Entwicklung und Charakterisierung siliziumcarbonitridbasierter Beschichtungen für thermisch hoch beanspruchte Bauteile

Vom Fachbereich Maschinenbau

an der Technischen Universität Darmstadt

zur Erlangung des Grades eines Doktor-Ingenieurs (Dr.-Ing.)

genehmigte

DISSERTATION

vorgelegt von

Dipl.-Ing. Casper Pusch

aus Darmstadt

Berichterstatter:	Prof. Dr.-Ing. Matthias Oechsner
Mitberichterstatter:	Prof. Dr. rer. nat. Dr. h. c. Ralf Riedel
Tag der Einreichung:	21.10.2014
Tag der mündlichen Prüfung:	13.01.2015

Darmstadt 2015

D17

Schriftenreihe des Zentrums für Konstruktionswerkstoffe
(MPA + IfW): "Werkstofftechnologie"

Casper Pusch

Entwicklung und Charakterisierung siliziumcarbonitridbasierter Beschichtungen für thermisch hoch beanspruchte Bauteile

D 17 (Diss. TU Darmstadt)

Shaker Verlag
Aachen 2015

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek
Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über http://dnb.d-nb.de abrufbar.

Zugl.: Darmstadt, Techn. Univ., Diss., 2015

Copyright Shaker Verlag 2015
Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8440-3468-4
ISSN 2363-779X

Shaker Verlag GmbH • Postfach 101818 • 52018 Aachen
Telefon: 02407 / 95 96 - 0 • Telefax: 02407 / 95 96 - 9
Internet: www.shaker.de • E-Mail: info@shaker.de

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Zentrum für Konstruktionswerkstoffe, Fachgebiet und Institut für Werkstoffkunde der Technischen Universität Darmstadt (IfW) und der Staatlichen Materialprüfungsanstalt Darmstadt (MPA) im Kompetenzbereich Werkstoffanalytik.

Der ehemaligen Leiterin Frau Prof. Dr.-Ing. Christina Berger und dem heutigen Leiter des Zentrums für Konstruktionswerkstoffe (MPA/IfW) der TU Darmstadt, Herrn Prof. Dr.-Ing. Matthias Oechsner, danke ich für die Schaffung der Voraussetzungen zur Durchführung der vorliegenden Arbeit sowie für die Möglichkeiten, meine Forschungsergebnisse auf internationalen Konferenzen präsentieren zu können. Darüber hinaus möchte ich mich für die intensive Förderung und die mir übertragene Verantwortung bedanken. Herrn Prof. Dr.-Ing. Matthias Oechsner danke ich außerdem für die Annahme des Hauptreferats der vorliegenden Arbeit sowie die fruchtbare wissenschaftliche Diskussion und Betreuung.

Weiterhin danke ich Herrn Prof. Dr. Dr. h. c. Ralf Riedel für die Annahme des Koreferats der vorliegenden Dissertation.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Dr.-Ing. Holger Hoche, Leiter des Kompetenzbereichs Werkstoffanalytik, für die langjährige, vertrauensvolle Zusammenarbeit, die fachliche Betreuung der vorliegenden Dissertation, die hilfreichen Diskussionen, meine wissenschaftliche Förderung sowie die immer sehr angenehme Atmosphäre.

Ganz herzlich möchte ich mich für die Durchführung der Raman-Analysen bei Herrn Dr. rer. nat. Emanuel Ionescu und Herrn Dipl.-Ing. Amon Klausmann und für die Durchführung der Thermogravimetrieanalysen bei Frau Dipl.-Ing. Claudia Fasel bedanken. Darüber hinaus bedanke ich mich bei Herrn Apl. Prof. Dr. Andreas Klein und seinen Mitarbeitern für die Durchführung der XPS-Analysen.

Dank sagen möchte ich auch allen Kolleginnen und Kollegen des Zentrums für Konstruktionswerkstoffe, die mich bei meiner Arbeit fachlich unterstützt haben und zu einer angenehmen Arbeitsatmosphäre beigetragen haben, besonders den Kollegen im Kompetenzbereich Werkstoffanalytik, Dr. rer. nat. Dominik Körber, Dipl.-Min. Jasmin Biehler, Dr.-Ing. Rainer Hill, Dipl.-Ing. Heiko Daum, Franziska Gollhardt, Heike Karpenstein, Dieter Mohr, Jutta Pleikies, Heidi Schweitzer, Petra Stehle, Meike Szabo, Thomas Weimar, Dipl.-

Ing. Ingeborg Gärtner und Matthias Ringsdorf sowie den ehemaligen Kollegen Dr.-Ing. Rainer Landgrebe, Dr.-Ing. Andreas Fiedler und Dr.-Ing. Daniela Schwerdt. Besonders möchte ich mich bei meinem ehemaligen (Büro-)Kollegen Herrn Dr.-Ing. Stefan Groß für die stets hilfreichen Diskussionen und Unterstützungen und das stets sehr gute Büroklima bedanken. Ferner gilt mein Dank für stets hilfreiche fachliche Unterstützung und Anregungen der PVD-Gruppe mit Dr. rer. nat. Herbert Scheerer, Dr.-Ing. Udo Depner-Miller, Emmerich Eckert und M.Sc. Markus König.

Außerdem möchte ich mich bei den z. T. ehemaligen Studenten Annette Wegner, Christopher Rehl, Jesus Gabriel Tajmani Bolognesi, Sascha Stelljes, Wladislav Schmidt, Yuriy Leon Shkolnikov, Jelena Elzer, Benjamin Juretzka, Martin Reimann, Jens Michael Retzlaff und Mathis Kreis bedanken, die mich durch ihre Tätigkeiten tatkräftig bei der vorliegenden Arbeit unterstützt haben.

Mein ganz besonderer Dank geht an meine Eltern, die mich jederzeit unterstützt und meine Ausbildung stets gefördert haben und somit den Grundstein für meinen Werdegang gelegt haben. Mein größter Dank geht an meine Frau Maria, die stets liebevoll an meiner Seite steht und die mich im privaten Bereich sehr unterstützt hat, so dass ich den Freiraum zur Erstellung dieser Arbeit hatte.

Inhaltsverzeichnis

Abkürzungsverzeichnis ..... **III**

1 Einleitung **5**

2 Stand der Wissenschaft **7**

2.1 Siliziumcarbonitrid (SiCN)-Schichten 7

2.1.1 Synthese von SiCN-Schichten 7

2.1.2 Eigenschaften von SiCN-Schichten 9

2.1.3 Potenzielle Anwendungen für SiCN-Schichten 13

2.2 Quaternäre Schichten auf Basis von SiXCN 13

3 Motivation, Zielsetzung und Vorgehensweise der Arbeit **17**

3.1 Motivation der Arbeit 17

3.2 Zielsetzung der Arbeit 18

3.3 Vorgehensweise 19

4 Angewandte Prüf- und Untersuchungsmethoden **22**

4.1 Chemisch-strukturelle Schichtcharakterisierung 22

4.2 Mechanisch-technologische Schichtcharakterisierung 23

4.3 Thermische Schichtcharakterisierung 23

4.4 Reaktive Magnetronzerstäubung 24

4.5 Plasmaunterstützte chemische Gasphasenabscheidung (PA-CVD) 28

5 Ergebnisse der Untersuchungen **30**

5.1 PVD-Schichten 30

5.1.1 Primäre Beschichtungsparameter 34

5.1.1.1 Targetleistung 34

5.1.1.2 Targetzusammensetzung 35

5.1.1.3 Reaktivgasflüsse 61

5.1.2 Sekundäre Beschichtungsparameter 72

5.1.2.1 Substratätzen 73

5.1.2.2 Bias-Spannung 81

5.1.2.3 Sputtermodus 83

5.1.2.4 HiPIMS-Parameter 94

5.1.3 Thermische Stabilität der Schicht-Substrat-Verbundsysteme 100
5.1.3.1 Makroskopisches Erscheinungsbild 100
5.1.3.2 Chemische Zusammensetzung der Schicht 103
5.1.3.3 Strukturelle Eigenschaften 110
5.1.3.4 Mechanische Eigenschaften 113
5.1.3.5 Zusammenfassung der Ergebnisse 115
5.2 PA-CVD-Schichten 116
5.2.1 Einfluss der Beschichtungsparameter 117
5.2.1.1 Precursorfluss 117
5.2.1.2 Gesamtdruck 122
5.2.1.3 MF-Bias-Spannung 124
5.2.2 Zusammenfassung der Ergebnisse 126
5.3 Vergleich der PA-CVD-Schichten mit den PVD-Schichten 127

6 Zusammenfassung und Ausblick 131

6.1 Zusammenfassung 131
6.2 Ausblick 134

7 Abbildungsverzeichnis 136
8 Tabellenverzeichnis 142
9 Literaturverzeichnis 144
Anhang 153
Lebenslauf 170
Publikationsliste 171