

---

# Diplomarbeit

## Numerische Modellierung der Schicht/Substrat Wechselwirkung bei zyklisch-thermisch beanspruchten beschichteten Werkzeugstahloberflächen

Clemens Huber

Montanuniversität Leoben

Juni 2007

Die vorliegende Arbeit ist in Rahmen des EU-Projektes KMM-NoE am Materials Center Leoben in Verbindung mit dem Institut für Metallkunde und Werkstoffprüfung und dem Institut für Mechanik entstanden.

---

---

# Danksagung

Ich danke Herrn Prof. Dr. R. Ebner für die Vergabe, die Betreuung und die ausführliche Durchsicht dieser Arbeit, sowie für seine Kritik und Anregungen.

Besonderer Dank gilt Herrn Dipl. Ing. W. Ecker für seine tatkräftige Unterstützung und seine Geduld, mit der er mir bei Fragen immer zur Seite stand.

Weiters bedanke ich mich herzlich bei allen Mitarbeitern des Materials Center Leoben für ihre Unterstützung, besonders für die Hilfe bei der Durchführung der Versuche, sowie für das nette und freundliche Arbeitsklima.

Ich danke Herrn Dr. J. Keckes und Herrn Dr. T. Antretter dafür, dass sie immer wieder Zeit für die Diskussion von Zwischenergebnissen gefunden haben.

Großer Danke gilt vor allem meiner Familie, die mir immer ein großer Rückhalt war und mich auf meinem Lebensweg begleitet hat.

Ebenso danken möchte ich meinen Freunden und Studienkollegen, die mich auf meinem Weg durch mein Studium begleitet und mich auch immer wieder neu motiviert haben.

Leoben, Juni 2007

Clemens Huber

---

# Kurzfassung

Bei vielen Bauteilen bzw. Werkzeugen kommt es zu einer Temperaturwechselbeanspruchung und in deren Folge zu einer zyklisch-plastischen Verformung der wärmebeaufschlagten Oberfläche. Das führt zum Aufbau von Zugspannungen und in weiterer Folge zur Schädigung.

Werkzeuge werden heute oft mit Hartstoffschichten versehen, welche als Verschleiß- oder Korrosionsschutz bzw. der thermischen Isolation dienen.

Die Auswirkungen einer Beschichtung auf die Entwicklung des Spannungszustandes im Verlauf der zyklisch-plastischen Verformung sind jedoch noch immer weitgehend unbekannt. Um diese Vorgänge zu verstehen wurden im Zuge dieser Arbeit Messungen und Simulationen durchgeführt und die Ergebnisse so weit als möglich verglichen. Dabei zeigen sowohl die Messergebnisse als auch die Simulationen grundsätzlich eine positive Auswirkung des Einsatzes von Hartstoffschichten auf das Schädigungsverhalten der Proben.

Jedoch kommt es mit dem vorliegenden Materialmodell im betrachteten Belastungszustand zu keinem zyklischen Plastifizieren.

Um in der Simulation ein zyklisches Plastifizieren untersuchen zu können, wurde für weitere Berechnungen die Fließspannung des Grundmaterials herabgesetzt.

Dabei zeigt sich, dass eine Hartstoffschicht das zyklische Plastifizieren dämpft bzw. sogar unterbindet, wobei der Hauptgrund dafür die thermische Isolation der Hartstoffschicht und somit die niedrigere Substratoberflächentemperatur ist.

---

# Abstract

In many cases tools are exposed to temperature fluctuations leading to cyclic plastic deformation of the thermally cycled surface. This leads to the formation of residual tensile stress which favours material damage.

Modern tools are coated with special hard coatings which should protect it from corrosion and wear and which additionally have an insulating effect.

However, the effect of these coatings on the development of the above mentioned residual stresses is still an open question. In order to understand these processes, measurements and simulations were conducted and compared. Both, the measured data and the simulations showed that the hard coatings had a beneficial impact on the damage behaviour of the samples.

The material model that was used for the present loading conditions, did not lead to cyclic plastic deformation.

In order to examine the effect of cyclic plastification the yield strength of the substrate was lowered for further calculations.

The result revealed that hard coatings reduce or totally avoid plastification. The main reason for this phenomenon is the insulating effect of the hard coating leading to a lower substrate surface temperature.

# Inhaltsverzeichnis

Danksagung	i
Kurzfassung	ii
Abstract	iii
<b>1 Aufgabenstellung</b>	<b>1</b>
<b>2 Theoretischer Teil</b>	<b>3</b>
2.1 Materialkennwerte . . . . .	3
2.1.1 Dichte . . . . .	3
2.1.2 Thermophysikalische Kennwerte . . . . .	6
2.1.3 Mechanische Kennwerte . . . . .	8
2.2 Thermisch induzierte Spannungen . . . . .	16
2.3 Elastisch-plastisches Materialmodell . . . . .	18
2.3.1 Plastizitätstheorie allgemein . . . . .	18
2.3.2 Zyklisches Plastifizieren . . . . .	22
2.4 Spannungsmessung . . . . .	25
2.4.1 Die $\sin^2(\Psi)$ -Methode . . . . .	27
<b>3 Experimenteller Teil</b>	<b>30</b>
3.1 Probenherstellung . . . . .	30
3.2 Versuchsanordnung . . . . .	31
3.3 Versuchsergebnisse . . . . .	33
<b>4 Simulation</b>	<b>42</b>
4.1 Modell . . . . .	42
4.2 Berechnungsergebnisse . . . . .	47
4.2.1 Thermisch induzierte mechanische Spannungen . . . . .	47
4.2.2 Temperaturfeldberechnung . . . . .	56
4.2.3 Mechanische Berechnung . . . . .	60
4.3 Vergleich Simulation - Versuche . . . . .	67
4.4 Anpassung von Materialparameter . . . . .	69
4.5 Entwicklung mit zunehmender Zyklenzahl . . . . .	72
4.6 Parameterstudie . . . . .	77
4.7 Verschiedene Schichttypen . . . . .	79

<b>5 Diskussion und Zusammenfassung</b>	<b>82</b>
<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>85</b>

# 1. Aufgabenstellung

In temperaturwechselbeanspruchten Bauteilen, wie unter anderem Werkzeugen, kommt es oft zu einer zyklisch-plastischen Verformung der wärmebeaufschlagten Oberfläche.

Einerseits bewirkt diese zyklisch-plastische Verformung eine Veränderung des Spannungszustandes, wobei es hier zum Aufbau von Zugeigenstressungen kommt, andererseits führt sie zur Schädigung, insbesondere in Form von Rissbildung.

Werkzeuge werden heute oft mit Hartstoffschichten versehen, wobei diese vor allem als Verschleißschutz oder Korrosionsschutz gedacht sind, aber auch der thermischen Isolation dienen.

Die Auswirkungen der zyklisch plastischen Verformung auf den Belastungszustand von Beschichtung und Grundwerkstoff sind jedoch noch immer weitgehend unbekannt.

So sind in der Bauteiloberfläche oft geringe Druckspannungen aufgrund der Herstellung vorhanden, die aber in unbeschichteten Bauteilen durch zyklisch-thermische Belastung sehr schnell in Zugspannungen übergehen. In beschichteten Teilen sind zusätzlich zu den relativ niedrigen Druckspannungen im Grundmaterial, je nach Herstellungsbedingungen der Schicht, in der Schicht selbst oft hohe Druckeigenstressungen vorhanden.

Ziel dieser Diplomarbeit ist es die Auswirkungen solcher Schichten auf den Spannungszustand zu untersuchen. Die Schicht könnte gewissermaßen als Dämpfer fungieren und die Plastifizierung des Stahles und damit auch den Druckspannungsabbau im Stahl behindern. Ebenso denkbar ist, dass es infolge der zyklisch plastischen Verformung zu einer lokalen Schädigung an der Grenzfläche zwischen Grundmaterial und Schicht kommt.

Von großem Interesse sind hier Wechselwirkungen zwischen dem sich zyklisch-plastisch verformenden Substratwerkstoff und der sich nur elastisch verformenden oder brechenden Schicht, wobei es hier nur durch Scherung zu einer Spannungsübertragung kommt. So ist trotz der hohen Eigenstressungen durchaus auch eine zyklisch-plastische Verformung des beschichteten Bauteils zu erwarten und somit auch ein Abbau der Druckspannungen, jedoch sollte dieser Abfall der Druckeigenstressungen geringer ausfallen.

Im Zuge dieser Arbeit soll mit Hilfe des Finite Element Software Paketes ABAQUS[1] ein grundlegendes Verständnis der Vorgänge in der zyklisch-thermisch beanspruchten Randzone beschichteter Werkzeugstahlproben aufgebaut werden.

Da für die Simulation unter anderem thermische und mechanische Kennwerte der verwendeten Werkstoffe nötig sind und für Hartstoffschichten keine eindeutigen Daten vorhanden sind, wird im Laufe dieser Arbeit auch eine Literaturrecherche durchgeführt, um einen guten Überblick über die Werkstoffkennwerte für die verwendeten Schichten zu erhalten. Neben der Untersuchung des Spannungszustandes in den Proben, sollen im Zuge einer Parameterstudie der Einfluss von Parametern wie der Schichtdicke, den Eigenstressungen in der Schicht, bzw. des Elastizitätsmoduls und des Wärmeausdehnungskoeffizient der

Schicht untersucht werden. So soll die Auswirkung der Verwendung verschiedener Schichttypen nachvollzogen werden und eine Abschätzung der Auswirkung der Variation eines bzw. mehrerer Schichtparameter möglich werden.

Weiters sollen im Laufe dieser Diplomarbeit, parallel zur Simulation, zyklisch-thermische Versuche an Werkzeugstahlproben durchgeführt werden. Dafür werden sowohl unbeschichtete als auch mit Chromnitrid beschichtete Proben verwendet. Es sollen dabei Proben mit zwei verschiedenen Schichtdicken und Schichten mit zwei unterschiedlichen Eigenspannungsniveaus untersucht werden, um auch experimentell den Einfluss von Schichtdicke und Eigenspannungen zu untersuchen.

Die experimentellen Untersuchungen sollen als Vergleich zur Simulation dienen und auch eine Aussage ermöglichen inwiefern mit der Finite Elemente Simulation und den zur Zeit vorhandenen Materialdaten Aussagen über die Spannungszustände getroffen werden können.

## 2. Theoretischer Teil

### 2.1 Materialkennwerte

Um im Zuge dieser Arbeit Finite-Elemente-Berechnungen durchführen zu können, sind verschiedene Materialkennwerte notwendig. Im Fall von Kupfer bzw. dem hier verwendeten Werkzeugstahl W300 liegen Daten von guter Qualität vor. Für dünne Schichten im Allgemeinen, wie auch für die hier verwendeten, sind diese Daten oft nur teilweise vorhanden bzw. unterliegen einer starken Streuung. Diese Streuungen kommen durch die unterschiedlichen Methoden der Schichtherstellung, aber auch durch verschiedene Messmethoden zustande.

Um einen Überblick zu gewinnen, wird eine umfassende Literaturrecherche durchgeführt. Da in der Literatur nicht alle nötigen Materialdaten für die Schichten vorhanden sind, wird die Literaturrecherche nicht nur auf die Schichten beschränkt, sondern um die dazugehörigen Bulkmaterialien erweitert. Einerseits sollen diese Daten von Bulkmaterialien teilweise als Ersatz für nicht vorhandene Schichtwerte verwendet werden, andererseits als Vergleich zu den vorhandenen Schichtwerten dienen.

#### 2.1.1 Dichte

Die Dichte dünner Schichten liegt meist einiges unter der des Bulkmaterials, wobei das oft von der Art der Schichtherstellung abhängt. So hat die Änderung der Biasspannung starken Einfluss auf die Schichteigenschaften und bewirkt die vermehrte Bildung von Leerstellen oder auch von amorphen Strukturen zwischen den Körnern. So zeigt die Abbildung 2.1 die starke Abhängigkeit der Dichte bzw. Leerstellenkonzentration von TiN-Schichten von der Biasspannung [2], die bei der Beschichtung verwendet wird.

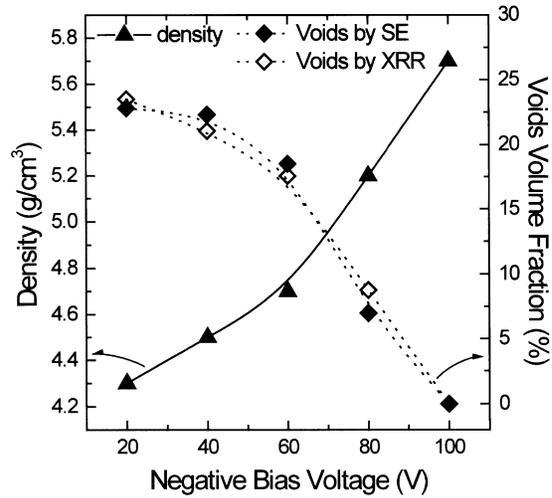


Abbildung 2.1: Dichte / Leerstellenkonzentration von Titanitridschichten in Abhängigkeit von der Biasspannung [2]

Die Tabelle 2.1 gibt einen Überblick über die in der Literatur vorhandenen Dichtewerte. Die Dichte von Chromnitridschichten ist laut L. Cunha [3] viel geringer als die von Bulkmaterial.

CrN		TiN		WC
Bulk	Schicht	Bulk	Schicht	Bulk
6.14 [3]	3.2-5.1 [3]	5.44 [5]	4.3-5.7 [2]	15.80 [5]
6.14 [5]	3.2-4.9 [12]	5.42 [6]		15.63 [9]
5.8 [7]		5.21 [8]		15.7 [10]
5.9 [7]		5.29 [8]		15.6 [11]
6.4 [7]		5.43 [9]		15.8 [13]
6.14 [9]		5.43 [11]		15.77 [14]
6.1 [10]		5.43 [13]		15.35-15.45 [14]
5.9 [11]				

Tabelle 2.1: Dichte  $\left[\frac{g}{cm^3}\right]$

Das trifft auch auf die vorhandenen Literaturwerte zu, wie aus der Abbildung 2.2 gut zu erkennen.

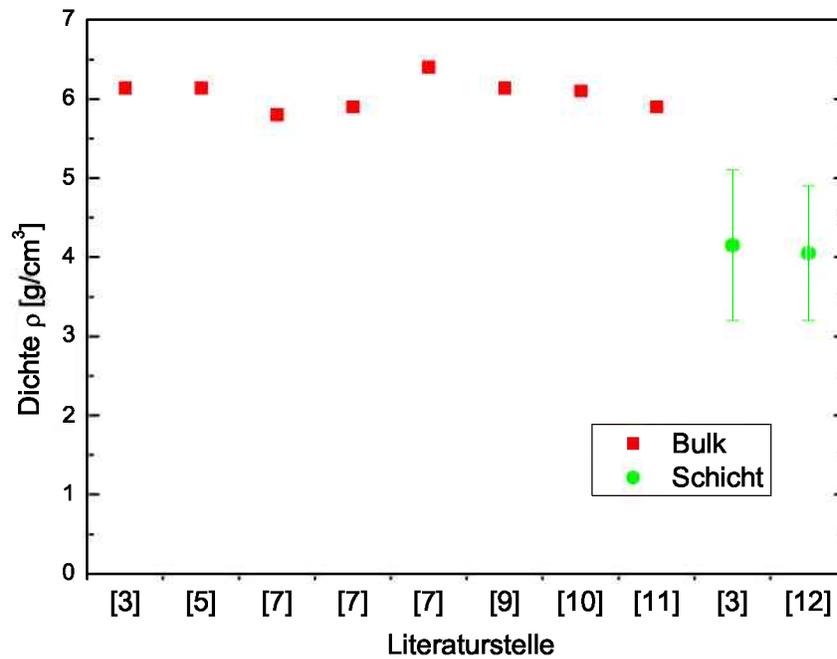


Abbildung 2.2: Dichtewerte für Chromnitrid

Bei Titanitrid sieht es etwas anders aus, wie das Abbildung 2.3 zeigt. Im Vergleich zu Chromnitrid liegen die Werte wesentlich höher und liegen im Bereich der Werte für das Bulkmaterial bzw. ein wenig darunter. Darauf weist auch L. Cunha [3] hin.

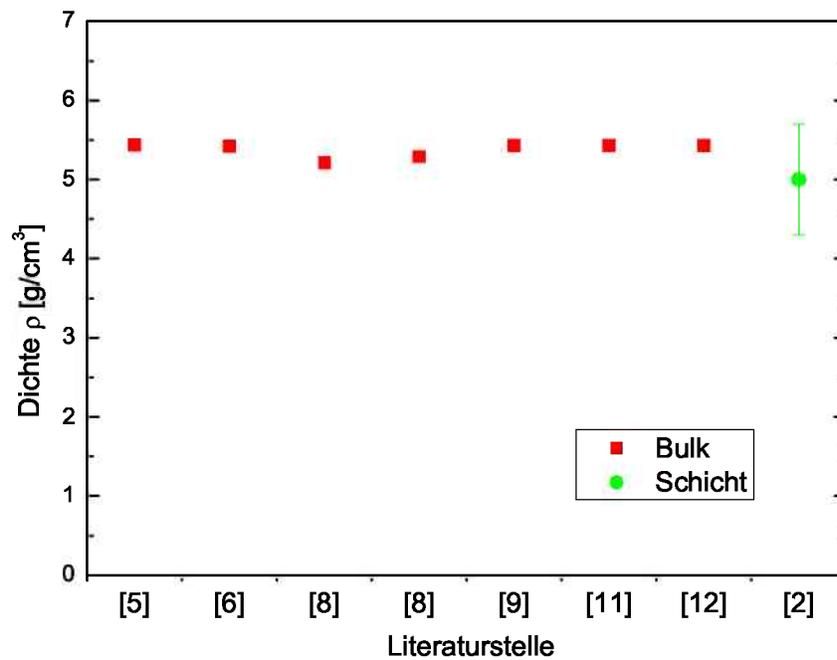


Abbildung 2.3: Dichtewerte für Titanitrid

Für Wolframkarbid sind nur Werte für Bulkmaterial vorhanden. Diese sind in Abbildung 2.4 dargestellt.

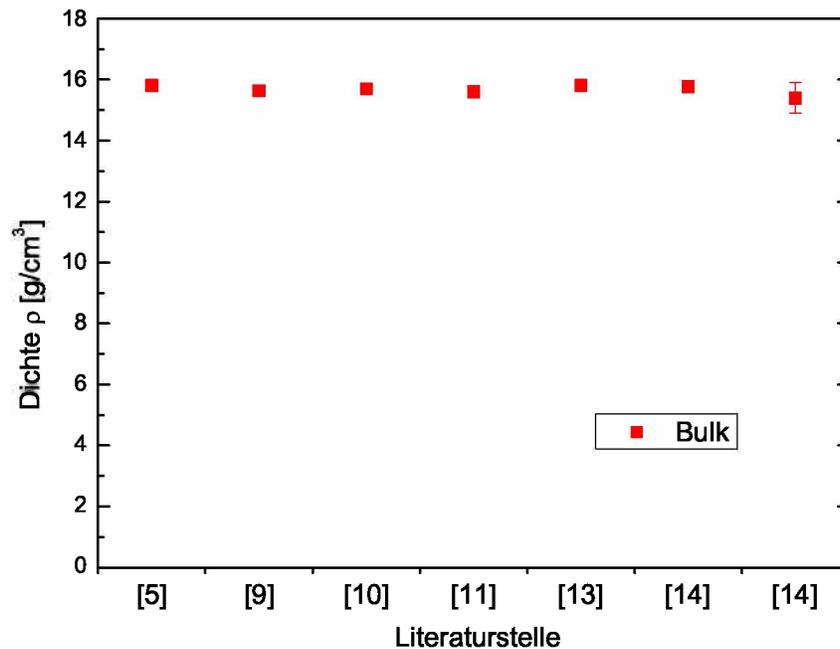


Abbildung 2.4: Dichtewerte für Wolframkarbid

Bei Chromnitrid wird für die Simulation eine Dichte von  $4.7 \text{ g/cm}^3$  gewählt. Dieser Wert liegt am oberen Rand der vorhandenen Schichtdaten. Dies wurde gewählt, da es erstrebenswert ist, Schichten mit geringen Leerstellenkonzentrationen auf die Werkzeugoberfläche aufzubringen.

Für Titannitrid wird ein Wert von  $5.0 \text{ g/cm}^3$  gewählt, womit man in der Mitte des Bereiches der Messergebnisse für Titannitridschichten und ein wenig unter den Ergebnissen für das Bulkmaterial liegt.

Da für Wolframkarbid keine Schichtwerte vorhanden sind, wird eine Dichte von  $14.5 \text{ g/cm}^3$  angenommen, womit man ein wenig unter den Bulkwerten liegt.

## 2.1.2 Thermophysikalische Kennwerte

Thermophysikalische Kennwerte sind in der Literatur für dünne Schichten kaum zu finden, nur für den Wärmeausdehnungskoeffizient liegen Werte vor. Bei den übrigen Materialdaten muss auf die jeweiligen Bulkwerte zurückgegriffen werden.

### Wärmeleitfähigkeit

Für die Wärmeleitfähigkeit werden die Bulkwerte aus der Tabelle 2.2 verwendet, da keine Werte für die jeweiligen Schichten vorhanden sind.

Für Chromnitrid wird ein Wert von  $12 \text{ W/m}\cdot\text{K}$  gewählt, da dieser Wert von 2 Quellen bestätigt wurde.

CrN			TiN			WC		
12.0	21°C	[5]	20-60		[6]	43.3	1100°C	[5]
3.5	0-727°C	[5]	29.1		[9]	121.0		[9]
12.1		[9]	29.3		[10]	121.4		[10]
			28.9	25°C	[13]	84.2	20°C	[13]
			23.9	127°C	[13]	69.0		[22]
			16.7	200°C	[13]			
			11.3	650°C	[13]			

Tabelle 2.2: Wärmeleitfähigkeit  $\left[\frac{W}{m \cdot K}\right]$ 

Für Titanitrid und Wolframkarbid sind temperaturabhängige Daten vorhanden, wobei auf diese nicht zurückgegriffen wird, da einerseits die Daten für Wolframkarbid nicht in dem gewünschten Temperaturbereich liegen und andererseits nicht bekannt ist, ob die vorhandene Temperaturabhängigkeit in dieser Art auf dünne Schichten umgelegt werden kann. Somit wird für Wolframkarbid eine Wärmeleitfähigkeit von  $100 \text{ W/m}\cdot\text{K}$  und  $20 \text{ W/m}\cdot\text{K}$  für Titanitrid verwendet.

### Wärmekapazität

CrN			TiN			WC		
711	21°C	[5]	800-1000	20-1000°C	[6]	300	25-1000°C	[5]
753	260°C	[5]	609	25°C	[7]	147		[10]
795	538°C	[5]	767	260°C	[7]			
853	25°C	[7]	873	500°C	[7]			
735	260°C	[7]	586		[9]			
801	500°C	[7]						
795		[9]						

Tabelle 2.3: Wärmekapazität  $\left[\frac{J}{kg \cdot K}\right]$ 

Auch für die Wärmekapazität sind nur Bulkwerte der Tabelle 2.3 vorhanden. Die hier ebenfalls vorhandenen Temperaturabhängigkeiten werden aus den selben Gründen ebenfalls nicht miteinbezogen.

Für Chromnitrid, wie auch für Titanitrid wird eine Wärmekapazität von  $750 \text{ J/kg}\cdot\text{K}$  verwendet. Im Fall von Wolframkarbid liegt die Wärmekapazität wesentlich niedriger und es wird ein Wert von  $300 \text{ J/kg}\cdot\text{K}$  gewählt.

### Wärmeausdehnungskoeffizient

Auch für den Wärmeausdehnungskoeffizienten sind temperaturabhängige Bulkwerte vorhanden, auf die jedoch auch nicht zurückgegriffen wird. Ausgenommen für Wolframkarbid sind hier Daten für dünne Schichten in der Literatur zu finden.

CrN					
Bulk			Schicht		
0.7	21-204°C	[5]	7.5	[16]	
1.5	204-427°C	[5]	6	[17]	
3.1	427-538°C	[5]	2.3	[18]	
2.34		[9]			

TiN					
Bulk			Schicht		
9.4	25-1000°C	[6]	6.8±0.4	[15]	
9.35		[9]	7.2±0.2	[15]	
9.35		[10]	9.3	[18]	
9.35		[13]	9.4	[19]	

WC					
Bulk					
6.3	25-800°C	[5]			
6.9		[9]			
4.42	25-500°C	[13]			

Tabelle 2.4: Wärmeausdehnungskoeffizient  $\left[\frac{10^{-6}}{K}\right]$ 

Im Fall von Chromnitrid liegen die Schichtwerte wesentlich über den Bulkwerten. Bei Titannitrid ist das Gegenteil der Fall. Somit lassen sich aus den vorhandenen Daten für Chrom- und Titannitrid keine eindeutigen Rückschlüsse auf die Wolframkarbidschichten ziehen.

Für Wolframkarbid wird somit mit  $6 \cdot 10^{-6}/K$  ein Mittelwert der Bulkwerte verwendet. Für Chromnitrid und Titannitrid wird ein Wärmeausdehnungskoeffizienten von  $7 \cdot 10^{-6}/K$  gewählt.

### 2.1.3 Mechanische Kennwerte

Bei den mechanischen Kennwerten sind im Gegensatz zu den thermophysikalischen Kennwerten neben Daten für das Bulkmaterial auch viele Daten für dünne Schichten zu finden. Temperaturabhängigkeiten sind allerdings keine verfügbar. Sehr wohl vorhanden sind in vielen Fällen Angaben über die zur Schichtherstellung angewandten Verfahren oder die verwendeten Messmethoden, da davon die mechanischen Kennwerte stark abhängen.

#### Herstellung dünner Schichten

Es gibt viele Möglichkeiten dünne Schichten herzustellen. Zu den gängigsten Methoden zählen neben dem PVD-Verfahren (Physical Vapour Deposition), das CVD-Verfahren (Chemical Vapour Deposition) und das CSD-Verfahren (Chemical Solution Deposition). Der große Vorteil des PVD-Verfahrens ist die niedrige Prozesstemperatur.

- PVD

Für sämtliche hier vorliegenden Schichten wurde das PVD-Verfahren verwendet, wobei in den letzten Jahren verschiedenste Abwandlungen, wie Dioden-, Trioden-, Magnetronspütern oder die Kathoden Arc-Verdampfung, entwickelt wurden. Allen gemeinsam ist das Grundprinzip, dass das Material für die Schicht von einem Target abgetragen wird und die herausgeschlagenen Partikel dann mit Hilfe einer Beschleunigungsspannung in Richtung Substrat beschleunigt werden und sich dann dort als dünne Schicht ablagern.

Beim Magnetronspütern beispielsweise werden die Partikel aus dem Target mittels Ionen, z.B. Argon, herausgeschlagen. Zusätzlich wird hier ein Magnet am Target angebracht, um die Ausbeute zu steigern.

Bei der Kathoden Arc-Verdampfung hingegen wird durch einen Kurzschluss ein Lichtbogen auf dem Target gezündet und so dort das Material verdampft.

Die Verwendung von unterschiedlichen Verfahren mit variierenden Parametern führt unweigerlich zu verschiedenen Mikrostrukturen und in weiterer Folge auch zu unterschiedlichen Eigenschaften.

### Methoden zur Bestimmung des Elastizitätsmoduls

- Nanoindentation

Eine Möglichkeit zur Bestimmung des Elastizitätsmoduls ist die Nanoindentation, bei der ein Diamantindenter mit geringen Kräften ( $<100$  mN) in die Schicht gedrückt wird [27]. Den Elastizitätsmodul erhält man dann aus der Kraft-Weg-Kurve.

- XRD

Die zweite Methode ist die Messung der XECs (X-ray elastic constants) durch Messung der resultierenden Dehnung bei Aufbringen einer bekannten Last, meist mit 4 Punkt Biegeversuch [20]. Dabei werden mit XRD (X-ray diffraction), mit der  $\sin^2 \Psi$ -Methode, die resultierenden Dehnungen bestimmt und mit Kenntnis der aufgetragenen Last dann die mechanischen Kennwerte ermittelt. Eine weitere Möglichkeit besteht in der Verwendung von XRD in Verbindung mit der Laser Curvature Methode, mit der die resultierende Spannung gemessen wird und sich somit der Elastizitätsmodul aus dem Zusammenhang von Spannung und Dehnung ermitteln lässt [27].

- Schallgeschwindigkeitsmessung

Die dritte Methode ist die Methode der Schallgeschwindigkeitsmessung [35]. Hier wird die Tatsache, dass die Eindringtiefe der Wellen von der Frequenz (25-250 MHz) abhängig ist, genutzt. Wellen mit höherer Frequenz haben eine geringere Eindringtiefe und werden stärker vom Film beeinflusst. Den Elastizitätsmodul erhält man durch Auftragen der Oberflächenwellengeschwindigkeiten über die Input-Frequenzen aus der Steigung.

- Verformungsmessung

Die Verformungsmessung [27] ist eine weitere Methode. Dabei werden erst verschiedene Substrate, mit unterschiedlichem Wärmeausdehnungskoeffizienten, beschichtet. Durch Messen der Probenbiegungen lässt sich bei bekanntem Elastizitätsmodul und bekannter Poissonzahl der Substrate der Elastizitätsmodul der Schicht bestimmen.

### Poissonzahl

Sämtliche Literaturwerte für die Poissonzahl sind den Tabellen 2.5 - 2.7 zu entnehmen. Für Chromnitrid sind relativ viele Werte zu finden, wobei die Schichtdaten, abgesehen von dem Wert von D. Gall [17], unter dem Bulkwert liegen. Ein Großteil der Werte liegt im Bereich von 0.2. Als Poissonzahl für Chromnitrid wird der Wert von F. Attar [20] von 0.207 verwendet. Das ist auch der Wert, der für die Spannungsmessung im experimentellen Teil und für die Simulation verwendet wird.

Im Gegensatz zum Chromnitrid sind bei Titannitrid die Literaturwerte für dünne Schichten etwas höher als die Bulkwerte. Bei Wolframkarbid sind wiederum keine Daten für Schichten vorhanden und somit werden wieder die Bulkwerte verwendet. Für Titannitrid und für Wolframkarbid wird mit einer Poissonzahl von 0.27 ein Mittelwert der Schicht- bzw. Bulkwerte verwendet.

### Elastizitätsmodul

In der Literatur finden sich für den Elastizitätsmodul sehr umfangreiche Daten, wie dies aus den Tabellen 2.5 - 2.7 zu erkennen ist.

<b>Chromnitrid</b>					
Bulk					
		E-Modul [GPa]	Poissonzahl [ ]	Referenz	
			0.264	[20]	
		324		[27]	
		400		[28]	
Schicht					
Herstellmethode	Messmethode	E-Modul [GPa]	Poissonzahl [ ]	Referenz	
P	n	204-309	0.24	[3]	
C	n	280-320		[27]	
M	n	178-339		[29]	
M	n	380		[30]	
M	n	405±15 (001)	0.29	[17]	
C	n	211	0.2	[23]	
M	n	216		[23]	
C	n	400		[31]	
M	n	215-235		[32]	
M	n	295		[33]	
M	n	220		[34]	
C	n	290	0.2	[24]	
M	n	215-340		[12]	
C	n	375	0.2	[25]	
M	n	216	0.2	[26]	
C	x	190±50 (220)		[27]	
P	x	520 (200)	0.214	[20]	
P	x	452 (311)	0.199	[20]	
P	x	457 (200)	0.25	[20]	
P	x	441 (311)	0.207	[20]	
P	x	461 (311)		[20]	
	a	40-120		[35]	
	v	232-244 (200)	0.2	[36]	
	v	220-231 (220)	0.24	[36]	

Herstellmethoden: M...Magnetronspütern, C...Cathodic arc deposition, P...PVD, S...Sintern

Messmethoden: n...Nanoindentation, x...XRD, a...akustisch, v...Verformungsmessung

Tabelle 2.5: Mechanische Kennwerte für Chromnitrid

<b>Titannitrid</b>				
Bulk				
Herstellmethode	Messmethode	E-Modul [GPa]	Poissonzahl [ ]	Referenz
S	a	430±10		[37]
S	a	430		[38]
		248		[9]
		251		[10]
		79		[39]
		250		[39]
		250-590	0.22	[6]
Schicht				
Herstellmethode	Messmethode	E-Modul [GPa]	Poissonzahl [ ]	Referenz
M	n	210-320		[2]
C	n	540		[31]
C	n	400		[40]
M	n	330-375		[41]
M	n	370-480		[15]
P	n	400±10		[47]
	x	640	0.295	[21]
	x	620		[42]
	x	649		[42]
	x	556 (100)		[43]
	x	446 (110)		[43]
	x	418 (111)		[43]
	a	380-450		[35]
	a	251		[44]
		600	0.25	[19]
M		402-480		[45]
		612		[46]

Herstellmethoden: M...Magnetronspütern, C...Cathodic arc deposition, P...PVD, S...Sintern

Messmethoden: n...Nanoindentation, x...XRD, a...akustisch, v...Verformungsmessung

Tabelle 2.6: Mechanische Kennwerte für Titannitrid

<b>Wolframkarbid</b>				
<b>Bulk</b>				
	Messmethode	E-Modul [GPa]	Poissonzahl [ ]	Referenz
	a	717-722		[14]
		667		[5]
		668		[5]
		710	0.26	[9]
		713		[10]
		707		[39]
		668		[39]
		540		[39]
		601		[39]
		519		[39]
			0.24	[13]
			0.31	[22]
<b>Schicht</b>				
Herstellmethode	Messmethode	E-Modul [GPa]	Poissonzahl [ ]	Referenz
M	n	685		[49]
	a	706		[22]
		669		[46]
		700		[50]
		670		[51]
		601		[44]
		720		[48]

Herstellmethoden: M...Magnetronspütern, C...Cathodic arc deposition, P...PVD, S...Sintern

Messmethoden: n...Nanoindentation, x...XRD, a...akustisch, v...Verformungsmessung

Tabelle 2.7: Mechanische Kennwerte für Wolframkarbid

Es handelt sich dabei um Werte für Bulkmaterial bzw. verschieden hergestellte dünne Schichten, wobei zusätzlich noch unterschiedliche Messmethoden verwendet werden. Das führt vor allem bei Chrom- und Titanitrid zu großen Streuungen. In den Abbildungen 2.5 und 2.6 ist das gut zu sehen.

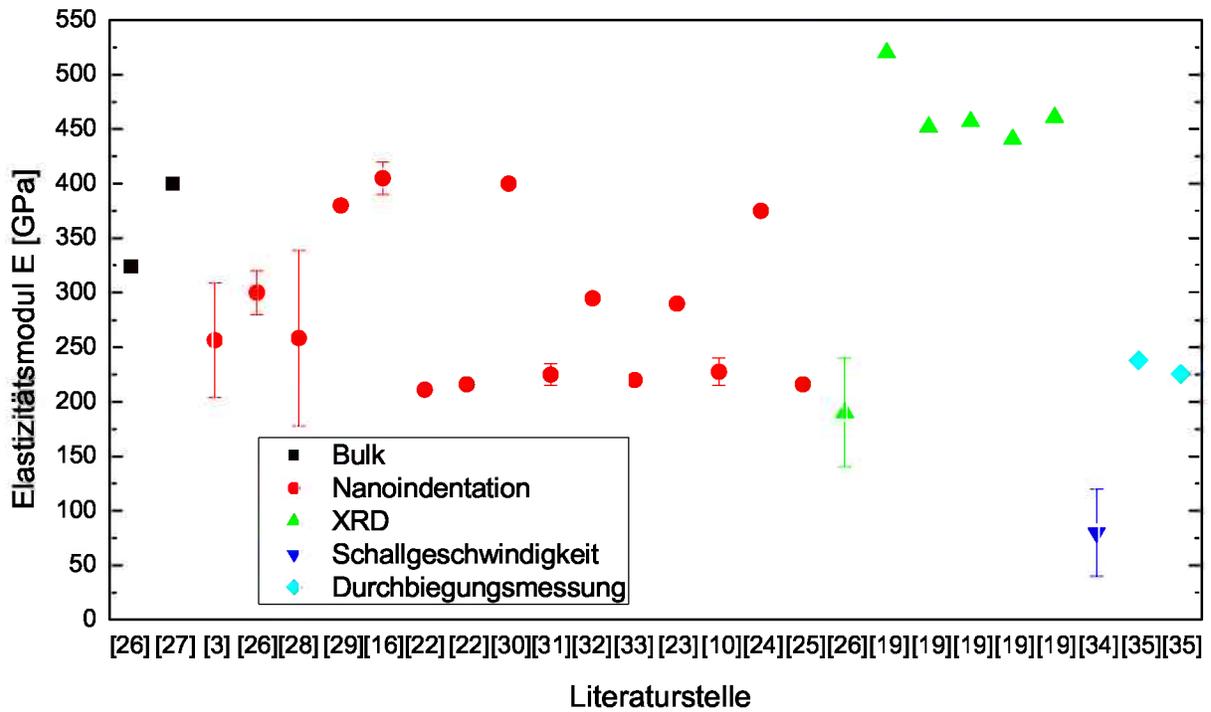


Abbildung 2.5: Elastizitätsmodul für Chromnitrid

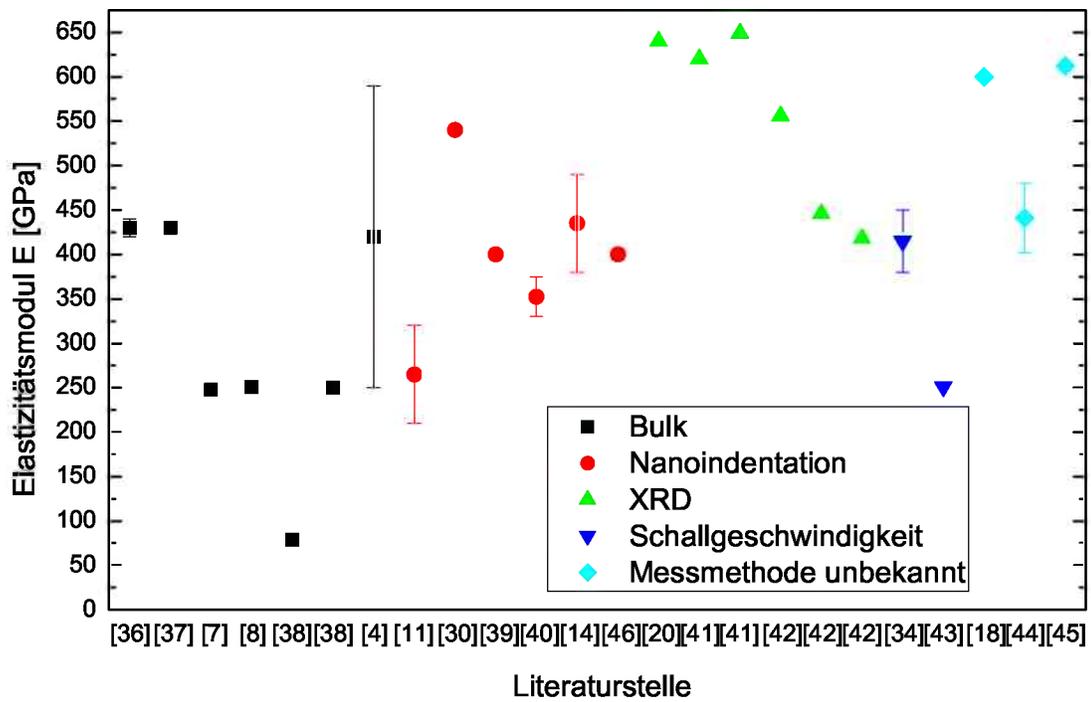


Abbildung 2.6: Elastizitätsmodul für Titanitrid

Für Chromnitrid sind Werte von 40 bis 520 GPa vorhanden. Bei Titanitrid schwanken

die Werte von 79 bis 649 GPa. Vernachlässigt man die Messung mit Schallgeschwindigkeit bei Chromnitrid, die signifikant andere Werte liefert, bringt das jedoch keine wesentlich Einschränkung der Streubreite mit sich. Es ist gut erkennbar, dass unterschiedliche Messmethoden durchaus sehr unterschiedliche Werte liefern. So ergeben sich mit XRD durchwegs höhere Werte und im Fall der Schallgeschwindigkeitsmethode meist niedrigere. Weiters zeigt sich, dass die Werte, auch wenn man nur eine Methode heranzieht, wie zum Beispiel die Nanoindentation, wo der Elastizitätsmodul zwischen 250 und 300 GPa liegt, stark streuen. Dies mag in geringerem Maß an Schwankungen innerhalb der Messmethode selbst liegen, hat seine Gründe aber wahrscheinlich, wie schon angesprochen, in den unterschiedlichen Prozessparametern, mit denen sich die Mikrostruktur und somit die Dichte und der Elastizitätsmodul ändern. P. Patsalas hat gezeigt, dass der Elastizitätsmodul mit sinkender Dichte stark abnimmt (siehe Abbildung 2.7 [2]).

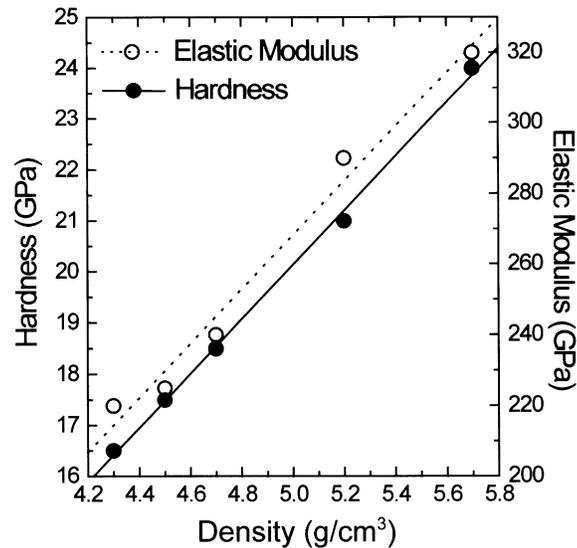


Abbildung 2.7: Abhängigkeit des E-Moduls einer TiN-Schicht von der Dichte [2]

Im Vergleich zu Chrom- und Titanitrid streuen die Werte bei Wolframkarbid bei weitem nicht so stark, wie das in Abbildung 2.8 zu sehen ist.

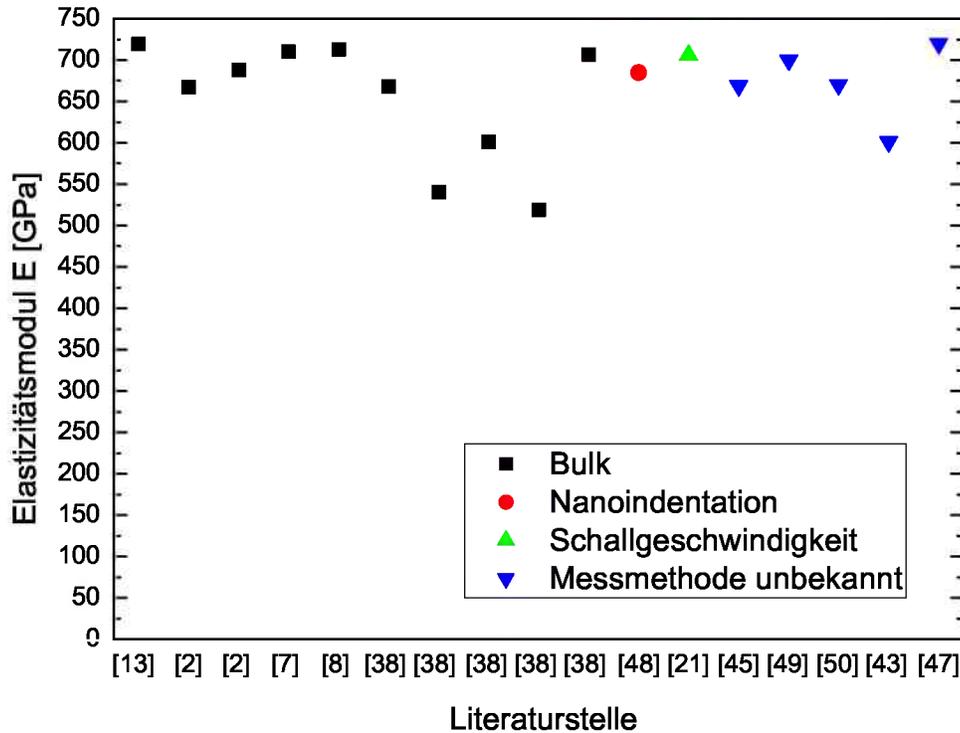


Abbildung 2.8: Elastizitätsmodul für Wolframkarbid

Hier liegen die Werte alle innerhalb eines Bereiches von  $\pm 125$  GPa um einen Mittelwert von ca. 640 GPa. Jedoch muss hier darauf hingewiesen werden, dass bei Wolframkarbid weitaus weniger Werte vorhanden sind und ein Großteil davon Bulkwerte sind, die naturgemäß weniger streuen. Ein weiterer Unterschied ist, dass der Elastizitätsmodul von Wolframkarbid um einiges höher liegt, als der von Chrom- oder Titanitrid.

Wie bei der Poissonzahl wird bei Chromnitrid auch der Elastizitätsmodul mit dem experimentellen Teil abgestimmt und ein Wert von 349 GPa verwendet. Das ist, wenn man die Messung mit der Schallgeschwindigkeit vernachlässigt, ein guter Mittelwert für die vorhandenen Werte für dünne Schichten.

Bei Titanitrid liegen die Werte für dünne Schichten relativ eindeutig über den Bulkwerten. Hier wird mit 550 GPa ein Elastizitätsmodul verwendet, der über den Bulkwerten liegt und den Schichtwerten entspricht.

Für Wolframkarbid wird ein Elastizitätsmodul von 670 GPa verwendet, da ein Großteil der Daten in diesem Bereich liegt.

## 2.2 Thermisch induzierte Spannungen

In Bauteilen kommt es durch eine Temperaturänderung  $\Delta T$  zu einer thermischen Dehnung  $\Delta \epsilon_{th}$ , abhängig vom entsprechenden Wärmeausdehnungskoeffizienten.

$$\Delta \epsilon_{th} = \alpha \cdot \Delta T \quad (2.1)$$

Aufgrund dieser Dehnung kann es in weiterer Folge in dem Bauteil zu Spannungen kommen, wobei das nicht der Fall sein muss. Solange das Bauteil in keiner Weise behindert wird sich zu auszu dehnen, wird es zu keinen Spannungen kommen.

Kommt es jedoch zur Behinderung der thermischen Dehnung, so treten in weiterer Folge thermisch induzierte Spannungen  $\sigma$  im Bauteil auf. Dabei kann man alle thermisch induzierten Spannungen auf folgende 3 Fälle zurückführen:

- Mechanische Behinderung

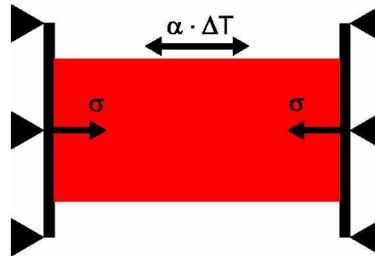


Abbildung 2.9: Mechanisch eingespannte Probe

Ist das Bauteil mechanisch fix oder teilweise eingespannt und ist somit in seiner Dehnung behindert, so treten bei einer Temperaturänderung thermisch induzierte Spannungen auf, die mit der thermischen Dehnung in Zusammenhang stehen.

- Temperaturgradient

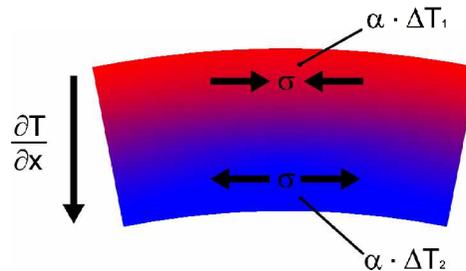


Abbildung 2.10: Probe mit Temperaturgradienten

Falls ein Temperaturgradient im Bauteil vorliegt, so kommt es ebenfalls zu thermisch induzierten Spannungen. Der Temperaturgradient im Bauteil bewirkt unterschiedlich starke Dehnungen im Bauteil. Die sich weniger stark dehnenden Bereiche behindern die sich stärker dehnenden Bereiche im Bauteil und dadurch kommt es in den wärmeren Bereichen zu Druckspannungen und den kälteren Bereichen zu Zugspannungen.

- Unterschiedliche Wärmeausdehnungskoeffizienten

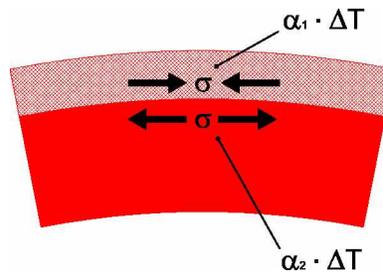


Abbildung 2.11: Probe mit unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten

Liegt ein Bauteil vor, welches aus Bereichen mit unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten besteht, so kommt es bei Temperaturänderungen auch zu unterschiedlichen Dehnungen. Dies tritt zum Beispiel bei beschichteten Bauteilen auf. Auch hier kommt es bei einer Temperaturänderung zu unterschiedlichen Dehnungen, was wiederum Zug- und Druckspannungen bewirkt.

## 2.3 Elastisch-plastisches Materialmodell

Im Zuge der numerischen Simulation hängt die Qualität der Resultate davon ab, wie gut das Verhalten des verwendeten Materials beschrieben wird. Dazu stehen für die unterschiedlichen Materialien verschiedenste Materialmodelle zu Verfügung. Im Falle des hier verwendeten Werkzeugstahles wird das elastisch-plastische Materialverhalten unter Anwendung der inkrementellen Plastizitätstheorie beschrieben. Der folgende Abschnitt dazu soll einen kurzen Überblick über diese geben. Detailliertere Informationen können einschlägiger Literatur wie Lemaitre und Chaboche [55] entnommen werden.

### 2.3.1 Plastizitätstheorie allgemein

Wesentlich für die Plastizitätstheorie sind Bedingungen, die die Grenze des elastischen Verhaltens und die Entwicklung des plastischen Verhaltens bestimmen. Prinzipell muss zwischen zeitabhängigem (viskoplastischem) und zeitunabhängigem Verhalten unterschieden werden, wobei hier nur auf letzteres eingegangen wird. Das hier verwendete Materialmodell ist somit weder zeit-, noch ratenabhängig. Daraus ergibt sich, dass das Modell nur im Bereich niedriger und mittlerer Temperaturen, im Bezug zur Schmelztemperatur, gültig ist.

Generell baut die Plastizitätstheorie auf folgende Bedingungen auf:

- Fließfunktion
- Be- und Entlastungsbedingung
- Normalenregel
- Ver- bzw. Entfestigungsgesetz
- Konsistenzbedingung

### Fließfunktion

Die Fließfunktion definiert die Grenze des elastischen Verhaltens, wobei alle Spannungszustände folgender allgemeinen Ungleichung entsprechen müssen.

$$f = f(\underline{\sigma}, A_j) \leq 0 \quad (2.2)$$

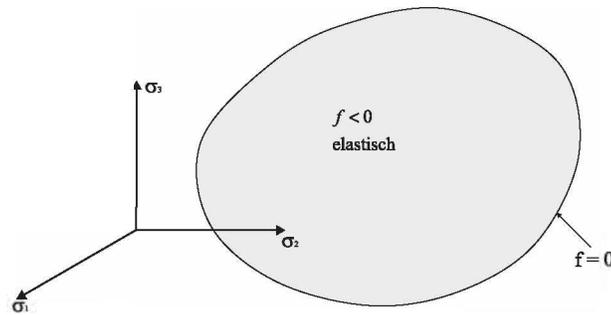


Abbildung 2.12: Darstellung der Fließortfläche

Die Abbildung 2.12 stellt die Fließortfläche im Hauptspannungsraum dar. Die Fließfunktion ist dabei abhängig vom Belastungstensor  $\underline{\sigma}$  und der Fließgrenze  $A_j$ . Zu beachten ist dabei, dass im Fall von zeitunabhängigem Materialverhalten keine Belastungszustände außerhalb der Fließfläche möglich sind. Ist  $f < 0$ , so verhält sich das Material rein elastisch, bei  $f = 0$  liegt der Grenzfall des elastisch-plastischen Materialverhaltens vor.

### Be- und Entlastungsbedingung

Diese Bedingung ermöglicht es für den Fall  $f=0$  zu entscheiden, ob ein Spannungszinkrement zu weiterem Plastifizieren führt. Dabei sind die beiden folgenden Fälle zu unterscheiden:

$$f = 0 \quad \text{und} \quad \frac{\partial f}{\partial \underline{\sigma}} : d\underline{\sigma} < 0 \longrightarrow \textit{elastisch} \quad (2.3)$$

$$f = 0 \quad \text{und} \quad \frac{\partial f}{\partial \underline{\sigma}} : d\underline{\sigma} \geq 0 \longrightarrow \textit{plastisch} \quad (2.4)$$

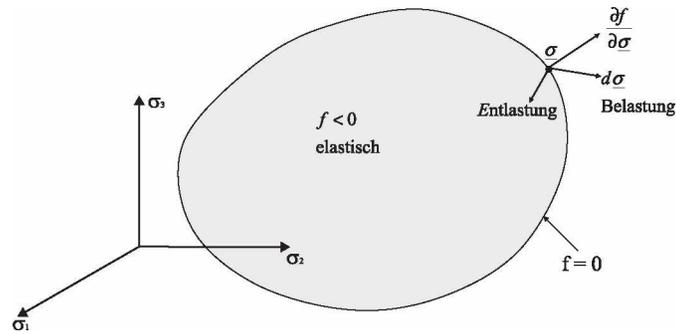


Abbildung 2.13: Darstellung der Be- und Entlastungsbedingung anhand verschiedener Spannungsfälle

Das bedeutet, dass das Material in diesem Grenzfalle bei weiterer Belastung plastifiziert, bei Entlastung sich hingegen rein elastisch verhält, wie auch in der Abbildung 2.13 dargestellt ist.

### Normalenregel

Die Normalenregel gibt Auskunft über die Richtung der plastischen Verformung, ausgedrückt durch den Tensor  $\underline{n}$ . Wie aus der Abbildung 2.14 ersichtlich, ist der Tensor  $\underline{n}$  normal auf die Fließortfläche, entsprechend dem Namen der Normalenregel. Die Größe des inkrementellen Zuwachses an plastischer Dehnung innerhalb des betrachteten Inkrements  $d\underline{\epsilon}^p$  gibt der plastische Multiplikator  $d\lambda$  an, welcher sich aus der Konsistenzbedingung ergibt.

$$\underline{n} = \frac{\partial f}{\partial \underline{\sigma}} \quad (2.5)$$

$$d\underline{\epsilon}^p = d\lambda \underline{n} \quad (2.6)$$

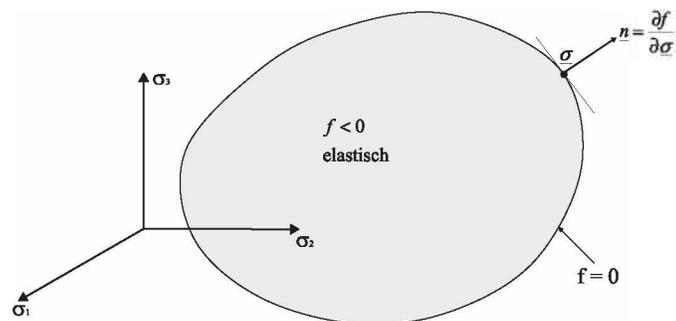


Abbildung 2.14: Darstellung der Normalenregel

### Ver- und Entfestigungsgesetz

Das Ver- bzw. Entfestigungsgesetz beschreibt die Entwicklung der Fließfläche im Zuge plastischer Deformation. Wenn man von einer statischen Belastung ausgeht, so ermöglicht

der Ansatz der isotropen Verfestigung eine Beschreibung der Fließfläche. Dabei kommt es zu einem Aufblasen oder Schrumpfen der Fließfläche, wie das in der Abbildung 2.15 dargestellt wird.

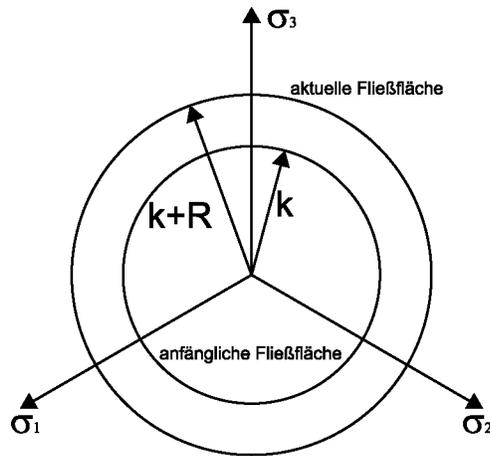


Abbildung 2.15: Isotrope Verfestigung

Hier wird ein Metall verwendet und als Vergleichsspannung von der von Mises Vergleichsspannung ausgegangen. Diese ist folgendermaßen definiert:

$$\sigma_{eq} = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{s} : \underline{s}} \quad (2.7)$$

Bei Verwendung dieser Vergleichsspannung  $\sigma_{eq}$  hat die Fließortfläche die Form eines Zylinders, dessen Achse in die (1, 1, 1) Richtung zeigt. Für den Fall von isotroper Verfestigung sieht die Fließbedingung folgendermaßen aus:

$$f = \sigma_{eq} - R - k \leq 0 \quad (2.8)$$

Die isotrope Verfestigung wird hier mit  $R$  beschrieben und  $k$  gibt die anfängliche Fließspannung an.

Analog zur Vergleichsspannung nach Mises ist die inkrementelle plastische Vergleichsdehnung  $dp$  wie folgt definiert und gibt die Änderung der plastischen Dehnung pro Inkrement an:

$$dp = \sqrt{\frac{2}{3} d\underline{\epsilon}^p : d\underline{\epsilon}^p} \quad (2.9)$$

Damit ergibt sich die akkumulierte plastische Dehnung  $p$  durch Integration über die Zeit  $t$  mit

$$p = \int_0^t dp(\tau) d\tau \quad (2.10)$$

### Konsistenzbedingung

Laut der Konsistenzbedingung ist  $df$  während des Fließens immer gleich 0. Im Fall von plastischem Fließen geht mit einer Änderung des Spannungszustandes immer eine Änderung der Fließfläche einher. Die Änderung der Fließfläche und des Spannungszustandes müssen immer in einer Weise erfolgen, dass die Konsistenzbedingung jederzeit erfüllt ist.

$$df = 0 \quad (2.11)$$

$$df = \frac{\partial f}{\partial \underline{\sigma}} : d\underline{\sigma} + \frac{\partial f}{\partial A_j} : dA_j = 0 \quad (2.12)$$

Aus der Konsistenzbedingung erhält man in Verbindung mit einer Verfestigungsregel den plastischen Multiplikator  $d\lambda$ , welcher für die Größe der plastischen Deformation steht.

### 2.3.2 Zyklisches Plastifizieren

Liegt eine zyklische Belastung vor, treten Effekte wie der Bauschinger Effekt auf, der in Abbildung 2.16 dargestellt ist. Der Bauschinger Effekt zeigt sich, wenn eine Probe erst auf Zug und dann auf Druck beansprucht wird und es dabei im Zug zu einer Verfestigung kommt, die Fließgrenze im Druck dann jedoch geringer ist als die im Zug.

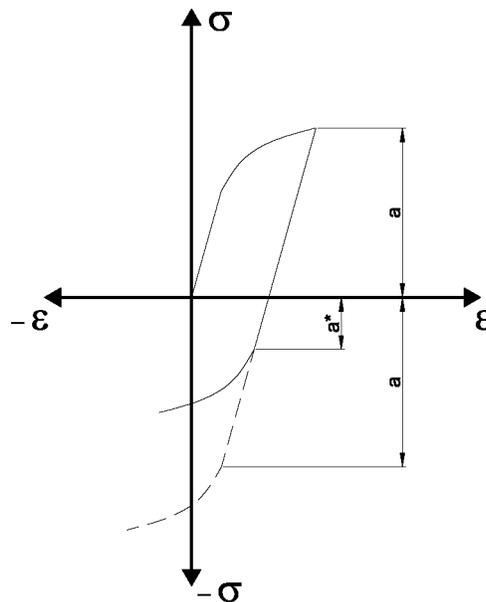


Abbildung 2.16: Bauschinger Effekt: Fließgrenze steigt im Zug auf  $a$ , im Druck sinkt sie auf  $a^*$

Abhängig vom Belastungszustand stellen sich unterschiedliche Arten des Spannungs-Dehnungsverhaltens ein, wie in Abbildung 2.17 gezeigt wird.

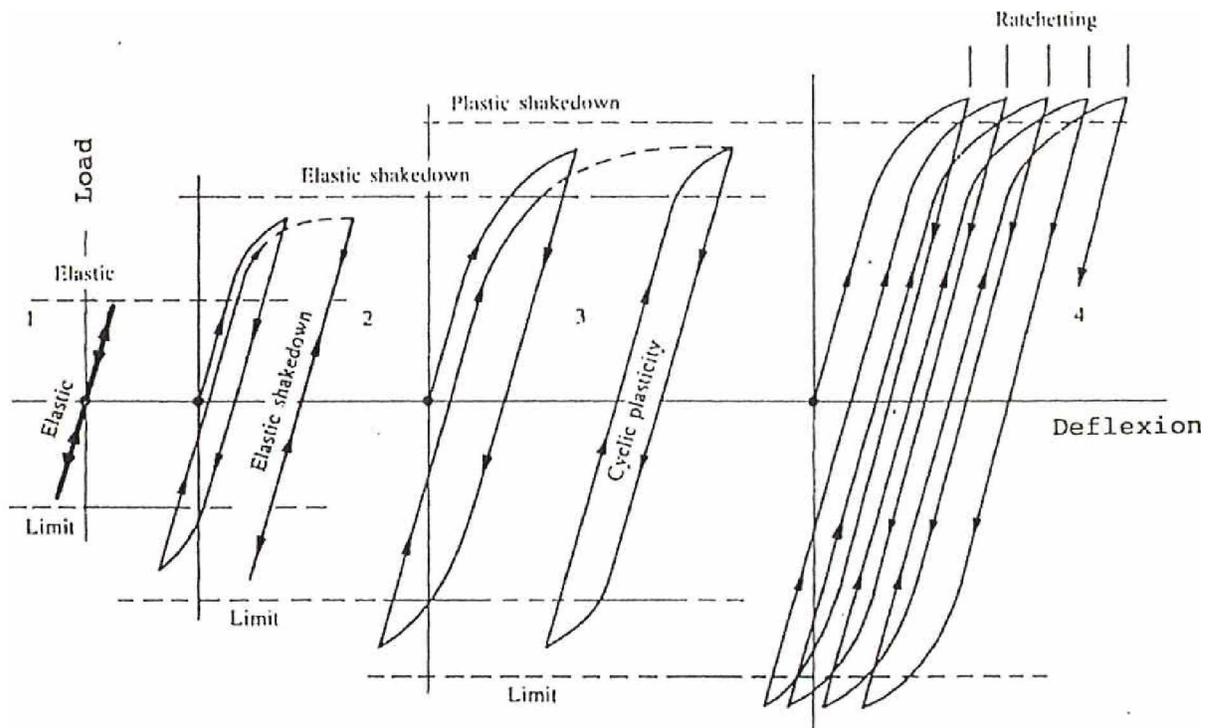


Abbildung 2.17: Darstellung des Materialverhaltens bei zyklischer Belastung bei verschiedenen Belastungszuständen. A: Elastische Verformung, B: Elastisches Einspielen, C: Plastisches Einspielen, D: Ratchetting [57]

- Elastische Verformung

Solange die Fließgrenze nicht überschritten wird, bleibt die Verformung elastisch.

- Elastisches Einspielen

Wenn es zu einem Überschreiten der Fließgrenze kommt, spricht man dann von elastischem Einspielen, wenn es während des Einspielens zu plastischer Deformation kommt und sich dann aufgrund von Verfestigung wieder ein stabiler Zustand einstellt, bei dem sich die Probe wieder elastisch verformt. Die akkumulierte plastische Dehnung bleibt dabei ab einem gewissen Punkt konstant.

- Plastisches Einspielen

Beim plastischen Einspielen bildet sich ebenfalls ein stabiler Zustand aus, allerdings verformt sich die Probe weiterhin plastisch. Durch gleiche Verformung im Zug wie im Druck kommt es zur Bildung einer stabilen Hysterese. Im stabilen Zustand wird in jedem Zyklus sowohl unter Druck- als auch Zugbelastung plastische Arbeit geleistet, die plastischen Dehnungen sind jedoch von der Gestalt, dass sich die Probenlänge über einen Zyklus gesehen nicht verändert. Die akkumulierte plastische Dehnung nimmt in diesem Fall jedoch beständig zu.

- Ratchetting

Im Fall des Ratchetting plastifiziert die Probe im Zug wie im Druck nicht gleich stark und es kommt somit zum Ansteigen der resultierenden Dehnung mit jedem Zyklus. Es wird dabei ebenfalls in jedem Zyklus sowohl unter Druck- als auch Zugbelastung plastische Arbeit geleistet, die Probenlänge verändert sich jedoch über den Zyklus. Dadurch kann sich dabei kein stabiler Zustand einstellen.

Effekte wie der Bauschingereffekt oder Ratchetting lassen sich mit isotroper Verfestigung nicht abbilden. Solche Effekte lassen sich mit der kinematischen Verfestigung beschreiben, bei der es zu einer Verschiebung der Fließfläche, wie in Abbildung 2.18 dargestellt, kommt.

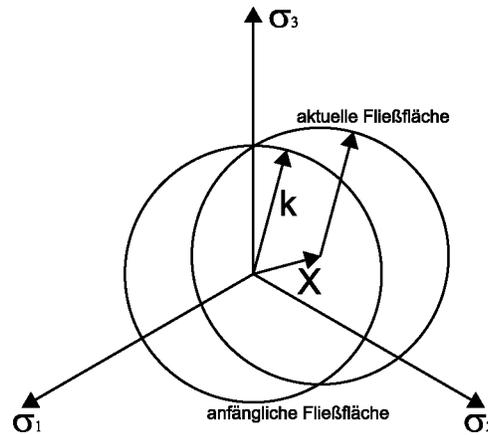


Abbildung 2.18: Kinematische Verfestigung

Prager hat dazu 1949 erstmals einen Backstresstensor  $\underline{X}$  in die Fließfunktion einbezogen.

$$f = f(\underline{\sigma} - \underline{X}) - k \leq 0 \quad (2.13)$$

$$\underline{X} = \frac{2}{3} C \underline{\epsilon}^p \quad \dots \quad \text{Prager} \quad (2.14)$$

Mit dem Modell von Prager lässt sich zwar der Bauschingereffekt darstellen, nicht jedoch Ratchetting. Dazu erweiterten Armstrong-Frederick im Jahre 1966 die lineare Verfestigung von Prager um einen dynamischen Recoveryterm zur nichtlinearen Verfestigung.  $C$  und  $\gamma$  sind Materialparameter. Dieses Modell neigt jedoch das Ratchettingverhalten zu überschätzen [55].

$$d\underline{X} = \frac{2}{3} C d\underline{\epsilon}^p - \gamma \underline{X} dp \quad (2.15)$$

Chaboche schlägt 1981 mit dem Multi-Hardening-Modell vor, den gesamten Backstresstensor in einzelne additive Backstresstensoren zu teilen, die alle dem Modell von Armstrong-Frederick entsprechen. Die damit einhergehende Steigerung an Freiheitsgraden bringt vor allem mit sich, dass das Modell über einen größeren Bereich gültig ist.

$$\underline{X} = \sum_i \underline{X}_i \quad (2.16)$$

$$d\underline{X}_i = \frac{2}{3} C_i d\underline{\epsilon}^p - \gamma_i \underline{X}_i dp \quad (2.17)$$

Liegt eine Ver- bzw. Entfestigung, z.B. aufgrund von Kornvergrößerung oder dem Aufbau bzw. Abbau der Versetzungsdichte, vor, so muss auch bei zyklischer Belastung ein isotropes Verfestigungsgesetz verwendet werden.

Alle diese Modelle ermöglichen somit die Beschreibung einzelner Effekte, jedoch keines ermöglicht die Beschreibung aller. Um die entsprechenden Effekte abdecken zu können werden daher meist isotrope und kinematische Verfestigungsgesetze kombiniert.

## 2.4 Spannungsmessung

Zur Messung von Spannungen in dünnen Schichten haben sich grundsätzlich zwei Methoden etabliert. Einerseits die röntgenographische Messung der Spannungen über die Aufweitung des Gitters und andererseits durch Messung der Biegung eines Schicht-Substrat-Verbundes.

Sämtliche Spannungsmessungen, die im Zuge dieser Arbeit durchgeführt werden, erfolgen röntgenographisch mit der  $\sin^2(\Psi)$ -Methode. Darum soll der folgende Abschnitt einen kurzen Überblick über die röntgenographische Spannungsmessung und in weiterer Folge die  $\sin^2(\Psi)$ -Methode geben. Genauere Informationen sind dabei einschlägiger Literatur wie Birkholz [53] zu entnehmen.

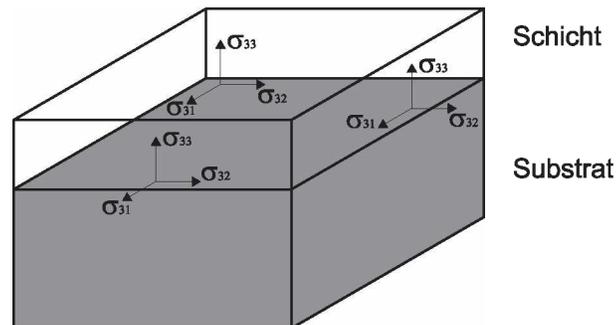


Abbildung 2.19: Definition des Spannungszustandes

Bei der Spannungsmessung ist es grundsätzlich wichtig, über die Art des vorherrschenden Spannungszustand Bescheid zu wissen.

Ausgegangen wird vom allgemeinen Fall eines dreiachsigen Spannungszustandes, bei dem die Hauptspannungen  $\sigma_{ij}$ ,  $i = j$ , und die Scherspannungen  $\sigma_{ij}$ ,  $i \neq j$ , ungleich null sind.

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ & \sigma_{22} & \sigma_{23} \\ & & \sigma_{33} \end{pmatrix} \quad (2.18)$$

Bei dünnen Schichten geht man meist von einem biaxialem Spannungszustand aus. Dies bedeutet, dass alle Spannungskomponenten in der Richtung drei gleich null sind und der Spannungstensor somit folgende Form annimmt:

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & 0 \\ & \sigma_{22} & 0 \\ & & 0 \end{pmatrix} \quad (2.19)$$

Im Fall von dünnen Schichten sind zudem die Hauptspannungen  $\sigma_{11}$  und  $\sigma_{22}$  gleich groß. Dies wird als In-plane Isotropie ( $\sigma_{11}=\sigma_{22}=\sigma_{inpl}$ ) bezeichnet. Im Fall eines äquibiaxialen Spannungszustandes verschwinden auch die Schubspannungskomponenten und es ergibt sich folgender Spannungstensor:

$$\begin{pmatrix} \sigma_{inpl} & 0 & 0 \\ & \sigma_{inpl} & 0 \\ & & 0 \end{pmatrix} \quad (2.20)$$

Sämtliche röntgenographische Spannungsmessungen basieren auf der Messung von Dehnungen. Zur Ermittlung dieser bedient man sich des Bragg'schen Gesetzes.

$$2d_{hkl} \cdot \sin(\theta) = n \cdot \lambda \quad (2.21)$$

Das Bragg'sche Gesetz beschreibt die Beugung von monochromatischer Röntgenstrahlung mit der Wellenlänge  $\lambda$  an Netzebenenscharen hkl mit dem Netzebenenabstand  $d_{hkl}$ .  $n$  gibt dabei die Beugungsordnung an. Dieser Zusammenhang ist in der Abbildung 2.20 dargestellt.

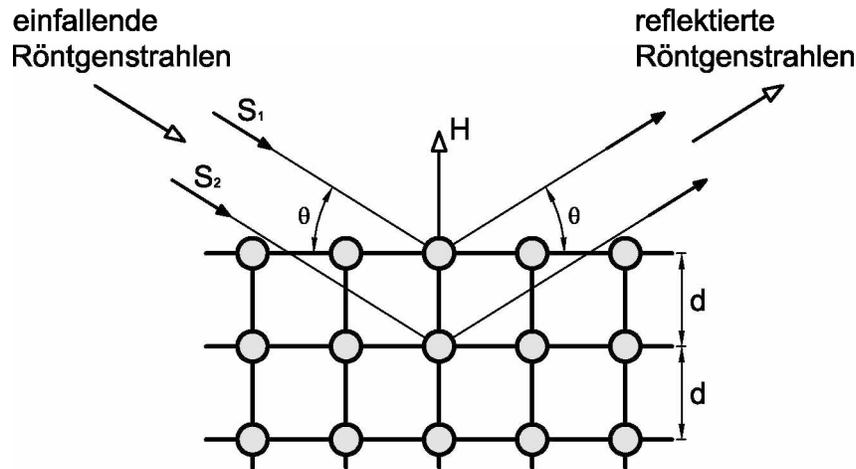


Abbildung 2.20: Röntgenbeugung am Kristallgitter, wobei  $S_1$  und  $S_2$  die Vektoren der einfallenden Wellenfronten darstellen,  $H$  entspricht der Richtung des Streuvektors.  $\theta$  steht für den Ein- bzw. Ausfallswinkel der Röntgenstrahlung.

Die solchermaßen ermittelten Netzebenenabstände ermöglichen in weiterer Folge die Berechnung von Dehnungen  $\epsilon_{hkl}$ .

$$\epsilon_{hkl} = \frac{d^{hkl} - d_0^{hkl}}{d_0^{hkl}} \quad (2.22)$$

Dazu ist neben dem Netzebenenabstand  $d^{hkl}$  einer verspannten Probe, auch ein unverzerrter Gitterabstand  $d_0^{hkl}$  nötig. Dieser ist jedoch oft nicht messbar, da keine unverspannte

Probe vorhanden ist. Ist  $d_0^{hkl}$  nicht bekannt, muss eine alternative Methode zur Bestimmung von Dehnungen angewandt werden, wovon eine die später erklärte  $\sin^2(\Psi)$ -Methode ist.

Den Zusammenhang zwischen den so bestimmten Dehnungen  $\epsilon$  und den gesuchten Spannungen  $\sigma$  liefert das Hook'schen Gesetz über den Elastizitätsmodul  $E$ .

$$\epsilon = \frac{1}{E} \cdot \sigma \quad (2.23)$$

Die Formel 2.23 berücksichtigt jedoch die Querkontraktion  $\nu$  und somit die Deformationen normal zur Belastungsrichtung nicht. Unter Berücksichtigung der Schubspannungen erhält man die allgemeine Form des Hook'schen Gesetzes.

$$\epsilon_{ij} = \frac{1 + \nu}{E} \sigma_{ij} - \delta_{ij} \frac{\nu}{E} \sum_k \sigma_{kk} \quad (2.24)$$

### 2.4.1 Die $\sin^2(\Psi)$ -Methode

Zum einfacheren Verständnis der  $\sin^2(\Psi)$ -Methode ist es von Vorteil, zwei Koordinatensysteme, nämlich ein Laborkoordinatensystem  $L (L_1, L_2, L_3)$  und ein Probenkoordinatensystem  $P (S_1, S_2, S_3)$ , einzuführen. Dies hat seine Begründung in der Art der Messung, bei der es zu Drehungen der Probe um einen ortsfesten Punkt an der Probenoberfläche kommt.

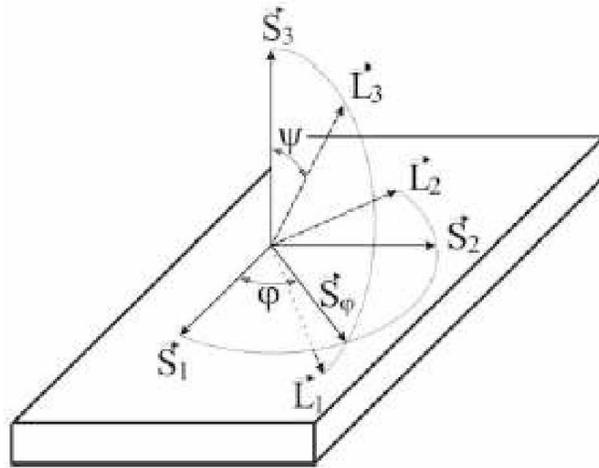


Abbildung 2.21: Koordinatensystem [52]

Das Probenkoordinatensystem wird generell so gewählt, dass der Spannungszustand durch drei Hauptspannungen beschrieben werden kann. Da an einer Oberfläche immer ein zweiachsiger Spannungszustand vorliegt, liegen die Achsen  $S_1$  und  $S_2$  in der Probenoberfläche und  $S_3$  normal darauf.

Entsprechend der Streutheorie wird das Laborkoordinatensystem so gewählt, das die Achse  $L_3$  der Richtung des Streuvektors entspricht und somit normal auf die untersuchten Streuebenen liegt.

Meist sind die beiden Koordinatensysteme nicht deckungsgleich, da im Zuge der Messung der Abstände verschiedener Netzebenen Drehungen der Probe um die beiden Winkel  $\varphi$  und  $\Psi$  erfolgen.

Aus den röntgenographischen Messungen erhält man Dehnungen  $(\epsilon_{33}^L)_{\varphi, \Psi}$  in Richtung der Achse  $L_3$ . Für diese Dehnungen gilt entsprechend der Gleichung 2.24:

$$(\epsilon_{33}^L) = \left( \frac{1 + \nu}{E} \right) \left[ \begin{aligned} & (\sigma_{11}^S \cos^2 \varphi + \sigma_{12}^S \sin 2\varphi + \sigma_{22}^S \sin^2 \varphi) \sin^2 \Psi \\ & + (\sigma_{13}^S \cos \varphi + \sigma_{23}^S \sin \varphi) \sin 2\Psi + \sigma_{33}^S \cos^2 \Psi \end{aligned} \right] + \left( -\frac{\nu}{E} \right) (\sigma_{11}^S + \sigma_{22}^S + \sigma_{33}^S) \quad (2.25)$$

In der Literatur [53] wird die Gleichung 2.25 meist als Grundgleichung der röntgenographischen Dehnungsmessung bezeichnet. Geht man im Fall von dünnen Schichten von einigen Vereinfachungen, wie der Annahme eines ebenen, äquibiaxialen Spannungszustandes aus, so vereinfacht sich diese Gleichung.

$$\epsilon_{\Psi} = \frac{1 + \nu}{E} \sigma_{inpl} \sin^2 \Psi - 2 \frac{\nu}{E} \sigma_{inpl} \quad (2.26)$$

Nach der Messung der Dehnung  $\epsilon_{\Psi}$  läßt sich somit unter Kenntnis der Materialparameter  $E$  und  $\nu$  die Spannung ermitteln. Diese Materialparameter gelten jedoch nur für isotrope Massivwerkstoffe. Um mechanische Anisotropie auch berücksichtigen zu können wurden die röntgenographischen elastischen Konstanten (REK)  $s_1$  und  $s_2$  eingeführt. Für den einfachen Fall eines elastisch isotrope Materials entsprechen diese folgender Form:

$$s_1 = -\frac{\nu}{E} \quad (2.27)$$

$$\frac{1}{2} s_2 = \frac{1 + \nu}{E} \quad (2.28)$$

Bei anisotropen elastischem Materialverhalten lassen sich die REK mit Hilfe verschiedener Modelle (z.B. Reuss, Voigt oder Hill) aus den anisotropen, einkristallinen, elastischen Konstanten berechnen und für die Gleichung 2.26 ergibt sich unter Einbeziehen der REK:

$$\epsilon_{\Psi}^{hkl} = \frac{1}{2} s_2 \sigma_{inpl} \sin^2 \Psi + 2 s_2 \sigma_{inpl} \quad (2.29)$$

Mit den Gleichungen 2.22 und 2.29 werden unter Einsatz der gemessenen Dehnung und der REK Spannungen ermittelt. Dazu werden die Netzebenenabstände  $d^{hkl}$  bei verschiedenen Verkipfungswinkeln  $\Psi$  gemessen. In weiterer Folge trägt man  $d^{hkl}$  über  $\Psi$  auf und erhält entsprechend Gleichung 2.29 über die Steigung den Spannungszustand. Dies ist in Abbildung 2.22 dargestellt.

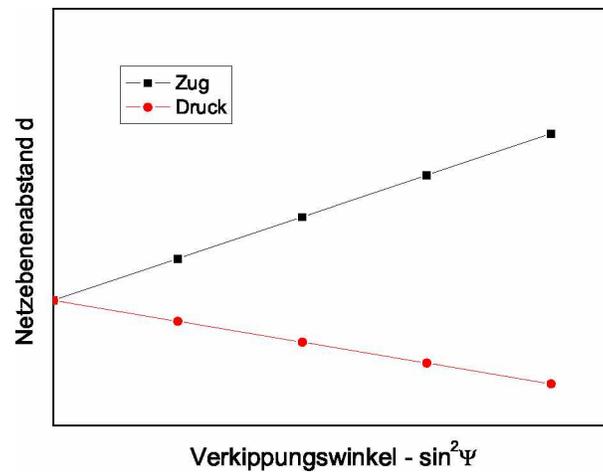


Abbildung 2.22: Schematische Darstellung des Zusammenhangs zwischen dem Netzebenenabstand  $d$  und dem Verkippungswinkel  $\Psi$  in Form eines  $\sin^2 \Psi$  - Verlaufes

## 3. Experimenteller Teil

### 3.1 Probenherstellung

Sämtliche Proben werden aus einem W300 Werkzeugstahl gefertigt. Dabei werden von Stahlzylindern mit einem Durchmesser von 22,5 mm Scheiben mit einer Dicke von je 3 mm heruntergeschnitten. Die Abbildung 3.1 gibt einen Überblick über die Probendimensionen.

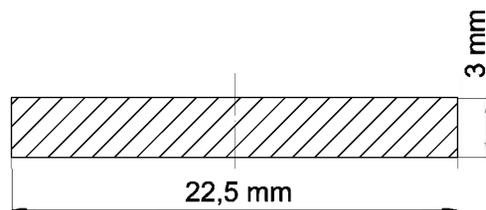


Abbildung 3.1: Probendimensionierung

In weiterer Folge werden diese Proben geschliffen und poliert. Durch diese mechanische Bearbeitung der Proben werden in diesen Oberflächenspannungen von ungefähr -200 MPa eingebracht, die bis in eine Tiefe von rund 50  $\mu\text{m}$  reichen.

Abgesehen von einigen Referenzproben werden in weiterer Folge die Proben, mittels CVD, mit Chromnitrid beschichtet. Die Abbildung 3.2 zeigt solch eine mit Chromnitrid beschichtete Probe.



Abbildung 3.2: Foto einer mit Chromnitrid beschichteten Probe

Im Zuge der Beschichtung werden verschieden Zustände eingestellt. Dabei werden einerseits die Schichtdicke und andererseits die Eigenspannungen in der Schicht variiert, um so

eventuelle Abhängigkeiten der Spannungsentwicklung im Laufe der zyklisch-thermischen Belastung zu sehen. Als Schichtdicken werden  $4\ \mu\text{m}$  und  $8\ \mu\text{m}$  und als Eigenspannungen in der Schicht  $0.5\ \text{GPa}$  und  $1.5\ \text{GPa}$  angestrebt. Die Höhe Eigenspannungen in der Schicht wird über die angelegte Biasspannung geregelt.

## 3.2 Versuchsanordnung

Die zyklisch-thermische Beanspruchung der Proben wird mit einem Laser durchgeführt. Die Abb. 3.3 gibt den prinzipiellen Versuchsaufbau wieder.

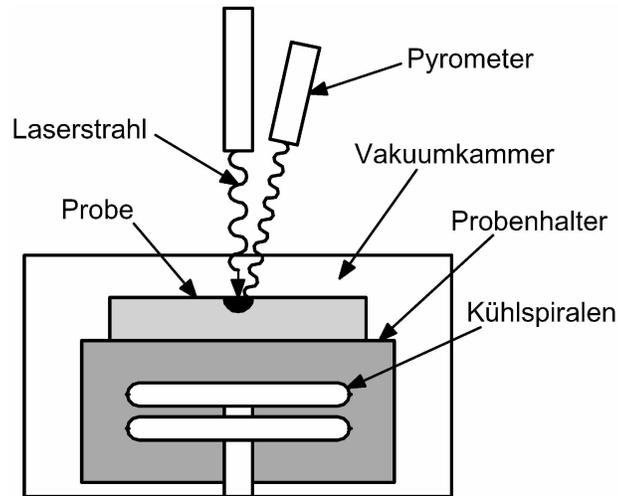


Abbildung 3.3: Prinzipieller Versuchsaufbau

Die Probe wird auf einer Kupferhalterung gelagert, welche mit Öl temperiert wird und somit das Einstellen der Hintergrundtemperatur ermöglicht. Das Öl wird dazu über Kühlspiralen durch die Kupferhalterung geführt. Um einen guten Wärmeübergang vom Kupfer zur Probe zu gewährleisten und eventuelle Unebenheiten auszugleichen, wird zwischen Kupferhalterung und Probe eine Goldfolie gelegt. Mit einem Laserstrahl mit  $6\ \text{mm}$  Durchmesser wird die Probe von oben lokal erhitzt. Die Temperatur der Probenoberfläche wird in dem erhitzten Bereich mit einem Pyrometer mit einem Messfelddurchmesser von  $1.5\ \text{mm}$  gemessen. Anhand dieser Messung wird die Probenoberfläche gesteuert. Sämtliche Versuche werden unter Vakuum durchgeführt, um eine Oxidation der Probenoberfläche zu verhindern.

### Versuchsablauf

Die entsprechende Probe wird auf den temperierten Probenhalter gelegt. Nach Evakuierung wird in der ersten Phase der Probenhalter langsam mithilfe der Ölheizung auf  $50^\circ\text{C}$  aufgeheizt und somit auch die Probe durchwärmt. Daraufhin wird die Probe durch die Bestrahlung mit dem Laser im Zentrum der Probe zyklisch-thermisch beansprucht. In der letzten Phase wird die Probe mittels der Ölkühlung wieder auf Raumtemperatur gebracht. Schematisch ist das in der Abbildung 3.4 dargestellt.

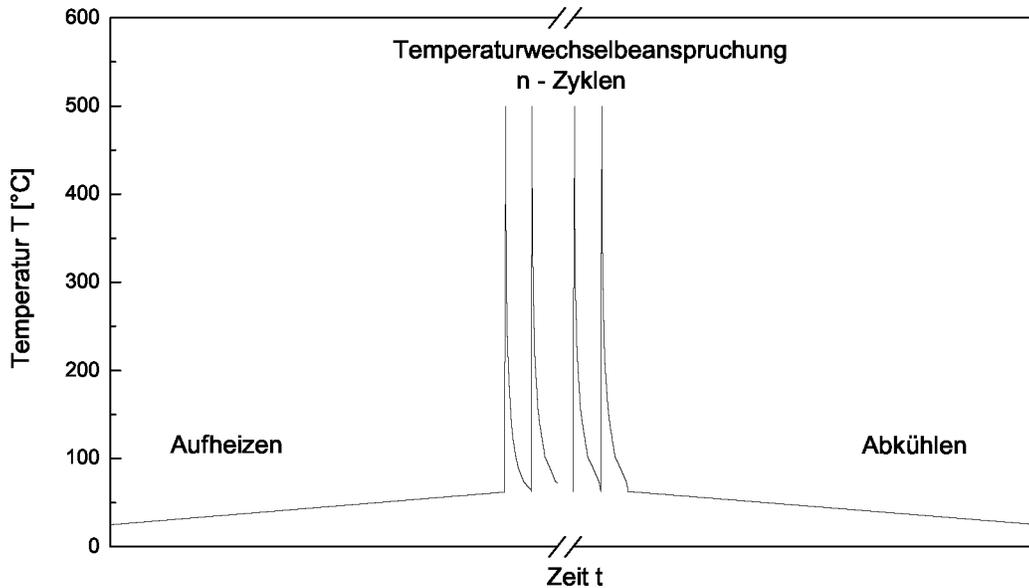


Abbildung 3.4: Schematischer Versuchsablauf

Betrachtet man einen Zyklus, so ist dieser in 2 Phasen zu unterteilen. Erst wird die Probe innerhalb von 50 ms mit konstanter Laserleistung bestrahlt, sodass am Ende der Aufheizphase in der Mitte der vom Laser bestrahlten Fläche die vorgegebene Maximaltemperatur erreicht wird. Als Maximaltemperatur wird anfangs eine Temperatur von 500°C verwendet, da für die Simulation nur bis zu dieser Temperatur Materialdaten für den verwendeten Stahl vorhanden sind. Während der zweiten Phase des jeweiligen Zyklus ist der Laser abgeschaltet und die Probe wird im Laufe der 950 ms langen Abkühlphase wieder annähernd auf die Hintergrundtemperatur gekühlt. Die Abbildung 3.5 zeigt den grundsätzlichen Temperaturverlauf in der Mitte der Probenoberfläche für einen solchen Zyklus.

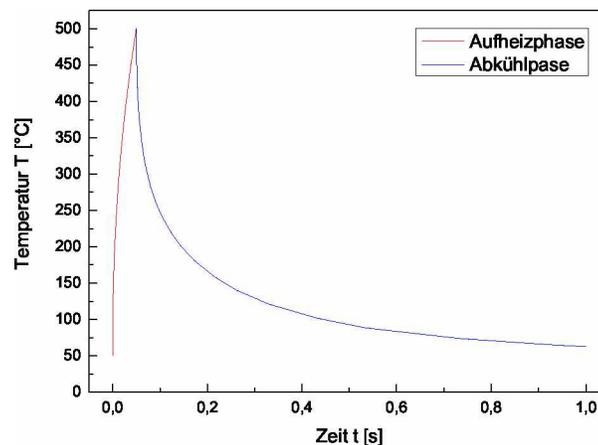


Abbildung 3.5: Schematischer Temperaturverlauf an der Probenoberfläche für einen Zyklus

Die Hintergrundtemperatur wird während der zyklisch-thermischen Beanspruchung mit der Ölkühlung auf 50°C gehalten, wobei allerdings darauf hingewiesen werden muss, dass

es hier durchaus zu Schwankungen von rund 10°C kommen kann. Dies ergibt sich aus dem Umstand, dass die Kühlung sich innerhalb gewisser Schranken ein- und ausschaltet. Nach entsprechender Zyklenzahl (10, 100, 1000, 10000) wird die Hintergrundtemperatur auf 25°C abgesenkt und die Probe wieder langsam auf Raumtemperatur gebracht. Danach werden die Proben mit einem Lichtmikroskop auf etwaige Schädigungen untersucht. In weiterer Folge werden, wie auch schon vor der zyklisch-thermischen Belastung, in der Schicht wie auch im Substrat Spannungsmessungen durchgeführt. Diese Spannungsmessungen erfolgen röntgenographisch. Gemessen wird mit Chromstrahlung, wobei im Grundmaterial der (211) Peak und in der Schicht der (311) Peak gemessen wird. Die für die Berechnung nötigen REK werden mithilfe der Software Elastica [54] berechnet. Dafür werden Daten von M. Birkholz und das Hillmodell verwendet [53].

### 3.3 Versuchsergebnisse

Ziel dieser Versuche ist es, die Auswirkungen thermomechanischer Belastung zu untersuchen. So wird mit zunehmender Zyklenzahl ein Abbau der Druckspannungen im Material erwartet. Dies führt für den Fall, dass die Spannungen zu weit in den Zugbereich gehen, zur Rissbildung.

Die Aufbringung einer Beschichtung soll diese Schädigung verhindern bzw. verzögern. Dabei wird angenommen, dass höhere Druckeigenstressungen in der Schicht sich positiv auswirken. Hier wurden ursprünglich bewusst relativ niedrige Eigenstressungen für die Schicht angestrebt, um auch bei beschichteten Proben noch Schädigungen beobachten zu können.

Die Tabelle 3.1 zeigt sofort, dass es im Zuge der Beschichtung nicht gelungen ist alle Parameter wie gewünscht einzustellen. Die Schichtdicken weichen dabei nicht wesentlich von den gewünschten 4 und 8  $\mu\text{m}$  ab. Die Druckspannungen in der Schicht sind jedoch mit 3 und 4 GPa um einiges höher ausgefallen als gewünscht.

Probe Nr.	Schichtdicke [ $\mu\text{m}$ ]	Bias [V]	CrN Spannung [Mpa]	Stahl Spannung [Mpa]
6	4.0	100	-3967.6 $\pm$ 562.7	-223.5 $\pm$ 15.6
14	8.0	60	-3012 $\pm$ 98.4	-115.1 $\pm$ 8.6
16	7.2	100	-4320.1 $\pm$ 525	-291 $\pm$ 18.3
18	4.3	60	-3023.7 $\pm$ 86.4	-146.2 $\pm$ 12.7

Tabelle 3.1: Spannungen in Schicht und Substrat vor der thermomechanischen Beanspruchung

Im Substrat direkt unter der Schicht werden vor der Temperaturwechselbeanspruchung Druckspannungen von -115 bis -291 MPa gemessen. Die Spannungen liegen damit im Bereich der Spannungen, die auch bei den unbeschichteten Proben gemessen werden. Aus Kostengründen wird pro Probenzustand nur bei einer, also insgesamt bei 4 Proben, die Spannungen vor der zyklisch-thermischen Belastung gemessen. Das geschieht auch im Hinblick darauf, dass vor allem die Entwicklung über bis zu 10000 Zyklen hinweg untersucht werden soll. Der Tabelle 3.1 sind die Messergebnisse zu entnehmen.

Für die weitere graphische Auswertung werden als Ausgangszustand für die Spannungen in der Schicht -3 bzw. -4 GPa bei den mit einer Biasspannung von 60 bzw. 100 Volt beschichteten Proben gewählt und im Substrat darunter wird von -200 MPa ausgegangen. Bei den ersten Versuchen werden die Proben mit einer maximalen Temperatur von 500°C belastet und weisen dabei auch nach 10000 Zyklen noch keine sichtbaren Schädigungen auf. Dies trifft auch auf die unbeschichteten Proben zu. In weiterer Folge wird die Maximaltemperatur schrittweise bis auf 650°C erhöht, was allerdings auch zu keinen sichtbaren Schädigungen führt. Das, sowie sämtliche Ergebnisse der Spannungsmessungen im Zuge der zyklisch-thermischen Belastung der Proben sind der Tabelle 3.2 zu entnehmen.

Probe Nr.		Schicht		Zyklen	$T_{max} / T_{back}$ [°C]	Kommentar	Spannung Stahl [MPa]		Spannung CrN [MPa]	
		Dicke [ $\mu\text{m}$ ]	Bias [V]							
1	W300			10	500 / 50	keine Schädigung	-20,5	$\pm$ 15,6		
				100		keine Schädigung	35,1	$\pm$ 9,1		
				1000		keine Schädigung	43,8	$\pm$ 18,6		
				10000		keine Schädigung	243,7	$\pm$ 23,6		
2	W300-CrN	4,0	60	10	500 / 50	keine Schädigung	-261,1	$\pm$ 33,4	-2352,0	$\pm$ 149,0
				100		keine Schädigung	-225,6	$\pm$ 7,6	-2363,7	$\pm$ 141,0
				1000		keine Schädigung	-155,7	$\pm$ 11,9	-2007,7	$\pm$ 168,3
				10000		keine Schädigung	-128,7	$\pm$ 22,7	-1644,6	$\pm$ 95,7
3	W300-CrN	9,0	60	10	500 / 50	keine Schädigung	-126,5	$\pm$ 11,7	-3016,1	$\pm$ 124,6
				100		keine Schädigung	-131,4	$\pm$ 14,8	-3022,9	$\pm$ 126,6
				1000		keine Schädigung	-189,1	$\pm$ 19,8	-2827,0	$\pm$ 91,2
				10000		keine Schädigung	-150,0	$\pm$ 13,0	-2241,7	$\pm$ 110,6
4	W300-CrN	4,2	100	10	500 / 50	keine Schädigung	-36,7	$\pm$ 4,7	-2861,0	$\pm$ 394,7
				100		keine Schädigung	-67,1	$\pm$ 10,1	-3012,0	$\pm$ 361,5
				1000		keine Schädigung	-127,6	$\pm$ 19,6	-3162,9	$\pm$ 224,9
				10000		keine Schädigung	-87,5	$\pm$ 11,3	-2864,0	$\pm$ 306,0
5	W300-CrN	8,3	100	10	500 / 50	keine Schädigung	-228,8	$\pm$ 13,1	-4259,3	$\pm$ 527,8
				100		keine Schädigung	-265,4	$\pm$ 8,9	-4147,2	$\pm$ 435,7
				1000		keine Schädigung	-197,6	$\pm$ 10,9	-4018,5	$\pm$ 350,5
				10000		keine Schädigung	-148,1	$\pm$ 16,0	-3577,8	$\pm$ 393,3
6	W300-CrN	4,0	100	10000	550 / 50	keine Schädigung				
7	W300			10	550 / 50	keine Schädigung	95,1	$\pm$ 16,6		
				100		keine Schädigung	314,0	$\pm$ 9,3		
				1000		keine Schädigung	212,3	$\pm$ 11,8		
				10000		keine Schädigung	278,8	$\pm$ 17,8		

Fortsetzung auf der nächsten Seite

Fortsetzung der letzten Seite										
Probe Nr.		Schicht		Zyklen	$T_{max} / T_{back}$ [°C]	Kommentar	Spannung Stahl [MPa]		Spannung CrN [MPa]	
		Dicke [ $\mu\text{m}$ ]	Bias [V]							
8	W300-CrN	4,0	60	10	550 / 50	keine Schädigung	-111,0	$\pm$ 18,4	-2140,8	$\pm$ 127,3
				100		keine Schädigung	-114,9	$\pm$ 15,3	-2058,8	$\pm$ 107,1
				1000		keine Schädigung	-116,4	$\pm$ 15,6	-1701,0	$\pm$ 75,5
				10000		keine Schädigung	-67,1	$\pm$ 15,9	-1261,0	$\pm$ 46,0
9	W300-CrN	8,3	60	10	550 / 50	keine Schädigung	-105,7	$\pm$ 11,1	-3137,1	$\pm$ 106,6
				100		keine Schädigung	-85,2	$\pm$ 9,7	-2923,5	$\pm$ 46,0
				1000		keine Schädigung	-109,0	$\pm$ 16,9	-2544,9	$\pm$ 66,7
				10000		keine Schädigung	-97,6	$\pm$ 8,4	-2120,8	$\pm$ 103,1
10	W300-CrN	4,4	100	10	550 / 50	keine Schädigung	-189,5	$\pm$ 12,9	-3620,0	$\pm$ 307,2
				100		keine Schädigung	-83,7	$\pm$ 17,8	-3427,2	$\pm$ 338,4
				1000		keine Schädigung	-83,8	$\pm$ 17,4	-3021,8	$\pm$ 168,3
				10000		keine Schädigung	-110,0	$\pm$ 19,6	-2667,0	$\pm$ 263,6
11	W300-CrN	7,6	100	10	550 / 50	keine Schädigung	-165,2	$\pm$ 14,3	-4155,4	$\pm$ 612,8
				100		keine Schädigung	-143,9	$\pm$ 20,2	-3880,7	$\pm$ 522,1
				1000		keine Schädigung	-115,6	$\pm$ 19,2	-3525,1	$\pm$ 432,3
				10000		keine Schädigung	-132,7	$\pm$ 16,5	-3134,3	$\pm$ 397,1
12	W300			10	600 / 50	keine Schädigung	296,5	$\pm$ 24,6		
				100		keine Schädigung	399,7	$\pm$ 12,6		
				1000		keine Schädigung	540,5	$\pm$ 15,8		
				10000		keine Schädigung	429,1	$\pm$ 17,2		
13	W300-CrN	3,7	60	10	600 / 50	keine Schädigung	18,3	$\pm$ 16,2	-1848,1	$\pm$ 174,2
				100		keine Schädigung	73,8	$\pm$ 13,3	-1451,6	$\pm$ 83,1
				1000		keine Schädigung	27,5	$\pm$ 16,4	-1196,9	$\pm$ 74,5
				10000		keine Schädigung	61,4	$\pm$ 15,5	-859,5	$\pm$ 86,6

Fortsetzung auf der nächsten Seite

Fortsetzung der letzten Seite

Probe Nr.		Schicht		Zyklen	$T_{max} / T_{back}$ [°C]	Kommentar	Spannung Stahl [MPa]		Spannung CrN [MPa]	
		Dicke [ $\mu\text{m}$ ]	Bias [V]							
14	W300-CrN	8,5	60	10	600 / 50	keine Schädigung	-14,4	$\pm$ 16,5	-2813,6	$\pm$ 98,5
				100		keine Schädigung	30,6	$\pm$ 15,2	-1917,0	$\pm$ 63,8
				1000		keine Schädigung	0,6	$\pm$ 14,0	-1820,1	$\pm$ 125,5
				10000		keine Schädigung	30,7	$\pm$ 12,7	-1328,8	$\pm$ 35,3
15	W300-CrN	4,3	100	10	600 / 50	keine Schädigung	54,3	$\pm$ 8,2	-3436,2	$\pm$ 294,4
				100		keine Schädigung	90,5	$\pm$ 18,1	-2888,4	$\pm$ 259,9
				1000		keine Schädigung	118,1	$\pm$ 8,2	-2541,0	$\pm$ 221,0
				10000		keine Schädigung	148,2	$\pm$ 15,9	-1962,2	$\pm$ 208,9
16	W300-CrN	7,8	100	10	600 / 50	keine Schädigung	27,7	$\pm$ 25,9	-3718,9	$\pm$ 430,5
				100		keine Schädigung	4,4	$\pm$ 22,3	-3313,6	$\pm$ 363,5
				1000		keine Schädigung	-2,3	$\pm$ 10,6	-2783,5	$\pm$ 317,0
				10000		keine Schädigung	49,0	$\pm$ 22,4	-2672,9	$\pm$ 359,4
17	W300-CrN	4,2	100	10	650 / 50	keine Schädigung	70,4	$\pm$ 23,2	-3228,1	$\pm$ 301,1
				100		keine Schädigung	42,0	$\pm$ 17,1	-2305,7	$\pm$ 155,9
				1000		keine Schädigung	123,0	$\pm$ 19,8	-1967,0	$\pm$ 167,9
				10000		keine Schädigung	243,3	$\pm$ 13,8	-1311,1	$\pm$ 141,3

Tabelle 3.2: Messergebnisse

Die Ergebnisse der Spannungsmessungen zeigen erkennbare Veränderungen im Spannungszustand der Proben, wie in der Abbildung 3.6 zu erkennen ist.

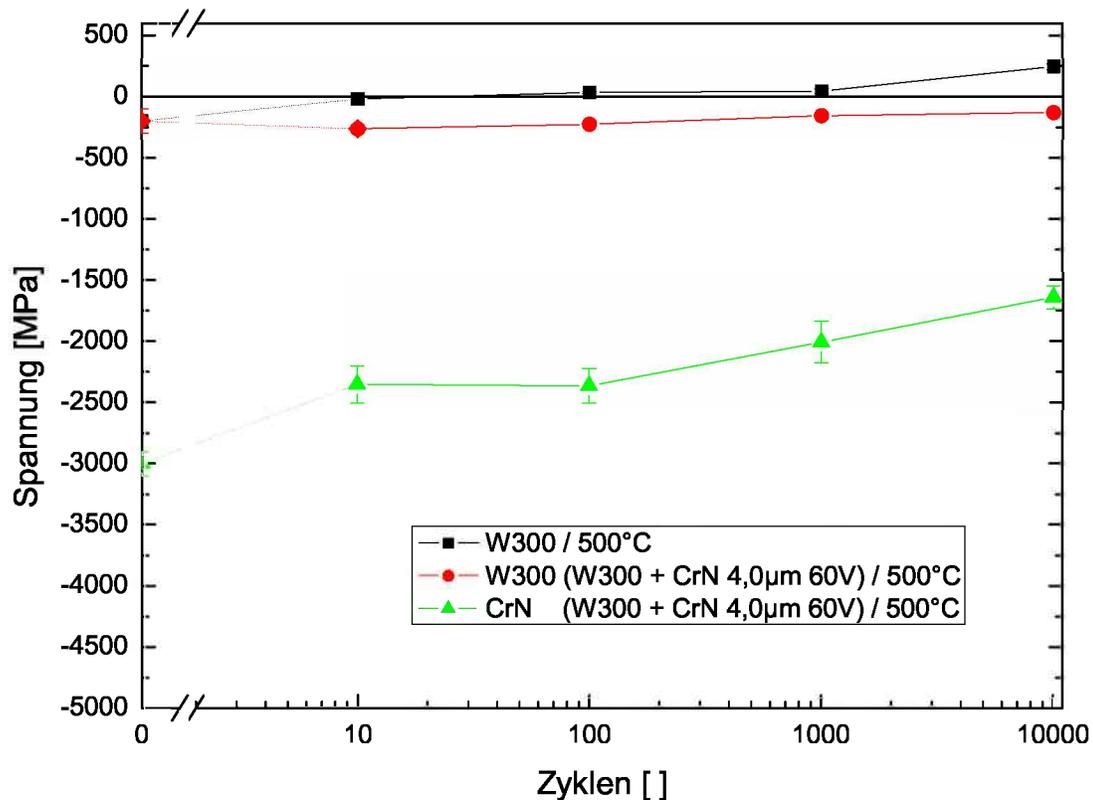


Abbildung 3.6: Spannungsentwicklung in einer mit Laserpulsen bestrahlten unbeschichteten (Nr. 1) und beschichteten Probe (Nr. 2)

Generell ist eine Zunahme der Spannungen in beiden Proben, sowohl im Substrat als auch in der Schicht zu beobachten. Das lässt sich durchaus auf ein zyklisches Plastifizieren zurückführen, wobei jedoch immer bedacht werden muss, dass u.a. auch Schwankungen in der Hintergrundtemperatur dafür verantwortlich sein können. Die Druckspannungen in der Schicht nehmen generell stärker ab als im Substrat. Die Ursachen für diese Abnahme sind jedoch noch nicht gänzlich verstanden. Die Druckspannungen fallen hier in der Chromnitridschicht von 3 auf 1.5 GPa.

Zusätzlich scheint sich die Annahme zu bestätigen, dass es durch die Schicht zu einer Stützwirkung kommt. Es steigen hier die Spannungen in der unbeschichteten Probe stärker als im Substrat der beschichteten, wo es schon nach ungefähr 30 Zyklen zu einem Übergang vom Druck- in den Zugbereich kommt. In der Probe mit einer 4 µm dicken Chromnitridschicht (Probe Nr. 2) kommt es ebenfalls zu einem Abfall der Druckspannungen im Stahl, jedoch bei weitem nicht so stark und auch noch nach 10000 Zyklen sind Druckspannungen vorhanden.

Die weiteren Abbildungen 3.7 - 3.11 bestätigen diese Ergebnisse. Abgesehen von einigen Ausnahmen nehmen die Druckspannungen überall ab. Die Probe Nr. 12 ist ein Beispiel für eine solche Ausnahme, wo die Spannungen im Substrat erst ansteigen, dann jedoch wieder abnehmen, bevor sie wieder leicht ansteigen. Ein weiteres Beispiel ist die Probe Nr. 4, wo

es in der Schicht nach einem anfänglichen Abfall der Druckspannungen zwischenzeitlich wieder zu einem Ansteigen kommt. Das ist auch in Abbildung 3.9 besonders gut zu sehen. Dabei muss jedoch auch die hohe Streuung der Messungen beachtet werden.

Hier zeigt sich zusätzlich, dass der Spannungsabbau mit höherer Temperatur zunimmt, was sich einerseits dadurch ergibt, dass das Material bei höheren Temperaturen stärker plastifiziert und auch Mechanismen wie zyklisches Kriechen einsetzen.

Ein Vergleich der Abbildung 3.7 mit den Abbildungen 3.8 - 3.11 ergibt, dass die Spannungen im Substrat der beschichteten Proben durchwegs unter den in den unbeschichteten liegen, unabhängig bei welcher Temperatur.

Ebenso lässt sich keine eindeutige Auswirkung der Schichtdicke erkennen, wobei eine größere Stützwirkung einer dickeren Schicht mit höheren Eigenspannungen durchaus plausibel wäre.

Weiters sind keine Aussagen möglich, inwieweit die Schicht der Schädigung entgegenwirkt. Die unbeschichteten Proben kommen zwar alle und die beschichteten Proben ab 550 °C in den Zugbereich, aber es kommt nicht einmal bei den unbeschichteten Proben zu einer sichtbaren Schädigung.

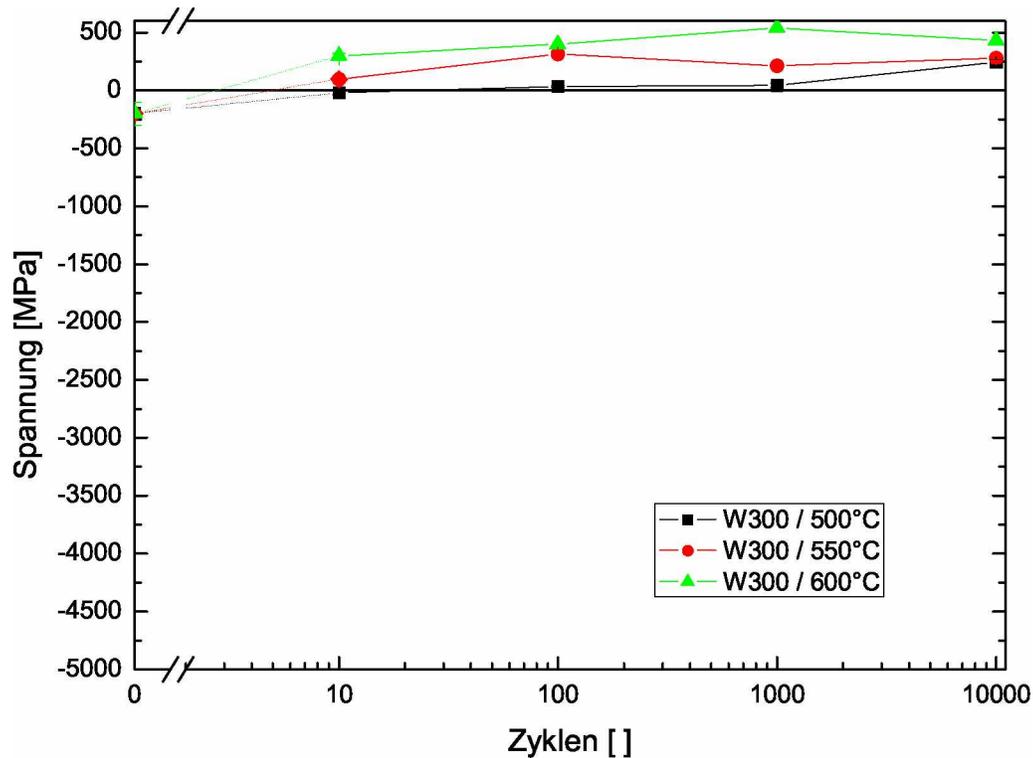


Abbildung 3.7: Spannungsentwicklung in einer mit Laserpulsen bestrahlten unbeschichteten Probe

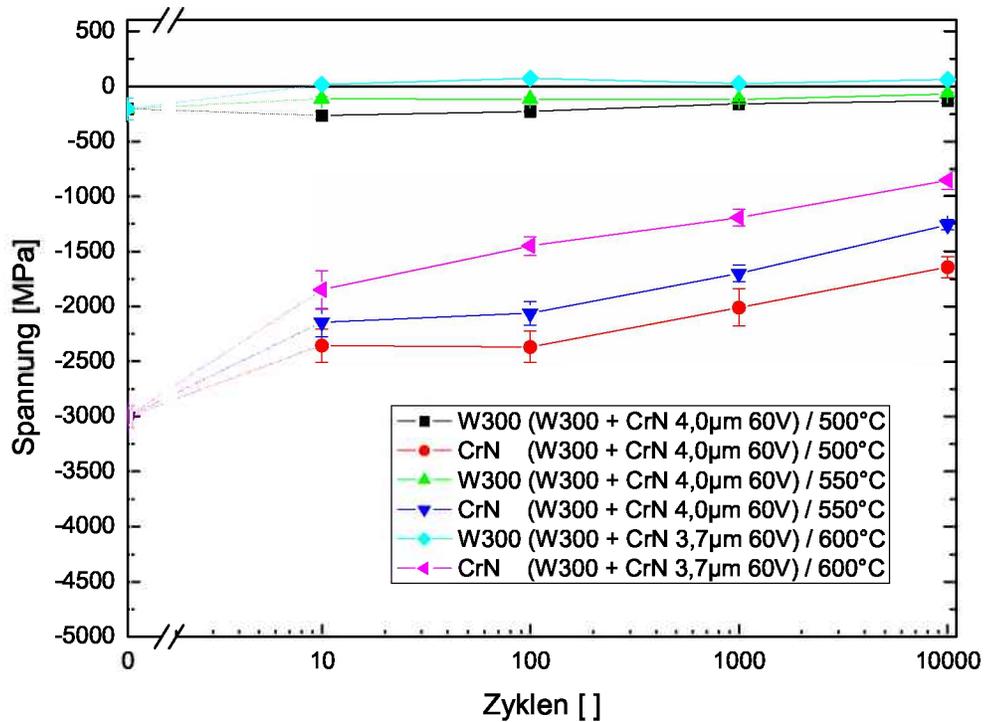


Abbildung 3.8: Spannungsentwicklung in einer mit Laserpulsen bestrahlten beschichteten Probe ( $4 \mu\text{m} - 60 \text{V}$ )

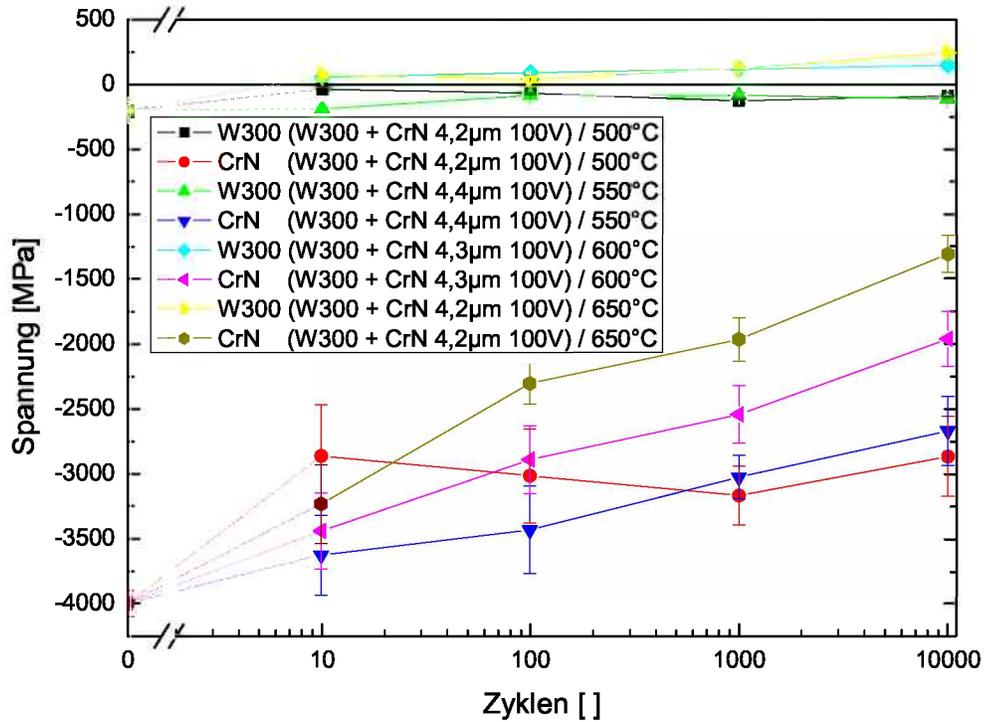


Abbildung 3.9: Spannungsentwicklung in einer mit Laserpulsen bestrahlten beschichteten Probe ( $4 \mu\text{m} - 100 \text{V}$ )

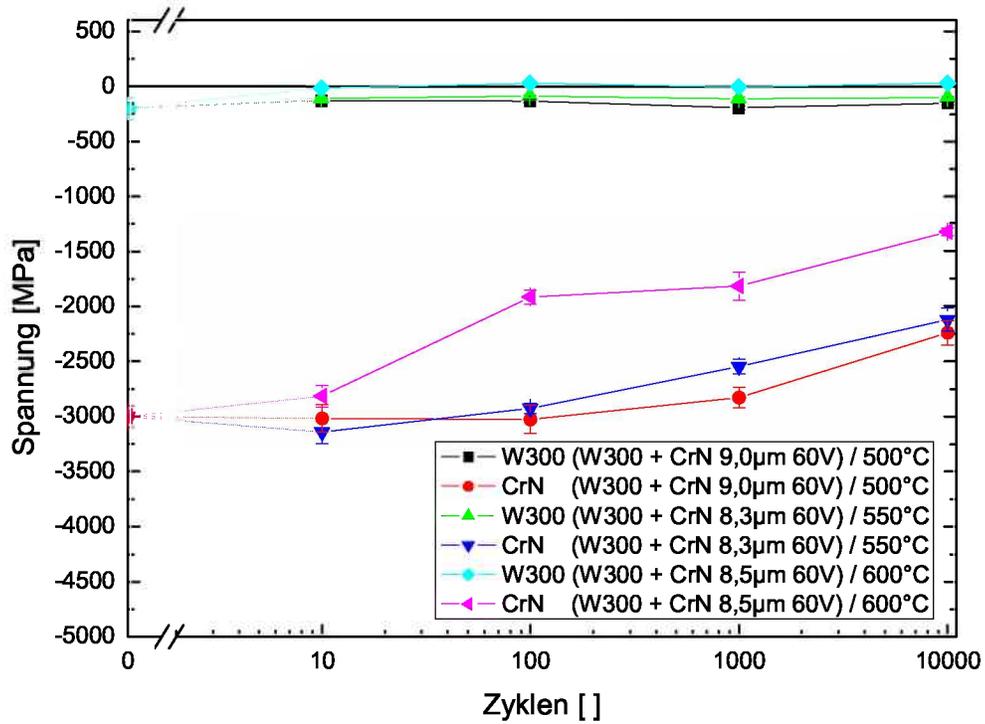


Abbildung 3.10: Spannungsentwicklung in einer mit Laserpulsen bestrahlten beschichteten Probe ( $8 \mu\text{m} - 60 \text{V}$ )

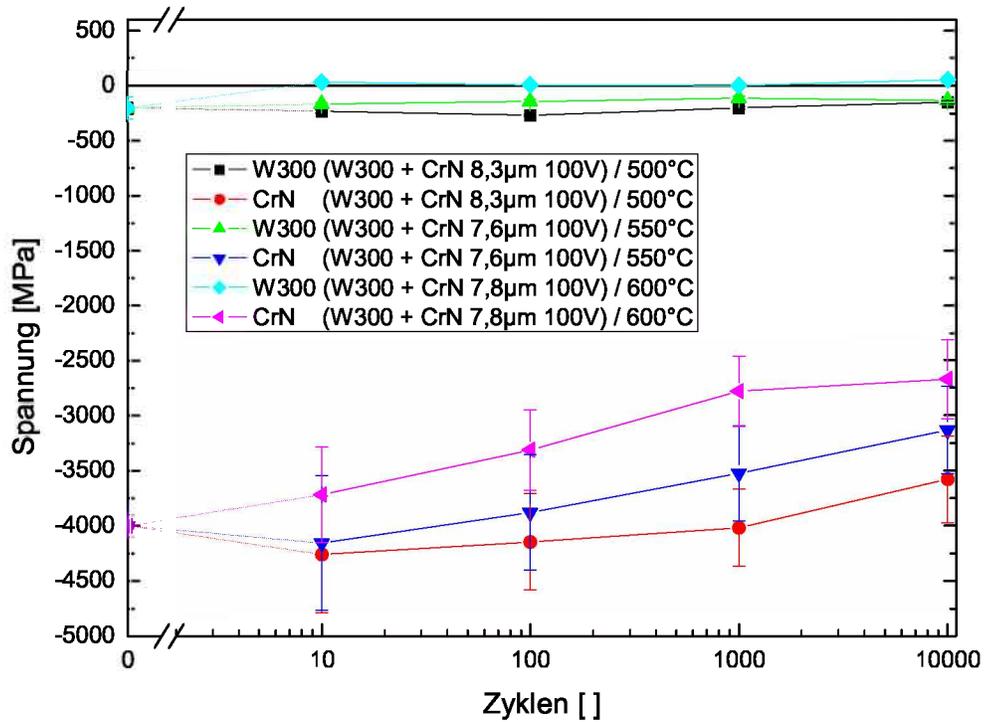


Abbildung 3.11: Spannungsentwicklung in einer mit Laserpulsen bestrahlten beschichteten Probe ( $8 \mu\text{m} - 100 \text{V}$ )

## 4. Simulation

Sämtliche Simulationen wurden mit dem Finite-Elemente-Paket ABAQUS [1] durchgeführt. Für die Modellierung müssen verschiedene Vereinfachungen und Annahmen getroffen werden. Einerseits um die Rechenzeit in einem vernünftigen Rahmen zu halten, andererseits da in diesem Fall teilweise Daten fehlen. So sind zum Beispiel für die Hartstoffschicht keine temperaturabhängigen Materialkennwerte vorhanden. Weiters ist das Kontaktverhalten in der Grenzschicht zwischen Substrat und Schicht noch nicht gänzlich verstanden und wird hier als ideal miteinander verbunden angenommen.

Die Simulation zyklisch-thermischer Belastung einer Probe geschieht üblicherweise in zwei Schritten. Einer thermischen Berechnung folgt eine mechanische.

### 4.1 Modell

#### Axialsymmetrisches Modell

Anhand der zylinderförmigen Proben bietet sich von vorne herein an, ein axialsymmetrisches Modell einzusetzen, denn die Nutzung der Probensymmetrie spiegelt sich natürlich auch in der Rechenzeit positiv wieder.

Für die thermische Rechnung werden DCAX4-Elemente mit linearer Ansatzfunktion gewählt. Die reduzierten linearen DCAX4R-Elemente bewähren sich nicht, denn mit diesen tritt der Effekt des Hourglassing auf. Die Abbildung 4.1 gibt einen Überblick über das Netz für die thermische Rechnung.

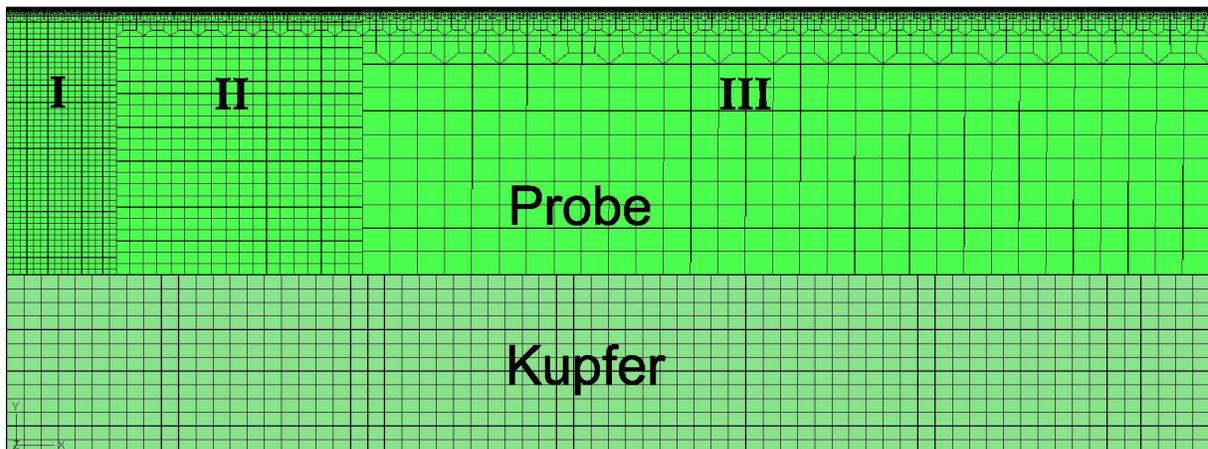


Abbildung 4.1: Netz für die thermische Rechnung

Die Abbildung 4.2 zeigt das Modell der mechanischen Rechnung, für die das Netz der thermischen Rechnung bis auf die Kupferauflage übernommen wird. Auf die Kupferauflage kann verzichtet werden, da nur Spannungen in der Probe selbst von Interesse sind und es zu keiner Übertragung von Kräften von der Kupferauflage auf die Probe kommt.

Für die mechanische Rechnung werden Elemente mit einer quadratischen Ansatzfunktion eingesetzt, da Elemente mit einer linearen Ansatzfunktion zu ungenauen Ergebnissen führen. Ein Vergleich zwischen normalen und reduzierten quadratischen Elementen zeigt keine wesentlichen Unterschiede und so werden die weniger rechenintensiven reduzierten quadratischen CAX8R-Elemente verwendet.

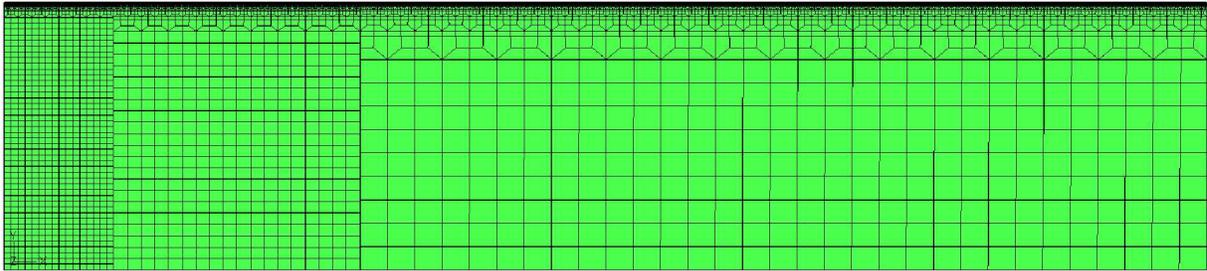


Abbildung 4.2: Netz für die mechanische Rechnung

Um die Elementanzahl zu senken wird das Netz, wie in Abbildung 4.1 ersichtlich, nicht nur nach unten hin, sondern auch nach außen vergrößert. Das Netz wird so gestaltet, dass es in der Mitte des vom Laser bestrahlten Bereiches am feinsten ist, wobei dort wiederum die kleinsten Elemente im Bereich der Schicht und unmittelbar darunter vorliegen. Die Elemente der Kupferhalterung werden der Elementgröße der Probenunterseite angepasst, wobei hier aufgrund der geringen Elementanzahl in der Kupferauflage auf eine Vergrößerung verzichtet wird.

Wie in Abbildung 4.1 zu sehen, ist die Probe in drei Bereiche unterteilt. Die drei Bereiche wurden einzeln vernetzt und mit einer Tie-Verbindung fix miteinander verbunden. Die Bereiche I und II decken mit einer Breite von 1.024 und 2.304 mm den wichtigsten Bereich der Probe ab. Zusammengenommen decken sie mit einer Breite von 3.328 mm den mit dem Laser bestrahlten Bereich mit einem Radius von 3 mm ab und beinhalten ebenfalls, wie weitere Berechnungen zeigen werden, den Bereich der höchstem Temperatur- bzw. Spannungsbelastung. Von innen nach außen vergrößert das Netz schrittweise von einem Bereich zum nächsten, wobei sich die Elementgröße jeweils sowohl in x- als auch in y-Richtung verdoppelt. In allen Bereichen vergrößert das Netz von oben nach unten in 6 Stufen, wie das die Abbildung 4.3 anhand der obersten 2 Vergrößerungsstufen zeigt.

Wie schon erwähnt, sind gerade die Vorgänge in der Hartstoffschicht und einige Mikrometer darunter im Substrat von besonderem Interesse, was in diesem Bereich sehr kleine Elemente erforderlich macht.

Im Fall der dünnsten Schicht wird von einer Schichtdicke von  $1 \mu\text{m}$  ausgegangen. Bei dieser Schichtdicke werden für die kleinsten Elemente Abmessungen von 250 nm in y-Richtung und  $1 \mu\text{m}$  in x-Richtung gewählt. Das ist in der Abbildung 4.4 zu sehen. Aufgrund der Probindimensionen sind Elemente mit  $1 \mu\text{m}$  in x-Richtung klein genug gewählt. Hier werden eigentlich größere Elemente angestrebt, um die Elementanzahl möglichst gering zu halten, jedoch beschränkt das Verhältnis der Elementseiten zueinander, welches nicht

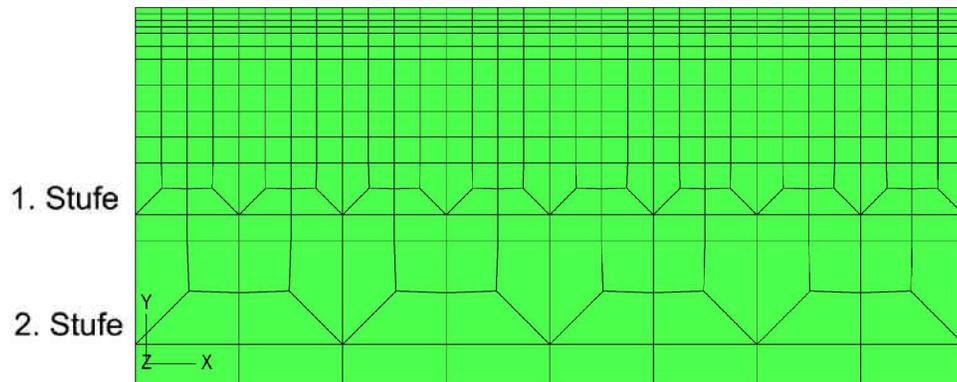


Abbildung 4.3: Obersten 2 von 6 Netzvergrößerungstufen in y-Richtung

über 1:5 hinausgehen sollte, die Elementgröße.

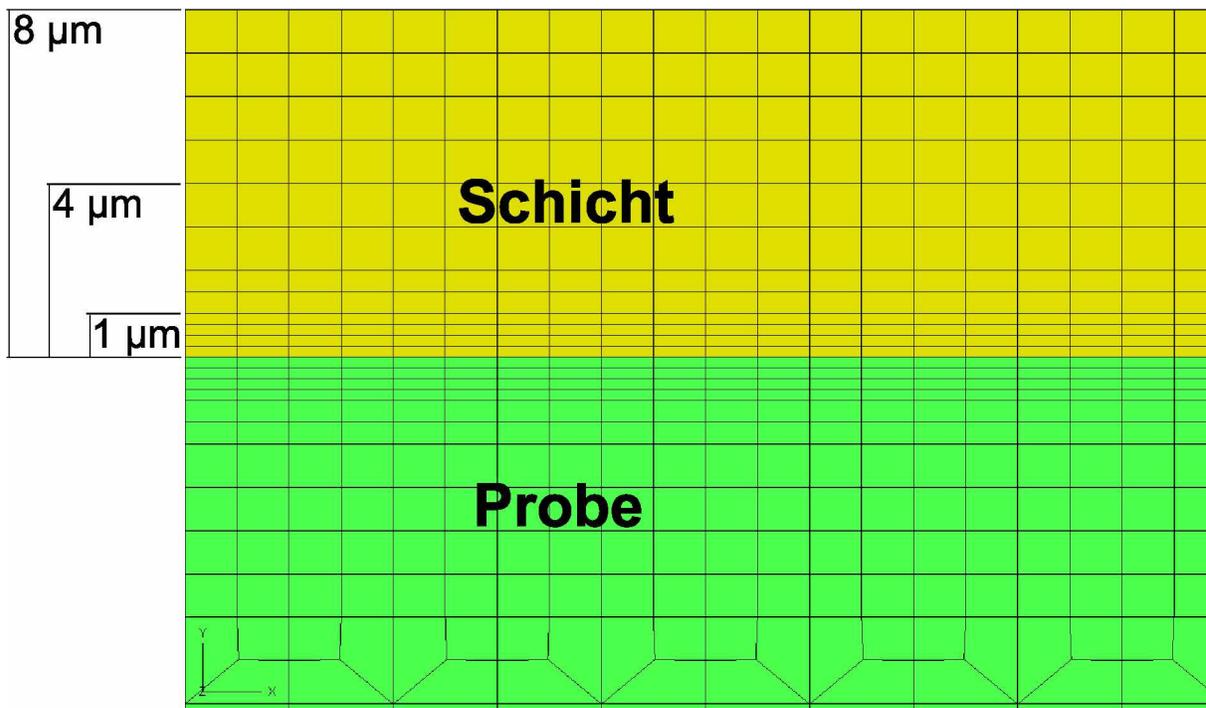


Abbildung 4.4: Netzaufbau im Bereich der Probenoberfläche für verschiedene Schichtdicken

Die Abbildung 4.4 zeigt den genauen Netzaufbau im Bereich der Probenoberfläche, sowohl für unbeschichtete und als auch für beschichtete Proben unterschiedlicher Schichtdicke. Das Netz für das Substrat ist in allen Fällen identisch. Die Elementgröße entspricht dabei im obersten Mikrometer des Substrates der Größe der Elemente im ersten Mikrometer der Schicht. Danach verdoppelt sich die Elementgröße in y-Richtung 2 mal bevor es entsprechend der beschriebenen Vergrößerungstufen vergrößert. Liegt eine beschichtete Probe vor, so kommt auf das Substrat noch eine Schicht mit der entsprechenden Dicke, wobei hier ein Netz für eine maximale Schichtdicke von  $8 \mu\text{m}$  entworfen wird. Ausgehend von dem Netz für die  $8 \mu\text{m}$  dicke Schicht, werden für die jeweiligen dünneren Schichten, von

oben beginnend, in  $\mu\text{m}$ -Schritten, entsprechend viele Elementreihen weggelassen. Die Abbildung 4.4 zeigt auch die Vergrößerung innerhalb der Schicht nach oben hin, wobei es bei jeder Vergrößerung zu einer Verdoppelung der Elementgröße in  $y$ -Richtung kommt. Neben dem Netz sind für die Durchführung von Berechnungen Materialdaten und entsprechende Randbedingungen notwendig. Dabei muss in diesem Fall wieder zwischen thermischer und mechanischer Berechnung unterschieden werden.

### Thermische Berechnung

Die Materialdaten sollten, wenn möglich, temperaturabhängig sein. Hier werden nur für den Stahl temperaturabhängige Daten verwendet. Die Materialkennwerte der Schichten entsprechen den aus der Literaturrecherche gewonnenen Daten aus Kapitel 2.1.2. Einen Überblick über die verwendeten Materialdaten für Stahl, Kupfer und Hartstoffschichten gibt die Tabelle 4.1.

Was die Hartstoffschichten betrifft, so wird für die Berechnungen allgemein Chromnitrid verwendet, außer es wird explizit auf einen anderen Schichttyp verwiesen.

		<b>W300</b>		<b>Kupfer</b>	<b>CrN</b>	<b>TiN</b>	<b>WC</b>
Dichte	[g/cm <sup>3</sup> ]	7.8	20 °C	8.92	4.7	5	14.5
		7.64	500 °C				
		7.6	600 °C				
Wärmeleitfähigkeit	[W/m·K]	26.0	100 °C	372	12	20	100
		27.8	200 °C				
		28.9	300 °C				
		29.4	400 °C				
		29.4	500 °C				
		29.0	600 °C				
		29.3	700 °C				
Wärmekapazität	[J/kg·K]	460	20 °C	389	750	750	300
		550	500 °C				
		590	600 °C				

Tabelle 4.1: Materialkennwerte für die thermische Berechnung

Die Abbildung 4.5 gibt einen Überblick über die Rand- und Kontaktbedingungen bzw. Lasten und zeigt wo diese auftreten.

Während des ganzen Versuchs wird die Probe von unten mit Hilfe von Öl temperiert. Beschrieben wird das durch eine Konvektionsrandbedingung zwischen dem Öl und der Kupferauflage. Im Gegensatz zu den experimentellen Versuchen im Kapitel 3.2, wo das Öl über Kühlschlangen durch den Probenhalter aus Kupfer geführt wird, wird hier aufgrund der hohen Wärmeleitfähigkeit des Kupfers von einer Vereinfachung ausgegangen. Es wird eine über die ganze Unterseite des Probenhalters gleichmäßige Temperierung angenommen, die dem grün markierten Bereich in Abbildung 4.5 entspricht. Dafür wird ein Wert von  $2200 \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$  [56] als Wärmeübergangskoeffizient verwendet.

Am Übergang von Probenhalter zur Probe werden zur Vereinfachung die Kontaktflächen von Kupfer zu Goldfolie und Goldfolie zu Probe zu einer Kontaktfläche zusammengezogen,

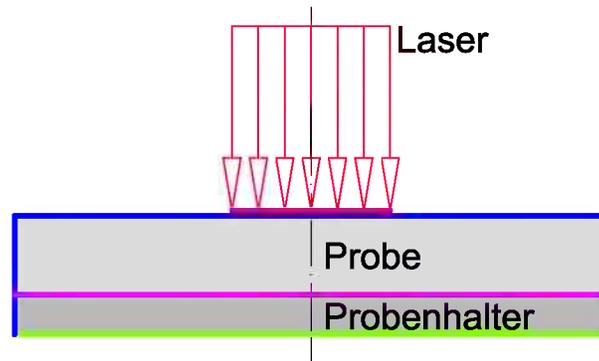


Abbildung 4.5: Für die thermische Berechnung verwendete Randbedingungen, Kontaktbedingungen bzw. Lasten: - grün: Wärmeübergang zwischen Öl und Probenhalter, - pink: Wärmeübergang zwischen Probenhalter und Probe, - rot: vom Laser bestrahlter Bereich, - blau: freie Oberfläche

da die Goldfolie hier der Verbesserung des thermischen Kontaktes dient und somit Teil der Kontaktbedingung ist. Es wird dabei mit einem Wärmeübergangskoeffizienten von  $8000 \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$  [56] gerechnet.

Im Zuge der zyklisch-thermischen Belastung der Probe wird die Probe während jedes Zyklus, 50 ms lang, mit einem Laser konstanter Intensität aufgeheizt, sodass die Temperatur der Probenoberfläche am Ende des Aufheizens  $500 \text{ }^\circ\text{C}$  beträgt. Je nach Schichtdicke und Schichttyp wird die Intensität des Lasers entsprechend angepasst. Die Intensität des Lasers ist dabei über die gesamte Fläche, in Abbildung 4.5 rot markiert, konstant.

Der Ablauf der Berechnung entspricht dem Versuchsablauf aus Kapitel 3.2. Die Probe wird im ersten Schritt im Vakuum langsam von Raumtemperatur auf  $50 \text{ }^\circ\text{C}$  gebracht. Dies geschieht innerhalb von 500 s in denen die Probe mit Hilfe der Ölheizung langsam aufgeheizt wird. Darauf folgt die zyklisch-thermische Belastung mit dem Laser, wobei jeder Zyklus eine Dauer von 1 s hat. Mit dem Laser wird dabei 50 ms lang geheizt und die restlichen 950 ms kühlt die Probe wieder ab. Im letzten Schritt wird die Probe innerhalb von 500 s wieder auf Raumtemperatur gekühlt. Dabei wird das Vakuum aufgehoben.

Die Kühlung geschieht einerseits über die Ölkühlung, andererseits auch über die freie Probenoberfläche und die freie Oberfläche der Kupferhalterung. Diese Oberfläche ist in Abbildung 4.5 blau markiert. Als Wärmeübergangskoeffizient wird dabei ein Wert von  $35 \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$  [56] für die Probe zur Atmosphäre verwendet.

### Mechanische Berechnung

Für die mechanische Berechnung werden neben den entsprechenden Materialdaten und den Randbedingungen auch die Ergebnisse aus der thermischen Berechnung benötigt. Die Kupferauflage braucht dabei nicht mehr berücksichtigt zu werden, da es zu keinem Übertrag an Kräften von der Kupferauflage auf die Probe selbst kommt.

Für Elastizitätsmodul und Poissonzahl der Hartstoffschichten werden die Daten der Literaturrecherche verwendet. Die Daten für die Hartstoffschichten sind nicht temperaturabhängig. Die Tabelle 4.2 gibt einen Überblick über die verwendeten Daten.

Die Tabelle 4.3 enthält einen Ausschnitt der verwendeten Daten für den Stahl, die für das angewandte elastisch-plastische Materialmodell notwendig sind.

		W300		CrN	TiN	WC
Wärmeausdehnungskoeffizient	[10 <sup>-6</sup> /K]	11.1	95 °C	7	6	6
		11.67	185 °C			
		12.25	291 °C			
		12.72	397 °C			
		13.14	502 °C			
		13.36	613 °C			
E-Modul	[GPa]	200	20 °C	349	550	670
		199	100 °C			
		190	300 °C			
		188	400 °C			
		183	500 °C			
Poissonzahl	[ ]	0.3		0.207	0.27	0.27

Tabelle 4.2: Materialdaten für die mechanische Berechnung

Fließspannung [MPa]	Temperatur [°C]	kinematisch		isotrop	
		$C$	$\gamma$	$Q_\infty$	$b$
746	25	460000	800	-246	14.8
...	...	...	...	...	...
547	500	353000	800	200	1.0

Tabelle 4.3: Materialkennwerte für Stahl für das elastisch-plastische Materialmodell

Randbedingung ist neben der Axialsymmetrie nur eine vorhanden, welche den Knoten im Mittelpunkt der Grundfläche der Probe in x- und y-Richtung fixiert, um Bewegungen der Probe im Raum zu verhindern.

Der Ablauf der mechanischen Berechnung entspricht prinzipiell dem der Temperturfeldberechnung, außer dass zuvor noch die Eigenspannungen eingebracht werden. Dies geschieht über die Einbringung entsprechender Temperaturgradienten in den jeweiligen Probenbereichen. Das gilt sowohl für die Eigenspannungen in der Schicht, als auch für die Eigenspannungen im Bereich der Substratoberfläche.

## 4.2 Berechnungsergebnisse

### 4.2.1 Thermisch induzierte mechanische Spannungen

Thermisch induzierte mechanische Spannungen kommen, wie im Kapitel 2.2 beschrieben, auf drei verschiedene Arten zustande: Bei mechanischer Einspannung des Bauteiles, bei Vorliegen eines Temperaturgradienten und bei unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten. Um den prinzipiellen Spannungszustand in den vorliegenden Proben zu verstehen, werden vorerst noch keine Eigenspannungen eingebracht und es wird im Folgenden versucht die Einflüsse der drei Arten der Entstehung von mechanisch induzierten Spannungen getrennt zu betrachten.

Ausgegangen wird grundsätzlich von einer auf 50 °C erwärmten und durchwärmten Probe. Die Probe wird in weiterer Folge mit einem Laser im Mittelpunkt auf 500 °C aufgeheizt, wodurch sich am Ende des Heizzyklus für die unbeschichtete Probe das Temperaturfeld der Abbildung 4.6 und für die beschichtete das der Abbildung 4.7 ergibt.

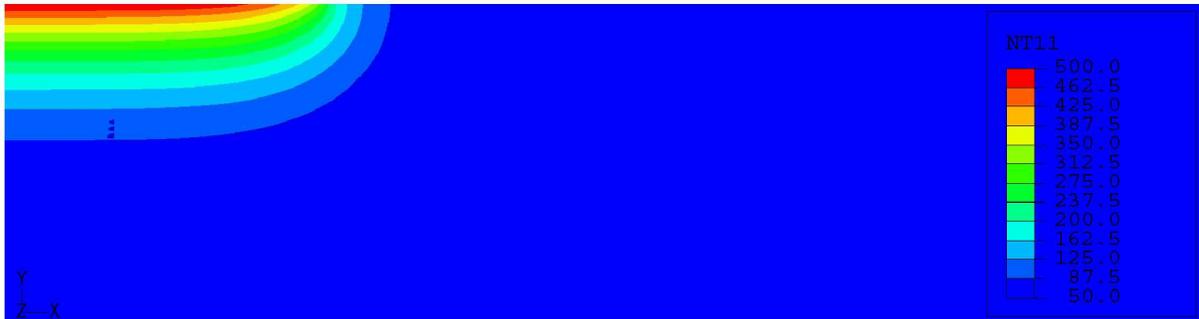


Abbildung 4.6: Temperaturfeld einer regional laserbestrahlten unbeschichteten Probe am Ende des Heizzyklus



Abbildung 4.7: Temperaturfeld einer regional laserbestrahlten beschichteten Probe am Ende des Heizzyklus

Für dieses Temperaturfeld ergeben sich Spannungen, wie das die Abbildung 4.8 zeigt.

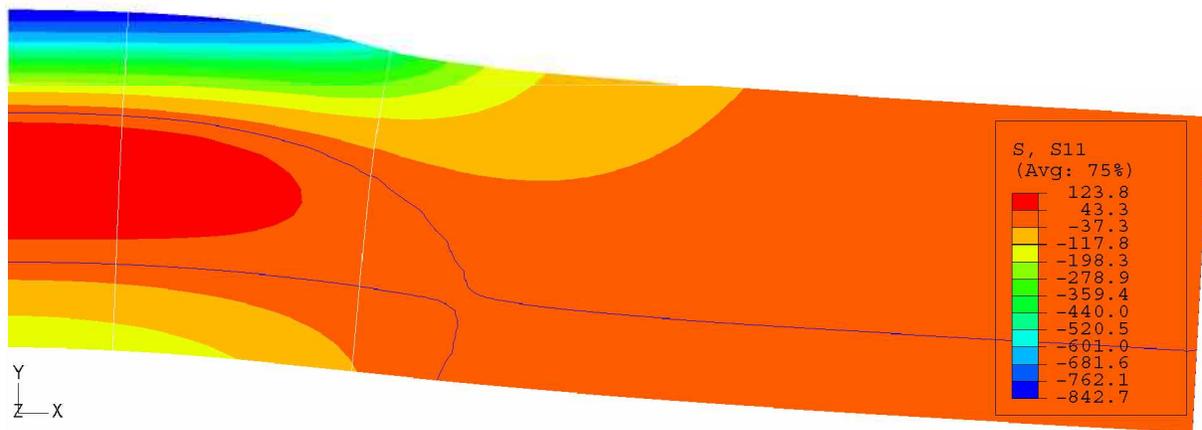


Abbildung 4.8: Spannungsfeld einer unbeschichteten Probe am Ende des Heizzyklus

Im Fall einer beschichteten Probe liegt ein Spannungsfeld wie in Abbildung 4.9 vor.

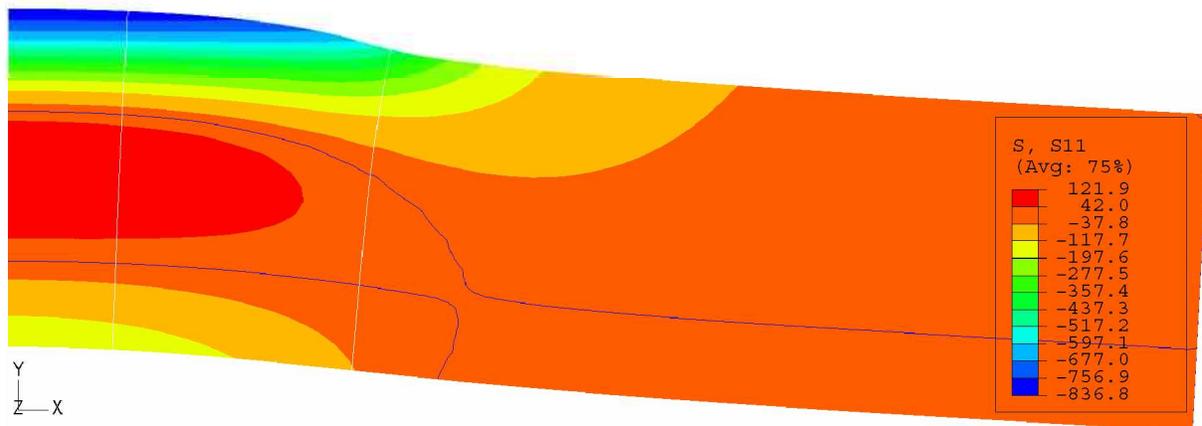


Abbildung 4.9: Spannungsfeld einer beschichteten Probe am Ende des Heizzyklus

Die sich ergebenden Spannungsfelder aufgrund der Bestrahlung mit dem Laser für eine beschichtete wie eine unbeschichtete Probe sind sehr komplex und schwierig zu verstehen, wie das die Abbildungen 4.8 und 4.9 zeigen. Von besonderem Interesse sind hier vor allem die Spannungen an der Oberfläche der unbeschichteten Probe, bzw. bei der beschichteten Probe am Interface sowohl in der Schicht als auch im Substrat. Die entsprechenden Spannungsverläufe sind in Abbildung 4.10 dargestellt.

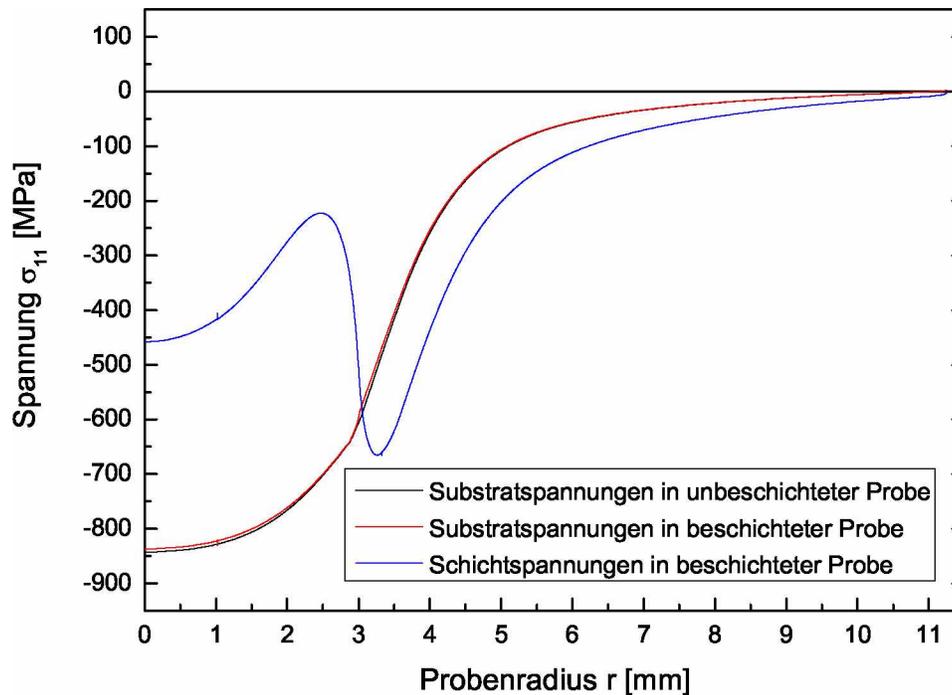


Abbildung 4.10: Spannungsverlauf am Ende der Heizphase

Geringe Unstetigkeiten im Spannungsverlauf, wie sie hier z.B. bei den Schichtspannungen zu erkennen sind, ergeben sich aufgrund der verwendeten Tie-Verbindungen und treten teilweise auf.

Hier zeigt sich, dass die Schicht nur einen geringen Einfluss auf die Spannungen an der Substratoberfläche hat, da sich die Spannungsverläufe an der Substratoberfläche für die beschichtete und die unbeschichtete Probe trotz des stark abweichenden Verlaufes der zugehörigen Schichtspannungen kaum unterscheiden.

In der Schicht liegen im Mittelpunkt der Probe 458 MPa an Druckspannungen vor. Nach außen hin fallen die Druckspannungen erst stark ab, um von 222 MPa wieder auf 666 MPa zu steigen. Nach dieser Spannungsspitze fallen die Druckspannungen dann zum Probenrand hin.

Dieser Spannungsverlauf ist am besten anhand der Abbildung 4.9 unter Berücksichtigung der Verformung der Probe zu verstehen. Es ist hierbei eine eindeutige Korrelation zwischen der Krümmung der Probenoberfläche und des Spannungsverlaufes in der Schicht zu erkennen. Aufgrund der Ausbauchung der Probe in der Mitte kommt es hier zu einer zusätzlichen Dehnung der Schicht und somit zu einem verstärkten Abnehmen der Druckspannungen. Die Druckspannungsspitze liegt an Rand der Ausbauchung, am Rand des laserbestrahlten Bereiches. Hier liegt eine negative Krümmung der Oberfläche vor, was eine Stauchung der Schicht bewirkt und zusätzlich wird die Schicht durch die angrenzenden kühleren Bereiche behindert sich nach außen hin auszudehnen.

### Analyse der Einflussfaktoren

Der Spannungsverlauf im Substrat lässt sich gut verstehen, indem man die einzelnen Komponenten, die zur Entstehung an thermischen Spannungen beitragen, getrennt betrachtet. Durch das einfache gleichmäßige Aufheizen einer beschichteten Probe auf 500 °C, wie in Abbildung 4.11, ergeben sich, wieder unter der Annahme eines spannungsfreien Ausgangszustandes, die Missfitspannungen aufgrund der unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten.



Abbildung 4.11: Temperaturfeld einer gleichmässig aufgeheizten Probe

Das sich ergebende Spannungsfeld ist in Abbildung 4.12 dargestellt, ist aber aufgrund der zu geringen Auflösung nicht wirklich aussagekräftig.

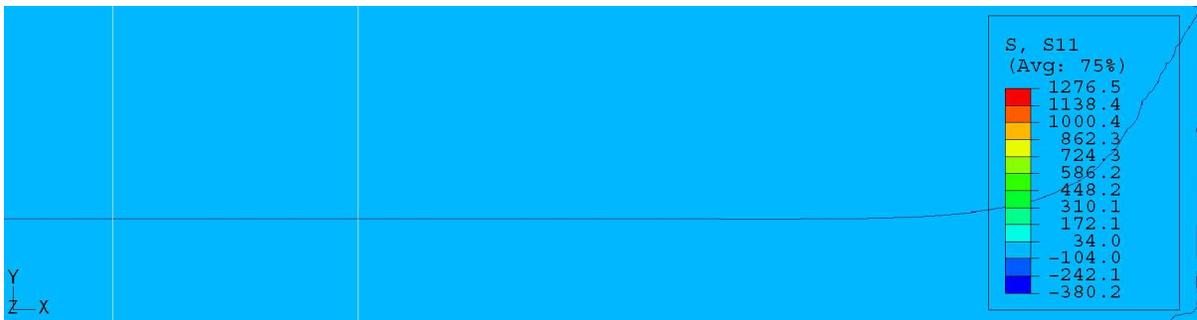


Abbildung 4.12: Spannungsfeld einer gleichmässig aufgeheizten Probe

Dazu werden Ausschnitte der Probenoberfläche betrachtet. Die Abbildungen 4.13(a) und 4.13(b) zeigen die an der Oberfläche vorliegenden Spannungen genauer.

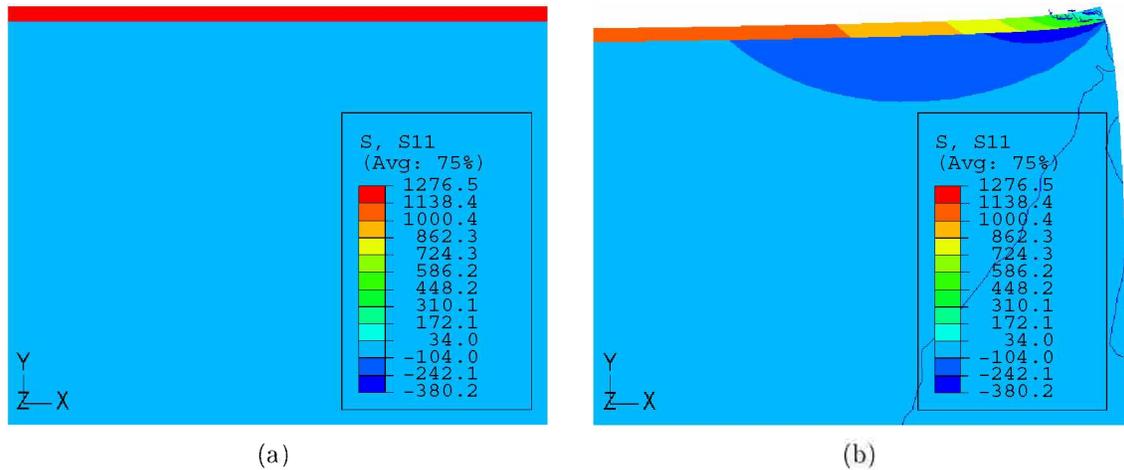


Abbildung 4.13: Spannungszustand an der Oberfläche einer gleichmäßig durchwärmten Probe, mit 50-fach verstärkten Verzerrungen: (a) in der Probenmitte, (b) am Probenrand

Hier sind die hohen Zugspannungen in der Schicht eindeutig zu erkennen. Direkt unter der Schicht liegen dann leichte Druckspannungen von fünf bis zehn MPa vor, die mit zunehmender Tiefe abnehmen und, wie aus Abbildung 4.12 ersichtlich, wo der Nulldurchgang eingezeichnet ist, letztlich wieder in leichte Zugspannungen übergehen. Eine Probenkrümmung liegt kaum vor, nur am Rand kommt es zu einer leichten Verformung der Probe, wie das Abbildung 4.13(b) zeigt. Dabei kommt es durch die Stauchung des Substrates am Rand zu einem Anstieg der Druckspannungen.

Zum Verständnis der Spannungen aufgrund des Temperaturgradienten, wird eine unbeschichtete Probe über die gesamte Oberfläche mit einem Wärmestrom wie bei einer Laserbestrahlung, wie in Abbildung 4.14, aufgeheizt. Am Ende des Heizvorganges beträgt dabei die Oberflächentemperatur 500 °C.

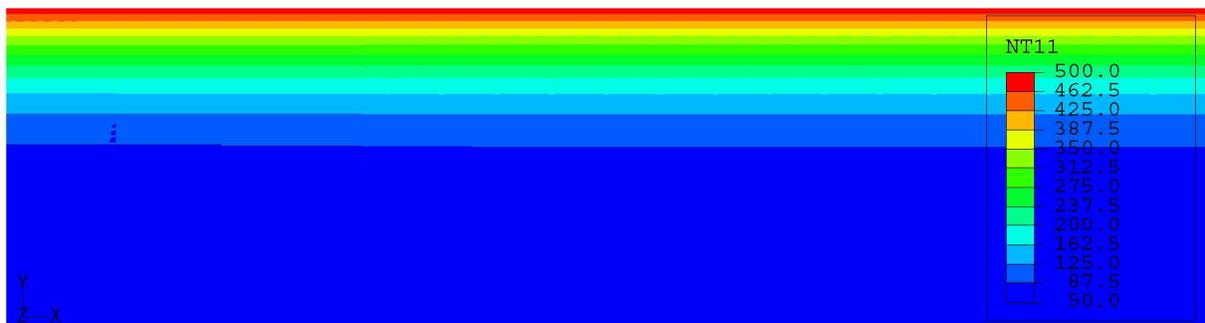


Abbildung 4.14: Temperaturfeld einer unbeschichteten Probe, die mit einem Laser auf der gesamten Oberfläche bestrahlt wurde

Die Abbildung 4.15 zeigt die Spannungen, die sich aufgrund des Temperaturgradienten ergeben, wobei hier die Verzerrungen wieder 50-fach verstärkt dargestellt sind. Anhand

dieser Abbildung ist auch der Grund der Spannungsenstehung bei einem Temperaturgradienten zu sehen. Durch die stärkere Dehnung oben kommt es einerseits zur Durchbiegung der Probe und andererseits zu den Druckspannungen an der erwärmten wie auch an der gegenüberliegenden Oberfläche. Nahe der Mantelfläche kommt es zum Abfall der Druckspannungen, was daran liegt, dass das Material sich dort frei ausdehnen kann.

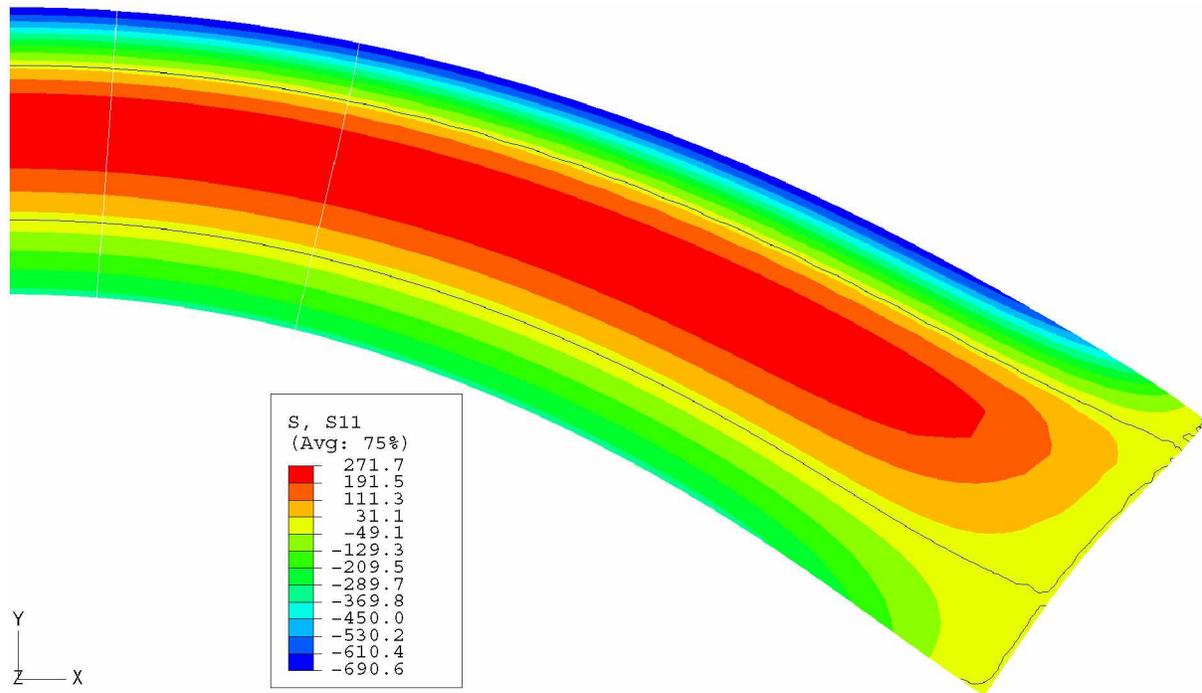


Abbildung 4.15: Spannungszustand einer Probe, die an der gesamten Oberfläche mit einem Laser erhitzt wurde, mit 50-fach verstärkten Verzerrungen

Wie schon aus dem Temperaturfeld der Abbildung 4.7 ersichtlich, wird die Probe in der Mitte viel stärker erwärmt als am Rand, was zur Folge hat, dass es in der Mitte zu einer stärkeren Wärmedehnung kommt. Das führt zu einer teilweisen Dehnungsbehinderung der Probenmitte durch den kühleren Rand.

Um den Einfluss dieser elastischen Einspannungen abschätzen zu können, wird der Temperaturverlauf an der Probenoberfläche aus Abbildung 4.7 in x-Richtung für den ganzen Probenquerschnitt übernommen, wie das Abbildung 4.16 zeigt.



Abbildung 4.16: Temperaturfeld einer unbeschichteten Probe: Temperaturverlauf in x-Richtung entspricht dem Temperaturverlauf in x-Richtung an der Oberfläche der Probe aus Abbildung 4.7

Da es aufgrund dieses Temperaturfeldes auch zu einer starken Wärmedehnung in y-Richtung kommen würde, was in weiterer Folge auch den Spannungszustand beeinflussen würde, wird in diesem Fall von einem anisotropen Material mit einer Wärmedehnung von Null in y-Richtung ausgegangen. Weiters wird die Querkontraktion gleich Null gesetzt, um so nur den Einfluss der elastischen Einspannung in x-Richtung zu erhalten.

Die Abbildung 4.17 zeigt die sich dadurch ergebenden Spannungen. Dies soll eine Vorstellung von den Spannungen geben, welche durch die Einspannung in x-Richtung entstehen, wobei es hier natürlich aufgrund der Vorgaben zu keiner Aufwölbung oder Verformung in y-Richtung kommt, was den Spannungszustand insgesamt bedeutend beeinflusst.

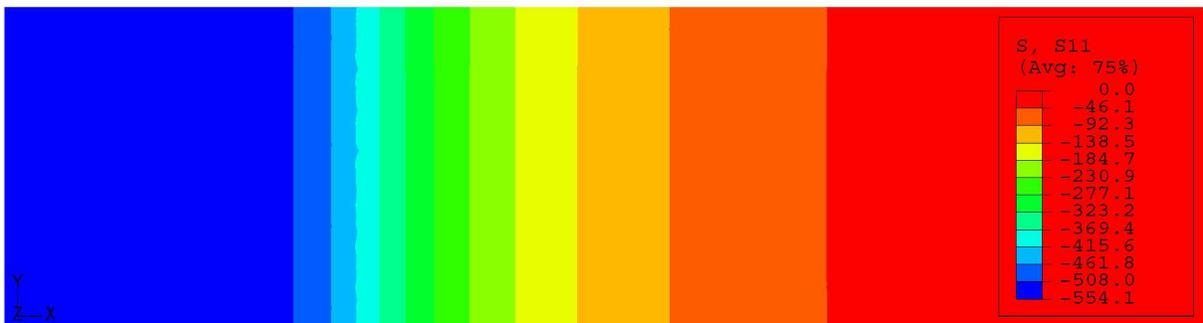


Abbildung 4.17: Spannungen durch elastisches Einspannen der Probe in x-Richtung

Nun werden für die einzelnen Simulationen die unterschiedlichen Spannungsverläufe an der Substratoberfläche in x-Richtung, vom Mittelpunkt nach außen, betrachtet. Die Abbildung 4.18 gibt einen Überblick über die Ergebnisse.

Anhand der Abbildung 4.18 ist zu erkennen, dass sich die Spannungsverläufe für die Simulationen 1 und 2, unter Berücksichtigung mehrerer Tatsachen, aus den anderen ergeben. So zeigt sich alleine anhand der Verläufe für die Simulationen 1 und 2 schon, dass die Missfitspannung nicht wirklich ausschlaggebend ist. Das bestätigt sich durch den Spannungsverlauf der Simulation 3, der sich aufgrund der unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten einstellt. Die sich ergebenden Druckspannungen betragen rund -7 MPa.

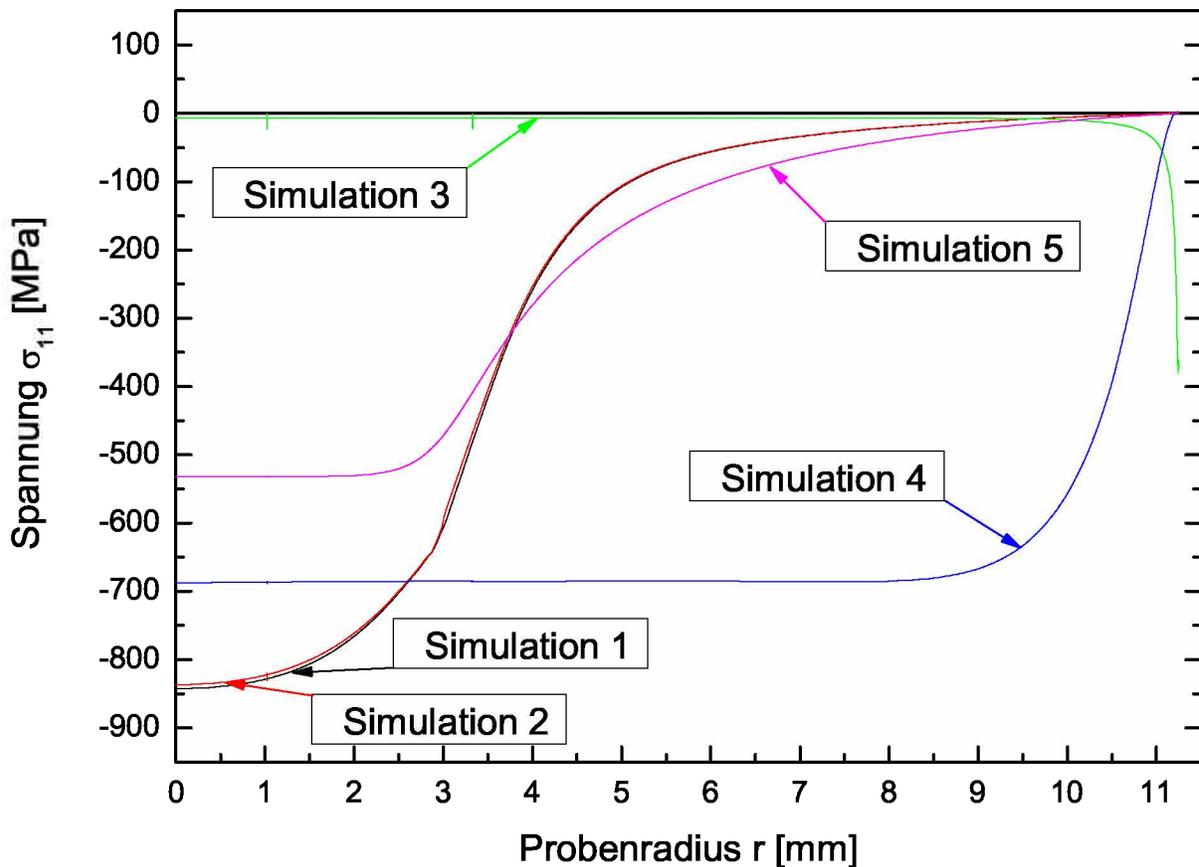


Abbildung 4.18: Spannungsverläufe für unterschiedliche Zustände. Simulation 1: eine unbeschichtete Probe, die regional mit einem Laser erhitzt wurde. Simulation 2: eine beschichtete Probe, die regional mit einem Laser erhitzt wurde. Simulation 3: eine beschichtete Probe, die gleichmäßig auf 500 °C aufgeheizt wurde. Simulation 4: eine unbeschichtete Probe, die über die gesamte Oberfläche mit dem Laser erhitzt wurde. Simulation 5: eine unbeschichtete Probe, deren Temperaturfeld in x-Richtung entsprechend Abbildung 4.16 eingestellt wurde, ohne Wärmedehnung in y-Richtung und ohne Querkontraktion.

Vergleicht man das nun mit den Simulationen 1 und 2, so fällt auf, dass die Druckspannungen bei der beschichteten Probe niedriger sind als bei der unbeschichteten. Eigentlich wäre aufgrund der Ergebnisse bei Simulation 3 zu erwarten, dass die Kurve der beschichteten Probe um den Anteil der Missfitsspannungen unter der der unbeschichteten Probe liegt. Betrachtet man jedoch die Temperaturzustände, so klärt das dieses Problem. So haben beide Proben an der Oberfläche 500 °C, bei der beschichteten Probe wird jedoch der Spannungszustand unter der Schicht betrachtet, wo die Temperatur um bis zu 6.5 °C tiefer liegt, was die Verschiebung der Kurve bewirkt. Berechnungen bestätigen diese These auch. Der starke Anstieg der Druckspannungen am Rand der Probe ergibt sich, wie bereits erwähnt, durch die Stauchung des Materials am Probenrand. Die Simulation 4 gibt den Spannungsverlauf an der Substratoberfläche für die Probe, die über die gesamte Oberfläche mit einem Laser konstanter Leistung aufgeheizt wurde wieder. Die vorliegenden Druckspannungen ergeben sich anhand des vorliegenden Temperaturgradienten. Der

Druckspannungsabfall am Rand ergibt sich hier aus der ebenfalls schon erwähnten Probenverformung. Der Verlauf für Simulation 5 ergibt sich aufgrund der Einspannung in x-Richtung.

Geht man nun von dem Fall aus, bei dem nur ein Teil der Oberfläche mit dem Laser erhitzt wird, so ergibt sich das Spannungsfeld aus den einzelnen Faktoren. Im Fall der unbeschichteten Probe aufgrund der teilweisen Einspannung und des Temperaturgradienten. Bei beschichteten Proben kommt noch der geringe Einfluss der Missfitspannungen hinzu.

Betrachtet man nochmals Abbildung 4.18, so lassen sich anhand der einzelnen Simulationen, mithilfe derer die drei Phänomene, die zu thermisch induzierten Spannungen führen, herausgearbeitet werden, das Spannungsfelder der Simulationen 1 und 2 verstehen.

Verständlich ist auch, dass sich die Kurven für die Simulationen 1 und 2 nicht als Summe der Simulationen 3 bis 5 ergeben, da dazu u.a. die Wechselwirkungen zwischen den einzelnen Phänomenen ebenso zu berücksichtigen wäre, wie der vorhandene mehrdimensionale Temperaturgradient. Weiters werden bei der Simulation 5 wesentliche Vereinfachungen getroffen. Zudem ist immer die bei der beschichteten Probe an der Substratoberfläche vorliegende niedrigere Temperatur zu beachten.

Prinzipiell zeigt sich jedoch, dass die Tendenz der Spannungskurve aufgrund der Einspannung stimmt. In der Probenmitte kommen zu diesem Term dann noch verstärkt die Spannungen aufgrund des Temperaturgradienten hinzu. Die Aufbiegung und Ausbauchung der Probe wirkt dem ein wenig entgegen.

### 4.2.2 Temperaturfeldberechnung

Erste Temperaturfeldberechnungen werden an einer unbeschichteten Probe und einer Probe mit einer  $4\ \mu\text{m}$  dicken Schicht durchgeführt. Diese Berechnungen zeigen eindeutig, dass sich das Temperaturfeld während der ersten 3 - 4 Zyklen noch verändert, bevor es ab dem 4. - 5. Zyklus zu einer Stabilisierung kommt. Die Abbildung 4.19 zeigt das anhand des Temperaturverlaufes im Mittelpunkt der Probenoberfläche einer unbeschichteten Probe.

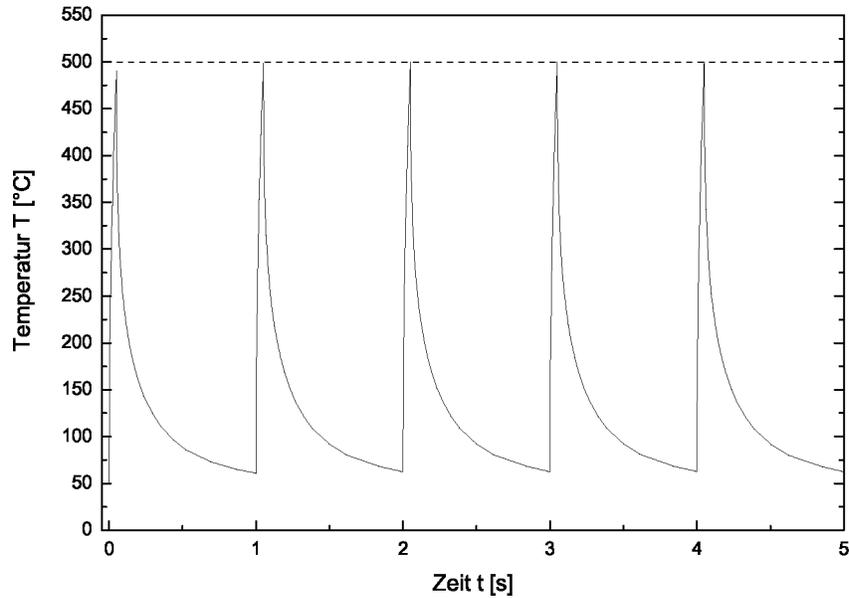


Abbildung 4.19: Temperaturverlauf für eine unbeschichtete Probe im Mittelpunkt der Probenoberfläche während der ersten 5 Zyklen

Dieser Effekt ist eindeutiger, wenn man nur die Temperaturen am Ende der Aufheiz- bzw. Abkühlphase im Mittelpunkt der Probenoberfläche für die ersten 5 Zyklen betrachtet, wie das in den Abbildungen 4.20(a) und 4.20(b) der Fall ist. Die Abbildung 4.20(a) zeigt, wie die Probe im ersten Zyklus von 50 °C Ausgangstemperatur ausgehend aufgeheizt wird und in diesem Punkt nur mehr auf rund 61 °C abkühlt, um ab dem 3. Zyklus nach dem Abkühlen bei 62,5 °C zu liegen. Ähnlich verhält es sich beim Aufheizen. Hat die Probe nach dem ersten Zyklus erst rund 490 °C, so pendelt sie sich ab dem 3. Zyklus bei 500 °C ein.

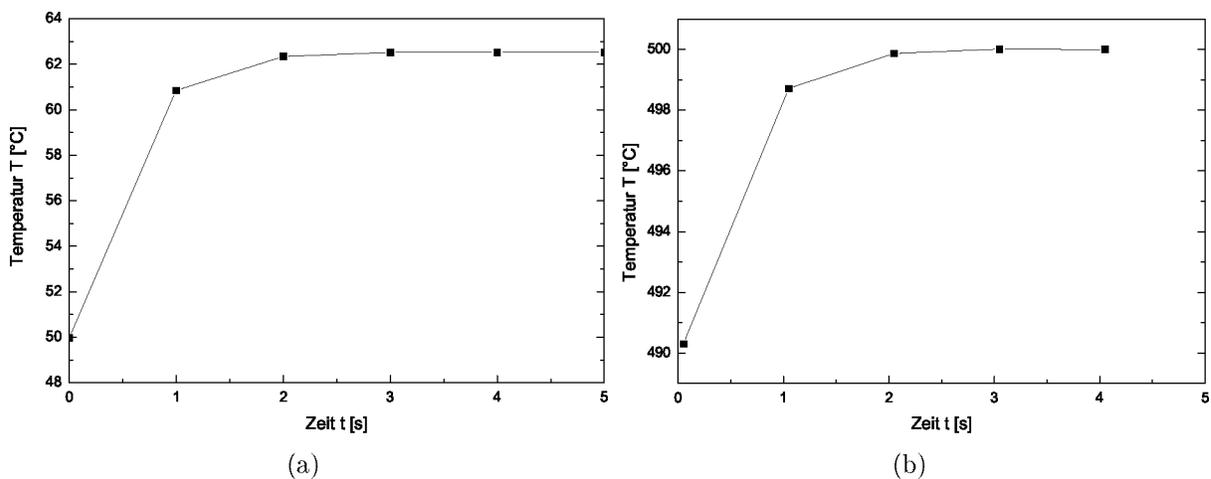


Abbildung 4.20: Temperaturen in der Mitte der Probenoberfläche einer unbeschichteten Probe: (a) vor Beginn des Aufheizens, (b) am Ende des Aufheizens

Der Grund für diesen Effekt ist, dass die Abkühlphase zu kurz ist, um die gesamte Probe wieder auf  $50^{\circ}\text{C}$  herunterzukühlen. Dies tritt sowohl bei unbeschichteten, wie auch bei beschichteten Proben auf.

In weiterer Folge werden im Zuge der Temperaturfeldberechnung immer 5 Zyklen berechnet, um ein stabiles Temperaturfeld zur Verfügung zu haben. So hat sich nach 5 Zyklen die Maximaltemperatur von  $500^{\circ}\text{C}$  eingestellt und die Temperatur in der Mitte der Probenoberfläche am Ende der Abkühlphase bleibt konstant. Allerdings auf einem leicht erhöhten Niveau von rund  $60^{\circ}\text{C}$ , abhängig davon ob die Probe beschichtet ist oder nicht und von der Schichtdicke. Für die mechanische Berechnung wird immer das gleiche Temperaturfeld, nämlich das des 5. Zyklus, verwendet, um den Einfluss von Temperaturänderungen auszuschließen.

Die Abbildungen 4.21 und 4.22 geben das grundsätzliche Temperaturfeld am Ende der Heiz- und Abkühlphase für eine beschichtete Probe wieder. Das einer unbeschichteten Probe sieht fast gleich aus. Zur besseren Darstellung werden diese Temperaturfelder und in weiterer Folge auch einige Spannungsfelder dreidimensional dargestellt, wobei die Hälfte der Probe dargestellt ist. Hier ist eindeutig der erwärmte Probenmittelpunkt zu erkennen.

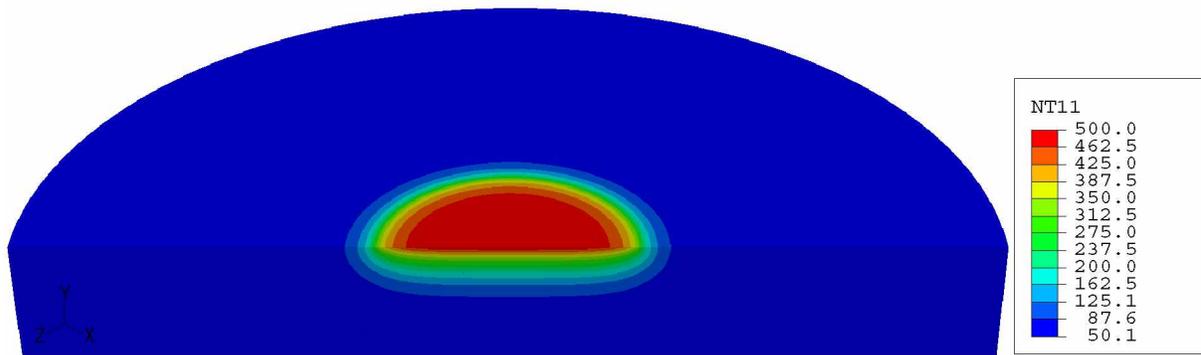


Abbildung 4.21: Temperaturfeld einer beschichteten Probe für den 5. Zyklus bei Heizende

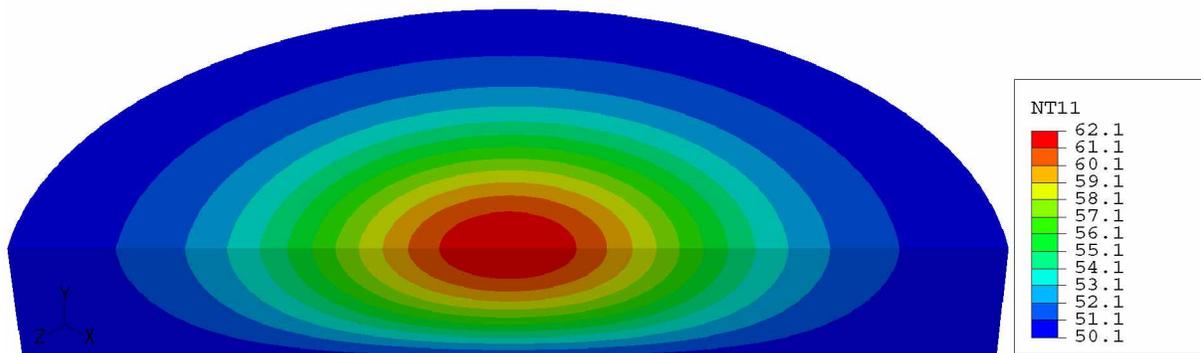


Abbildung 4.22: Temperaturfeld einer beschichteten Probe für den 5. Zyklus bei Kühlende

Das zeigt sich auch beim Vergleich der Temperaturen einer beschichteten mit einer unbeschichteten Probe, wie in Abbildung 4.23 dargestellt. Hier wird der Temperaturverlauf in

der Mitte der Probe von der Oberseite zur Unterseite genauer betrachtet. Es zeigt sich, dass sich ein grundsätzlich ähnlicher Temperaturverlauf einstellt. Das ist sowohl am Ende der Heizphase, als auch am Ende der Kühlphase der Fall.

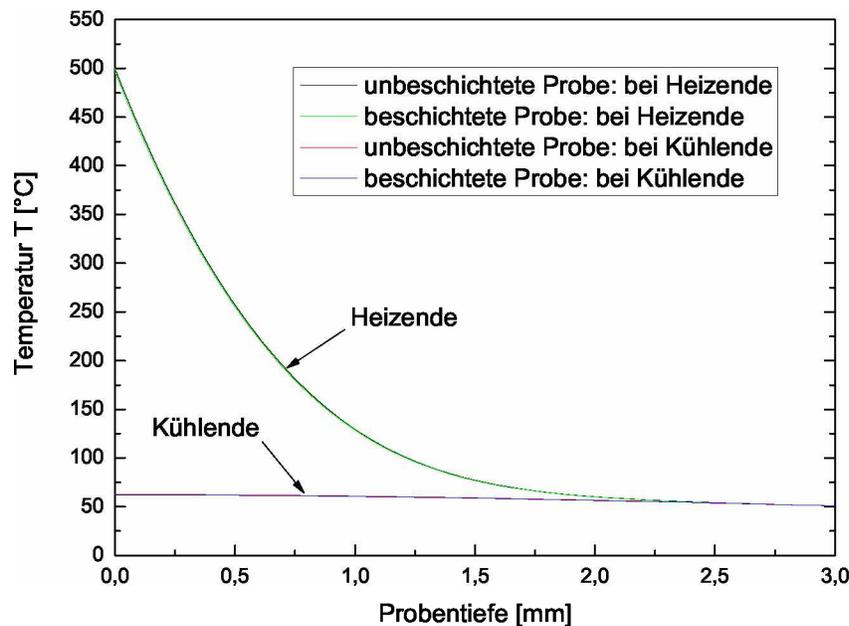


Abbildung 4.23: Ausschnitt des Temperaturverlaufes in der Probenmitte einer beschichteten Probe von der Probenoberfläche zur Unterseite nach dem Aufheizen bzw. nach dem Abkühlen

Bei höherer Auflösung zeigt sich jedoch für beide Fälle ein geringfügig unterschiedlicher Temperaturverlauf wie das die Abbildung 4.24 zeigt. Generell sind die Temperaturen bei der unbeschichteten Probe an der Oberfläche höher als bei der beschichteten. Zur Probenunterseite hin gleichen sich die Temperaturverläufe auf die Hintergrundtemperatur von 50 °C an. Nach Heizende sind vor allem die obersten Mikrometer interessant. Wie man in der Abbildung 4.24(a) sehen kann, sind die Temperaturen an der Oberfläche noch ident. Die Temperatur sinkt jedoch in der beschichteten Probe stärker ab, als in der unbeschichteten, was an der unterschiedlichen Wärmeleitfähigkeit liegt. Die Schicht wirkt somit als Isolator. Dies hat in weiterer Folge natürlich auch Auswirkungen auf den Spannungszustand.

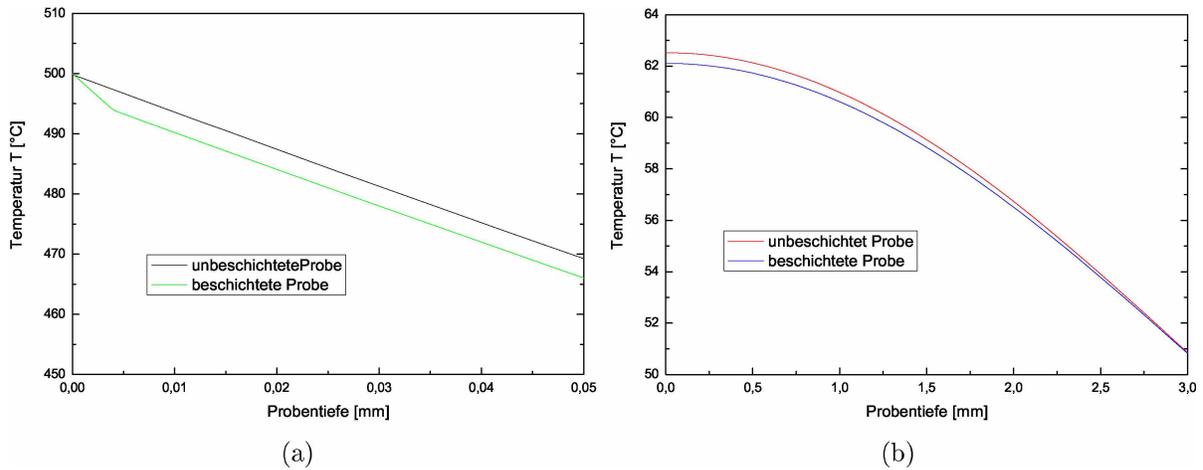


Abbildung 4.24: Temperaturverlauf in der Probenmitte einer beschichteten Probe von der Probenoberfläche zur Unterseite: (a) bei Heizende, (b) bei Kühlende

### 4.2.3 Mechanische Berechnung

Im ersten Schritt der mechanischen Berechnungen werden Eigenspannungen in die Proben eingebracht. Im Substrat ergeben sich die Eigenspannungen aufgrund der Oberflächenbearbeitung und reichen rund  $50\ \mu\text{m}$  tief. Für die unbeschichtete Probe wurden die Substrateigenspannungen an der Oberfläche mit Druckspannungen von 217 MPa angenommen. Durch Aufbringen einer  $4\ \mu\text{m}$  dicken Chromnitridschicht in der Druckspannungen von 3 GPa vorliegen, ergeben sich für die beschichtete Probe an der Substratoberfläche Druckeigenspannungen von 200 MPa. Das entspricht einer Mittelung der Messungen für solche Proben (Kapitel 3.3 Tabelle 3.1). Die Abbildungen 4.25 und 4.26 zeigen die Spannungsverteilungen dazu.

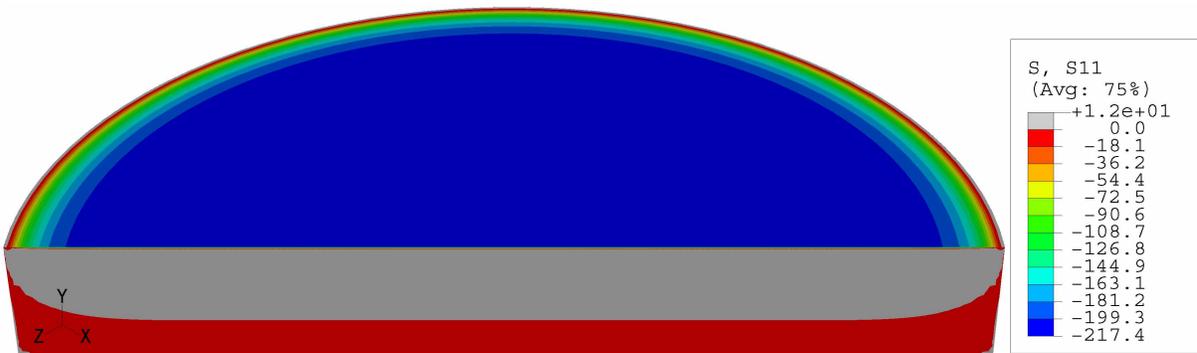


Abbildung 4.25: Spannungszustand nach Einbringen der Eigenspannungen für eine unbeschichtete Probe

Im Fall der unbeschichteten Probe zeigen sich die an der Oberfläche eingebrachten 217 MPa an Druckspannungen, welche zum Rand hin abfallen. Bei der beschichteten Probe sind die hohen Druckspannungen in der Schicht eindeutig zu erkennen, jedoch die darunter im Substrat eingebrachten 200 MPa lassen sich in dieser Ansicht nicht auflösen.

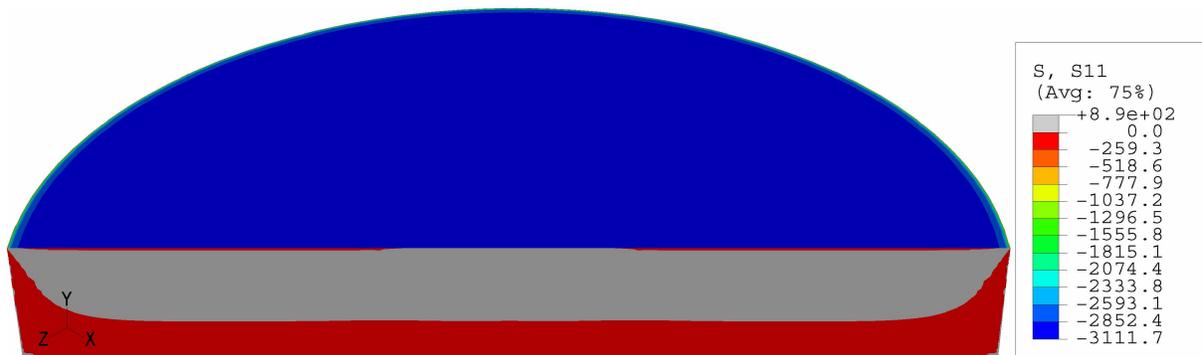


Abbildung 4.26: Spannungszustand nach Einbringen der Eigenspannungen für eine beschichtete Probe

Anhand der Abbildung 4.27 ist eindeutig zu erkennen, dass es nahezu im Bereich der gesamten Oberfläche, im Zuge des Einbringens der Eigenspannungen, einige Mikrometer tief zu einem Plastifizieren der Probe gekommen ist. Nur am Probenrand wird der Bereich, in dem es zu einer plastischen Verformung gekommen ist, zunehmend kleiner.

Dieses Plastifizieren der Proben aufgrund der Einbringung der Eigenspannungen ist hier durchaus erwünscht, da die Eigenspannungen im realen Fall auch durch die plastische Verformung an der Oberfläche bei der Bearbeitung, z.B. durch das Polieren der Oberfläche entstehen.



Abbildung 4.27: Akkumulierte plastische Dehnung einer unbeschichteten Probe nach Einbringen der Eigenspannungen

Betrachtet man weiters nur die unbeschichtete Probe und hier speziell den Spannungszustand nach der thermischen Belastung, so zeigen sich Änderungen im Spannungszustand. Die Abbildung 4.28 zeigt dies eindeutig. So sind, nachdem die Probe zyklisch-thermisch belastet und wieder auf Raumtemperatur gebracht wurde, in der Mitte der Probenoberfläche keine 217 MPa an Druckspannungen mehr vorhanden, stattdessen liegen hier nun 122 MPa an Zugspannungen vor.

Der Grund dafür sind die im Zuge der Erwärmung der Probe eingebrachten hohen Druckspannungen, welche eine weitere Plastifizierung der Probe, wie in Abbildung 4.29 bzw. vergrößert in Abbildung 4.30 dargestellt, verursachen. Waren die vorherigen Temperatur- und Spannungsfelder dreidimensional dargestellt, so ist die akkumulierte plastische Deh-

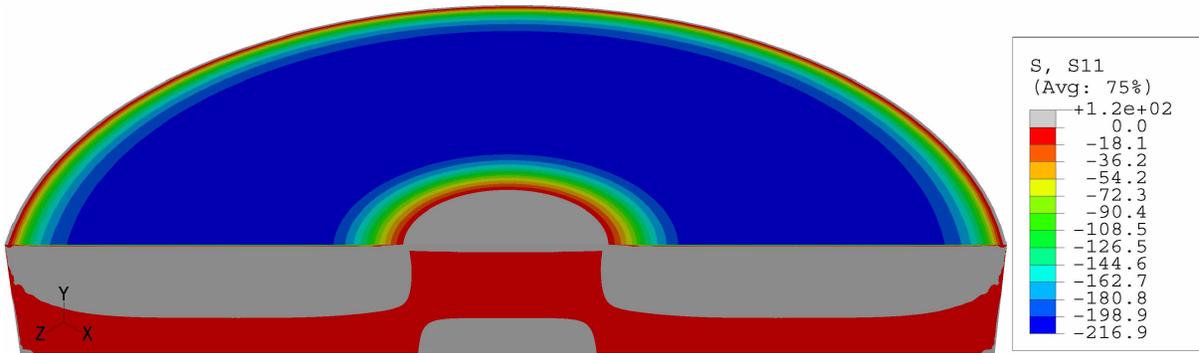


Abbildung 4.28: Spannungszustand einer unbeschichteten Probe nach Versuchsende

nung in Abbildung 4.29 wieder zweidimensional achsensymmetrisch abgebildet, mit der Symmetrieachse am linken Rand der Abbildung.



Abbildung 4.29: Akkumulierte plastische Dehnung einer unbeschichteten Probe nach Versuchsende

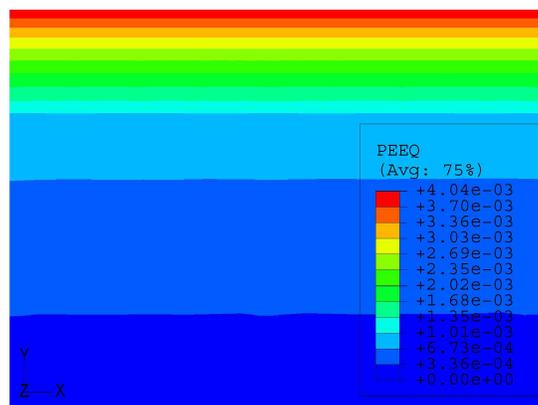


Abbildung 4.30: Ausschnitt aus der Abbildung 4.29 (linkes oberes Eck - entspricht der Mitte der Probenoberfläche)

Im vom Laser bestrahlten Bereich, also im thermomechanisch belasteten Bereich zeigt sich eine verstärkte plastische Verformung der Probe. Im Zuge der thermischen Belastung

kommt es zu mehr als einer Verdoppelung der akkumulierten plastischen Dehnung im Bereich der Mitte der Probenoberfläche.

Besser zeigt sich das, wenn man den Verlauf der akkumulierten plastischen Dehnung in der Probenmitte in Abhängigkeit von der Probentiefe zu verschiedenen Zeitpunkten betrachtet, wie dies in den Abbildungen 4.31 und 4.32 der Fall ist. Hier ist auch zu erkennen, dass es im Fall einer beschichteten Probe ebenfalls zu einem Plastifizieren kommt. Sowohl im Zuge des Einbringens der Eigenspannungen als auch während der thermischen Belastung.

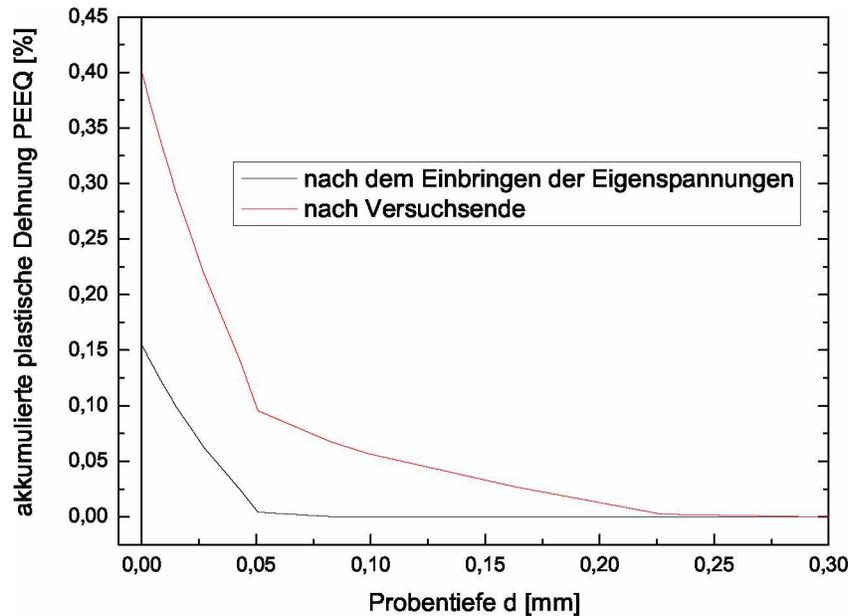


Abbildung 4.31: Verlauf der akkumulierten plastischen Dehnung in der Mitte der Probe von der Oberfläche zur Unterseite für eine unbeschichtete Probe

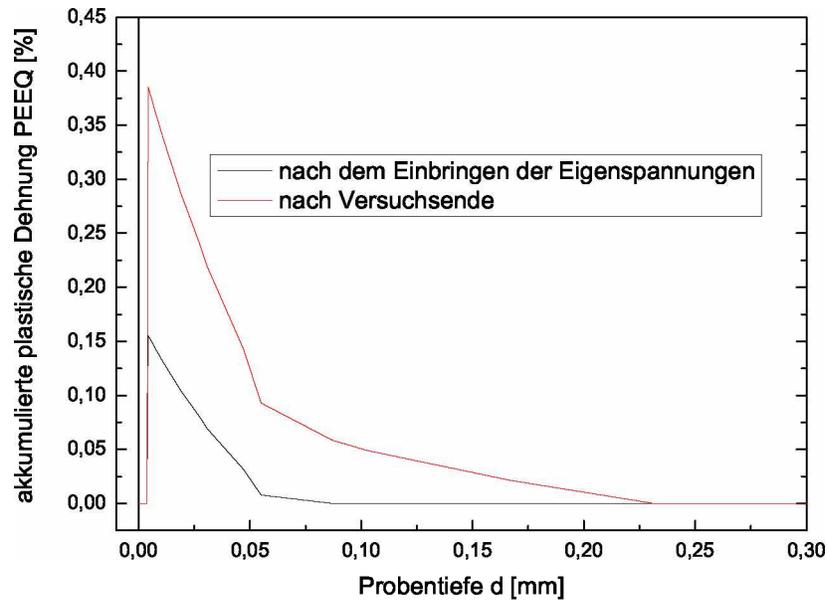


Abbildung 4.32: Verlauf der akkumulierten plastischen Dehnung in der Mitte der Probe von der Oberfläche zur Unterseite für eine beschichtete Probe

Bei einer beschichteten Probe ist in der Schicht selbst keine plastische Verformung zu erwarten, da die Belastungen den elastischen Bereich der Schicht nicht überschreiten und somit diese als rein elastisch betrachtet wird.

Sowohl bei der beschichteten, als auch bei der unbeschichteten Probe kommt es aufgrund des Einbringens der Eigenspannungen an der Probenoberfläche zu einer akkumulierten plastischen Dehnung von rund 0.15 %, welche bis in eine Tiefe von 50  $\mu\text{m}$  reicht. In beiden Fällen kommt es aufgrund der thermischen Belastung zu einer weiteren plastischen Verformung. Im Fall der unbeschichteten Probe steigt die akkumulierte plastische Dehnung dadurch auf rund 0.401 % und bei der beschichteten auf 0.385 %. Aufgrund der Beschichtung kommt es somit zu einer Dämpfung der plastischen Verformung. Die plastische Verformung reicht dabei bis in eine Tiefe von 230  $\mu\text{m}$ .

Von Interesse ist natürlich die zeitliche Entwicklung der akkumulierten plastischen Dehnung. Dazu wird der Mittelpunkt der Probenoberfläche einer unbeschichteten Probe gewählt und der Verlauf während der thermischen Belastung der Probe, vom langsamen Aufheizen bis nach dem langsamen Abkühlen auf Raumtemperatur, in der Abbildung 4.33 dargestellt.

Wie bereits gezeigt liegt aufgrund des Einbringens der Eigenspannungen, bereits eine plastische Verformung vor. Während der 500 s in denen die Probe auf die Hintergrundtemperatur von 50 °C gebracht wird, kommt es zu keiner weiteren Plastifizierung. Im Verlauf der folgenden fünf Bestrahlungszyklen plastifiziert die Probe. Das langsame Abkühlen auf Raumtemperatur, innerhalb der letzten 500 s, bringt kein Plastifizieren mehr mit sich.

Anhand der ersten zwei Zyklen, wie in Abbildung 4.34 dargestellt, zeigt sich, dass es zu keinem zyklischen Plastifizieren kommt. Die Probe plastifiziert nur im ersten Zyklus und dabei nur während des Aufheizens. Dies gilt sowohl für die unbeschichtete als auch für die beschichtete Probe.

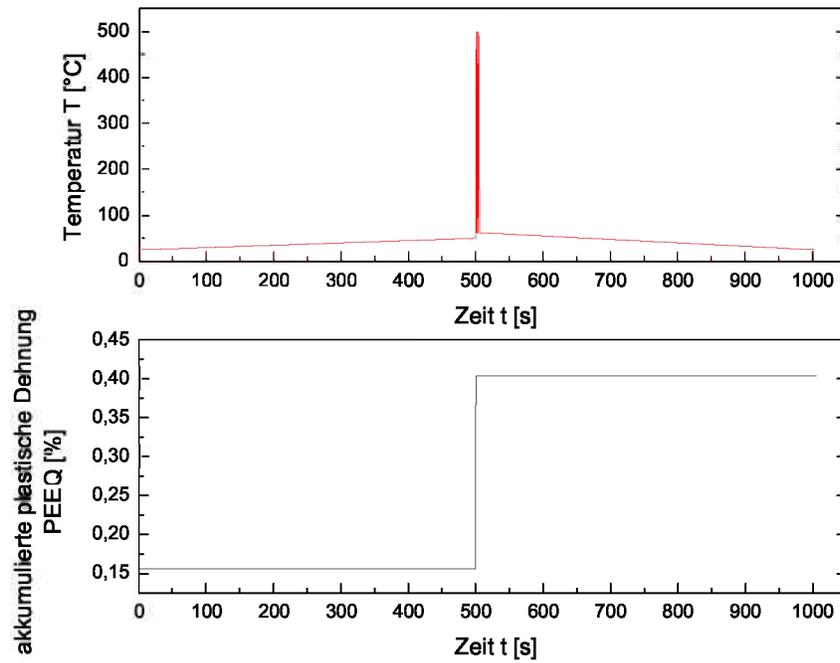


Abbildung 4.33: Zeitliche Entwicklung der akkumulierten plastischen Dehnung und Temperaturverlauf im Mittelpunkt der Oberfläche einer unbeschichteten Probe

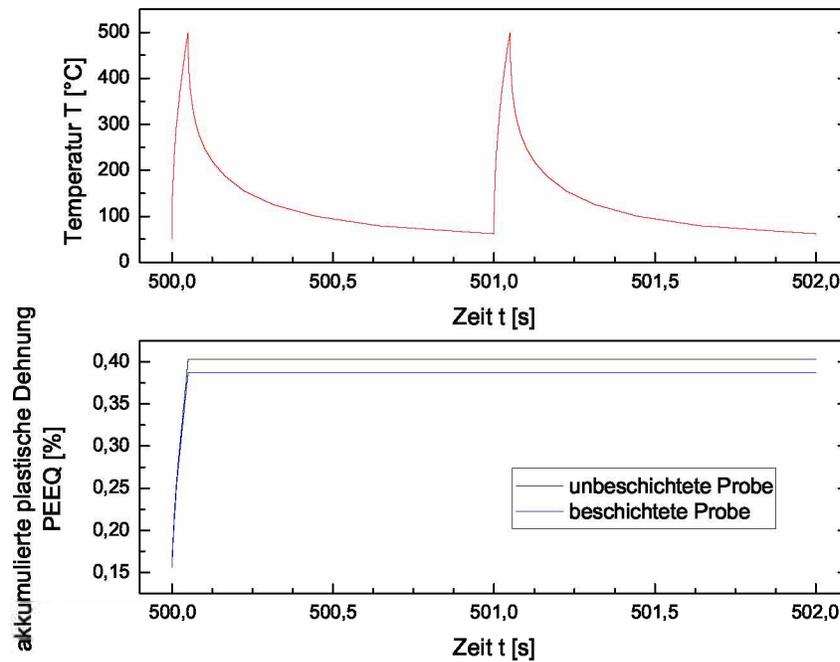


Abbildung 4.34: Zeitliche Entwicklung der akkumulierten plastischen Dehnung und Temperaturverlauf im Mittelpunkt der Probe an der Substratoberfläche während der ersten zwei Zyklen

Das Material verfestigt und verhält sich nach dem ersten Zyklus elastisch. Dies bedeutet,

dass nach dem ersten Zyklus der Spannungszustand und die akkumulierte plastische Dehnung nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur unverändert bleiben, unabhängig davon ob nur dieser eine Zyklus oder mehrere gerechnet werden. Aus diesem Grund ergibt es in weiterer Folge auch keinen Sinn, für diesen Fall zusätzliche Zyklen zu rechnen.

Die plastische Verformung führt natürlich zu einer Änderung des Spannungszustandes in der Probe, wie das schon die Abbildung 4.28 zeigt. Dies ist für die beiden Proben in den Abbildungen 4.35 und 4.36 zu erkennen, die einen Überblick über die Spannungsverlauf in der Probenmitte in Abhängigkeit von der Probentiefe zu verschiedenen Zeitpunkten geben.

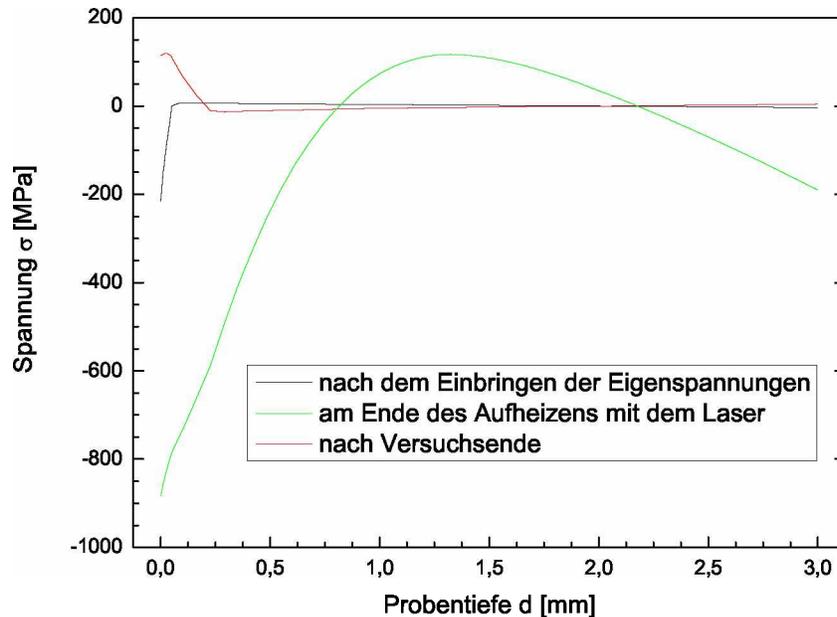


Abbildung 4.35: Spannungsverlauf in der Probenmitte von der Oberfläche zur Unterseite für eine unbeschichtete Probe

Es zeigt sich, dass es sowohl bei der unbeschichteten, als auch bei beschichteten Probe an der Substratoberfläche durch das Aufheizen mit dem Laser zu einer Steigerung der Druckspannungen von den 217 bzw. 200 MPa an Eigenspannungen am Beginn auf rund 900 MPa kommt, was zu einer plastische Verkürzung des Materials führt. Bringt man nun die Probe wieder auf eine gleichmäßige Temperatur, muss dass plastisch gestauchte Material vereinfacht dargestellt elastisch gedehnt werden, um das anfangs ausgefüllte Volumen wieder füllen zu könne. Diese elastische Dehnung bewirkt die Eigenspannungen. Die Änderung im Eigenspannungszustand reicht daher gleich wie die plastische Verformung zirka  $200 \mu\text{m}$  tief.

Die Abbildung 4.37 zeigt die Spannungsverläufe für diesen Bereich. Wie bereits erwähnt, kommt es bei beiden Proben an der Substratoberfläche zu einem Abbau der anfänglichen Druckeigenspannungen von 200 MPa. Bei Versuchsende liegen bei der unbeschichteten Probe an der Substratoberfläche Zugspannungen von 114 MPa und bei der beschichteten von 110 MPa vor. Bei der beschichteten Probe steigen gleichzeitig die Druckspannungen in der Schicht geringfügig von 3 GPa um 30 MPa.

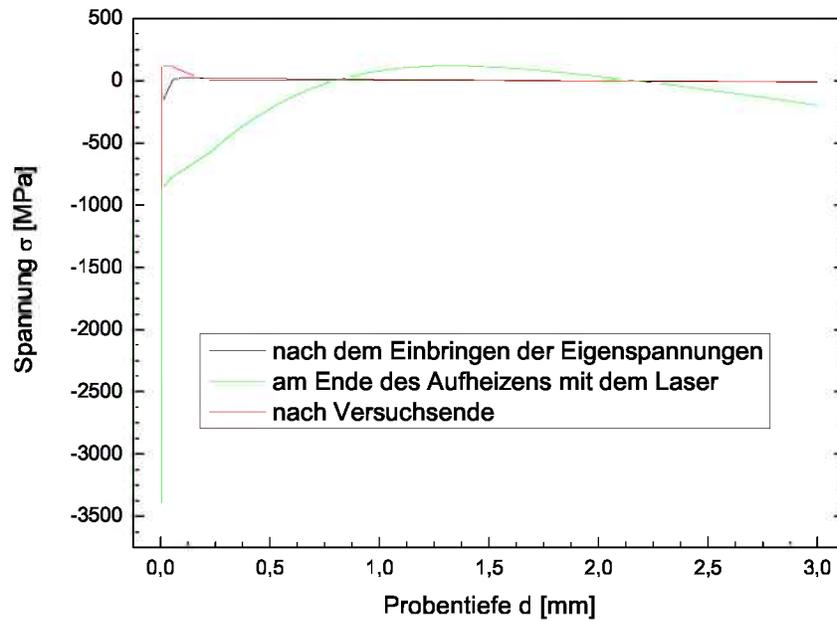


Abbildung 4.36: Spannungsverlauf in der Probenmitte von der Oberfläche zur Unterseite für eine beschichtete Probe

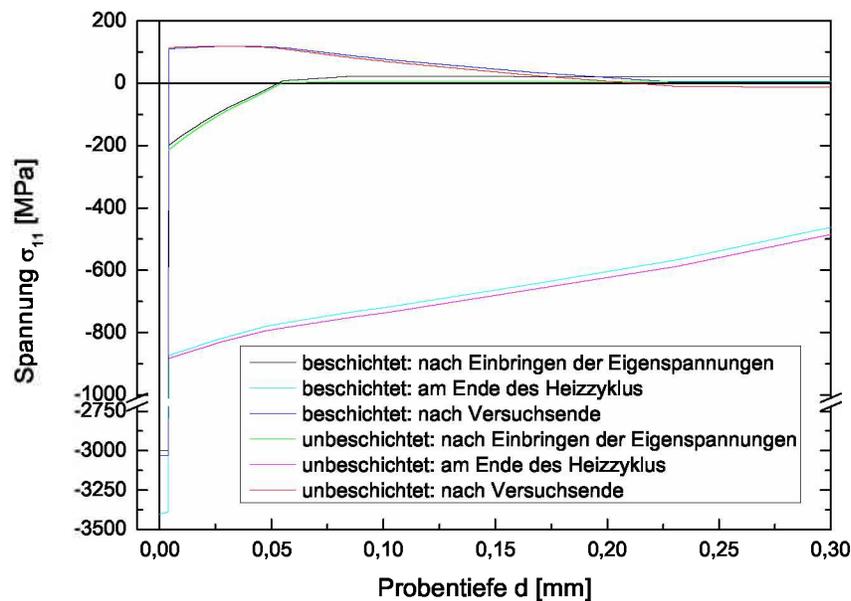


Abbildung 4.37: Ausschnitt aus dem Spannungsverlauf in der Probenmitte von der Oberfläche zur Unterseite

### 4.3 Vergleich Simulation - Versuche

Zum Vergleich von Simulation und Messergebnissen werden aufgrund der durchgeführten Berechnungen, eine unbeschichtete Probe und eine mit einer  $4 \mu\text{m}$  dicken Chromnitridschicht beschichtete Probe, herangezogen. Als Maximaltemperatur werden  $500 \text{ }^\circ\text{C}$

verwendet. In der Schicht liegen jeweils Eigenspannungen von 3 GPa vor.

Im Fall der Simulation wird von den 217 bzw. 200 MPa an Druckeigenspannungen im Substrat ausgegangen, welche im Laufe der thermischen Belastung abgebaut werden. Wie in Kapitel 4.2.3 bereits gezeigt, liegen bei Versuchsende in der unbeschichteten Probe an der Substratoberfläche Zugspannungen von 114 MPa und in der beschichteten von 110 MPa vor. Das bedeutet einen Spannungsanstieg von 321 bzw. 310 MPa. Im Fall der unbeschichteten Probe ist der Anstieg geringfügig größer als bei der Beschichteten. Die Druckspannungen in der Schicht der beschichteten Probe steigen dabei gleichzeitig um 30 MPa.

Dies geschieht in der Simulation alles innerhalb des ersten Zyklus, da es hier zu keinem zyklischen Plastifizieren kam.

Die entsprechenden Messergebnisse dazu sind in der Abbildung 4.38 dargestellt. Vor der Durchführung der Versuche wird zyklisches Plastifizieren der Proben erwartet und in weiterer Folge ist eine Konzentration auf die zyklische Entwicklung der Spannungen im Substrat und der Schicht geplant und weniger auf die Plastifizierung zu Beginn. Aus diesem Grund werden die Spannungen für alle Proben ab dem zehnten Zyklus in größer werdenden Abständen gemessen. Der Ausgangszustand wurde nur für einzelne Referenzproben gemessen. Dies erweist sich nun als negativ, da es zu keinem zyklischen Plastifizieren kommt und nun gerade der Spannungszustand vor und nach dem ersten Zyklus für einen Vergleich mit der Simulation von Interesse wäre.

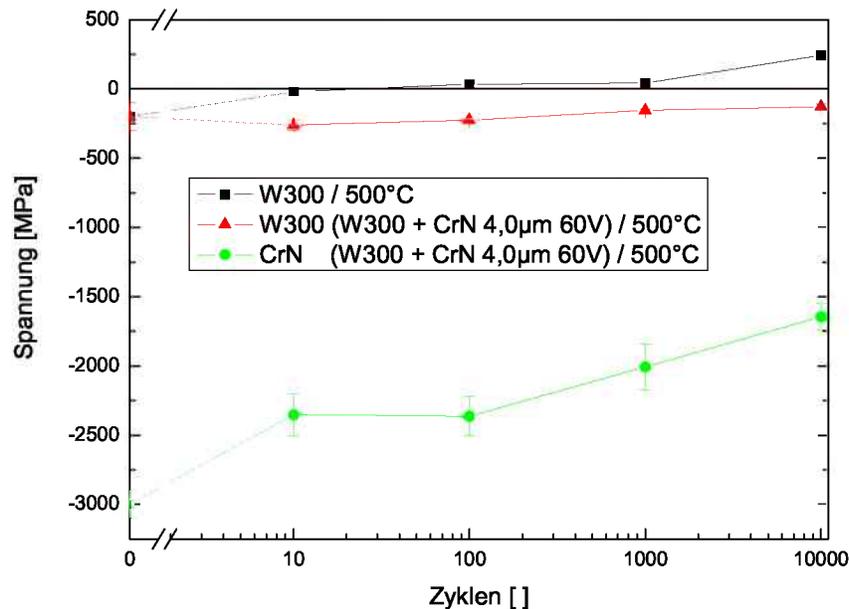


Abbildung 4.38: Messergebnisse für die Spannungsentwicklung in Schicht und Substrat bei einer beschichteten und im Substrat einer unbeschichteten Probe mit zunehmender Zyklenzahl

Im Substrat wird hier von 200 MPa an Druckeigenspannungen ausgegangen, in der Schicht von 3 GPa. Diese Werte ergeben sich anhand von Messungen an Referenzproben. Diese Werte entsprechen den in der Simulation angenommenen Werten. Die Ausgangseigenspannungen von den in Abbildung 4.38 behandelten Proben wurden nicht eigens bestimmt und

scheinen von den Werten in den Referenzproben mehr oder weniger deutlich abzuweichen. Gewisse Tendenzen sind jedoch sehr wohl zu sehen und lassen einen Vergleich mit der Simulation zu. So kommt es im Versuch bei der unbeschichteten Probe zu einer stärkeren Abnahme der Druckspannungen bzw. Zunahme der Zugspannungen als bei der beschichteten Probe. Wie bereits erwähnt, ist das auch im Fall der Simulation zu beobachten. In der Schicht kommt es beim Versuch im Gegensatz zur Simulation tendenziell zu einer Abnahme der Druckspannungen. Bei der Simulation werden die Druckspannungen im Laufe des ersten Zyklus um 30 MPa höher. Wie in der Abbildung 4.38 zu sehen, kommt es beim Versuch innerhalb der ersten zehn Zyklen zu einer Abnahme der Druckspannungen um rund 700 MPa und in den restlichen 9990 Zyklen nochmals um 500 MPa. Zu bedenken ist dabei jedoch, dass in der Simulation thermisch induzierte Umlagerungs- bzw. Volumseffekte in der Schicht und im Interface nicht berücksichtigt werden. Diese in Verbindung mit Schädigungseffekten können durchaus verantwortlich für diesen durchaus beträchtlichen Druckspannungsabfall sein.

Im Versuch zeigt der Spannungsverlauf im Substrat für die letzten 9990 Zyklen eine geringe Spannungszunahme, sowohl bei der beschichteten als auch bei der unbeschichteten Probe. Rechnet man die Spannungsdifferenz jedoch auf einen Zyklus um, so erkennt man, dass die Spannungsumlagerung sehr gering ist. Im Fall der unbeschichteten Probe kommt man auf eine Spannungsdifferenz von rund 2.5 Pa je Zyklus und bei der beschichteten auf rund 1 Pa. Mit Hilfe des Hook'schen Gesetzes lässt sich die Spannung abschätzen, um die die Fließspannung pro Zyklus überschritten wird.

$$\epsilon_{pl} = \frac{\sigma_{Eig}}{E} = \frac{1 [Pa]}{200 [GPa]} = 5 \cdot 10^{-7} \% \quad (4.1)$$

Geht man von einem Elastizitätsmodul von 200 GPa für das Grundmaterial aus, so kommt man bei einer Spannungsdifferenz von 1 Pa je Zyklus auf eine plastische Dehnung von  $10^{-7}$  %. Nun ist der Verfestigungsmodul schon im ersten Zyklus kleiner als der Elastizitätsmodul und somit wird bei dieser geringen plastischen Dehnung die Fließspannung je Zyklus um weniger als 1 Pa überschritten. Das mit einer Simulation abzubilden ist nicht möglich.

Es ist durchaus plausibel, dass diese kontinuierlichen aber geringe Zunahme der Zugspannungen in den Versuchen in den Schwankungen der Ölkühlung begründet sind.

## 4.4 Anpassung von Materialparameter

In den vorangegangenen Berechnungen zeigt sich, dass das Material schon beim ersten Aufheizen mit dem Laser so stark verfestigt, dass es in weiterer Folge zu keinem Fließen mehr kommt. Es tritt somit unter den gegebenen Umständen kein zyklisches Plastifizieren auf. Das macht die Untersuchung der Spannungsentwicklung in Abhängigkeit der Zyklenanzahl hinfällig, da es somit nach dem ersten Zyklus zu keinen Änderungen des Spannungszustandes kommt. Des weiteren wäre auch die Parameterstudie in der geplanten Art nicht möglich. Einzig die Auswirkung der Änderung einzelner Parameter auf den Spannungszustand nach dem ersten Zyklus wäre möglich.

Da die Untersuchung des zyklischen Materialverhaltens in der Parameterstudie als wesentlich erachtet wurde, sah man sich gezwungen gewisse Änderungen im Modell vorzuneh-

men. Zur Verfügung standen dafür zwei Möglichkeiten. Einerseits wie in den Messreihen die Maximaltemperatur zu verändern, oder das Materialverhalten selbst zu verändern. Schon in den Messreihen zeigt sich, dass eine Maximaltemperatur von 500 °C relativ geringe Auswirkungen nach sich zieht, worauf man zu höheren Temperaturen bis zu 650 °C übergang. Gegen die Veränderung der Maximaltemperatur spricht, dass für Temperaturen über 500 °C keine Materialdaten für das Substrat vorhanden sind. Somit müsste man die vorhandenen Daten extrapolieren, was aber bewirken würde, dass das Material über 500 °C dann nicht mehr entsprechend realistisch beschrieben würde. Mit höheren Temperaturen kommen überdies verstärkt thermische Effekte hinzu, was eine ohnehin unzulässige Extrapolation noch weiter ad absurdum führt.

Gegen die Veränderung des Grundmaterials spricht, dass es dann nicht mehr mit den Messreihen vergleichbar ist. Jedoch war von Beginn an ein primäres Ziel der Parameterstudie, die tendenziellen Entwicklungen und Veränderungen in Abhängigkeit verschiedener Schichtparameter zu ermitteln. Dabei stellt ein teilweise verändertes Material keine Behinderung dar, wobei grundsätzliche Vergleiche mit den Messreihen sogar möglich sein sollten.

Es muss allerdings bei der Betrachtung der Ergebnisse immer im Hinterkopf behalten werden, dass den Berechnungen für die Parameterstudie ein fiktives Materialverhalten und nicht das Verhalten vom Warmarbeitsstahl W300 zugrunde liegt.

Wie im Kapitel 4.2.3 ausführlich beschrieben sind die Belastungen aus der im Modell angenommenen zyklischen Laserbestrahlung so gering, dass es nach einem anfänglichen Plastifizieren und Verfestigen des Materials zu keinem weiteren Fließen kommt. Um zyklische plastische Verformung zu erhalten, wird die Fließspannung des Grundmaterials um 100 MPa gesenkt. Die Tabelle 4.4 gibt einen Überblick über die neuen Fließspannungen und als Vergleich dazu die bisherigen Werte.

Fließspannung [MPa]		Temperatur [°C]
ursprüngliches Material	neues Material	
746	646	25
...	...	...
547	447	500

Tabelle 4.4: verwendete Werte für die Fließspannung

Erste Berechnungen ergeben, dass alleine diese Änderung der Fließspannung ausreicht, um ein zyklisch plastisches Materialverhalten zu erhalten. Die Abbildung 4.39 zeigt das für eine unbeschichtete Probe, wie auch für eine Probe mit einer 4  $\mu\text{m}$  dicken Chromnitridschicht, anhand der Entwicklung der akkumulierten plastischen Dehnung im Verlauf von zehn Zyklen. Hier liegt bei beiden Proben eindeutig ein zyklisches Plastifizieren vor, wobei die 4  $\mu\text{m}$  dicke Chromnitridschicht eine beträchtliche Dämpfung der Plastifizierung bewirkt.

Die genauere Betrachtung eines einzelnen Zyklus, wie in Abbildung 4.40, zeigt, dass es sowohl beim Aufheizen der Probe, als auch beim darauf folgenden Abkühlen zum Plastifizieren kommt. Das betrifft wiederum sowohl die beschichtete, als auch die unbeschichtete Probe.

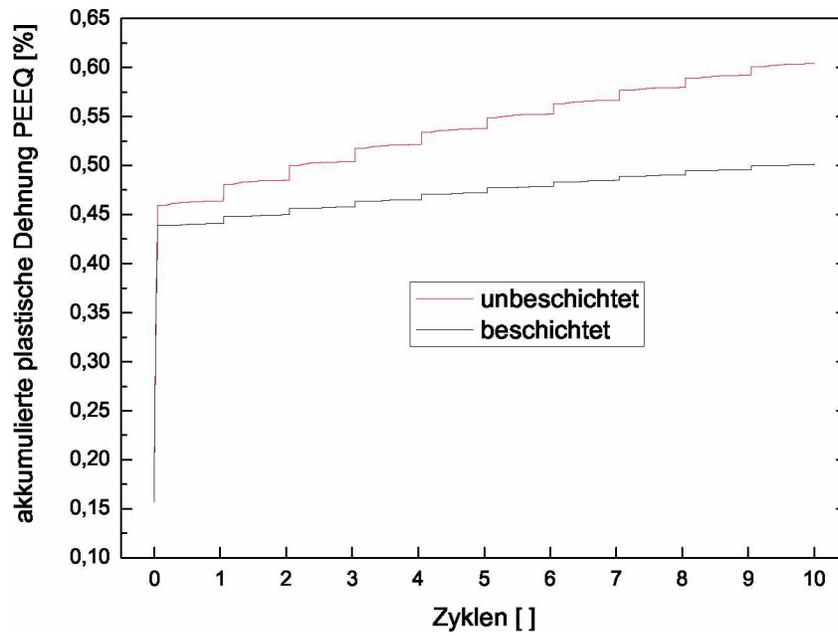


Abbildung 4.39: Entwicklung der akkumulierten plastischen Dehnung während der ersten 10 Zyklen für eine beschichtete wie eine unbeschichtete Probe

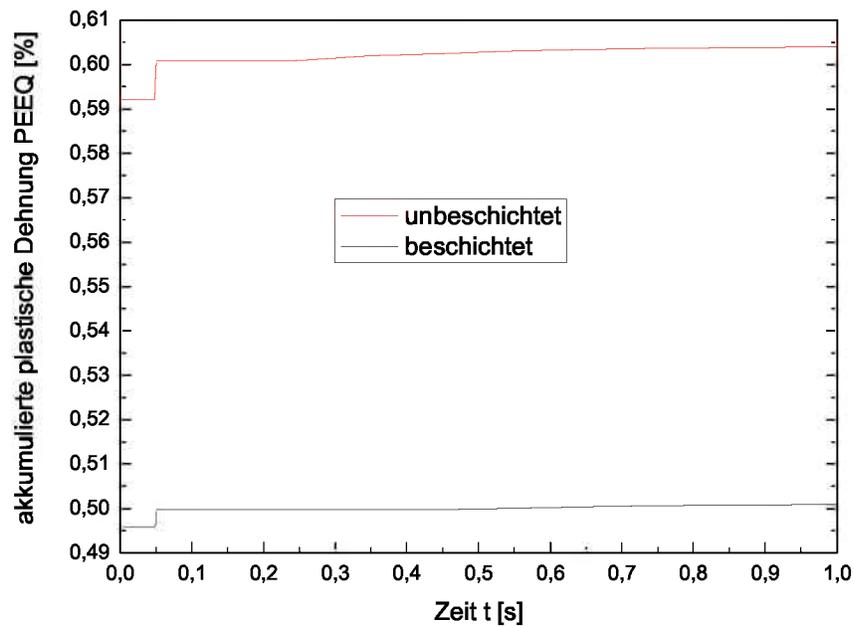


Abbildung 4.40: Entwicklung der akkumulierten plastischen Dehnung während des zehnten Zyklus für eine beschichtete wie eine unbeschichtete Probe

Der größte Teil der plastischen Dehnung je Zyklus entfällt dabei auf die ersten 50 ms des Zyklus, also die Zeit in der die Probe aufgeheizt wird. Das Plastifizieren tritt dabei sprunghaft am Ende der Heizphase auf. Während des Abkühlens kommt es ebenfalls zu

einem Plastifizieren, jedoch in weitaus geringerem Ausmaß und stetig.

## 4.5 Entwicklung mit zunehmender Zyklenzahl

Ein wesentlicher Teil dieser Arbeit ist die Darstellung und Untersuchung der Entwicklung der Spannungen und der plastischen Dehnung in der Probe mit zunehmender Zyklenzahl. Nach Veränderung des Materials im Kapitel 4.4 und dem damit eintretenden zyklischen Plastifizieren der Probe ist das nun möglich.

Die wesentlichen Entwicklungen zeigen sich am Verlauf der Spannungen an der Substratoberfläche, die für eine unbeschichtete und eine beschichtete Probe in Abbildung 4.41 dargestellt sind. Dazu wird jeweils eine entsprechende Zyklenzahl gerechnet und die Spannung nach dem Abkühlen herangezogen.

Die beschichtete, wie auch die unbeschichtete Probe wird dazu im einen Fall auf 500 °C Oberflächentemperatur am Ende des Heizzyklus erwärmt und im zweiten Fall wird die beschichtete Probe so höher erwärmt, sodass am Ende des Heizzyklus eine Interfacetemperatur von 500 °C vorliegt. Dies ermöglicht es die Auswirkung der durch die Hartstoffschicht erniedrigten Oberflächentemperatur zu zeigen.

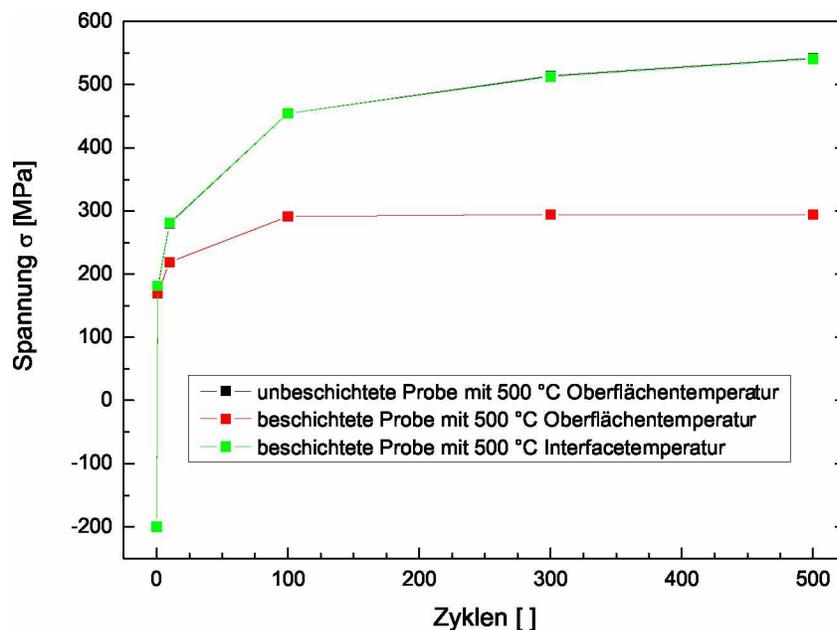


Abbildung 4.41: Entwicklung der Eigenspannungen an der Substratoberfläche nach dem zyklischen Erwärmen und anschließender Abkühlung auf Raumtemperatur

Es ist zu erkennen, dass das Aufbringen einer Schicht nach mechanischen Gesichtspunkten eindeutig einen Vorteil für das Grundmaterial mit sich bringt.

Sowohl bei der beschichteten als auch der unbeschichteten Probe mit der Oberflächentemperatur von 500 °C am Ende des Heizzyklus kommt es sehr schnell zum Abbau der Druckspannungen und zu einem Aufbau von 169 MPa bzw. 179 MPa an Zugspannungen innerhalb des ersten Zykluses. Im Laufe der nächsten 99 Zyklen steigen bei der beschichteten Probe die Spannungen auf 292 MPa, um dann nur mehr gering auf 294 MPa zu

steigen. Im Gegensatz dazu kommt es bei der unbeschichteten Probe zu mehr als einer Verdoppelung der Spannungen auf 454 MPa bis zum 100. Zyklus. Während der nächsten 400 Zyklen kommt es zu einer geringeren, aber wesentlichen Spannungszunahme von weiteren 88 MPa auf 542 MPa. Dabei nimmt die Steigung zwar ab, ist jedoch bei weitem nicht gleich Null, wie das bei der beschichteten Probe beinahe der Fall ist.

Betrachtet man die Kurve der beschichteten Probe mit der erhöhten Oberflächentemperatur, bzw. der Interfacetemperatur von 500 °C, so zeigt sich, dass diese fast mit der Kurve der unbeschichteten Probe übereinstimmt. Nach 500 Zyklen liegt bei der beschichteten Probe mit 540 MPa eine nur um 2 MPa niedrigere Spannung vor als bei der unbeschichteten Probe. Damit zeigt sich, dass ein Großteil der dämpfenden Wirkung der Schicht in der Isolation und somit in den niedrigeren thermischen Spannungen begründet ist.

Betrachtet man bei der beschichteten Probe auch die Spannungen in der Schicht selbst, wie in der Abbildung 4.42, so kommt man im ersten Zyklus zu einem ähnlichen Ergebnis, wie bei den Berechnungen mit dem ursprünglichen Materialmodell. Es kommt dabei, während es im Substrat zu einem Spannungsanstieg von 369 MPa kommt, in der Schicht zu einem Anstieg der Druckspannungen um 45 MPa. Während der weiteren 499 Zyklen ist mit 1 MPa jedoch kaum ein weiterer Anstieg der Druckspannungen vorhanden.

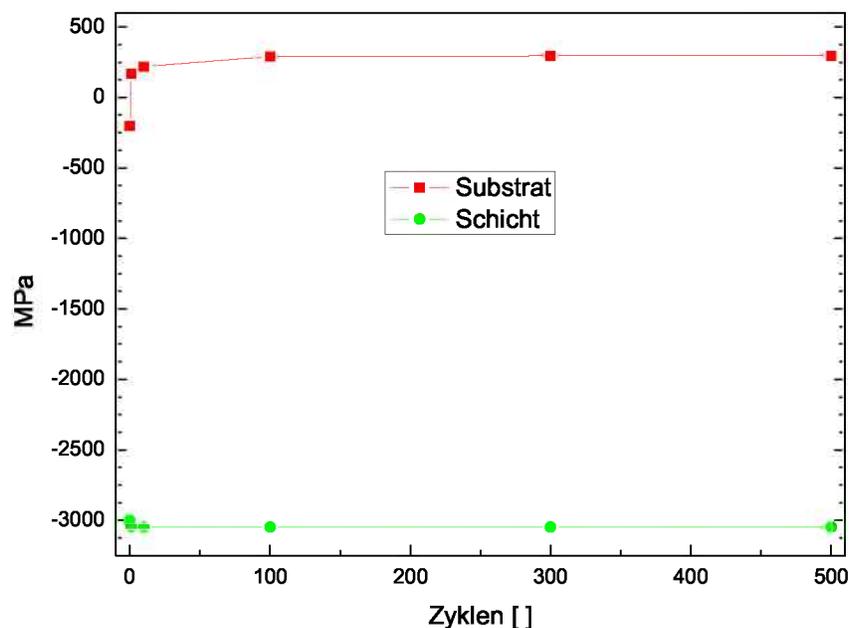


Abbildung 4.42: Entwicklung der Spannungen an der Substratoberfläche für die beschichtete Probe aus Abbildung 4.41 im Substrat und der Schicht

Es zeigt sich somit, dass das Aufbringen einer Hartstoffschicht, den Aufbau von Zugspannungen im Substrat wesentlich dämpft.

Ein ähnliches Bild ergibt sich beim Betrachten der akkumulierten plastischen Dehnung. Die Abbildung 4.43 zeigt die Entwicklung für die ersten 500 Zyklen.

Hier zeigt sich die in mechanischer Hinsicht schützende Wirkung der Chromnitridschicht beinahe noch besser.

In allen Fällen wird von einer anfänglichen Dehnung von rund 0.16 % ausgegangen, die

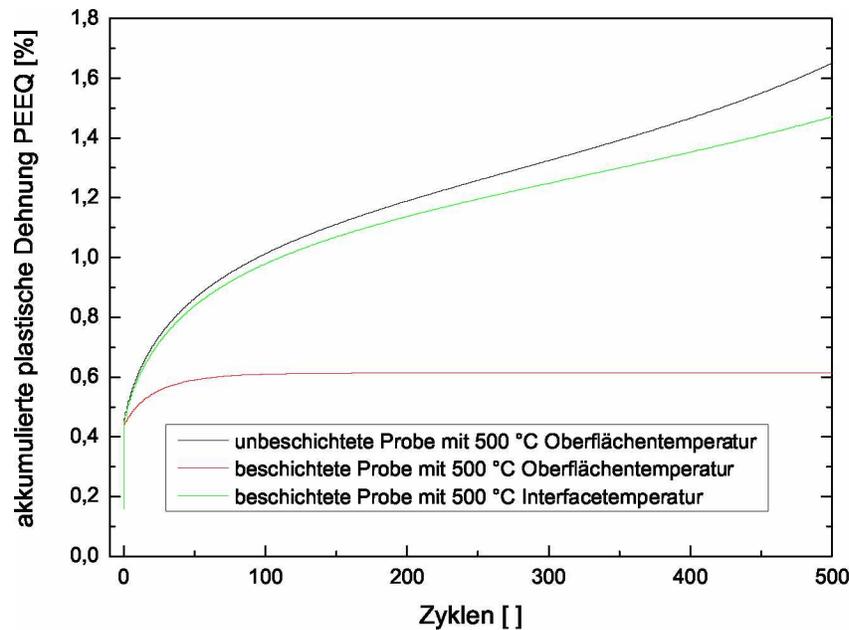


Abbildung 4.43: Entwicklung der akkumulierten plastischen Dehnung während der ersten 500 Zyklen

sich im Laufe der Einbringung der Eigenspannungen ergibt. Im Zuge des ersten Zyklus kommt es zu einer Zunahme der akkumulierten plastischen Dehnung auf rund 0.45 %. Bei der beschichteten Probe mit der Oberflächentemperatur von 500 °C kommt es innerhalb der ersten 150 Zyklen zu einem weiteren Anstieg der akkumulierten plastischen Dehnung auf 0.61 %. In weiterer Folge kommt es dann zu keiner wesentlichen Verformung mehr.

Im Gegensatz dazu steigt die akkumulierte plastische Dehnung bei der unbeschichteten Probe innerhalb von 500 Zyklen auf 1.65 % an. Dabei ist zu erwähnen, dass es am Anfang zu einer Abnahme der plastischen Verformung je Zyklus kommt, bis es nach rund 300 Zyklen wieder zu einer Zunahme kommt. Dieser Wendepunkt ist in der Kurve in Abbildung 4.43 zu erkennen.

Vergleicht man damit die beschichtete Probe mit der Interfacetemperatur von 500 °C, so ist ebenfalls der starke Einfluss der Isolation der Hartstoffschicht zu erkennen. Hier kommt es nach 500 Zyklen zu einer akkumulierten plastischen Dehnung von 1.46 %.

Die Berechnung wurde auch für eine Probe mit einer 8  $\mu$  dicken Chromnitridschicht durchgeführt. Dabei tritt nur während des ersten Zyklus ein Plastifizieren auf. Es kommt somit aufgrund der dickeren Beschichtung zu keinem zyklischen Plastifizieren mehr.

Betrachtet man weiters die Spannungsdehnungskurven in den Abbildungen 4.44 und 4.45, so zeigt sich ebenfalls der starke Einfluss der Hartstoffschicht.

In beiden Fällen ist ein Ratchetting zu beobachten. Dieser Effekt nimmt mit zunehmender Zyklenzahl ab und ist bei der beschichteten Probe schon nach 100 Zyklen nicht mehr zu beobachten, bzw. in dieser Abbildung nicht mehr auflösbar.

Die Mittelspannungsverschiebung vom Druckbereich in Richtung Zugbereich geht im Fall der unbeschichteten Probe so weit, dass die Mittelspannung nach 500 Zyklen bereits im

Zugbereich liegt, womit auch die Belastung im Zug höher ist als im Druck. Generell ist nochmal anzumerken, dass das hier verwendete Armstrong-Frederick Materialmodell zu einer Überschätzung des Ratchettingverhaltens neigt.

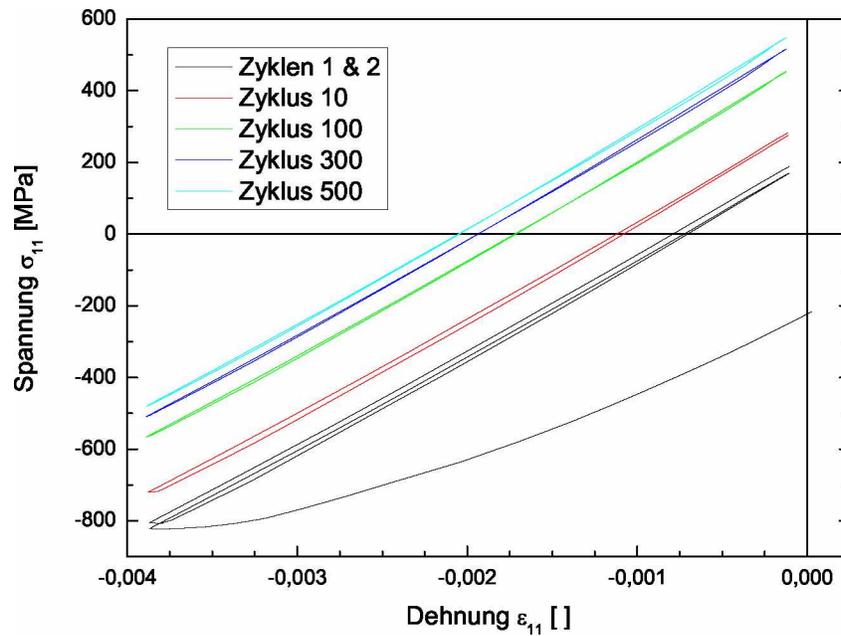


Abbildung 4.44: Spannungsdehnungskurve in der Probenmitte von der Oberfläche zur Unterseite für eine unbeschichtete Probe

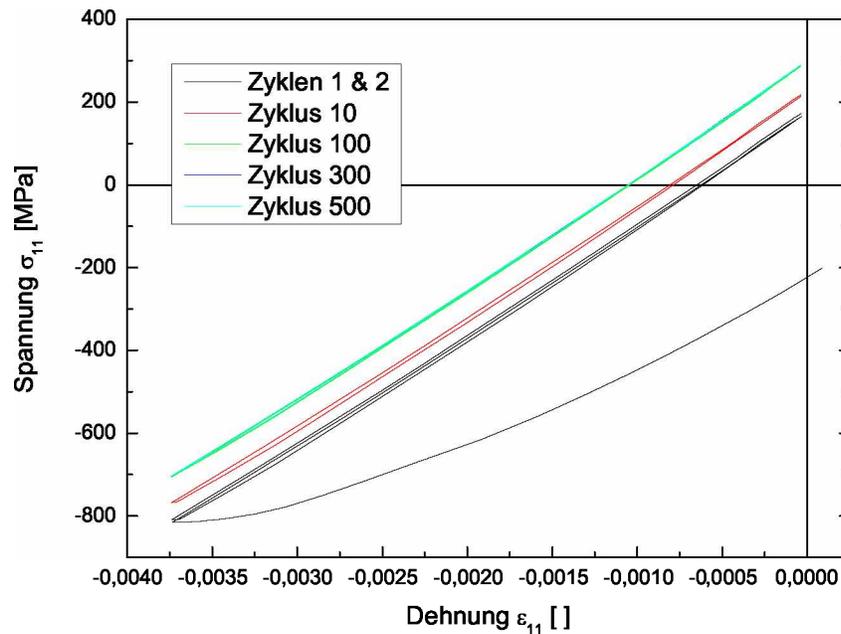


Abbildung 4.45: Spannungsdehnungskurve in der Probenmitte von der Oberfläche zur Unterseite für eine beschichtete Probe

Bisher wurde immer der Punkt in der Probenmitte an der Substratoberfläche betrachtet. Nun ist es aber auch von Bedeutung, wie tief die Probe plastifiziert und wie stark sie in welcher Tiefe plastifiziert. Das zeigen die Abbildungen 4.46 und 4.47 anhand des Verlaufes der akkumulierten plastischen Dehnung in der Probenmitte von der Oberfläche zur Probenunterseite.

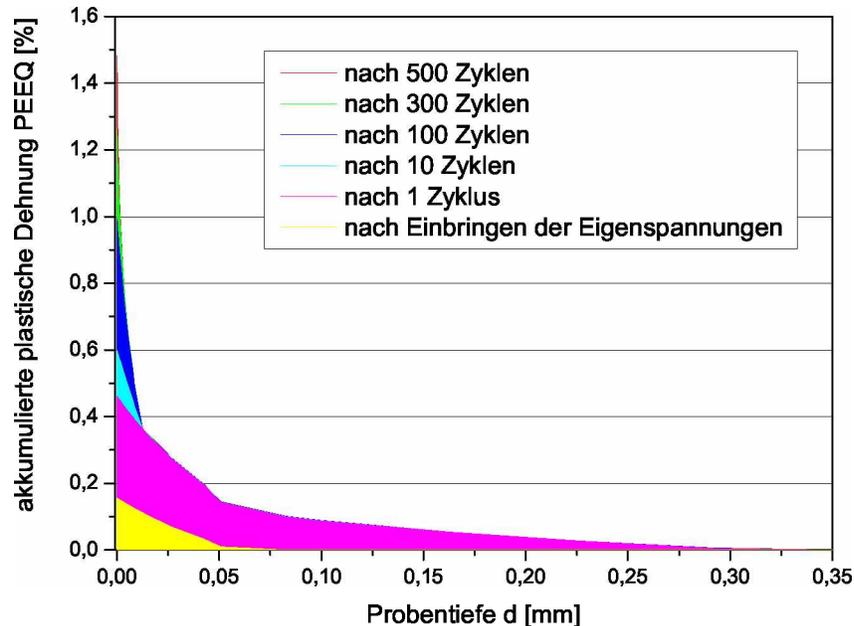


Abbildung 4.46: Entwicklung der akkumulierten plastischen Dehnung in der Probenmitte von der Oberfläche zur Unterseite für eine unbeschichtete Probe

Im ersten Schritt plastifiziert die Probe bei der Eigenspannungseinbringung. Da die Eigenspannungen in beiden Fällen als identisch angenommen wurden, ist auch die plastische Dehnung zufolge der Eigenspannungen beinahe identisch. Einzig die Schicht nimmt ein wenig Einfluss.

Neben der plastischen Dehnung zufolge der Eigenspannungen nimmt die plastische Dehnung zufolge des ersten Zyklus den Großteil der akkumulierten plastischen Dehnung ein. Die plastische Dehnung bis zum Ende des ersten Zyklus reicht bis in eine Tiefe von rund  $300 \mu\text{m}$ . Jede weitere plastische Dehnung reicht nur mehr einige Mikrometer tief.

Hier zeigt sich, dass die Schicht vor allem das Plastifizieren in Oberflächennähe stark dämpft. Das Plastifizieren während des ersten Zykluses wird jedoch kaum beeinflusst, weder an der Substratoberfläche noch im Probeninneren.

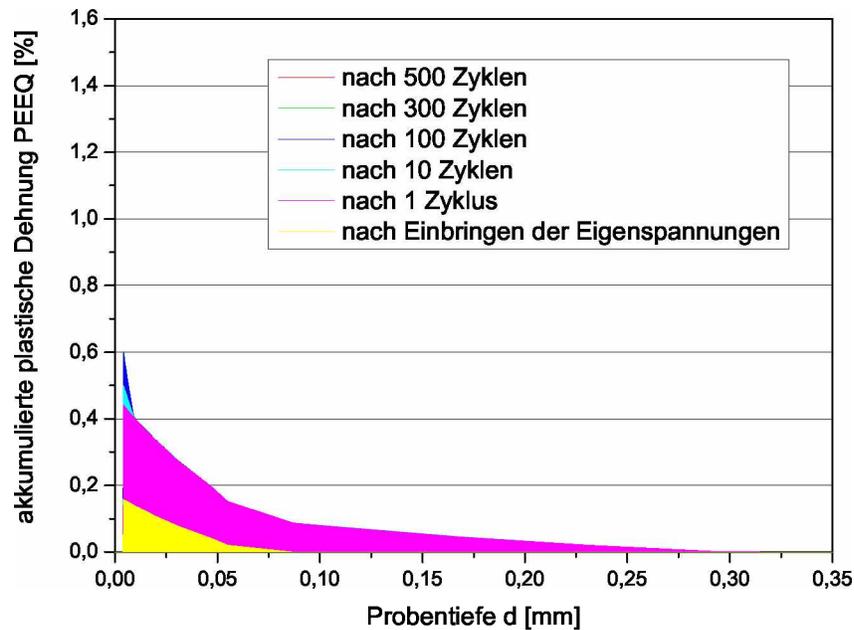


Abbildung 4.47: Entwicklung der akkumulierten plastischen Dehnung in der Probenmitte von der Oberfläche zur Unterseite für eine beschichtete Probe

## 4.6 Parameterstudie

Das Ziel dieser Parameterstudie ist es, die Abhängigkeit der plastischen Verformung der Probe von einzelnen Schichtparametern zu zeigen.

Ausgegangen wird von einer Probe mit einer  $4 \mu\text{m}$  dicken Chromnitridschicht in der Eigenspannungen von 3 GPa vorliegen. Zusätzlich wird eine Berechnung für eine unbeschichtete Probe durchgeführt. Das Ergebnis für die beschichtete Probe wird als Vergleichsgrundlage für weitere Berechnungen mit beschichteten Proben herangezogen. Bei diesen werden verschiedene Schichtparameter um je 25 % erhöht bzw. gesenkt. Verändert werden dabei folgende Schichtparameter: die Schichtdicke, die Schichteigenspannungen, der Wärmeausdehnungskoeffizient, der Elastizitätsmodul, die Wärmeleitfähigkeit und die Wärmekapazität.

Die Änderung dieser Parameter um einen konstanten Prozentsatz zeigt nicht nur die unter Umständen vorhandenen Abhängigkeiten der plastischen Verformung von den Parametern, sondern ermöglicht auch eine Aussage über die Höhe dieser Abhängigkeit vom einzelnen Parameter und somit auch eine Reihung der Parameter.

Die Abbildung 4.48 zeigt die Ergebnisse der Parameterstudie für die akkumulierte plastische Dehnung nach zehn Zyklen.

Bereits im vorherigen Kapitel wurde eindeutig gezeigt, dass die unbeschichtete Probe weitaus mehr plastifiziert. Hier ermöglicht das Ergebnis für die unbeschichtete Probe eine Aussage über die Größenordnung in der die Änderung der akkumulieren plastischen Dehnung bei Variation eines Schichtparameters liegt.

Die Ergebnisse zeigen eindeutig, dass die Schichtdicke und die Wärmeleitfähigkeit den größten Einfluss auf die akkumulierte plastische Dehnung haben. Geht man vom Wert der akkumulierten plastischen Dehnung der Probe mit einer  $4 \mu\text{m}$  dicken Chromnitridschicht

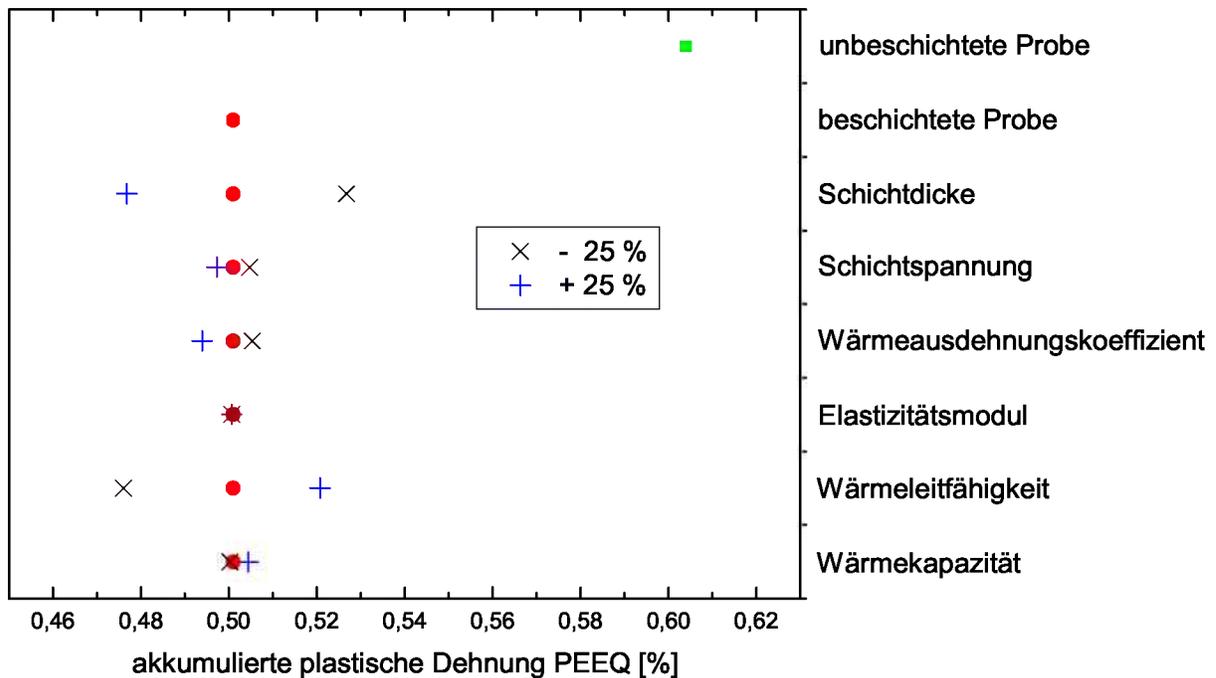


Abbildung 4.48: Ergebnisse der Parameterstudie für die akkumulierte plastische Dehnung nach 10 Zyklen. Das Ergebnis für die unbeschichtete Probe ist grün dargestellt, das für die Probe mit einer  $4\ \mu\text{m}$  dicken Chromnitridschicht und 3 GPa an Schichteigenspannungen rot. Weiters werden die Abweichungen der akkumulierten plastischen Dehnung aufgrund der Änderung verschiedener Schichtparameter gezeigt.

und 3 GPa an Schichteigenspannungen aus, so führt eine Änderung der Schichtdicke um 25 % zu einer relativen Änderung der akkumulierten plastischen Dehnung von rund  $\pm 5\%$ . Im Fall der Wärmeleitfähigkeit ergibt sich eine Änderung von  $-5$  bis  $+4\%$ .

Eine Änderung des Wärmeausdehnungskoeffizienten führt zu einer Veränderung der akkumulierten plastischen Dehnung von  $-1.4$  bis  $+0.9\%$ . Ebenso eine geringe Abhängigkeit zeigt sich bei den Schichteigenspannungen und der Wärmekapazität. Eine Änderung der Schichteigenspannungen wirkt sich bei der akkumulierten plastischen Dehnung nur  $\pm 0.75\%$  aus. Eine veränderte Wärmekapazität ergibt eine Änderung von  $-0.1$  bis  $+0.7\%$ .

Wurde zu Beginn der Arbeit angenommen, dass der Elastizitätsmodul durchaus die akkumulierte plastische Dehnung und somit auch den Spannungsverlauf beeinflussen könnte, so zeigt sich hier anhand der Berechnung für den Elastizitätsmodul keine Abhängigkeit. G. Dour, et al [4] hat für ein anderes System ebenfalls die Abhängigkeit der Spannungen in der Probe von verschiedenen Materialparametern untersucht. Dabei zeigt sich eine Abhängigkeit der Spannungen am Interface vom Verhältnis der Wärmeausdehnungskoeffizienten, vom Verhältnis der Wärmeleitfähigkeiten und vom Verhältnis der Elastizitätsmoduli. Zu bemerken ist auch die Tatsache, dass beim Vorliegen eines gewissen Verhältnisses der Wärmeausdehnungskoeffizienten und eines Verhältnisses der Wärmeleitfähigkeiten unabhängig von den Elastizitätsmoduli, die Spannungen am Interface immer gleich Null sind. Ausgehend von dieser Tatsache werden zwei weitere Berechnungen mit einem Wärmeausdehnungskoeffizienten von  $0.5 \cdot 10^{-6}\ \text{K}^{-1}$  und einem Elastizitätsmodul von einerseits 349

MPa und andererseits 550 MPa durchgeführt. Dabei zeigt sich ein Einfluss des Elastizitätsmoduls auf die akkumulierte plastische Dehnung von 1.5 %.

Somit wird die akkumulierte plastische Dehnung von der Schichtdicke, dem Wärmeausdehnungskoeffizienten, der Wärmeleitfähigkeit, der Wärmekapazität, der Schichteigen-  
spannung und dem Elastizitätsmodul beeinflusst. Dabei scheinen der Einfluss der Wärmeleitfähigkeit und der Schichtdicke zu überwiegen. Jedoch ist zu bedenken, dass die Abhängigkeiten nicht zwingend linear sind, was auch anhand des Wärmeausdehnungskoeffizienten und der Wärmekapazität gut zu sehen ist. Hier zeigt sich auch wie stark dieser Zusammenhang schon bei geringen Änderungen von der Linearität abweichen kann. Zusätzlich kommt es zu Wechselwirkung der einzelnen Parameter, wie das die Ergebnisse für den Elastizitätsmodul zeigen.

## 4.7 Verschiedene Schichttypen

Wenn man von einer Schicht mit einer festgelegten Schichtdicke und festgelegten Schichteigen-  
spannungen ausgeht, so ist die Plastifizierung des Substrates anhand der Ergebnisse aus Kapitel 4.6 von dem Wärmeausdehnungskoeffizienten, der Wärmeleitfähigkeit, der Wärmekapazität und dem Elastizitätsmodul abhängig.

Möchte man eine einfache Abschätzung der Auswirkung der Änderung eines dieser Materialparameter auf die akkumulierte plastische Dehnung durchführen, so kann der Elastizitätsmodul ebenfalls vernachlässigt werden, da er bei den gegebenen Ausgangsparametern keinen Einfluss hat und hier erst bei starker Variation des Wärmeausdehnungskoeffizienten ein Einfluss festgestellt wird.

Für einen Vergleich einer solchen Abschätzung mit einer Simulation werden neben dem bisher in den Berechnungen verwendeten Chromnitrid, Titanitrid und Wolframkarbid herangezogen.

In der Tabelle 4.5 sind die Materialdaten für die Hartstoffschichten aufgelistet, die die Plastifizierung beeinflussen. Die Materialparameter sind dabei von oben nach unten nach der Stärke des Einflusses, anhand der Ergebnisse der Parameterstudie, gereiht.

		CrN	TiN	WC
Wärmeleitfähigkeit	[W/m·K]	12	20	100
Wärmeausdehnungskoeffizient	[10 <sup>-6</sup> /K]	7	6	6
Wärmekapazität	[J/kg·K]	750	750	300

Tabelle 4.5: Materialkennwerte für verschieden Schichttypen

Anhand der Ergebnisse der Parameterstudie sollte eine Aussage über die Größenordnung, mit der sich eine Änderung eines dieser Schichtparameter auf die Plastifizierung auswirkt, möglich sein.

Betrachtet man nochmals die verwendeten Materialdaten und die Ergebnisse der Parameterstudie, so zeigt sich, dass vor allem der Wärmeausdehnungskoeffizient kaum einen Einfluss haben wird und ebenso vernachlässigbar sein sollte. Dadurch sollte auch die Vernachlässigung des Elastizitätsmoduls durchaus möglich sein. Ebenso gering sollte die Auswirkung der Wärmekapazität sein, die somit auch vernachlässigt wird.

Ausgegangen wir von einer Probe mit einer  $4\ \mu\text{m}$  dicken Chromnitridschicht mit 3 GPa an Druckeigenspannungen. Anhand der Ergebnisse der Parameterstudie und den Materialdaten in Tabelle 4.5 sollten sich für Titanitrid und Wolframkarbid der entsprechende Wert für die akkumulierte plastische Dehnung mittels Extrapolation ermitteln lassen.

Aufgrund der unterschiedlichen Wärmeleitfähigkeiten und der Ergebnisse der Parameterstudie, sollte bei einer linearen Abhängigkeit der akkumulierten plastischen Dehnung, sich für Titanitrid ein um 13.4 % höherer Wert für die akkumulierte plastische Dehnung ergeben und für Wolframkarbid um 146.6 %. Dies ist der Fall, wenn man von Chromnitrid ausgeht und die relativen Unterschiede der Wärmeleitfähigkeiten von Titanitrid und Wolframkarbid heranzieht.

In Abbildung 4.49 sind die Ergebnisse der Simulationen unterschiedlichen Hartstoffschichten dargestellt.

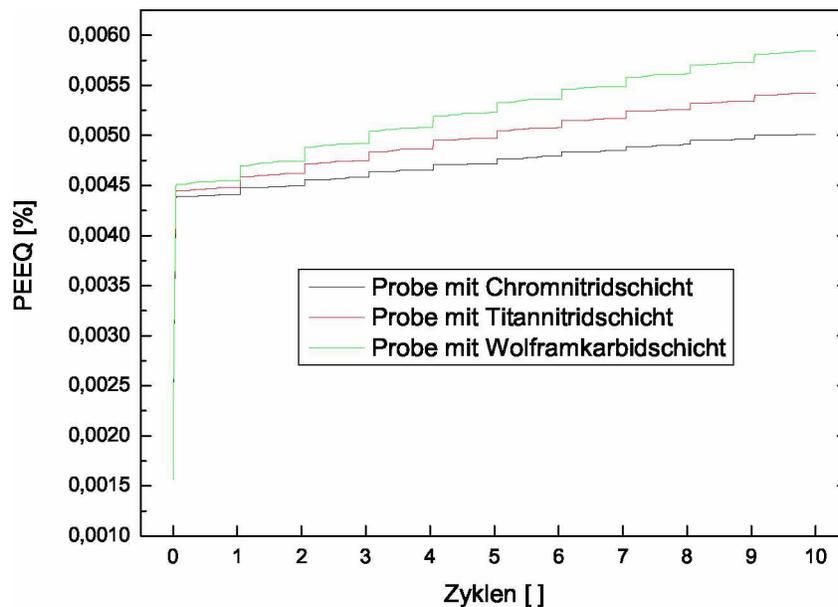


Abbildung 4.49: Vergleich der akkumulierten plastischen Dehnung bei Proben mit unterschiedlichen Schichttypen

Die in der Abschätzung erhaltene Reihung der Schichttypen ergibt auch die Simulation. Jedoch zeigt sich, dass nur eine Abschätzung der Größenordnung der Änderung der akkumulierten plastischen Dehnung möglich ist. Die Simulation hat für die Probe mit der Chromnitridschicht eine akkumulierte plastische Dehnung von 0.50 % ergeben. Aufgrund der Abschätzung müsste sich für Titanitrid eine akkumulierte plastische Dehnung von 0.57 % ergeben. Das stimmt mit dem Wert aus der Simulation von 0.54 % relativ gut überein. Bei Wolframkarbid ist das nicht der Fall. Die Abschätzung würde hier zu einer akkumulierten plastischen Dehnung von von 1.23 % führen. Das Ergebnis der Simulation ist ein Wert von 0.58 %. Die Abschätzung führt zu einer mehr als doppelt so hohen akkumulierten plastischen Dehnung wie die Simulation.

Dies mag teilweise an der Vernachlässigung einzelner Parameter liegen, wird jedoch hauptsächlich darin begründet sein, dass die einzelnen Parameter nicht linear sind und sich untereinander beeinflussen.

Die Ergebnisse der Parameterstudie lassen somit eine Abschätzung der Entwicklung bzw. der Größenordnung der akkumulierten plastischen Dehnung zu. Solange die Abweichung einzelner Materialparameter innerhalb gewisser Grenzen bleibt, erhält man mit der Abschätzung relativ gute Werte. Um über größere Bereiche Aussagen treffen zu können, wären weiter gehende Simulationen nötig, um ein genaues Bild der Abhängigkeit der akkumulierten plastischen Dehnung von der Wärmeleitfähigkeit, dem Wärmeausdehnungskoeffizienten, der Wärmekapazität und vor allem auch vom Elastizitätsmodul zu erhalten.

## 5. Diskussion und Zusammenfassung

Bei zyklisch-thermisch beanspruchten Proben, kommt es im oberflächennahen Bereich mit zunehmendem Plastifizieren zu einer Veränderung des Eigenspannungszustandes von Druckspannungen in Richtung Zugspannungen. Ist dieser Effekt zu stark, so kommt es zu Rissbildung und somit zur Schädigung der Probe. Das Aufbringen einer Hartstoffschicht mit hohen Druckeigenspannungen in der Schicht selbst, soll diesen Effekt der Verschiebung der Eigenspannungen in den Zugbereich verringern bzw. stoppen.

Ziel dieser Arbeit ist es, die Auswirkung der Aufbringung dieser Hartstoffschichten auf thermomechanisch belastete Proben zu untersuchen. Dazu werden einerseits Versuche und andererseits Simulationen durchgeführt. Die Ergebnisse werden soweit als möglich miteinander verglichen. Sowohl die Messergebnisse als auch die Simulationen zeigen eine positive Auswirkung des Einsatzes von Hartstoffschichten auf das mechanische Verhalten der Proben.

Für die Messungen werden Proben mit 4 und 8  $\mu\text{m}$  dicken Chromnitridschichten mit 3 und 4 GPa an Druckeigenspannungen in der Schicht hergestellt. Mit 3 und 4 GPa sind die Eigenspannungen jedoch um einiges höher ausgefallen als die geplanten Eigenspannungen von 0.5 und 1.5 GPa.

Vor der Durchführung der zyklisch thermischen Belastung werden Spannungsmessungen durchgeführt. Da diese Arbeit vor allem auf die Spannungsentwicklung mit zunehmender Zyklenzahl ausgerichtet sein sollte, werden diese Messungen aus Kostengründen nur an Referenzproben durchgeführt. Aus diesem Grund wird die erste Messung auch nicht nach dem ersten sondern erst nach dem zehnten Zyklus durchgeführt. Weitere Messungen finden nach 100, 1000 und 10000 Zyklen statt.

Erste Messungen mit einer Maximaltemperatur von 500 °C zeigen einen starken Abfall der Druckspannungen und u.a. sogar einen Aufbau von Zugspannungen im Substrat während der ersten Zyklen. Dabei darf jedoch nicht außer Acht gelassen werden, dass bei den Eigenspannungen in der Schicht immer von der jeweiligen Referenzprobe ausgegangen wird. Im Verlauf der weiteren 9990 Zyklen kommt es nur zu einer geringen bis keiner Zunahme der Zugspannungen. Daher wird die Maximaltemperatur auf bis zu 650 °C angehoben. Es kommt dadurch zu einer geringen Verstärkung der Effekte, aber zu keinen wesentlichen Änderungen. Ein Umrechnen der Spannungsänderungen über die letzten 9990 Zyklen auf einen Zyklus zeigt wie gering diese ausfallen. Die Spannungsänderung beträgt dabei sowohl bei den beschichteten als auch den unbeschichteten Proben nur einige Pascal je Zyklus. Im Fall der unbeschichteten Proben ein wenig mehr als bei den beschichteten. Hierbei muss zusätzlich noch berücksichtigt werden, dass es aufgrund des Versuchsaufbaues zu Schwankungen der Hintergrundtemperatur von einigen Grad Celsius kommen

kann, welche das Temperaturfeld der Probe durchaus beeinflussen und somit auch den Spannungsverlauf.

Für die Simulation sind Materialdaten nötig. Für die Daten der Hartstoffschichten wird dazu eine Literaturrecherche durchgeführt. Dabei ist von Beginn an klar, dass die Daten für dünne Schichten nur teilweise vorhanden sind und daher werden auch Daten für Bulkmaterial gesammelt und gegebenenfalls verwendet. Für die Schicht wird dabei von einer rein elastisch Belastung ausgegangen und es wird rein temperaturunabhängig gerechnet. Die Schicht selbst wird als homogen angenommen, was in der Realität nicht der Fall ist. Aufgrund des Schichtaufbaus ändern sich die Schichtparameter über die Schichtdicke. Die Literaturrecherche gibt einen Überblick über die in der Literatur vorhandenen Daten und zeigt, wie stark die einzelnen Schichtparameter schwanken, abhängig von der zur Herstellung der Schicht verwendeten Herstellungsmethode und der Art der Bestimmung der einzelnen Schichtparameter.

Das Interface zwischen Schicht und Substrat wird als ideal angenommen. Das heißt es wird von einer idealen Haftung ausgegangen und Effekte wie das Ablösen der Schicht werden nicht berücksichtigt.

Das wesentliche Ergebnis erster Berechnungen ist, dass unter den gewählten Bedingungen kein zyklisches Plastifizieren auftritt. Das gilt sowohl für unbeschichtete als auch beschichtete Proben. Dabei wird mit einer Maximaltemperatur von 500 °C gerechnet. Die Schichtdicke beträgt 4  $\mu\text{m}$  und die Eigenspannungen in der Schicht 3 GPa. Zu einem Plastifizieren kommt es hier nur während des ersten Zyklus, womit sich die Untersuchung der Spannungsänderung mit weiteren Zyklen mit diesem Materialmodell erübrigt.

Für einen Vergleich von Messergebnissen und Simulationsergebnissen werden nur eine unbeschichtete Probe und eine Probe mit 4  $\mu\text{m}$  Schichtdicke und 3 GPa an Eigenspannungen herangezogen. Es stellt sich nun heraus, dass für einen Vergleich vor allem Messungen vor der thermischen Belastung und im Verlauf der ersten Zyklen und hier speziell nach dem ersten Zyklus wichtig gewesen wären. Ein direkter Vergleich ist somit nicht wirklich möglich.

Gewisse Tendenzen in der Entwicklung der Eigenspannungen lassen sich jedoch sehr wohl vergleichen. So kommt es sowohl bei der Simulation als auch den Messungen bei unbeschichteten Proben zu einer stärkeren Abnahme der Druckspannungen bzw. Zunahme der Zugspannungen als bei Beschichteten. Somit wirkt die Beschichtung durchaus dämpfend und unterdrückt das Plastifizieren der Substratoberfläche. Im Verlauf der Eigenspannungen in der Schicht selbst decken sich die Ergebnisse jedoch nicht. Im Fall der Simulation kommt es zu einem geringen Ansteigen der Druckspannungen, wobei das vor allem im ersten Zyklus auftritt. In den Messungen hingegen fallen diese stark ab. Der Grund für den Abfall der Druckspannungen in der Schicht in den Messungen ist bisher nicht geklärt. Ein Grund für den Spannungsabfall könnten diverse Volums- und Kriecheffekte sein. Der Grund für die Abweichungen in der Simulation von den Messungen liegt darin, dass viele Vereinfachungen für die Schicht getroffen wurden. So ist bei den Messungen sicherlich keine homogene Schicht mit idealer Haftung vorhanden. Das Ergebnis der Simulation ist mechanisch einfach erklärbar und ergibt sich dadurch, dass das Material darunter plastifiziert und nun unter Zug steht.

Wie schon erwähnt, ist ein primäres Ziel dieser Arbeit vor allem die Untersuchung der Spannungsentwicklung aufgrund von zyklisch thermischer Belastung über viele Zyklen hinweg bzw. eine Parameterstudie, um den Einfluss einzelner Schichtparameter herauszuarbeiten. Da das mit dem für den Warmarbeitsstahl W300 vorhandenen Materialmodell nicht möglich ist, wird ein fiktives Modell erstellt. Ein Senken der Fließgrenze um 100 MPa reicht dabei aus, um zyklisches Plastifizieren zu erreichen.

Innerhalb von 500 Zyklen kommt es während des ersten Zyklus zur größten Eigenspannungsänderung. Das liegt an der starken Verfestigung im ersten Zyklus. Die 217 bzw. 200 MPa an Druckspannungen, von denen ausgegangen wird, werden dabei gänzlich abgebaut. Bei der unbeschichteten Probe kommt es zu 179 MPa an Zugspannungen im Substrat und bei der beschichteten zu 170 MPa. In beiden Fällen steigen die Zugspannungen während der restlichen 499 Zyklen weiter, jedoch unterschiedlich stark und unterschiedlich lange. Bei der unbeschichteten Probe steigen die Zugspannungen auf 542 MPa an, wobei die Steigung je Zyklus kontinuierlich abnimmt. Bei der beschichteten Probe steigen die Zugspannungen nur auf 294 MPa. Das geschieht jedoch innerhalb der ersten 200 bis 300 Zyklen, danach stellt sich hier ein annähernd stabiler Zustand ein.

Vergleicht man damit eine Probe, die am Ende des Heizzyklus eine Interfacetemperatur von 500 °C aufweist, im Vergleich zu den restlichen Proben, die eine Oberflächentemperatur von 500 °C aufweisen, so beobachtet man einen Spannungsverlauf, der dem der unbeschichteten Probe beinahe gleicht. Nach 500 Zyklen liegen hier Spannungen von 540 MPa vor. Der Verlauf der akkumulierten plastischen Dehnung zeigt hier ein wenig größere Unterschiede zwischen der unbeschichteten Probe und der beschichteten Probe mit 500 °C Interfacetemperatur.

Es zeigt sich somit, dass eine Hartstoffschicht ein zyklisches Plastifizieren dämpft bzw. ganz unterdrückt und somit auch aus mechanischer Sicht Vorteile bietet. Einerseits wirkt die Schicht stark isolierend, womit die auf die Substratoberfläche wirkenden thermischen Spannungen verringert werden, andererseits scheint es, als ob die Schicht eine Dehnung des Substrates und somit ein Plastifizieren behindert.

Für die Parameterstudie werden jeweils 10 Zyklen verwendet. Ausgegangen wird dazu von einer unbeschichteten Probe und einer Probe, mit einer 4  $\mu\text{m}$  dicken Chromnitridschicht mit 3 GPa an Schichteigenspannungen. Daraufhin werden folgende Schichtparameter um je  $\pm 25\%$  variiert: die Schichtdicke, die Schichteigenspannung, der Wärmeausdehnungskoeffizient, der Elastizitätsmodul, die Wärmeleitfähigkeit und die Wärmekapazität. Die unbeschichtete Probe plastifiziert dabei wieder stärker als die beschichteten.

Den stärksten Einfluss zeigen die Schichtdicke und die Wärmeleitfähigkeit. Der Wärmeausdehnungskoeffizient, die Wärmekapazität und die Schichteigenspannung zeigen einen wesentlich geringeren Einfluss. In der Parameterstudie selbst zeigt sich kein Einfluss des Elastizitätsmodul, was nicht erwartet wurde. Zusätzliche Berechnungen haben jedoch gezeigt, dass u.a. nach einem starken Ändern des Wärmeausdehnungskoeffizienten sehr wohl eine Abhängigkeit vom Elastizitätsmodul vorhanden ist. G. Dour, et al [4] hat für ein anderes System gezeigt, dass bei bestimmten Verhältnissen von Wärmeausdehnungskoeffizienten und Wärmeleitfähigkeiten, die Spannung am Interface unabhängig vom Elastizitätsmodul ist.

Die Ergebnisse der Parameterstudie sollten nun ermöglichen die Änderung der akkumu-

lieren plastischen Dehnung bei Änderung von Schichtparametern abzuschätzen und somit auch für verschiedene Schichttypen. Das wird für Proben mit Schichten gleicher Dicke und identen Schichteigenspannungen durchgeführt. Ausgegangen wird dabei von einer Chromnitridschicht und als Vergleich dienen Schichten aus Titanitrid und Wolframkarbid. Der Elastizitätsmodul wird dabei vernachlässigt. Aufgrund der Materialdaten sollte die Probe mit Chromnitrid am wenigsten plastifizieren und jene mit Wolframkarbid am stärksten. Anhand der Ergebnisse der Parameterstudie und den Materialdaten in Tabelle 4.5 sollte sich bei linearer Extrapolation gegenüber der Probe mit der Chromnitridschicht für jene mit der Titanitridschicht ein um 12.7 % höherer Wert für die akkumulierte plastische Dehnung ergeben und für jene mit Wolframkarbid 144.8 %. Anhand von Berechnungen ergibt sich für Titanitrid ein um 8 % höherer Wert und für Wolframkarbid um 16 %. Die Berechnungen bestätigen die Tendenzen der Abschätzungen zeigen jedoch auch die Grenzen deutlich auf. Je stärker einzelne Materialparameter voneinander abweichen umso ungenauer wird die Abschätzung. Das zeigt sich bei Wolframkarbid deutlich. Für relativ gute Abschätzungen sollten die Parameter somit nicht um einige 100 % differieren, da hier eine lineare Extrapolation nicht wirklich zulässig ist. Weiters scheint sich bei Wolframkarbid die Abhängigkeit der einzelnen Parameter untereinander zu zeigen. So dürfte hier aufgrund der stark von Stahl variierenden Wärmeleitfähigkeit auch der Elastizitätsmodul schon einen Einfluss auf die akkumulierte plastische Dehnung haben.

Ein Weiterführen der Parameterstudie dürfte sich durchaus sinnvoll erweisen, um anhand zusätzlicher Berechnungen für einzelne Parameter die Abhängigkeiten dieser besser verstehen zu können.

Zudem wären Versuche mit einem anderen Material, welches stärker zyklisch plastifiziert, und in weiterer Folge Simulationen dazu für einen direkten Vergleich von Messungen und Simulation von Interesse.

# Literaturverzeichnis

- [1] <http://www.abaqus.com>
- [2] P. Patsalas, C. Charitidis, S. Logothetidis, *Surface and Coatings Technology* 125 (2000) 335-340.
- [3] L. Cunha, M. Andritschky, K. Pischow, Z. Wang, *Thin Solid Films*, 355-356 (1999) 465-471.
- [4] G. Dour, F. Medjedoub, G. Diaconu, D. Girardin, A. Michrafy, T. Loulou and F. Rézai-Aria, *Size effect in transient thermal fatigue testing and thermo-mechanical screening of coatings*, Proceedings of 7<sup>th</sup> international tooling conference, Turin, (2006) 555-562.
- [5] *ASM Engineered Materials Reference Book*, ASM International, Metals Park, 1989.
- [6] M. K. Meyer, *Report on the feasibility of GFR fuel for minor actinide management*, 2004.
- [7] *Gemlins Handbuch der anorganischen Chemie*, Chrom, Verlag Chemie GmbH., Weinheim, 1962.
- [8] *Gemlins Handbuch der anorganischen Chemie*, Titan, Verlag Chemie GmbH., Weinheim, 1951.
- [9] Francois Cardelli, *Materials Handbook*, Argo-Tech Productions, Boucherville, 2000
- [10] R. Kieffer und F. Benesovsky, *Hartstoffe*, Springer-Verlag, Wien, 1963.
- [11] D.R. Lide, H.P.R. Frederikse, *CRC Handbook of Chemistry and Physics*, CRC Press, 1996-1997.
- [12] L. Cunha, M. Andritschky, K. Pischow, Z. Wang, A. Zarychtac, A.S. Mirandad, A.M. Cunha, *Surface and Coatings Technology* 133-134 (2000) 61-67.
- [13] J.F. Shackelford, W. Alexander, *Materials Science and Engineering Handbook*, CRC Press, 2000.
- [14] M. Lee, R. S. Gilmore, *Journal of material science* 17 (1982) 2657-2660.
- [15] P.H. Mayrhofer, F. Kunc, J. Musil, C. Mitterer, *Thin Solid Films* 415 (2002) 151-159.

- [16] P.H. Mayrhofer, G. Tischler, C. Mitterer, *Surface and Coatings Technology* 14-144 (2001) 78-84.
- [17] D. Gall, C.-S. Shin, T. Spila, M. Ode'n, M. J. H. Senna, J. E. Greene, and I. Petrov, *Journal of applied physics* 91 (2002) Nr. 6.
- [18] M. Oden, C. Ericsson, G. Hakansson, H. Ljungcrantz, *Surface and Coatings Technology* 114 (1999) 39-51.
- [19] R.O.E. Vijgen, J.H. Dautzenber, *Thin Solid Films* 270 (1995) 264-269.
- [20] Fouad Attar, Thomas Johannesson, *Thin Solid Films* 258 (1995) 205-212.
- [21] A.J. Perry, *Thin Solid Films* 193-194 (1990) 463-471.
- [22] I.N. Frantsevich, E.A. Zhurakovskii, A.B. Lyashchenko, *Inorganic Materials* 3 (1967) 6.
- [23] Jyh-Wei Leea, Jenq-Gong Duh, *Surface and Coatings Technology* 188-189 (2004) 655-661.
- [24] Jyh-Wei Lee, Jenq-Gong Duh, Jyh-Hwa Wang, *Surface and Coatings Technology* 168 (2003) 223-230.
- [25] H. Ichimura, I. Ando, *Surface and Coatings Technology* 145 (2001) 88-93.
- [26] Jyh-Wei Lee, Jen-Ching Huang and Jenq-Gong Duh, *Tamkang Journal of Science and Engineering*, 7, Nr. 4 (2004) 237.
- [27] Hong-Ying Chen, Cho-Jen Tsai, Fu-Hsing Lu, *Surface and Coatings Technology* 184 (2004) 69-73.
- [28] H. Holleck, *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 4 (1986) 2661-2669.
- [29] Jyh-Wei Lee, Shih-Kang Tien, Yu-Chu Kuo, Chih-Ming Chen, *Surface and Coatings Technology* 200 (2006) 3330-3335.
- [30] Saki Krishnamurthy, Ivar E. Reimanis, John Berger, Elizabeth Drexler, *Journal of the American Ceramic Society*, 87 (2004) 1306-1313.
- [31] C. Ducros, F. Sanchette, *Surface and Coatings Technology* 201 (2006) 1045-1052.
- [32] G. Wei, A. Rar, J.A. Barnard, *Thin Solid Films* 398-399 (2001) 460-464.
- [33] D. Mercsa, N. Bonassoa, S. Naamanea, Jean-Michel Bordesb, C. Coddet, *Surface and Coatings Technology* 200 (2005) 403-407.
- [34] Jyh-Wei Lee, Shih-Kang Tien, Yu-Chu Kuo, *Thin Solid Films* 494 (2006) 161-167.
- [35] D. Schneider, M.D. Tucker, *Thin Solid Films* 290-291 (1996) 305-311.

- [36] J.A. Sue, A.J. Perry, J. Vetter, *Young's modulus and stress of CrN deposited by cathodic vacuum arc evaporation*, Proc. Int. Conf. Metallurgical Coatings and Thin Films, San Diego, CA, 1994.
- [37] J. Russias, S. Cardinal, J. Fontaine, G. Fantozzi, C. Esnouf, K. Bienvenu, *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials* 23 (2005) 344-349.
- [38] Hideyuki Kuwahara, Naoko Mazaki, Makoto Takahashi, Tomotaro Watanabe, Xu Yang, Tatsuhiko Aizawa, *Materials Science and Engineering A* 319-321 (2001) 687-691.
- [39] P.T.B. Shaffer, *Plenum Press Handbook of High Temperature Materials.*, Materials Index Plenum Press, New York, 1964.
- [40] Xinxin Ma, Guangze Tang, Mingren Sun, Ken Yukimura, *Surface and Coatings Technology* 196 (2005) 100-103.
- [41] Taek-Soo Kim, Sang-Shik Park, Byong-Taek Lee, *Materials Letters* 59 (2005) 3929-3932.
- [42] E. Török, A. Perry, L. Chollet, W.D. Sproul, *Thin Solid Films*, 153 (1987) 37-43.
- [43] J.O. Kim, J.D. Achenbach, P.B. Mirkarimi, M. Shinn, S.A. Barnett, *Journal of Applied Physics* 72(5) (1992) 1805-1811.
- [44] S. Neshpor, G.V. Samsonov, *Fiz. Met. Metalloved.* 4 (1957) 181.
- [45] P.H. Mayrhofer, C. Mitterer, J. Musila, *Surface and Coatings Technology* 174-175 (2003) 725-731.
- [46] L.E. Toth, *Transition Metal Carbides and Nitrides*, Academic, New York, 1971.
- [47] M. Wittling, A. Bendavid, P.J. Martin, M.V. Swain, *Thin Solid Films* 270 (1995) 283-288.
- [48] James E. Krzanowski, Jose L. Endrino, *Materials Letters* 58 (2004) 3437-3440.
- [49] M. Gubischa, Y. Liub, L. Spiessa, H. Romanusa, S. Krischokb, G. Ecker, J.A. Schaeferb, Ch. Knedlik, *Thin Solid Films* 488 (2005) 132-139.
- [50] P. Ettmayer, W. Lengauer, *Carbides: Transition metal solid-state chemistry*, in: *Encyclopedia of Inorganic Chemistry*, Wiley, New York, 1994, p. 519-531.
- [51] A.T. Santhanam, *Introduction to the chemistry of transition metal carbides and nitrides*, in: S.T. Oyama (Ed.), *Transition Metal Carbides and Nitrides: Application of Transition Metal Carbides and Nitrides in Industrial Tools*, Blackie Acad. and Prof., London, 1996, Chap. 2, p. 28.
- [52] E. Eiper, *In-Situ Röntgendiffraktion zur Charakterisierung von mechanischen Spannungen in dünnen Schichten*, Dissertation, Leoben, 2006.

- [53] M. Birkholz, *Thin Film Analysis by X-Ray Scattering*, WILEY-VCH Verlag GmbH und Co. KGaA, Weinheim, 2006.
- [54] <http://www.asmec.de>
- [55] J. Lemaitre, J. Chaboche, *Mechanics of solid materials*, Cambridge University Press, Cambridge, 1990.
- [56] W. Ecker, R. Ebner, E. Kaschnitz, S. Masoner, M. Leindl, H. Köberl, Tagungsband: 1. Leobener Betriebsfestigkeitstage, 2006, 221-234.
- [57] K.L. Johnson, *The application of shakedown principles in rolling and sliding contact*, Eur. J. Mech., A/Solids 11(Special Issue) (1992) 155-172.