockenen Versuches auf: a.) elektrolytisch oxidierte Oberfläche b.) unbehandeltem Aluminium c.) DLC Schicht d.) chemischer Nickelschicht

Nur die DLC Schicht erreicht ein ähnliches Ergebnis. Die zugehörigen Verschleißspuren sind in Abbildung 48 dargestellt. Unter a.) ist die eloxierte Oberfläche zu erkennen, die trotz hohen Reibwert eine kleine Reibspur aufweist. Dies deutet auf eine hohe Verschleißfestigkeit hin. Das Bild b.) zeigt das unbehandelte Aluminium wobei eine sehr breite Verschleißspur zu erkennen ist. Unter c.) ist die DLC Schicht, die in diesem Vergleich den widerstandsfähigsten Eindruck macht, dargestellt. Bei d.) ist die Chemisch-Nickelschicht abgebildet. Sie weist ähnlich wie das unbehandelte Aluminium eine breite Verschleißspur auf. Die Verschleißspuren zeigen durch die breiten und ungleichmäßig dicken Riefen deutlich die Muster von adhäsiven Verschleiß.

Der Stahl wird verschweißt mit den Schichtmaterial, bei weiterer Überfahrt wird die Verschweißung wieder losgerissen. Dies ist auch der Grund für das "Rauschen" der Reibwerte in der Abbildung 47.

4.10.2 REIBWERT – GESCHMIERTER VERSUCH

Die Reibverläufe der geschmierten Varianten sind in Abbildung 49 dargestellt. Als Schmiermittel wird ein Hochleistungsschmierspray, Z 261 der Firma Hasco verwendet, was auch Anwendung in der Realität findet. Der Stahlpin auf der unbehandelten Aluminiumoberfläche zeigt einen Reibwertverlauf von 0,4 bis 0,38 bei etwa 750 m Reibweg. Danach steigert er sich über 0,5 und stagniert anschließend zwischen 0,4 und 0,5. Ein Grund für diesen Sprung könnte das Agglomerieren des Schmiermittels sein. Dabei bildet der Schmierstoff kleine Kügelchen und die Schmierwirkung geht verloren.

Der Reibwert der DLC Schicht bleibt im Vergleich über den gesamten Verlauf konstant bei etwa 0,45. Es sind keine "Ausreißer" vorhanden. Eine geringe Verbesserung erfährt die eloxierte Oberfläche. Der Reibwert nimmt mit dem Reibweg kontinuierlich ab und befindet sich bei ca. 0,35 am Ende des Versuches. Den geringsten Reibwert zeigt die Chemisch-Nickelschicht. Der Reibwert startet schon sehr gering bei ca. 1,55 und verändert sich kaum. Die Verläufe zeigen im Vergleich zu der trockenen Variante viel weniger Ausschläge. Der Reibwert schwankt nicht so stark und der generelle Wert liegt sehr viel niedriger als beim ungeschmierten Reibpaar.

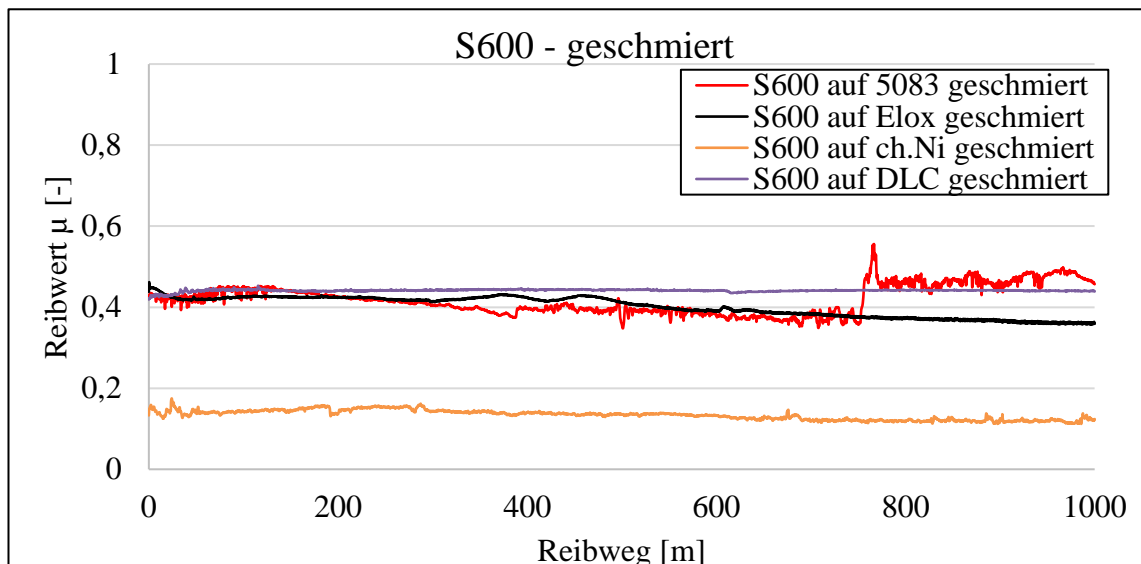


Abbildung 49: Reibwertverlauf über die Zeit des geschmierten Versuches: in Rot.) Stahlpin auf unbehandeltem Aluminium, in Schwarz.) Stahlpin auf elektrolytisch oxidierte Oberfläche, in Gelb.) chemischer Nickelschicht, in Violett.) DLC Schicht

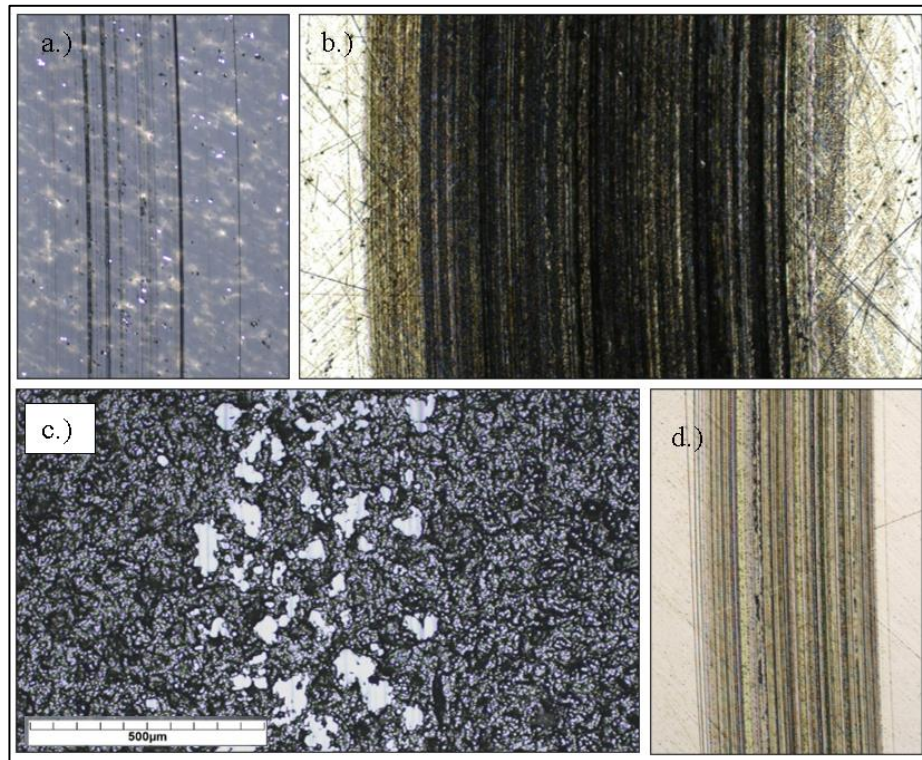


Abbildung 50: Reibspuren des geschmierten Versuches auf: a.) elektrolytisch oxidierte Oberfläche b.) unbehandeltem Aluminium c.) DLC Schicht d.) chemische Nickelschicht

In der obenstehenden Abbildung 50 sind die Reibspuren der geschmierten Reibpaare abgebildet. Unter a.) ist die Spur auf der eloxierten Oberfläche zu sehen. Es ist zu erkennen, dass der Stahlpin in dieser Konfiguration Verschleißspuren erzeugt die geradlinig sind. Dies deckt sich sehr gut mit dem konstanten Verlauf des Reibwertes bei etwa 0,4. Unter b.) ist die unbehandelte Aluminiumoberfläche dargestellt, die Spur wirkt breiter und auch der Reibwert ist höher wie bei den anderen Schichten. Unter c.) ist die Reibspur auf der DLC Schicht abgebildet. Die weißen erkennbaren Inseln zeigen den Verschleiß auf den Wachstumsstrukturen der Schicht. In d.) ist die Spur auf der Chemisch-Nickelschicht gezeigt. Der Reibwert ist im Verlauf am niedrigsten, wobei dies die Riefenbildung der Verschleißspur nicht verhindern konnte. Die Spuren zeigen deutlich dass das Öl den adhäsiven Verschleiß verhindert. Es werden Partikel der Schicht mit dem Pin durch die Schicht getragen, es entstehen die geradlinigen charakteristischen Verschleißspuren. Auch im Diagramm der Verläufe ist zu erkennen, dass kein Rauschen mehr vorhanden ist. Das Öl verhindert somit komplett das Aufschweißen und der Verschleiß wird nun noch durch Abrasion in Form der Spuren sichtbar.

5 ZUSAMMENFASSUNG

Um einen Spritzgussprozess zu verbessern wird versucht die Kühlzeit drastisch zu reduzieren. Dies kann mit einer Verbesserung der Kühlwirkung der Werkzeuge erreicht werden. Es werden konturnahe Kühlkanäle und ein besser wärmeleitfähiger Werkstoff eingesetzt. Die Wahl fällt auf die Aluminiumlegierung AW – 5083, die sowohl eine hohe Wärmeleitfähigkeit besitzt als auch gut geschweißt werden kann und dadurch für einen additiven Aufbau des Werkzeuges geeignet ist. Jedoch ist die Oberflächenhärte zu gering, um den Belastungen des Prozesses Stand zu halten. Dieses Problem erfordert eine Modifikation der Oberfläche.

Ziel dieser Masterarbeit war es die Eigenschaften, darunter Härte, Schichtdicke, Topografie, chemische Zusammensetzung, Schichthaftung, freie Oberflächenenergie, Reibwert und die Abhängigkeit bezüglich komplexer Geometrie dreier Schichtsysteme, zu ermitteln und zu vergleichen. Es handelt sich dabei um die Oberflächenbehandlung des elektrolytisch Oxidierens und den zwei Beschichtungen Chemisch-Vernickeln und Aufbringen einer diamantähnlichen Kohlenstoffschicht.

Die verschiedenen Belastungen sollen so gut wie möglich auf die reale Anwendung bezogen werden. Daher werden Messverfahren und Versuchsaufbauten verwendet, die den Belastungen der Realität entsprechen. Die Schichtdicke wird mithilfe von Querschliffen im Lichtmikroskop ermittelt. Dabei soll darauf geachtet werden, wie homogen die Dicke der Beschichtungen auf komplexen Geometrien verläuft. Es soll festgestellt werden, ob es Inhomogenitäten gibt die im Falle einer Anwendung lokal einbrechen könnten. Es werden dicke Schichten von circa 50 Mikrometer angestrebt, um die Tragfähigkeit der Schicht zu gewährleisten. Gewöhnliche Hartstoffschichten wären dazu nicht in der Lage. Die Härte wird mit zwei Verfahren gemessen, wobei die Nanoindentation eine geringere Last verwendet wie die Kleinlasthärteprüfung. Beide Verfahren werden in Kombination verwendet, um die Werte des anderen Verfahrens zu überprüfen und validieren. Außerdem kann, wenn die Kleinlastprüfung die Beschichtung zum Versagen bringt eine Aussage getroffen werden wie beständig die Schicht gegenüber lokalen Belastungen ist. Um die Topografie der Schichten zu erfassen, wird eine Kombination aus Abbildungen des Rasterelektronenmikroskopes und Messungen des Tastschnittgeräts verwendet.

Da die Oberfläche der Schicht die Kunststoffteile abbildet, würden sich Unebenheiten direkt auf den Teilen abbilden. Es ist somit von großer Bedeutung, dass glatte Schichten erzeugt werden. Grundsätzlich bringen Beschichtungen eine Aufrauung mit sich, in Versuchen die Schicht als Nachbehandlung zu polieren wird ermittelt, wie gut dies funktioniert. Dabei wird die Änderung der Oberflächenrauheit mittels Tastschnittgerät erfasst. Um die Haftung der Schicht zu testen, wird der Scratchtest verwendet, dieser soll ermitteln wie empfindlich die Schicht gegenüber lokalen Belastungen ist. Kunststoffteile, die in der Form verbleiben werden, oft unachtsam, manuell aus der Form entfernt. Die verwendeten Werkzeuge können dabei die Schicht beschädigen. Damit die Teile potenziell nicht haften bleiben ist eine geringe freie Oberflächenenergie anzustreben. Durch Messungen des freien Kontaktwinkels und der folgenden Berechnung der freien Oberflächenenergie wird dieser Wert ermittelt. Da im Großteil aller Fälle trotzdem Gebrauch von Auswerferstiften gemacht wird, ist ein tribologischer Test, der diese Systeme betrachtet eine realitätsnahe Untersuchung. Diese Auswerfer werden aus Schnellarbeitsstahl hergestellt, somit wird im Tribometertest ein Stahlpin der Sorte S600 auf den Beschichtungen gerieben. Der Versuch soll zeigen wie verschleißfest die Schichten gegenüber einer solchen Belastung sind. Üblicherweise werden Auswerfer geschmiert, somit wird der Test im trockenen als auch im geschmierten Zustand durchgeführt.

Direkt nach dem Erzeugen der Schicht machen die Proben aller Schichten, auf den Deckflächen, optisch einen fehlerfreien Eindruck. Die chemisch vernickelte Schicht und die elektrolytisch oxidierte Fläche zeigen auch an den Kanten und Fasen keine Fehlstellen. Die DLC Schicht weist jedoch Abplatzungen an kleine Radien auf. Diese Schicht ist sehr kritisch gegenüber "schroffen" Übergängen. Die Schicht erzeugt auf den Flächen, die in einem 90° Winkel zusammentreffen so hohe Schubspannungen, dass die Schicht um die Kante abplatzt.

Das Erreichen der geforderten Zielschichtdicke erfüllen alle drei Systeme sehr gut. Es wurde immer das gesetzte Ziel von 50 μm eingehalten. Abweichungen gibt es bei der Beschichtung von Bohrungen. Hier zeigte sich, dass bei Bohrungen kleiner als 3 mm Durchmesser die Schichtdicke am Grund der Bohrung stark abnimmt.

Dabei sinkt sie teilweise auf bis unter 20% der geforderten Schichtdicke. Am ausgeprägtesten ist dieses Verhalten bei der Chemisch-Nickelschicht, hier sinkt die Schichtdicke auf unter 20 Mikrometer. Auch die Schichtdicke der eloxierten Oberfläche leidet darunter und fällt auf 40 μm .

Aus der Datenerhebung geht hervor, dass die DLC Schicht mit 1000HV die härteste der drei Schichten ist. Die Chemisch-Nickelschicht erreicht Härten von 600 HV und die elektrolytisch Oxidierte Oberfläche 400 HV.

Alle Schichten zeigen nach der Erzeugung eine Aufrauhung der Oberfläche. Da diese Topografie sich direkt auf ein verspritztes Kunststoffbauteil abbildet könnte dies eine Nachbearbeitung des Teils erfordern. Ein nachfolgendes Polieren zeigt, dass die Chemisch-Nickelschicht darauf am schnellsten reagiert und bereits nach 2 Polierminuten den niedrigsten Oberflächenrauheitswert bei $R_a = 0,022 \mu\text{m}$ und $R_z = 0,299 \mu\text{m}$ erreicht. Auch in den Abbildungen des Rasterelektronenmikroskopes ist zu erkennen, dass direkt nach dem Beschichten die Oberflächen sehr rau sind und eine Nachbehandlung benötigen.

Energiedispersive röntgenspektroskopische Messungen zeigen die chemische Zusammensetzung der Schichten. Hierbei wurden keine besonderen Auffälligkeiten festgestellt. Jede Schicht zeigte deutlich die zu erwartenden Hauptelemente. Bei den Verfahren des elektrolytischen Oxidierens und dem chemischen Vernickeln, kommen Elektrolyte zum Einsatz. Ein kleiner Teil davon wird in die Schichten eingebaut und somit ergibt sich ein geringer Prozentsatz an Schwefel, beziehungsweise Phosphor, in den Schichten.

Bei der sehr wichtigen Eigenschaft, der Schichthaftung zeigt die Chemisch-Nickelschicht durch ihr plastisches Verhalten keine kritischen Abplatzungen. Die Schicht verformt sich mit dem darunterliegenden Substrat und zeigt nur minimale Risse. Die DLC Schicht und die eloxierte Oberfläche zeigen jeweils spröde Eigenschaften, die zum Absplittern der Schicht führen. Es ist sicherzustellen, dass ein potenzielles Werkzeug darauf ausgelegt ist. Des Weiteren zeigt die DLC Schicht eine besondere Empfindlichkeit der Schichthaftung auf Verunreinigungen.

Da die Proben durch ein Fräsverfahren, unterstützt mit Kühlschmierstoff, bearbeitet wurden, sammeln sich Reste dieses Schmierstoffes in der Randzone der Deckflächen. Diese Rückstände vermindern die Haftung der DLC Schicht und sie platzt vollständig ab. Die untersuchten Vorbehandlungen, Beizen, Polieren und Ausheizen zeigen Wirkung in dem die Schicht nicht zur Gänze abplatzt. Das Beizen der Oberfläche zeigt die beste Wirkung, die Schicht haftet vollflächig an und platzt nur mehr gering an den Kanten ab.

Die geringste freie Oberflächenenergie zeigt die Chemisch-Nickelschicht bei 26,22 mN/m, die elektrolytisch oxidierte Oberfläche zeigt 39,9 mN/m und die DLC Schicht zeigt 35,9 mN/m.

Im trockenen Tribometertest zeigt nur die Oberfläche der DLC Schicht geringere Reibwerte wie die unbehandelte Oberfläche der Aluminiumlegierung. Die Chemisch-Nickelschicht und die elektrolytisch oxidierte Oberfläche weisen beide höhere Reibwerte auf und auch die Verschleißspuren weisen deutlich adhäsiven Verschleiß auf.

Die geschmierten Tribometertests zeigt die Chemisch-Nickelschicht den niedrigsten Reibwert, er ist über die gesamte Versuchsdauer konstant bei etwa 0,01. Die anderen Oberflächenmodifikationen und die unbehandelte Aluminiumoberfläche befinden sich bei 0,04.

Durch die Charakterisierung der Schichten kann für jedes System ein Fazit gezogen werden. Jede Schicht hat Vor- und Nachteile und so ergibt sich für jede ein Bereich an Anwendungsfällen, für die sie sich eignet.

Die elektrolytisch oxidierte Oberfläche überzeugt ob ihrer Einfachheit. In einem Unternehmen lässt sich mit geringem Aufwand eine Eloxierzelle, die sicherheitstechnisch vertretbar ist und nur geringe Einschulung des Personals benötigt, aufbauen. Die modifizierte Oberfläche zeigt bereits eine hohe Härtesteigerung, auf circa 400 HV, gegenüber der unbehandelten Oberfläche. Außerdem haftet die entstandene Oxidschicht stark auf dem Substrat. Auch die Nachbehandlung ist möglich, erfordert jedoch etwas mehr Zeit als bei den anderen Schichten. Sie erreicht nach 5 Minuten ihre finalen Rauheitswerte von $R_a = 0,05 \mu\text{m}$ und $R_z = 0,75\mu\text{m}$. Im Falle der Verschleißprüfung mithilfe des Tribometers zeigt die eloxierte Oberfläche kleine Reibwerte und hohe Verschleißbeständigkeit im geschmierten Zustand. Die Oberfläche weist eine hohe freie Oberflächenenergie, von 40 mN/m mit großem polaren Anteil von 19 mN/m, im Vergleich zu den anderen Schichten auf.

In der Anwendung kann dieses Schichtsystem besonders in Prozessen zum Einsatz kommen das Kunststoffe ohne Füllstoffe verspritzt. Durch seine Härte kann es längerfristig beständig sein, jedoch werden Glas- oder Kohlefaser als Füllung ein Problem werden. Auch die hohe Oberflächenenergie bringt eine Beschränkung mit sich. Sie zeigt das die Benetzbarkeit von Flüssigkeiten hoch ist. Es könnte sich daher ein Problem mit der Entformbarkeit ergeben. Mehrere Auswerferstifte würden in diesem Fall benötigt werden.

Die Chemisch-Nickelschicht ist mit 600 HV die zweit härteste aller untersuchten Schichten. Sie zeigt exzellente Haftungseigenschaften und neigt eher zur Umformung des Nickels als zum spröden Abplatzen vom Substrat.

Die Topografie ist bereits nach dem Abscheiden glatt und kann mit Polieren nochmals verbessert werden. Die Oberfläche spricht sehr schnell, bereits nach einer Minute, auf das Polieren an und erreicht die geringsten Rauheitswerte, bei $R_a = 0,022 \mu\text{m}$ und $R_z = 0,1 \mu\text{m}$, gegenüber den beiden anderen Schichten. Die Schicht zeigt mit 26,22 mN/m die geringste freie Oberflächenenergie bei einen hohen dispersen Anteil von 18,7 mN/m. Besonders hervorzuheben ist bei der Chemisch-Nickelschicht, dass die Verschleißspur im Tribometerversuch im geschmierten Zustand stark schrumpft.

In Paarung mit Auswerfern aus S600 Stahl zeigt die Schicht die besten tribologischen Eigenschaften. Durch die Polierbarkeit ist diese Schicht besonders interessant für die Anwendung. Es kann schnell der gewünschte Rauheitszielwert erreicht werden. Außerdem ist die niedrige freie Oberflächenenergie eine besonders gute Eigenschaft für das Spritzgießen. Tendenziell neigt die Schicht dazu, dass Flüssigkeiten nicht gut benetzen.

Da die Härte höher als bei der elektrolytisch oxidierten Oberfläche ist können auch Füllstoffe verwendet werden. Die Verschleißbeständigkeit ist erhöht, Glas- oder Kohlefasern kann lange Widerstand geleistet werden. Die Schicht lässt sich durch das Abscheideverfahren sehr verlässlich mit konstanter Schichtdicke abscheiden. Das Verfahren läuft nach einem autokatalytischen Prozess ab und ist somit auf keine Elektrizität oder Gasdrücke gebunden wie das elektrolytische Oxidieren oder das Beschichten mittels Gasphasenabscheidung.

Die DLC Beschichtung zeigt die höchste Härte der Serie. Diese hohe Härte von 1100 HV liegt im Bereich von Glas. Somit sind auch Glasfaser als Füllstoff für diese Beschichtung kein Problem. Des Weiteren bewirkt die Beschichtung die geringste Aufrauung der Oberfläche. Da sie mittels Plasma gestützter Gasphasenabscheidung erzeugt wird, kann besonders gut kontrolliert werden, wie dick die Schicht wird. Jedoch bringt dieser Prozess bei komplexen Geometrien auch Nachteile mit sich. Es muss für komplexe Formen eine Gegenanode hergestellt werden die sicherstellt, dass auch auf der gesamten Oberfläche dieselbe Schichtdicke erzeugt wird.

Die Polierbarkeit der Schicht liegt zwischen der Chemisch-Nickelschicht und der elektrolytisch oxidierten Oberfläche. Nach etwa 8 Minuten erreicht sie ihren Endwert, der bei $R_a = 0,03 \mu\text{m}$ und $R_z = 0,48 \mu\text{m}$ liegt. Die Verschleißigenschaften im trockenen Tribometerversuch zeigen einen niedrigen Reibwert von 0,4. Da die DLC Schicht aus Kohlenstoff aufgebaut ist, wirkt der Abrieb als Festschmierstoff in Form von Graphit. Der geschmierte Versuch bringt keine Verbesserung mit sich, die Verschleißspur wird breiter und auch der Reibwert verbessert sich kaum von 0,5 auf 0,4.

Eine Anwendung für die DLC Schicht ist genau abzuwägen. Sie ist zwar sehr hart jedoch ist dies zugleich der Nachteil. Bei scharfen Kanten und schroffen Übergängen neigt die Schicht zum spröden Abplatzen und versagt somit komplett. Auch die Schichthaftung zeigt im Scratchtest keine hohen Ergebnisse. Die Schicht platzt sehr früh ab und es entstehen charakteristische spröde “muschelförmige“ Ausbrüche. Die freie Oberflächenenergie der Schicht liegt zwischen der Chemisch-Nickelschicht und der elektrolytisch oxidierten Oberfläche und hat einen sehr dispersen Anteil.

Da es bei DLC-Schichten unzählige Modifikationen gibt, ist eine DLC-Schicht mit Silizium nur eine von vielen. Andere Modifikationen könnten bessere Eigenschaften zeigen und so viel besser für die Anwendung geeignet sein. Weiterführende Forschungen könnten durch Variation der zugegebenen Elemente ein größeres Feld der Eigenschaften aufbringen und so für mehr spezifische Anwendungsfälle eine passende Schicht bereitstellen.

Da in einem Spritzgusswerkzeug üblicherweise Auswerfer zum Einsatz kommen, könnten auch andere Beschichtungspaarungen in Frage kommen. In einem Tribometerversuch wäre es möglich auch andere beschichtete Gegenkörper, als nur Stahl zu verwenden. Das Szenario von beschichteten Auswerfern kann so überprüft werden. Dabei würde der Gegenkörper mit der Chemisch-Nickelschicht oder der DLC Schicht beschichtet und je ein Grundkörper dazu getestet. Die Versuche werden in trockenen und geschmierten Zustand durchgeführt. Auch die Temperierung der Tribometeratmosphäre und der Körper wäre sinnvoll. Da tribologische Verhältnisse stark von der Temperatur abhängen könnte auch dies große Auswirkungen haben. In Zukunft kann durch weitere Untersuchung an diesem Thema angeknüpft werden und so ein breites neues Feld der Beschichtungstechnik auf Spritzgusswerkzeugen erforscht werden.

6 VERZEICHNISSE

6.1 ABBILDUNGSVERZEICHNIS

Abbildung 1: links chemische Nickelabscheidung, rechts Schichtausbildung	5
Abbildung 2: Kraft-Eindring-Kurve und Eindringkörper - Nanoindenter	8
Abbildung 3: Vickerseindringkörper - Kleinlasthärte.....	9
Abbildung 4: Skizze Lichtmikroskop	10
Abbildung 5: Skizze - Rasterelektronenmikroskop	11
Abbildung 6: Anrege Reaktion von Proben durch e-Strahl	12
Abbildung 7: Vergleich SE (links) und BSE (rechts) Kontrast	13
Abbildung 8: Prinzipaufbau Scratch Test	14
Abbildung 9: Scratch Test Diagramm.....	15
Abbildung 10: Scratch Test Lastereignisse.....	15
Abbildung 11: Prinzip des liegenden Tropfens YOUNG	16
Abbildung 12: Tastschnittgerät Skizze	17
Abbildung 13: Tastschnittgerät Spitze	18
Abbildung 14: Skizze von R_z und R_a	18
Abbildung 15: Skizze Tribometer	19
Abbildung 16: Tribometer Kraftdetails.....	20
Abbildung 17: Probenkörper mit zwei unterschiedlichen Bohrungen.....	24
Abbildung 18: elektrolytisch oxidierte Oberflächen auf a.) polierter Probe für Polierversuch b.) poliert und gebohrter Probe c.) polierter und gebohrter Oberfläche...	25
Abbildung 19: chemisch-Nickelschicht auf: a.) stranggepresster unpolierter Probe b.) WAAM gefertigter Probe c.) stranggepresster polierter Probe.....	26
Abbildung 20: DLC Schicht auf: a.) WAAM gefertigter polierter Probe b.) stranggepresster polierter Probe c.) WAAM gefertigter polierter und gebeizter Probe .	27
Abbildung 21: DLC Schicht auf WAAM gefertigten poliert und verschieden behandelten Oberflächen: a.) polierter Probe b.) gebeizter Probe c.) gebeizt und geheizter Probe	27
Abbildung 22: Schichtdicke der eloxierten Oberfläche: a.) Ausgangsprobe b.) Außenphase der Probe c.) Phase der großen Bohrung d.) Grund der Bohrung	29
Abbildung 23: Schichtdicke der Chemisch-Nickel Probe: a.) Ausgangsprobe b.) Außenphase der Probe c.) Phase der großen Bohrung d.) Grund der Bohrung	30

Abbildung 24: Schichtdicke der DLC beschichteten Probe: a.) Ausgangsprobe b.) Außenphase der Probe c.) Phase der großen Bohrung d.) Grund der Bohrung	32
Abbildung 25: Querschnitt der kleine Bohrungen: a.) eloxierte Probe b.) chemisch vernickelte Probe c.) DLC beschichtete Probe	33
Abbildung 26: Nanohärte aller Schichten	34
Abbildung 27: Kleinlasthärte aller Schichten	35
Abbildung 28: Härte aller Schichten im Vergleich der Messverfahren: in Rot.) Messungen des Nanoindenters, in Blau.) Messungen des Kleinlastgeräts	36
Abbildung 29: Oberflächentopografie - elektrolytisch oxidierte Oberfläche auf der Aluminiumlegierung in Mikro- und Makrodarstellung	38
Abbildung 30: Oberflächentopografie – Chemisch-Nickelschicht auf Aluminiumlegierung in Mikro- und Makrodarstellung	39
Abbildung 31: Oberflächentopografie - DLC auf Aluminiumlegierung in Mikro- und Makrodarstellung	40
Abbildung 32: Rauheit nach Oberflächenbehandlung	41
Abbildung 33: Polierbarkeit der Oberflächen R_a	42
Abbildung 34: Polierbarkeit der Oberflächen R_z	42
Abbildung 35: EDX - eloxierte Oberfläche	44
Abbildung 36: EDX - DLC Schicht	45
Abbildung 37: EDX – Chemisch-Nickel	46
Abbildung 38: Scratchverläufe auf: a.) DLC Schicht b.) elektrolytisch oxidiertes Oberfläche c.) chemisch vernickelter Oberfläche	47
Abbildung 39: Scratch Kraft- und Wegverlauf der DLC Schicht.....	48
Abbildung 40: Scratch Kraft und Wegverlauf auf der eloxierten Oberfläche	49
Abbildung 41: Scratch Kraft und Wegverlauf auf der Chemisch-Nickelschicht.....	50
Abbildung 42: Scratchweg und Kraftverlauf auf der Chemisch-Nickelschicht sowie Abbildungen des Scratchanfangs der Versuche: a.) 1-50 und b.) 1-100 Newton	51
Abbildung 43: kritische Last L_{c1} : a.) eloxierte Oberfläche b.) Chemisch-Nickelschicht	52
Abbildung 44: kritische Last L_{c2} : a.) DLC Schicht b.) eloxierte Oberfläche	52
Abbildung 45: kritische Last L_{c3} : a.) DLC Schicht b.) eloxierte Oberfläche	53
Abbildung 46: freie Oberflächenenergie der Proben	54

Abbildung 47: Reibwertverlauf über die Zeit des trockenen Versuches: in Rot.) Stahlpin auf unbehandeltem Aluminium, in Schwarz.) Stahlpin auf elektrolytisch oxidierte Oberfläche, in Gelb.) chemischer Nickelschicht, in Violett.) DLC Schicht55

Abbildung 48: Reibspuren des trockenen Versuches auf: a.) elektrolytisch oxidierte Oberfläche b.) unbehandeltem Aluminium c.) DLC Schicht d.) chemischer Nickelschicht56

Abbildung 49: Reibwertverlauf über die Zeit des geschmierten Versuches: in Rot.) Stahlpin auf unbehandeltem Aluminium, in Schwarz.) Stahlpin auf elektrolytisch oxidierte Oberfläche, in Gelb.) chemischer Nickelschicht, in Violett.) DLC Schicht....57

Abbildung 50: Reibspuren des geschmierten Versuches auf: a.) elektrolytisch oxidierte Oberfläche b.) unbehandeltem Aluminium c.) DLC Schicht d.) chemischer Nickelschicht58

6.2 TABELLENVERZEICHNIS

Tabelle 1: Oberflächenspannungen der Testfluide 17

Tabelle 2: Probenmatrix24

Tabelle 3: kritische Lasten der Oberflächen 51

7 LITERATURVERZEICHNIS

- [1] G. Singh and A. Verma, “A Brief Review on injection moulding manufacturing process,” *Mater. Today Proc.*, vol. 4, no. 2, pp. 1423–1433, 2017, doi: 10.1016/j.matpr.2017.01.164.
- [2] Formlabs, “How to Estimate Injection Molding Cost? - Equipment Costs,” 2021. [Online]. Available: <https://formlabs.com/blog/injection-molding-cost/>.
- [3] Stauberstahl, “1.2343 Werkstoff Datenblatt,” 2021.
- [4] AMCO Metall-Service GmbH, “Technisches Datenblatt EN AW-5083 (AlMg4 , 5Mn),” *AMCO Met. GmbH*, pp. 4–5, 2020.
- [5] J. M. Runge, *The Metallurgy of Anodizing Aluminum*. Springer Verlag, 2018.
- [6] M. Saenz de Miera, M. Curioni, P. Skeldon, and G. E. Thompson, “Modelling the anodizing behaviour of aluminium alloys in sulphuric acid through alloy analogues,” *Corros. Sci.*, vol. 50, no. 12, pp. 3410–3415, 2008, doi: 10.1016/j.corsci.2008.09.019.
- [7] Längle GmbH, “Technische Informationen Eloxieren,” p. 8, 2016.
- [8] D. H. Yard, “Bulk Anodizing of Aluminum.,” *Met. Finish.*, vol. 97, no. 1, pp. 476–493, 1978, doi: 10.1016/S0026-0576(99)80049-X.
- [9] N. Kanani, *Chemische Vernicklung*. Leuze Verlag, 2007.
- [10] F. Delaunios, V. Vitry, and L. Bonin, *Electroless Nickel Plating*, vol. 53, no. 9. CRC Press, Taylor 6 Francis Group, 2020.
- [11] J. Wikman, “Thermal treatment of nickel plated coatings,” Chalmers University of Technology, 2019.

- [12] S. Baragetti, L. Lusvarghi, G. Bolelli, and F. Tordini, “Fatigue behaviour of 2011-T6 aluminium alloy coated with PVD WC/C, PA-CVD DLC and PE-CVD SiO_x coatings,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 203, no. 20–21, pp. 3078–3087, 2009, doi: 10.1016/j.surfcoat.2009.03.040.
- [13] S. Baragetti, E. Borzini, Božić, and E. V. Arcieri, “On the fatigue strength of uncoated and DLC coated 7075-T6 aluminum alloy,” *Eng. Fail. Anal.*, vol. 102, no. March, pp. 219–225, 2019, doi: 10.1016/j.engfailanal.2019.04.035.
- [14] K. A. H. Al Mahmud, M. A. Kalam, H. H. Masjuki, H. M. Mobarak, and N. W. M. Zulkifli, “An updated overview of diamond-like carbon coating in tribology,” *Crit. Rev. Solid State Mater. Sci.*, vol. 40, no. 2, pp. 90–118, 2015, doi: 10.1080/10408436.2014.940441.
- [15] C. Donnet and A. Erdemir, *Tribology of diamond-like carbon films: Fundamentals and applications*. Springer Link, 2008.
- [16] R. A. Haefer, *Oberflächen- und Dünnschicht-Technologie*, vol. 1. Springer Verlag, 1987.
- [17] A. Grill, “Carbon Composites - Diamond-Like Carbon,” *Tribol. Interface Eng.*, pp. 387–466, 2010, doi: <https://doi.org/10.1016/C2014-0-02567-1>.
- [18] K. Durst and M. Göken, *Nanoindentierung - Eine Sonde für die lokalen mechanischen Eigenschaften*, vol. 36, no. January 2015. Universität Erlangen-Nürnberg, 2004.
- [19] K. Reichel, G. Reiners, and H. Vettors, *Spektrum der Wissenschaft 4*, vol. 4. Springer Verlag, 1996.
- [20] P. Grau and G. Berg, *Messung der Härte von dünnen Schichten*. Carl Hanser Verlag, 1993.
- [21] A. Clausner, *Bewertung von Verfahren zur Fließspannungsbestimmung in der Nanoindentation*. Chemnitz: Universitätsverlag Chemnitz, 2013.

- [22] J. Bauch and R. Rosenkranz, *Physikalische Werkstoffdiagnostik*. Springer Verlag, 2017.
- [23] G. F. Vander Voort, *Principles and Principles and Practice*, 1st ed. New York: ASM International, 1999.
- [24] R. Rottenfusser, “Zeiss,” 2021. [Online]. Available: <http://zeiss-campus.magnet.fsu.edu/print/basics/reflected-print.html>.
- [25] J. Li and W. Beres, “Scratch test for coating/substrate systems - A literature review,” *Can. Metall. Q.*, vol. 46, no. 2, pp. 155–174, 2007, doi: 10.1179/cmqr.2007.46.2.155.
- [26] M. H. H.-J. S. Wong, “The Development of Scratch Test Methodology and Characterization of Surface Damage of Polypropylene,” *Texas A & M Univ.*, no. August, p. 101, 2003.
- [27] G. C. I. Favaro, “CSM Revetest Handbook,” Peseux Switzerland, 2005.
- [28] D. Briggs, D. G. Rance, and B. J. Briscoe, “Surface Properties,” in *Comprehensive Polymer Science and Supplements*, Elsevier, 1989, pp. 707–732.
- [29] Krüss, “Krüss Contact Angle Measurement,” 2021. [Online]. Available: <https://www.kruss-scientific.com/de-DE/know-how/glossar/youngsche-gleichung>.
- [30] S. J. Park and M. K. Seo, *Solid-Liquid Interface*, vol. 18. Elsevier, 2011.
- [31] “technisches Zeichnen,” 2008. [Online]. Available: <https://www.technisches-zeichnen.net/technisches-zeichnen/diverses/rauheitswerte.php>. [Accessed: 13-Jul-2021].
- [32] S. Labisch and C. Weber, *Technisch Zeichnen*, 3rd ed. Wiesbaden: vieweg, 2008.
- [33] Metallabscheidung DGO-Fachausschuss Chemische, “Wikipedia,” 2019. .

- [34] H. Sicius, *Chromgruppe: Elemente der sechsten Nebengruppe*. Springer Spektrum, 2019.
- [35] S. H. Mousavi Anijdan, M. Sabzi, M. R. Zadeh, and M. Farzam, “The effect of electroless bath parameters and heat treatment on the properties of Ni-P and Ni-P-Cu composite coatings,” *Mater. Res.*, vol. 21, no. 2, 2018, doi: 10.1590/1980-5373-MR-2017-0973.
- [36] A. Kinloch, *Adhesion and Adhesives*, vol. 22, no. 5. SPRINGER-SCIENCE+BUSINESS MEDIA, B.V, 1986.
- [37] F. Klocke, *Fertigungsverfahren 4 - Umformen*, 6th ed. Aachen, Deutschland: Springer Verlag.
- [38] SurfaceTension, “Solid surface energy data (SFE) for common polymers,” 2018. [Online]. Available: <http://www.surface-tension.de/solid-surface-energy.htm>. [Accessed: 12-Jul-2021].
- [39] Böhler, *Schnellarbeitsstahl high speed steel S600 - Datenblatt*. Kapfenberg: Böhler, 2021.