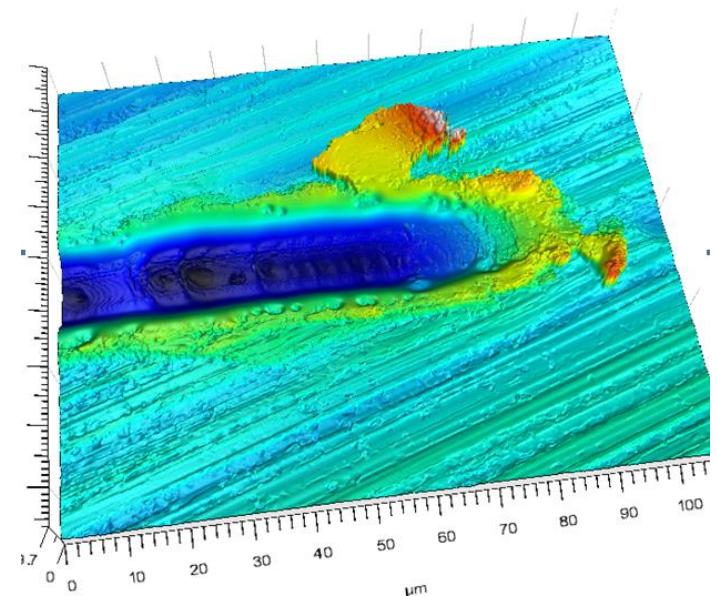
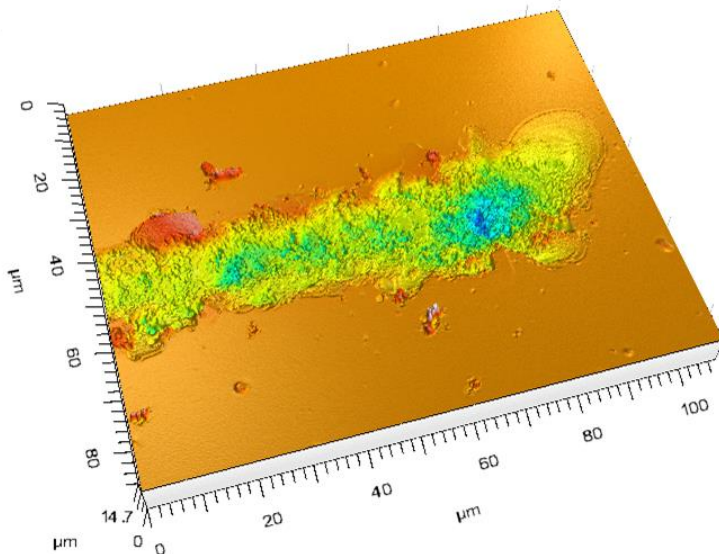


Anwendung von Mikro-Scatchtests in Kombination mit Spannungsrechnungen zur Schichthaftungsuntersuchung

Thomas Chudoba, ASMEC GmbH

t.chudoba@asmec.de



Inhalt

1. Der Scratchtest und seine Probleme
2. Spannungsrechnungen – Teil 1
3. Bestimmung der Spitzenform
4. Der Mikro-Scratchtest – Anwendungsbeispiele
 - 4.1. Fehlermode L_{C0} oder L_Y = elastisch – plastischer Übergang
 - 4.2. Fehlermode L_{C1} = Beginn von Rissen
 - 4.3. Fehlermode L_{C3} = Schichtablösung
 - 4.4. Multi-Pass Scratchtest
5. Spannungsrechnungen – Teil 2

Wozu braucht man Scratchtests ?



Ob sich eine Oberfläche zerkratzen lässt hängt davon ab wie hart und wie spitz der Gegenkörper ist. Dies soll mit Labormitteln reproduzierbar untersucht werden.

Analyse der charakteristischen Belastungen

Dynamische



Statische Last



Verschleißpartikel

R2

V

1-2 μm (typical)

R1

Gegenkörper

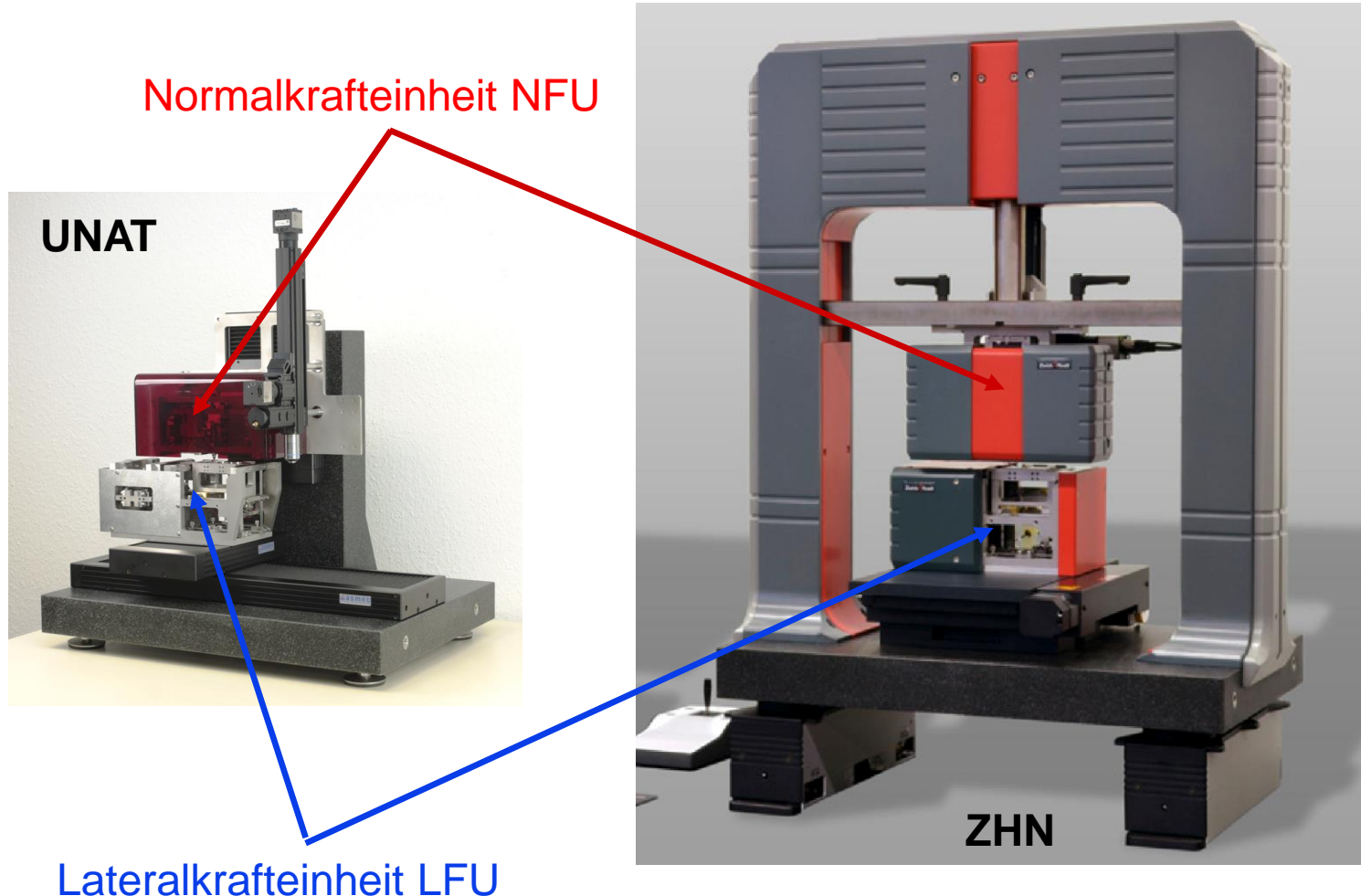
Failure

Rauigkeiten

Schicht

Um die Fehlerursachen zu finden muss man sich in die Dimensionen der Rauigkeiten und Verschleißpartikel begeben \rightarrow Das erfordert hohe Auflösung.

Alle vorgestellten Untersuchungen wurden mit dem Universellen Nanomechanischer Tester UNAT oder ZHN durchgeführt

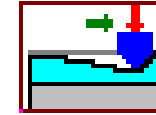


1. Der Scratchtest und seine Probleme

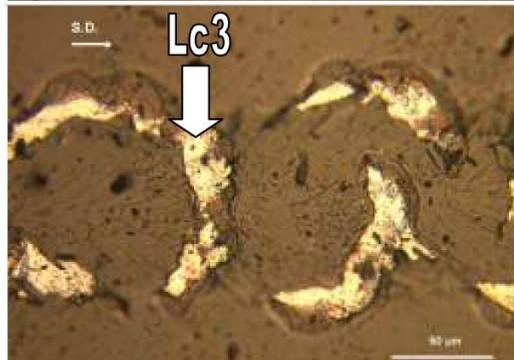
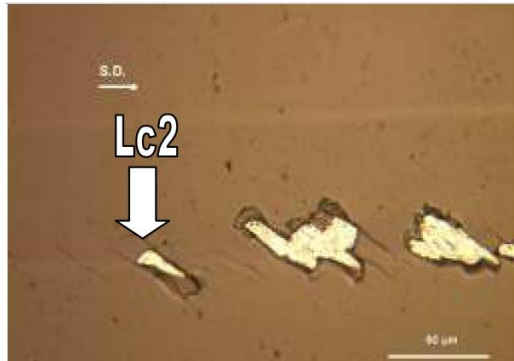
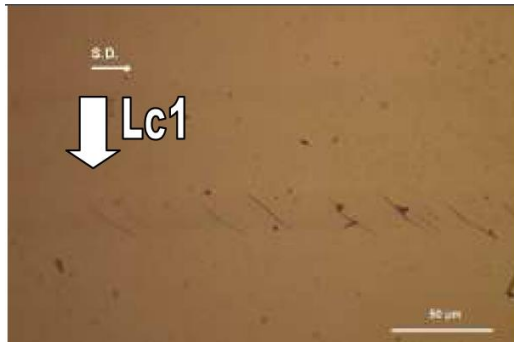
Scratchtest oder Ritztest – semi-quantitativer Test zur Bestimmung der Schichthftung und des Schichtversagens

Vorrangig eingesetzt bei harten Schichten mit Dicken bis $10\mu\text{m}$
aber auch bei Polymerschichten

Scratchtest



Parameter (typisch)	Mikro-Scratchtest	Makro-Scratchtest
Indenterradius	1 – 20 μm	200 μm (Rockwell)
Normalkraft	0,01 – 2 N	1 – 100 N
Scratchlänge	10 - 500 μm	5 - 20 mm
Geschwindigkeit	5-50 $\mu\text{m/s}$	50 - 500 $\mu\text{m/s}$
Tiefenmessung	verfügbar	nicht verfügbar
Stress Maximum	in der Schicht, am Interface	im Substrat
Rauheitseinfluss	gering	hoch
Spitzenverschleiß	mittel	hoch
Optische Auswertung	teilweise	immer



Auswertung über die Definition kritischer Lasten

L_{C1} - erste Risse in der Schicht

L_{C2} - erste Ausplatzungen am Rand der Spur

L_{C3} - Ablösung der Schicht und Sichtbarkeit des Substrates

Teilweise wird L_{C3} auch mit L_{C2} bezeichnet da L_{C2} oft nicht gemessen werden kann – Bezeichnung nicht eindeutig.

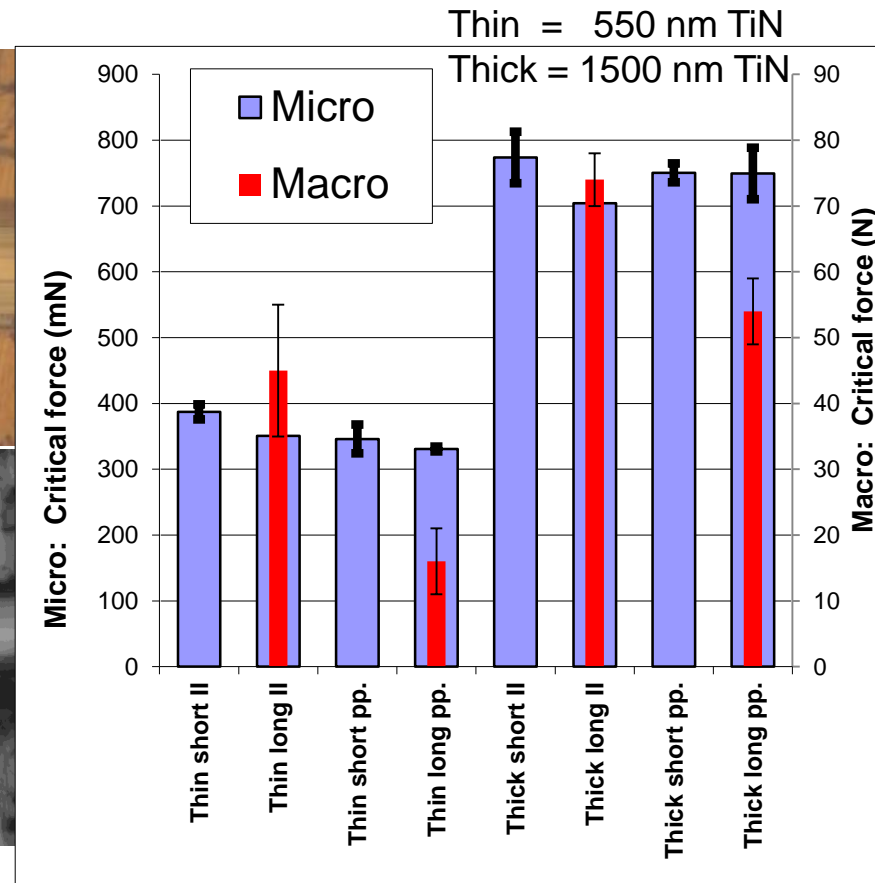
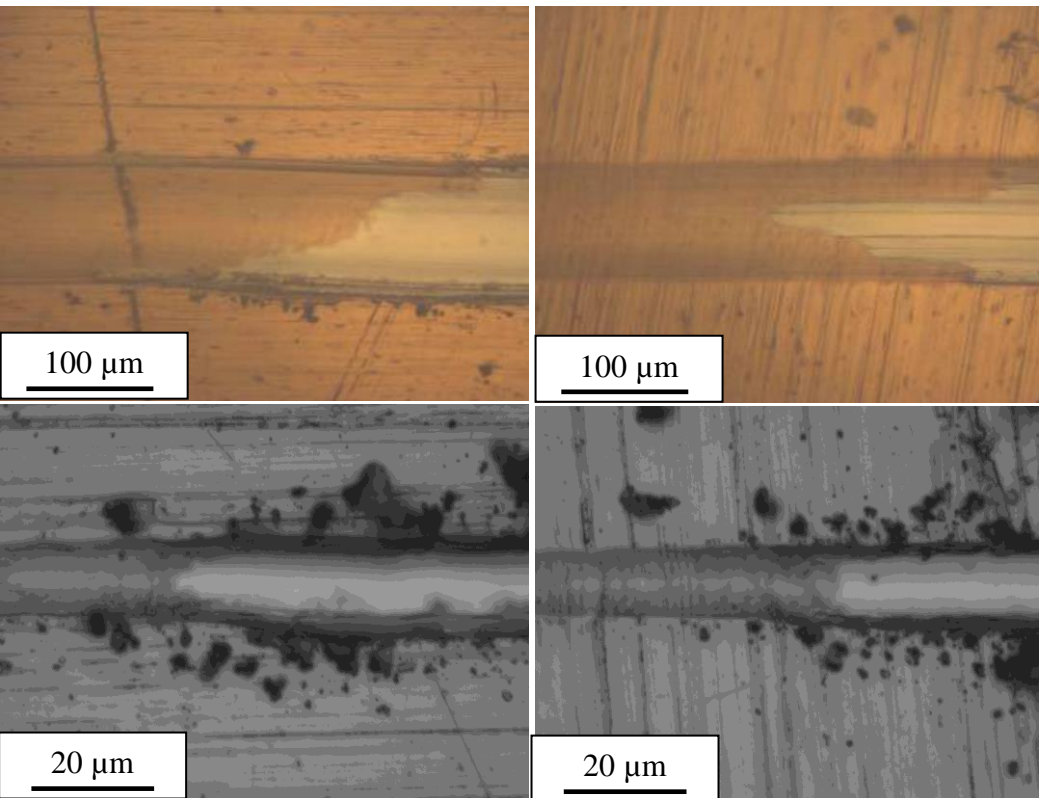
Problem: Die Definitionen sind nicht sehr exakt und auflösungsabhängig

Bilder aus: The certification of critical coating failure loads: a reference material for scratch testing according to ENV 1071-3: 1994
IRMM (European Institute for Reference Materials)

Makro-Scratchtest versus Mikro-Scratchtest

(aus EU-Projekt Nanoindent)

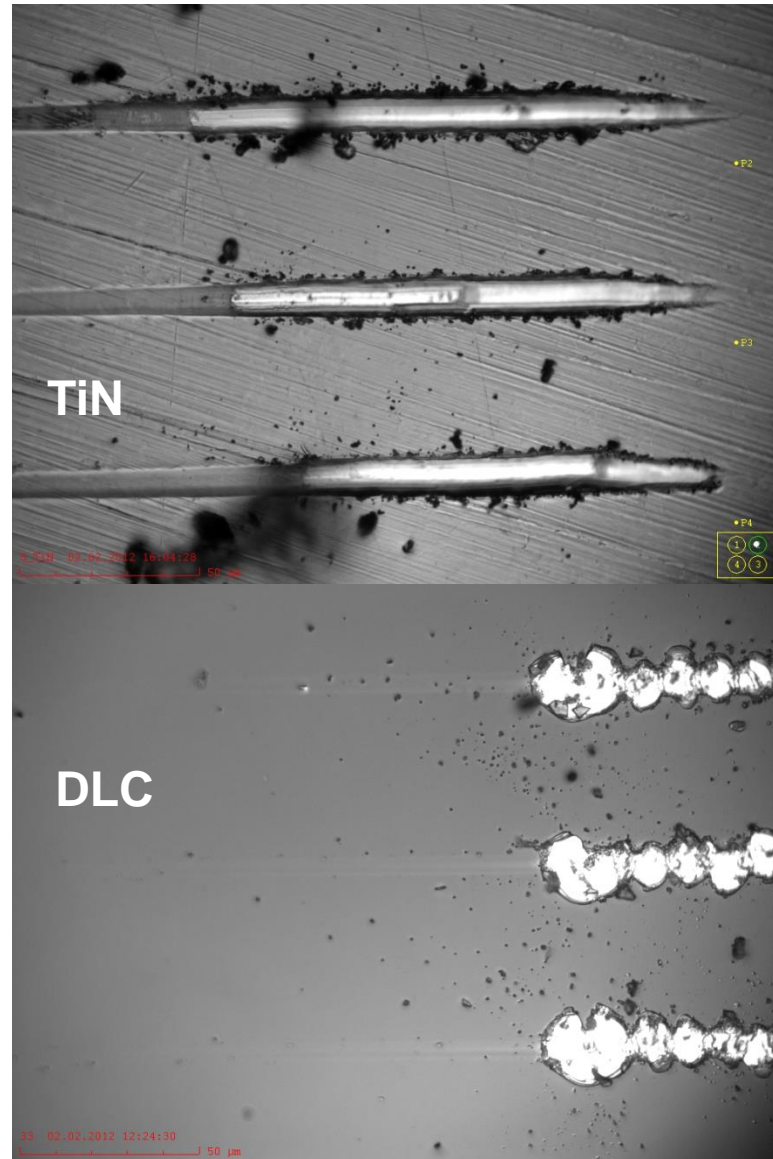
550 nm TiN on steel



Beim Makro-Scratchtest gibt es einen deutlichen Unterschied in der kritischen Kraft je nach Ausrichtung zu den Rauheiten.
parallel = pp senkrecht = II.

Aus EU-Projekt Nanoindent

Probe	Spitzen-Radius / μm	Kritische Kraft mN
0,55 μm TiN	6,3	357,10
auf Stahl	9,3	483,42
	10,4	368,90
0,94 μm DLC	6,3	80,02
auf Silizium	9,3	129,03
	10,4	135,70

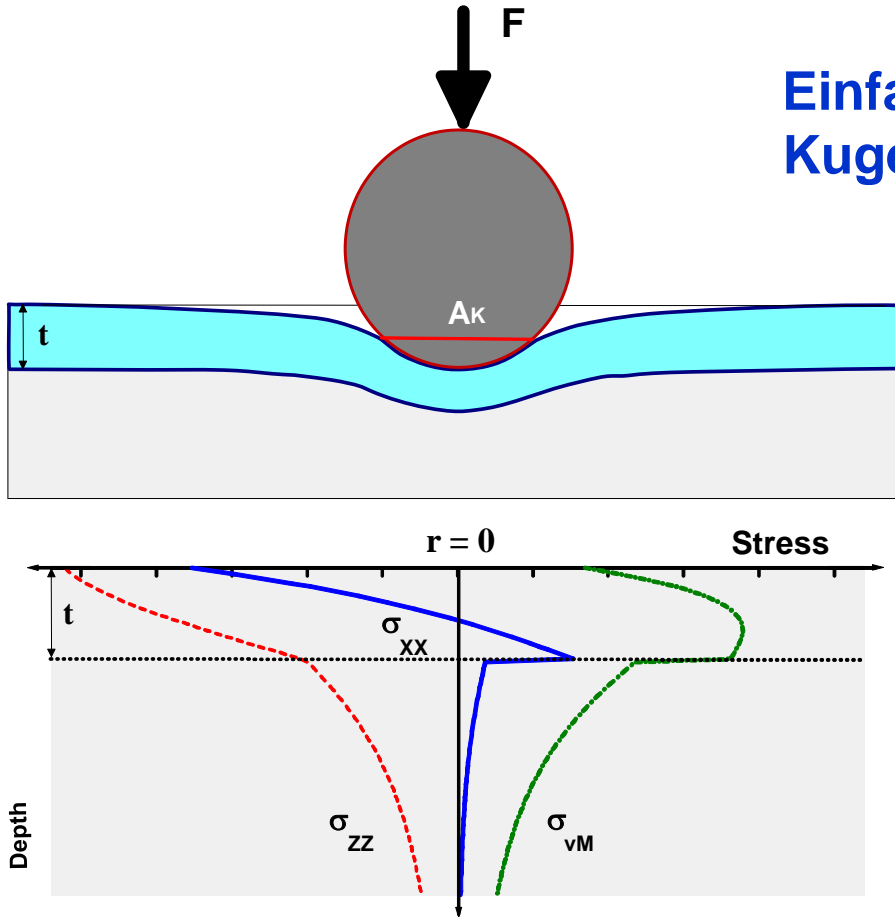


Fehlermode Lc2 nicht vorhanden

Fehlermode Lc1 optisch nicht auflösbar

2. Spannungsrechnungen – Teil 1

Einfaches Modell:
Kugel auf beschichteter Oberfläche



Modellannahmen

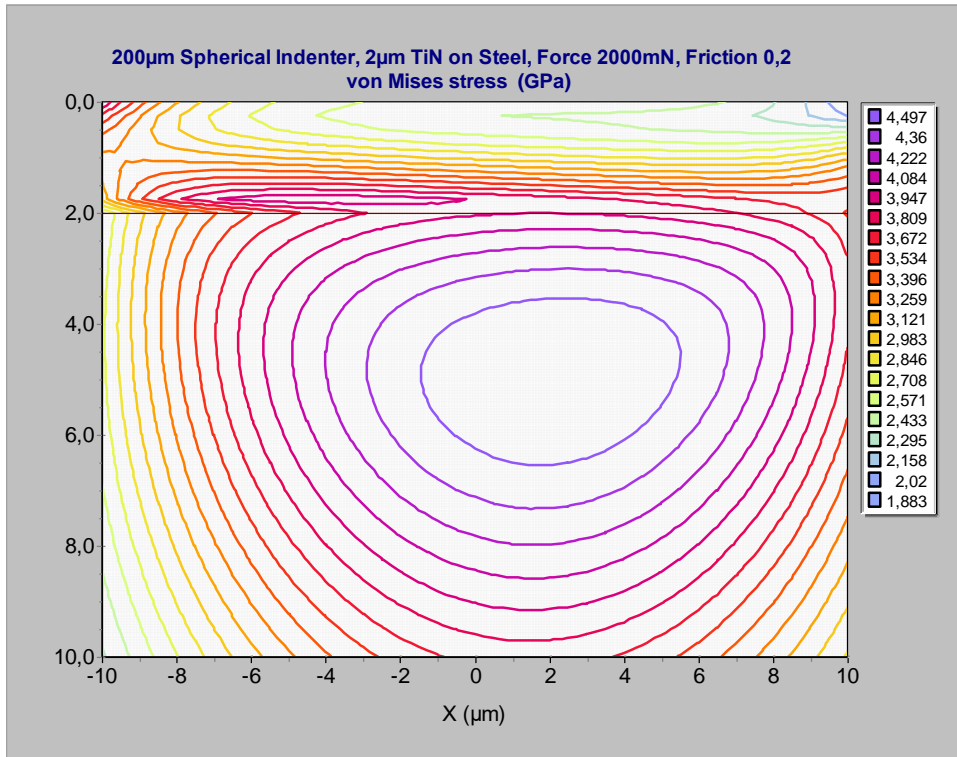
Rein elastische Deformation

Ideale Kugelform (Hertz-Modell)

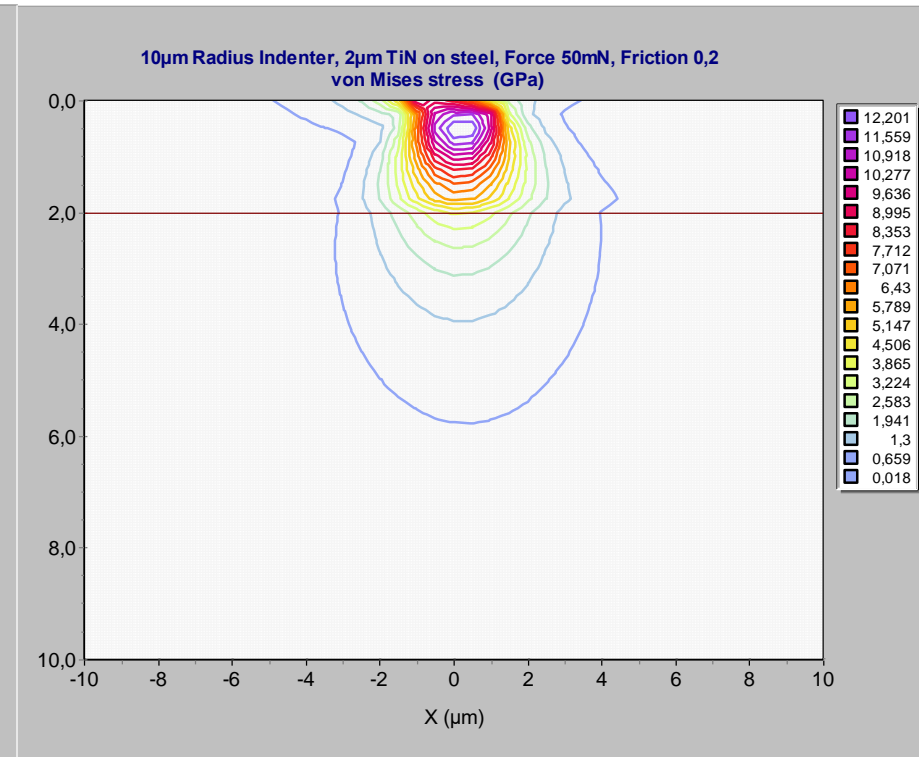
Ideal glatte Oberfläche und
Grenzflächen

Berechnung des Hertzschen Druckprofils und der von Mises Spannung

Von Mises Spannungsfeld in der Oberfläche einer 2 μ m dicken harten Schicht auf Stahl bei Scratchtests mit Spitzen verschiedener Radien.



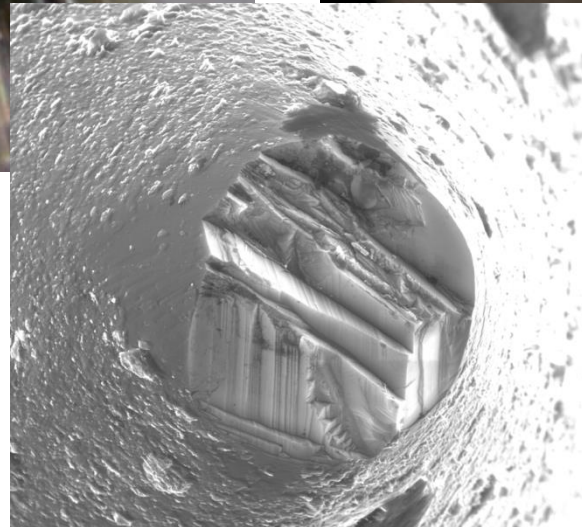
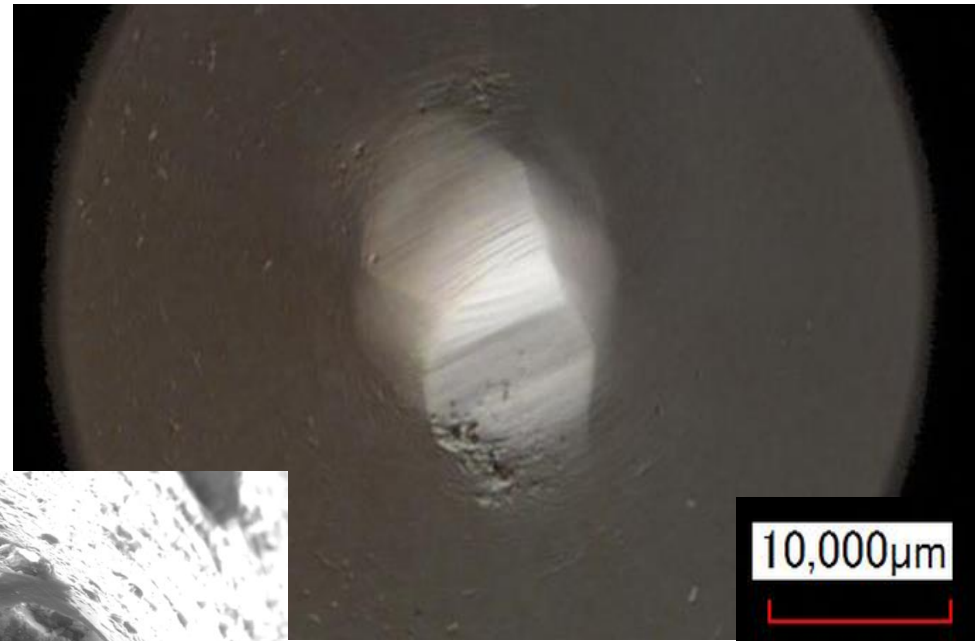
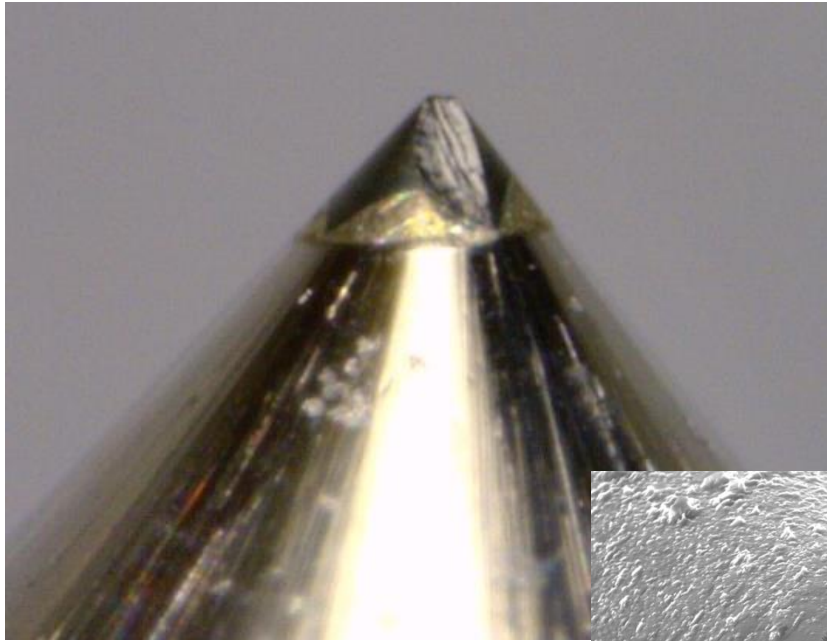
200 μ m Radius



10 μ m Radius

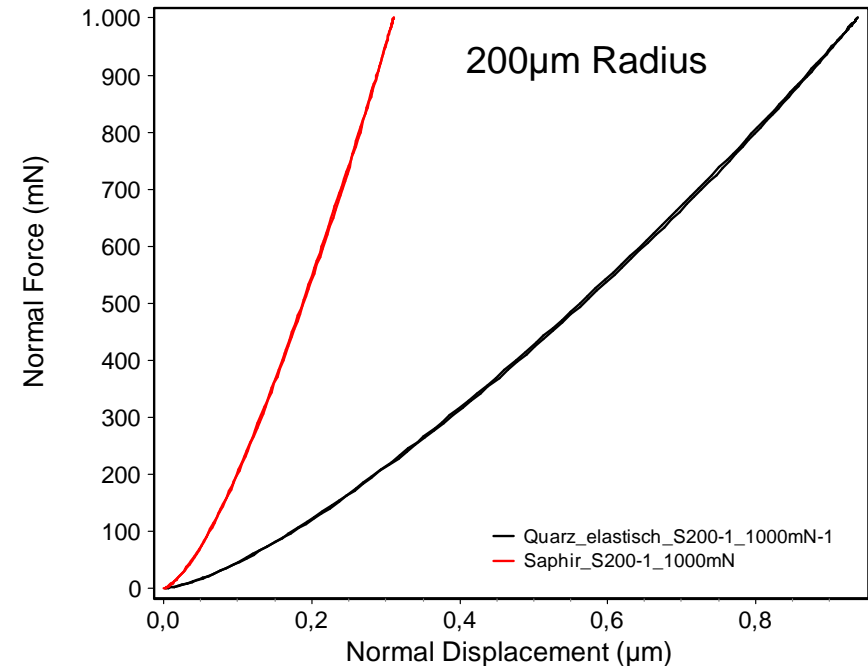
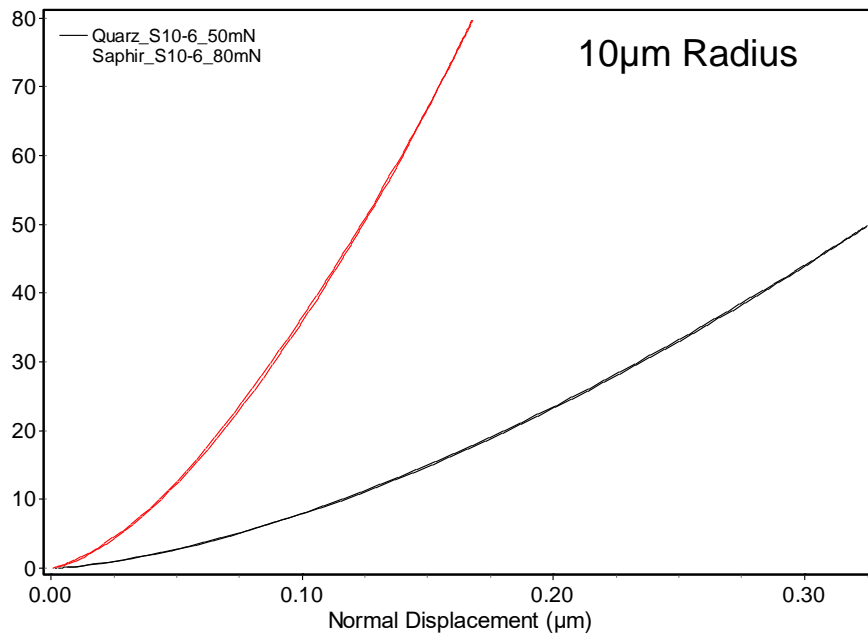
Der erste Fehler konventioneller Scratchtests (Rockwell) passiert meist im Substrat.

3. Bestimmung der Spitzenform



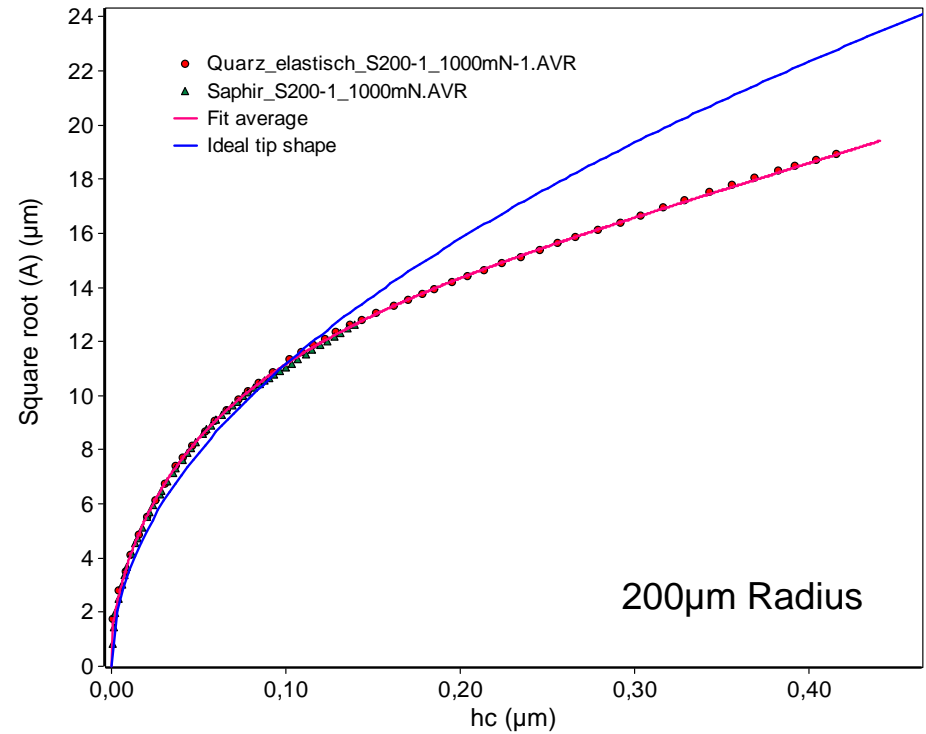
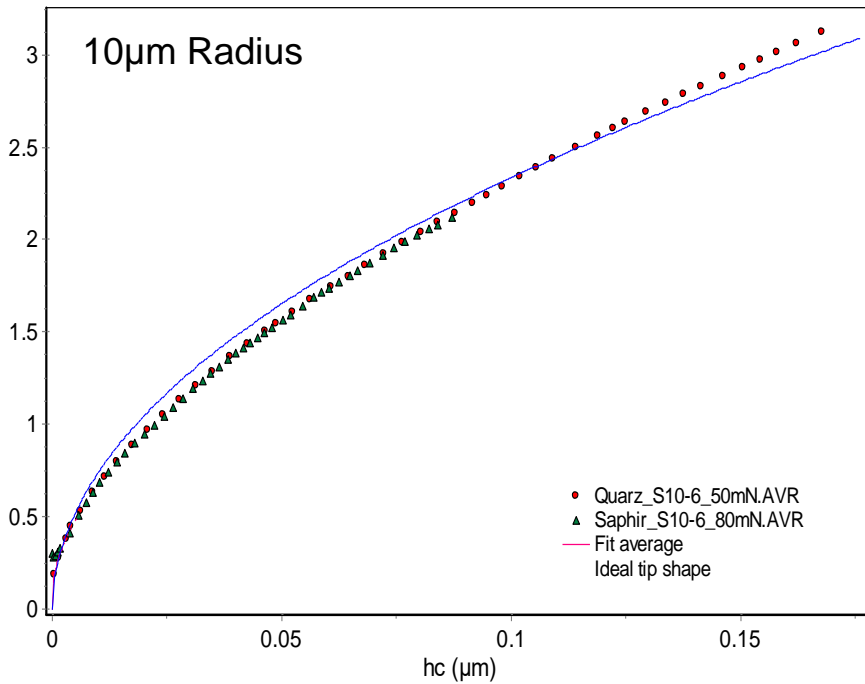
Beispiele für defekte und abgenutzte Spitzen

Bestimmung der realen Spitzenform durch vollständig elastische Messungen von zwei Referenzmaterialien



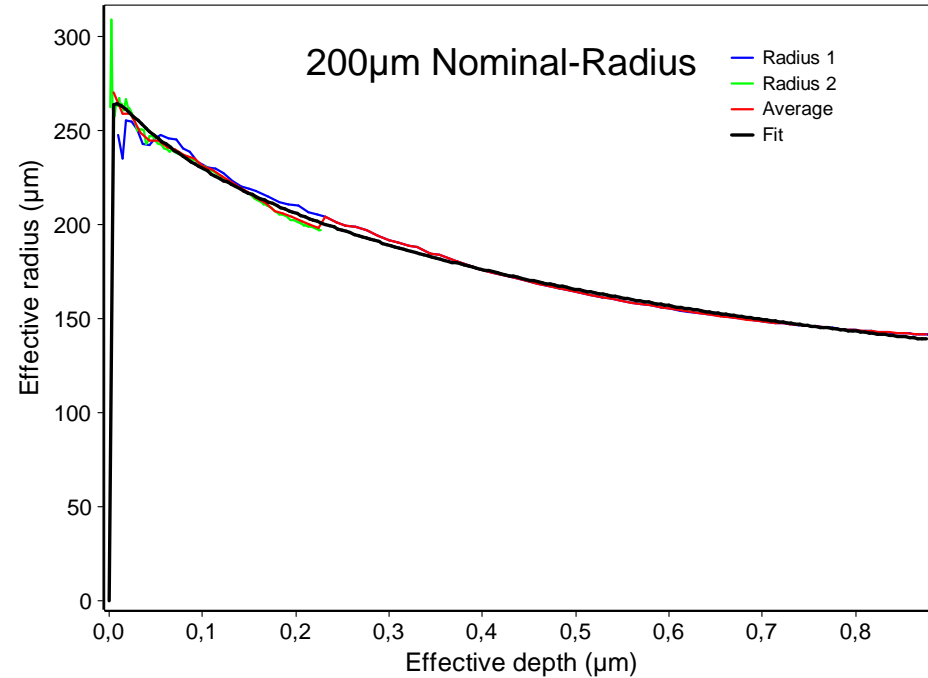
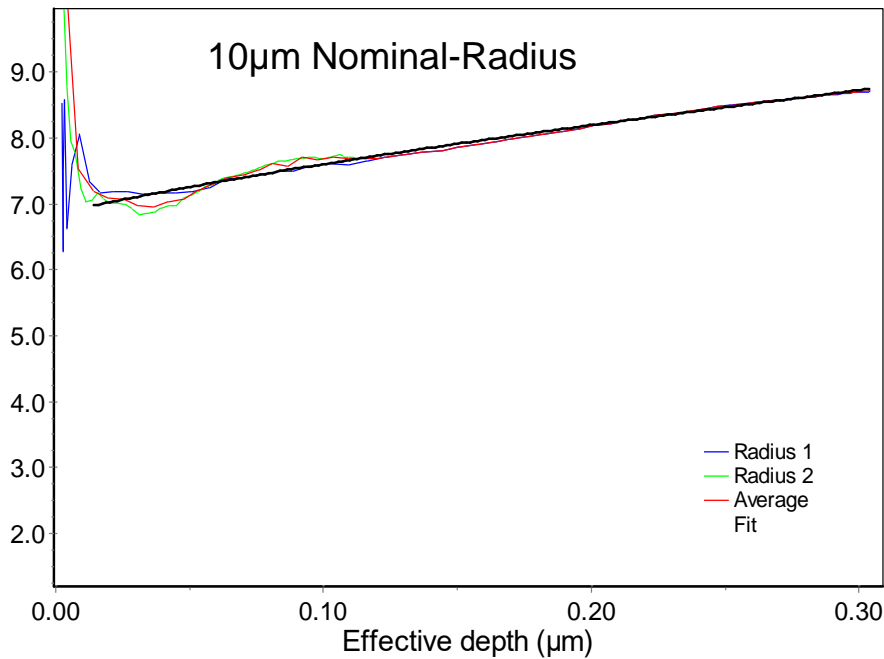
Be- und Entlastungskurven (nicht unterscheidbar) von Quarzglas und Saphir

Flächenfunktion als Wurzel der Fläche über der Kontakttiefe

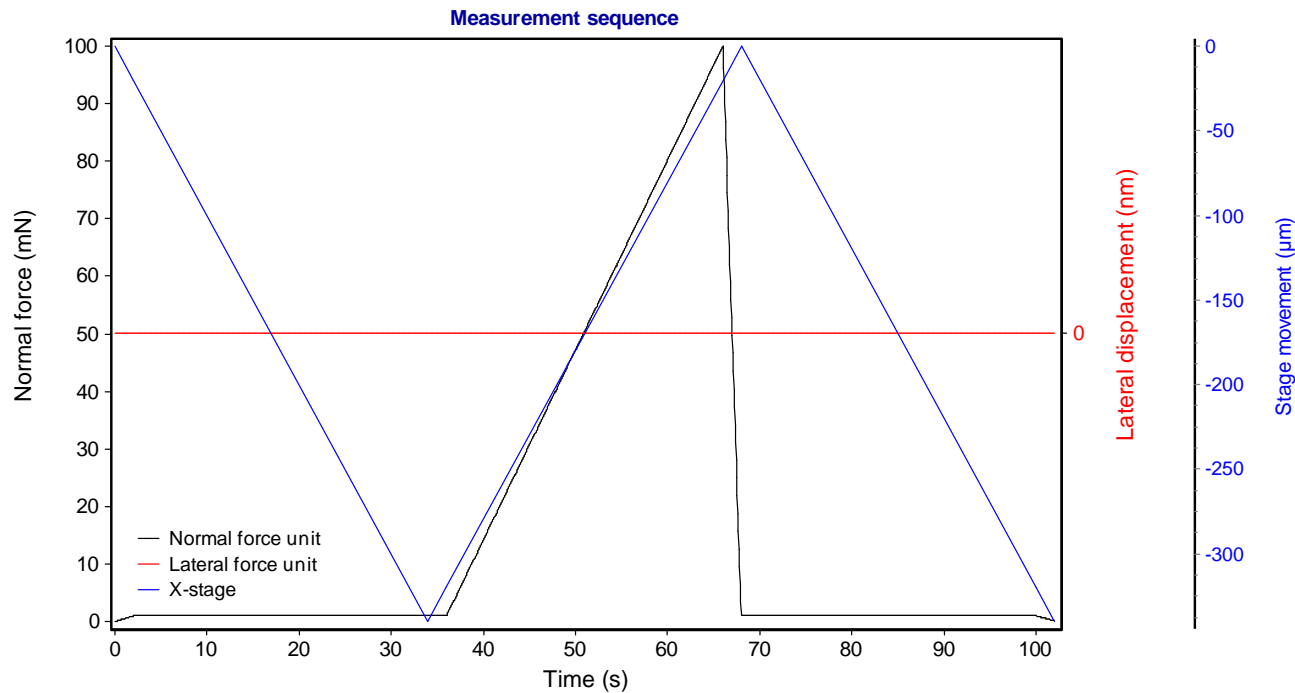
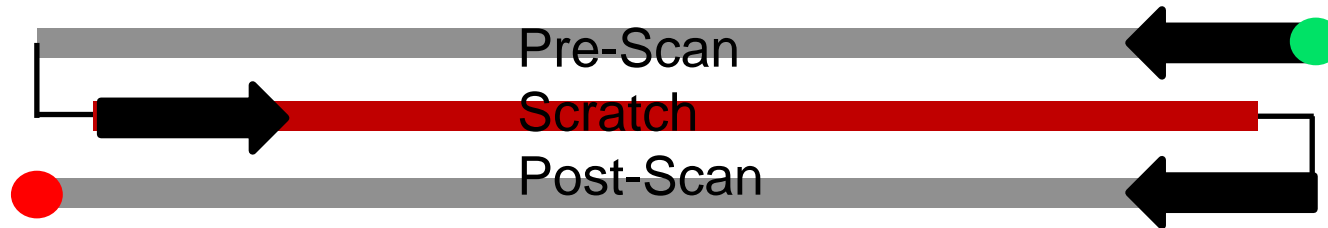


Radiusfunktion

Es gibt deutliche Abweichungen von der Idealform. Der Radius im äußersten Bereich ist nicht konstant.



4. Der Mikro-Scratchtest - Anwendungsbeispiele

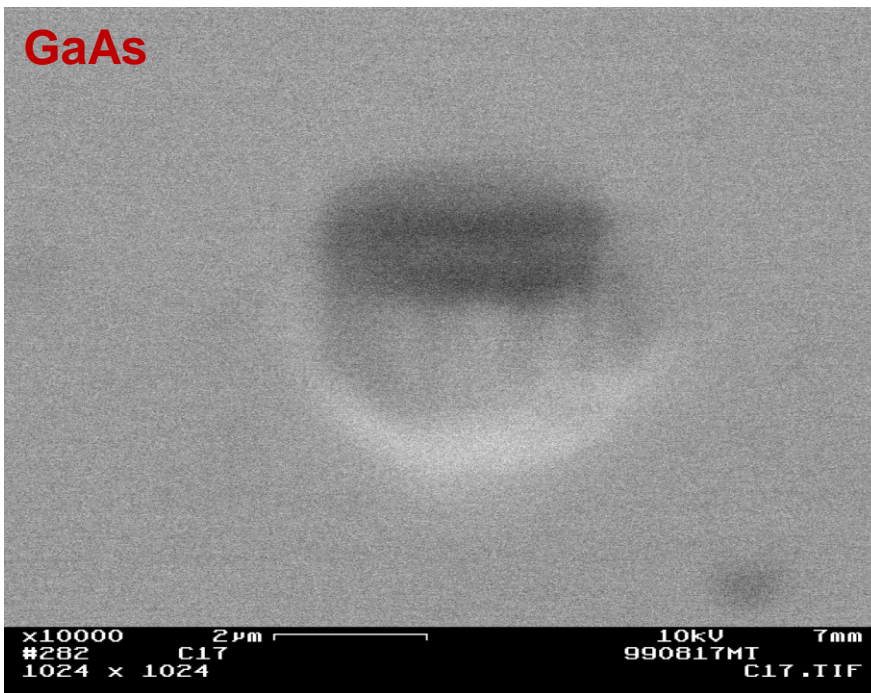


4.1. Fehlermode L_{C0} oder L_Y = elastisch – plastischer Übergang

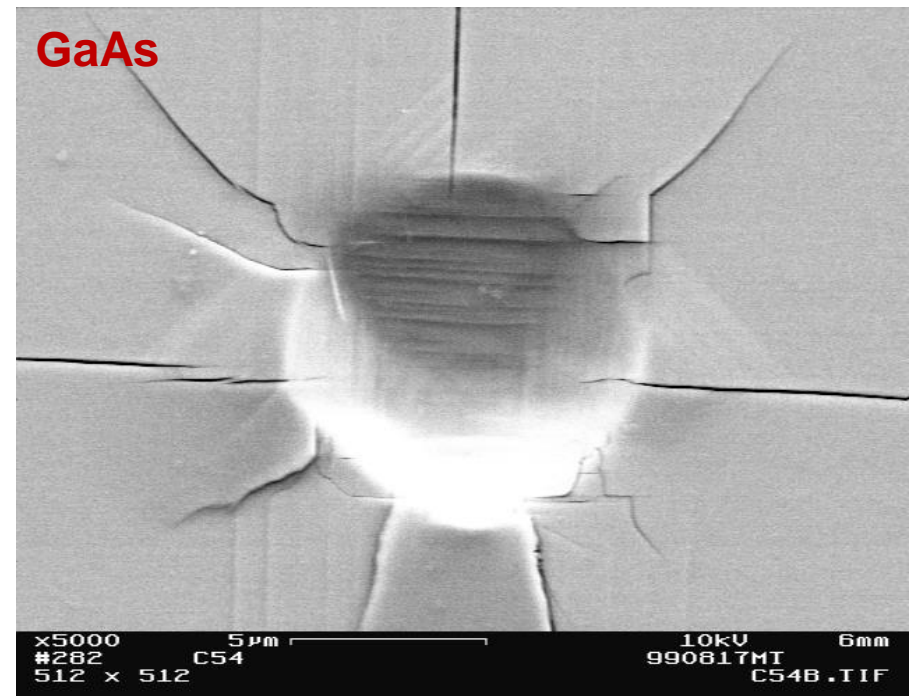
Besonderheit des Mikro- oder Nano-Scratchtest mit Tiefenmessung

Gibt es plastische Deformation in spröden Materialien?

Ja, es ist eine Frage der Dimension!



Geringe Last

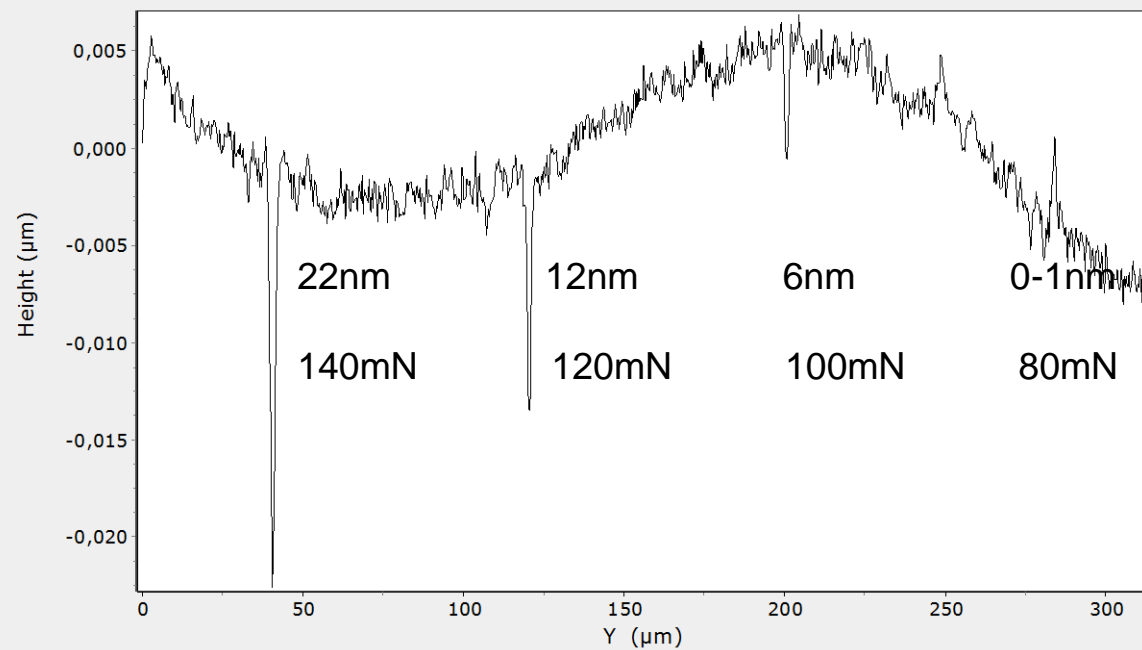


Höhere Last

4µm Radius Indenter in GaAs

Verschleißtests an Quarzglas (100 Zyklen)

Bestimmung der Verschleißtiefe durch Scan senkrecht
Durch die Verschleißspur mit derselben Spitze



5 Tests im Abstand von 80µm übereinander

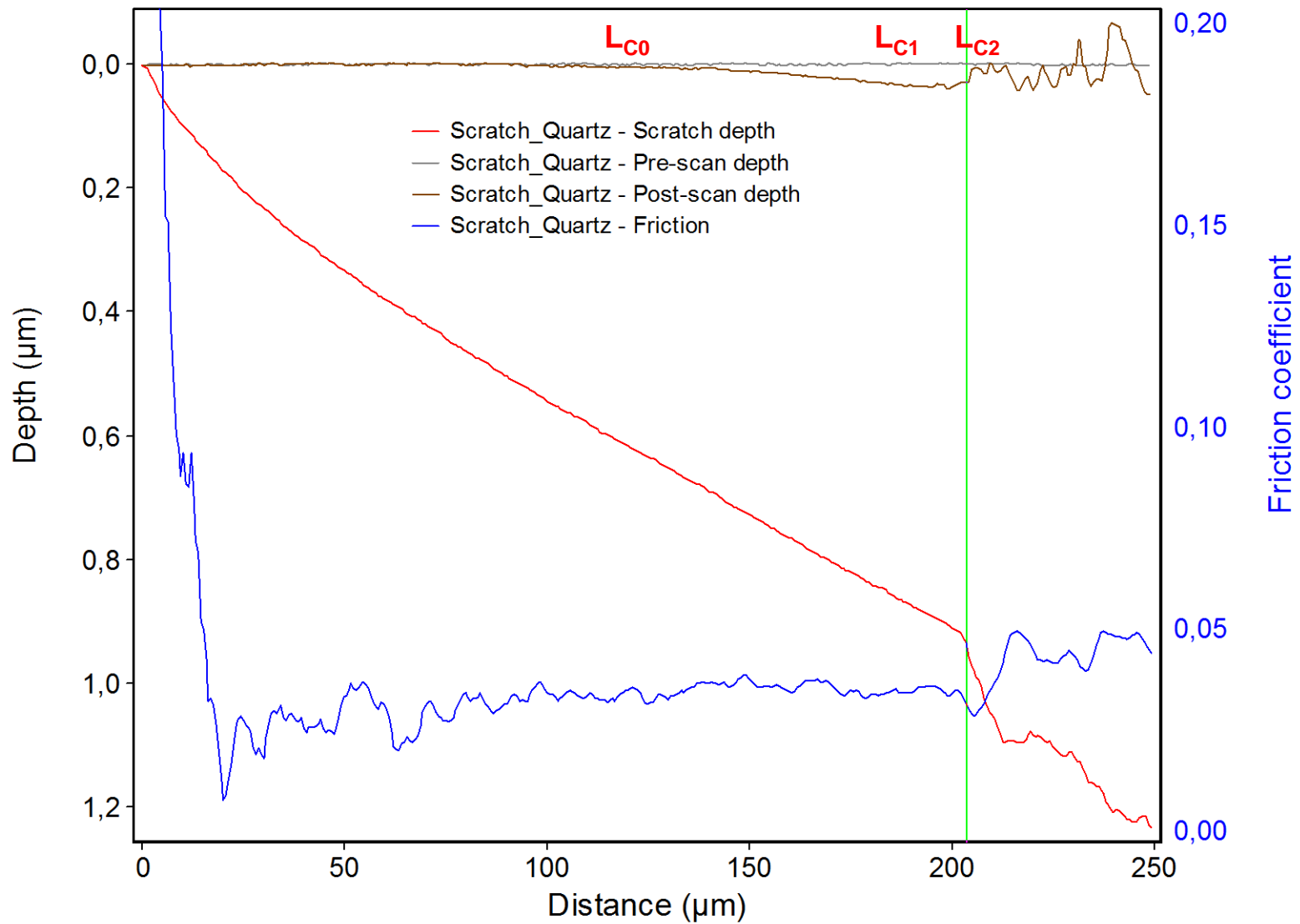
Kräfte: 50, 80, 100, 120, 140 mN Distanz: $\pm 20 \mu\text{m} = 40 \mu\text{m}$

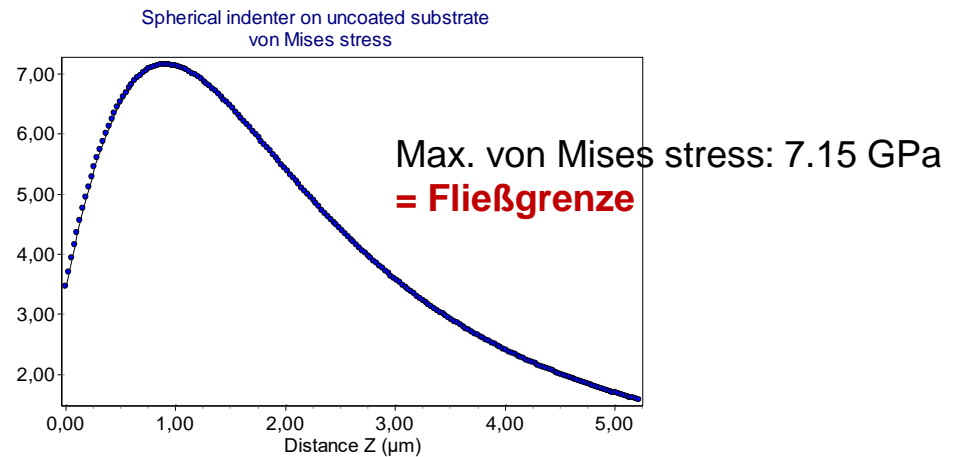
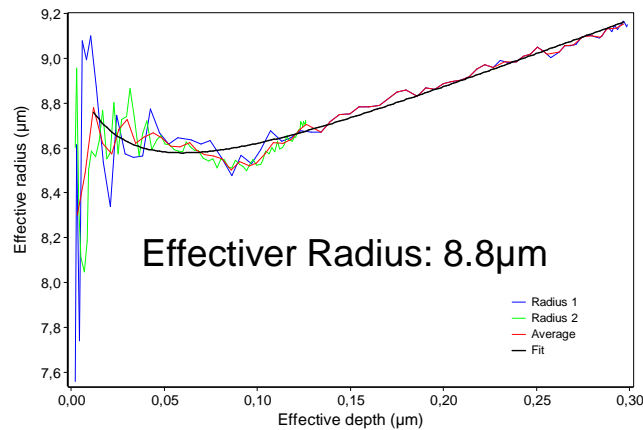
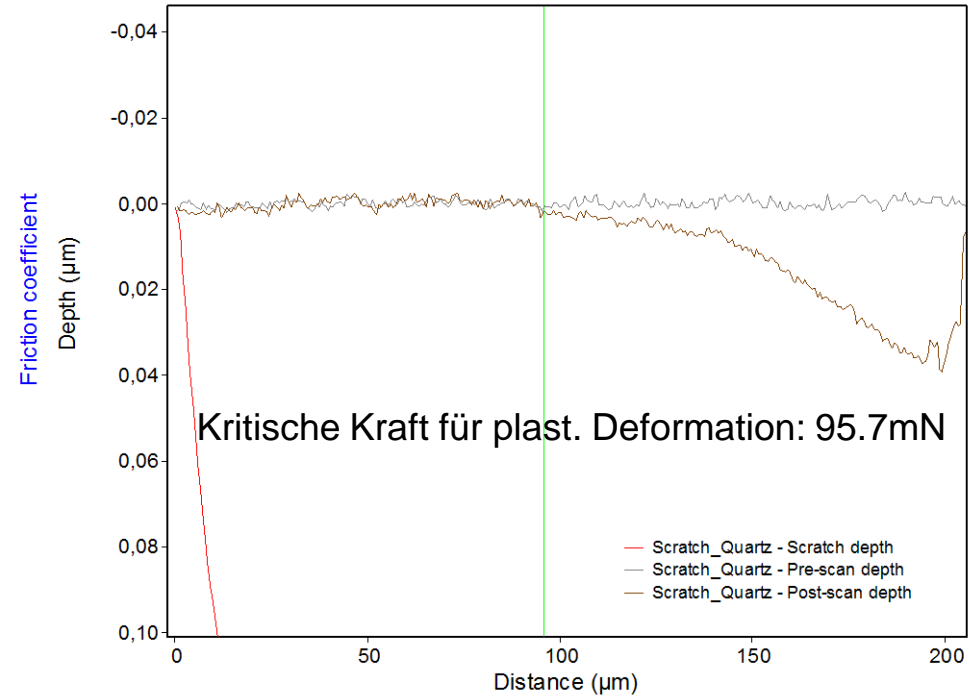
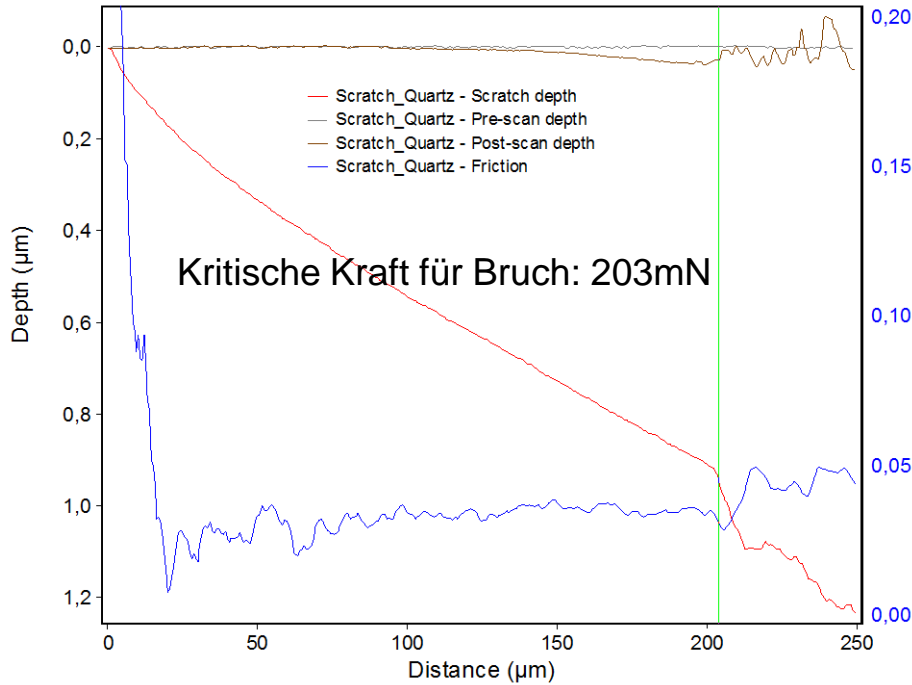
Zykluszeit: 5s (2,5s pro Richtung) Geschwindigkeit: $16 \mu\text{m/s}$

Beispiel 1: Scratchtest auf Quarzglas

Maximalkraft: 300mN
Distanz: 250 μ m
Geschwindigkeit: 10 μ m/s



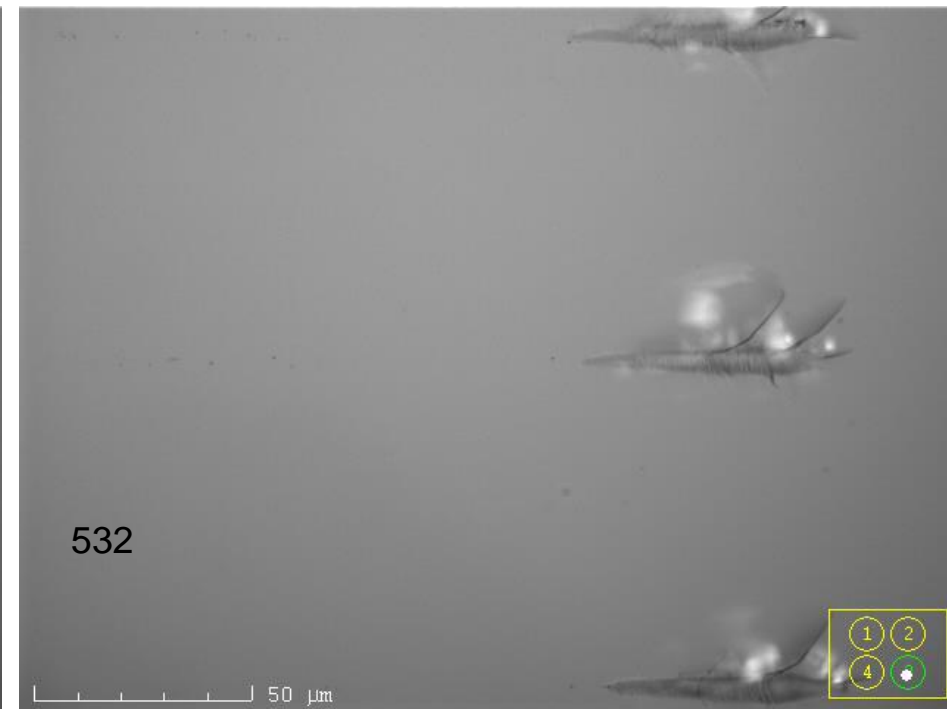
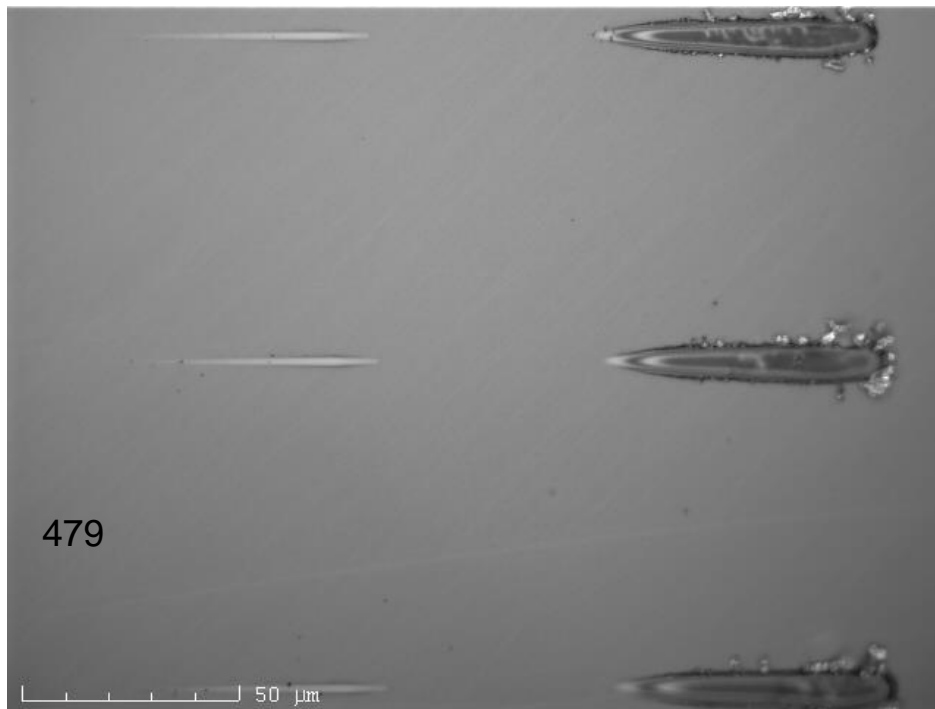




Beispiel 2: 240 nm dicke optische Schichten auf Saphir

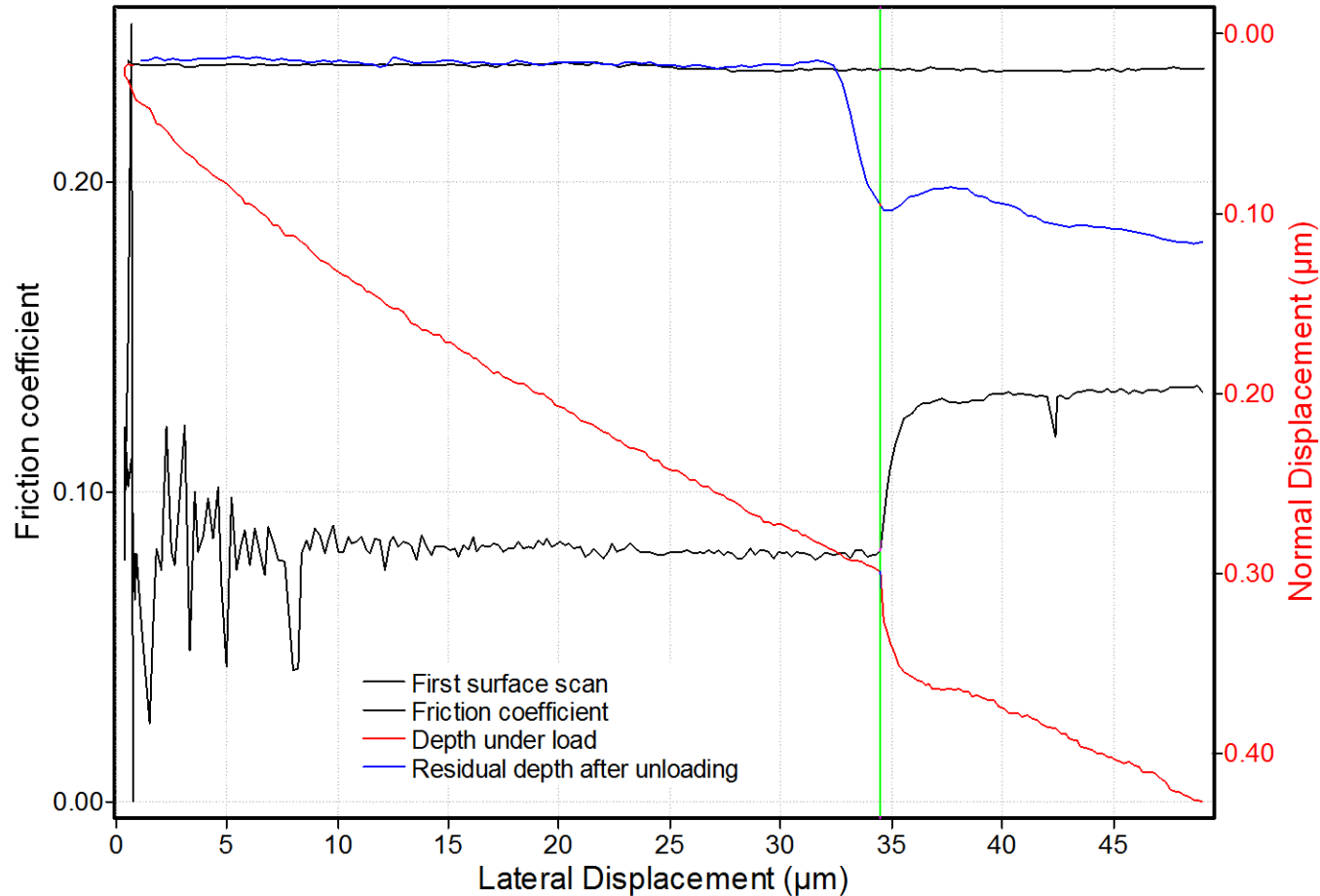
Jeweils drei Mikro-Scratchtests mit 50mN und 700mN übereinander

Messung der Fließgrenze da Härtemessung zu ungenau



Diese zwei Schichten zeigen verschiedene Fehlermoden

Die Differenz zwischen Pre-Scan und Post-Scan erlaubt die Bestimmung des elastisch-plastischen Übergangs



Fehler der Schicht bei: X: 34.48 μm Fn: 174.94 mN μ: 0.081

Hartes Substrat → Plastische Verformung beginnt in der Schicht

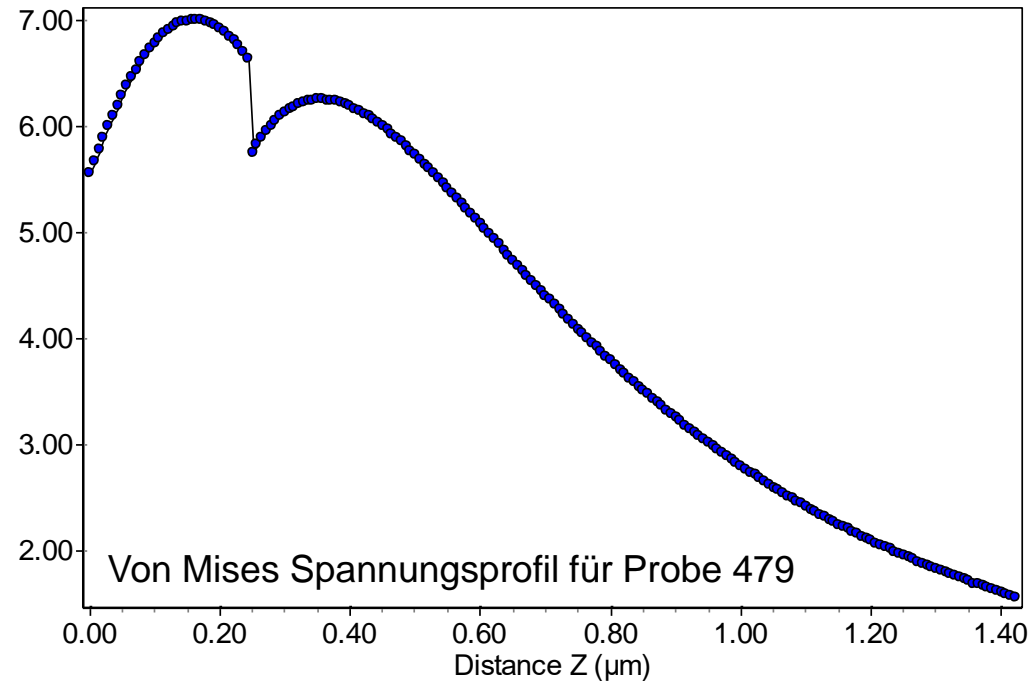
Ergebnisse Fließgrenze

Probennummer	Fcrit mN	μ	Fließgrenze GPa
479	6.89	0.061	6.97
486	6.60	0.067	6.5
488	8.30	0.078	7.4
489	8.49	0.088	7.64
531	12.75	0.110	8.79
532	131.79	0.069	20.8
485/Saphir	8.93	0.065	6.31
485 /Glas	31.92	0.057	6.25
Saphir	171.500	0.084	27.7

auf Saphir

auf Glas

Spherical indenter on substrate with one layer
von Mises stress



Das Substratmaterial hat einen entscheidenden Einfluss auf die kritische Kraft

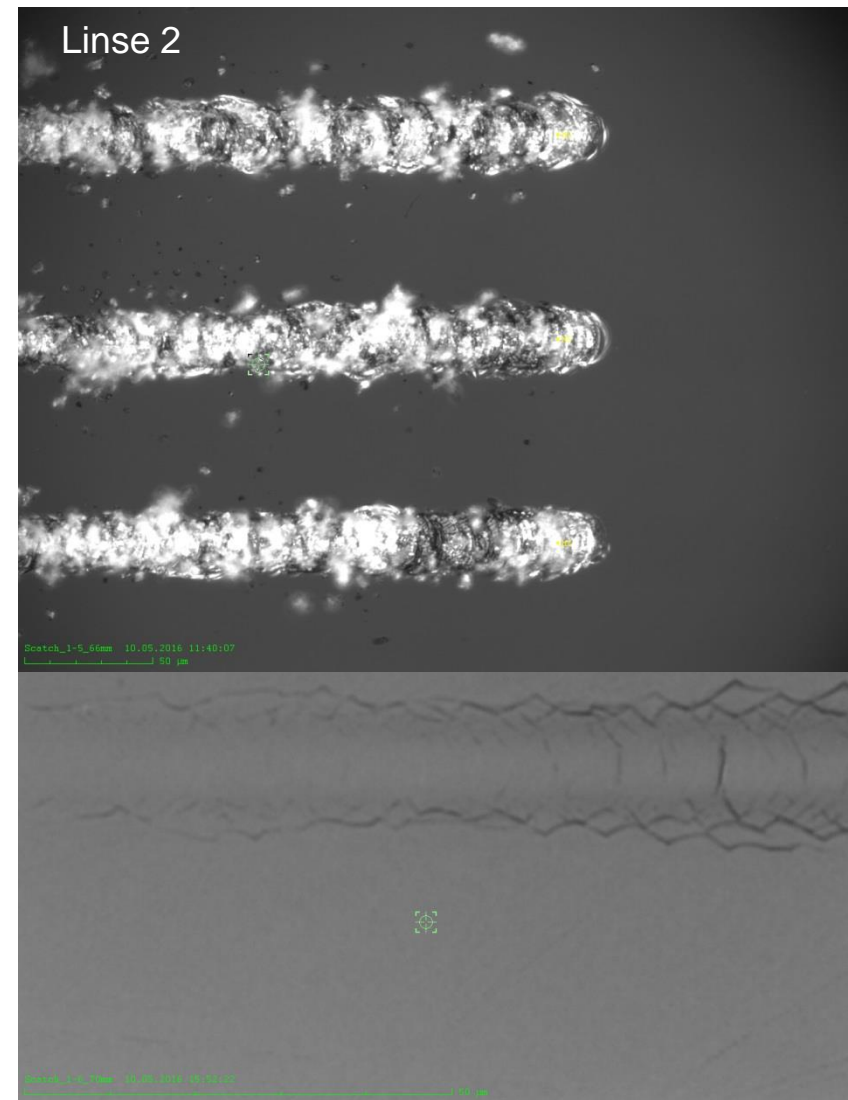
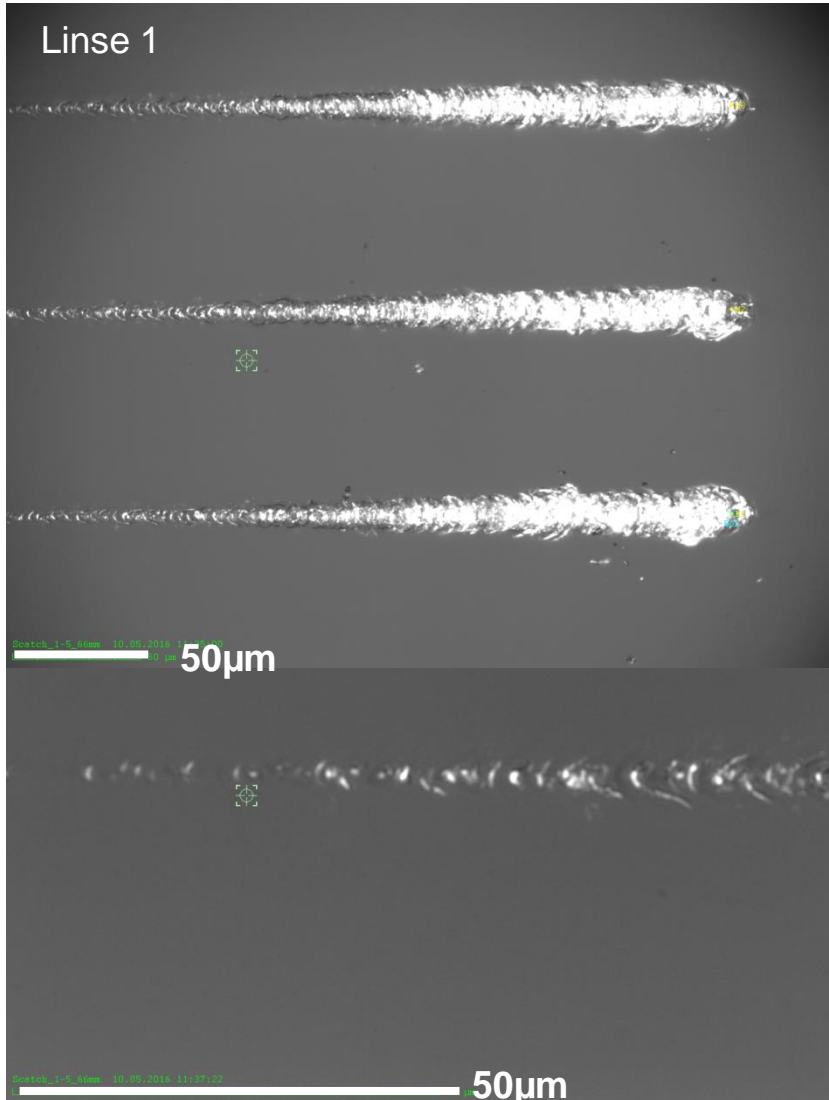
4.2. Fehlermode L_{C1} = Beginn von Rissen

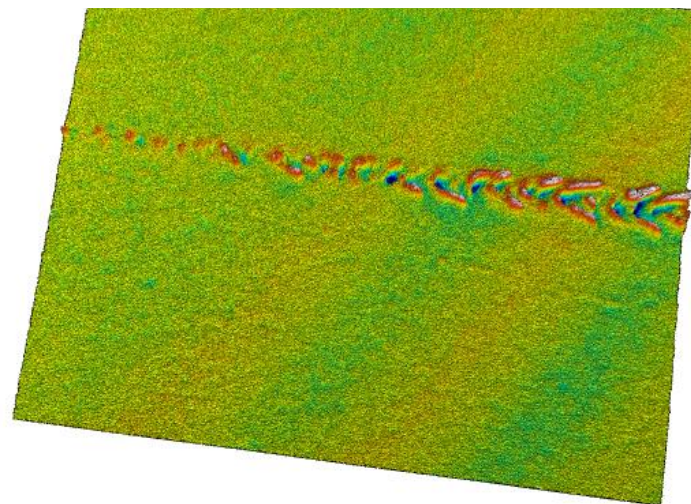
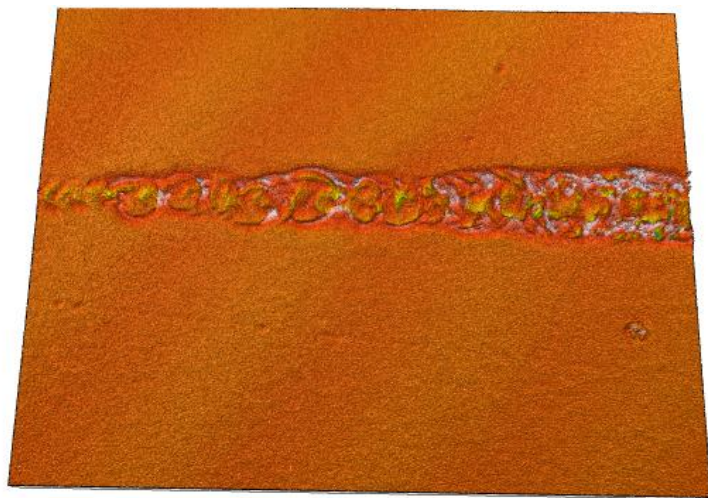
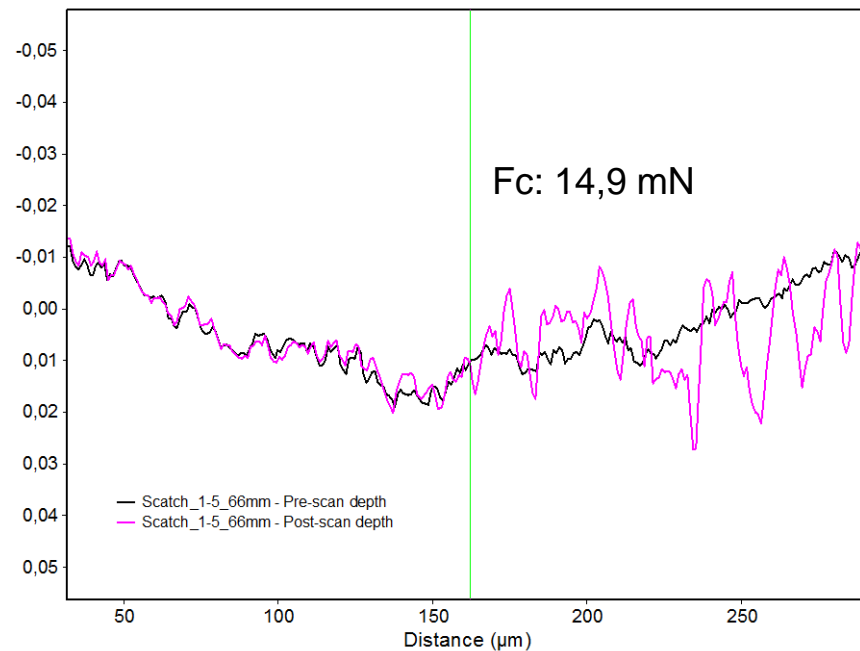
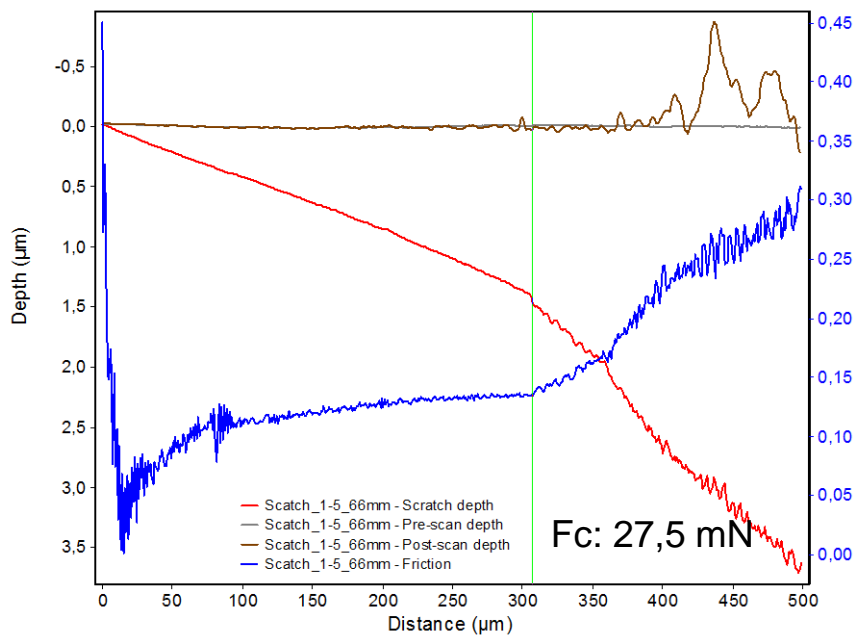
Beispiel: 2 Plastiklinsen, beschichtet mit Hartlack und Anti-Reflexschicht

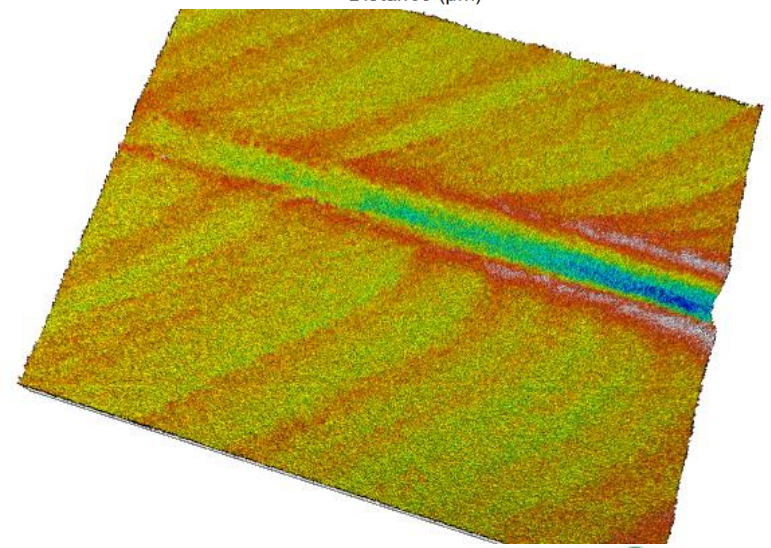
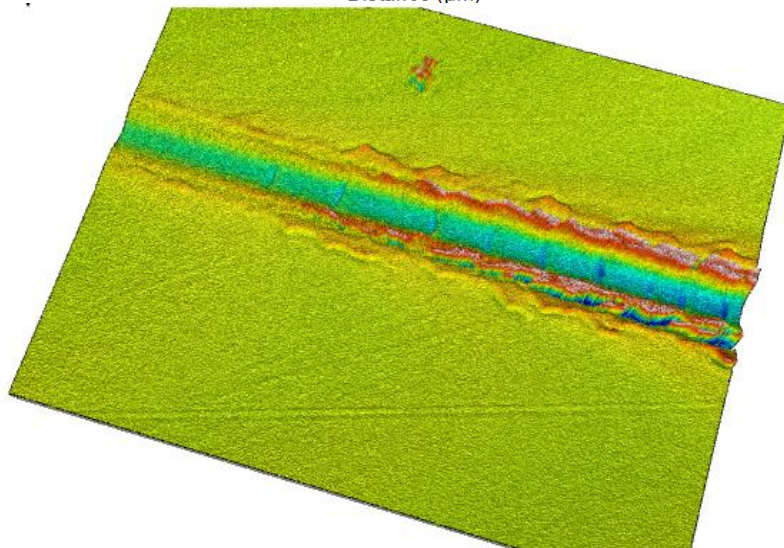
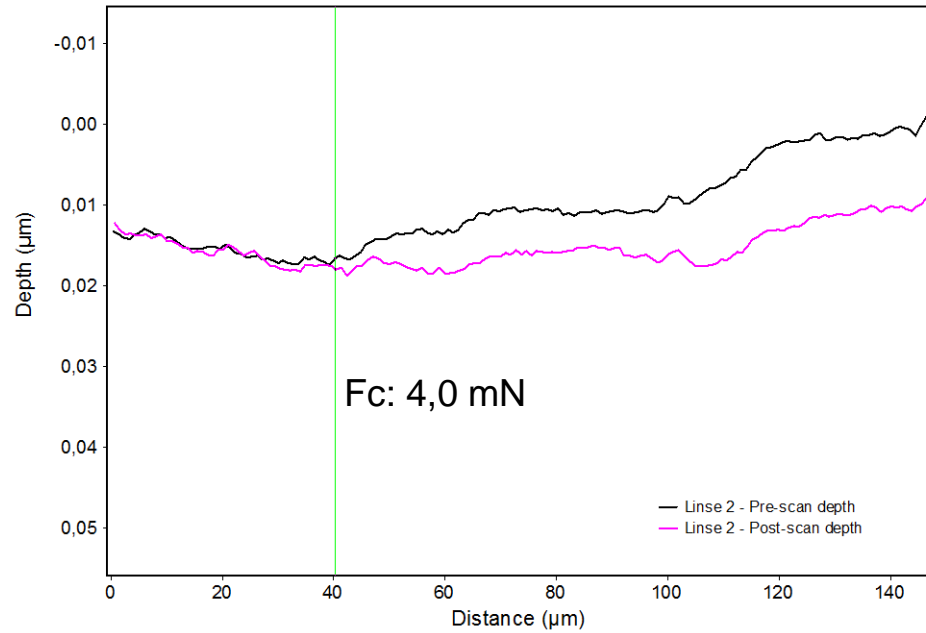
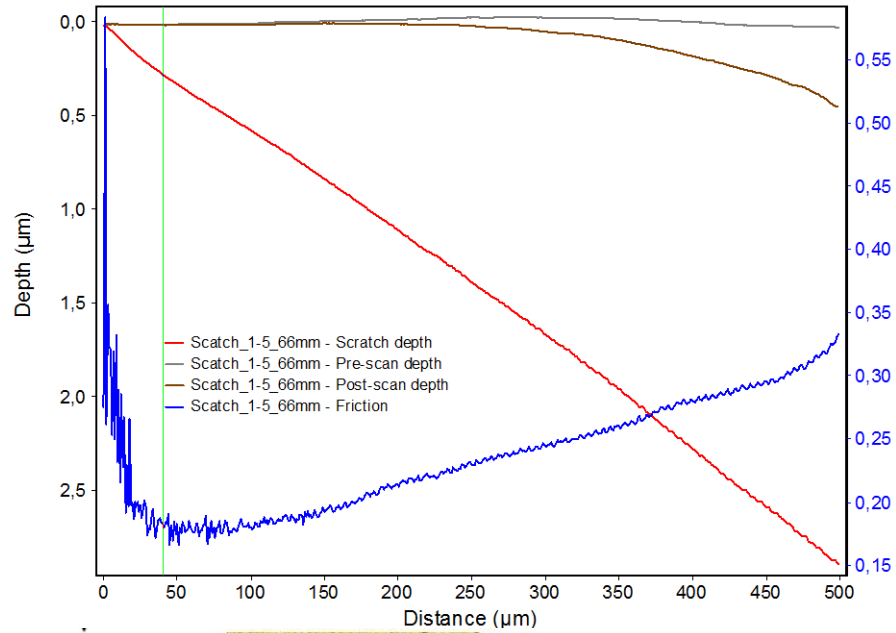
Indenter: 10 μ m Radius

500 μ m Scratchlänge, 15 μ m/s Geschwindigkeit

Maximalkraft: 45mN







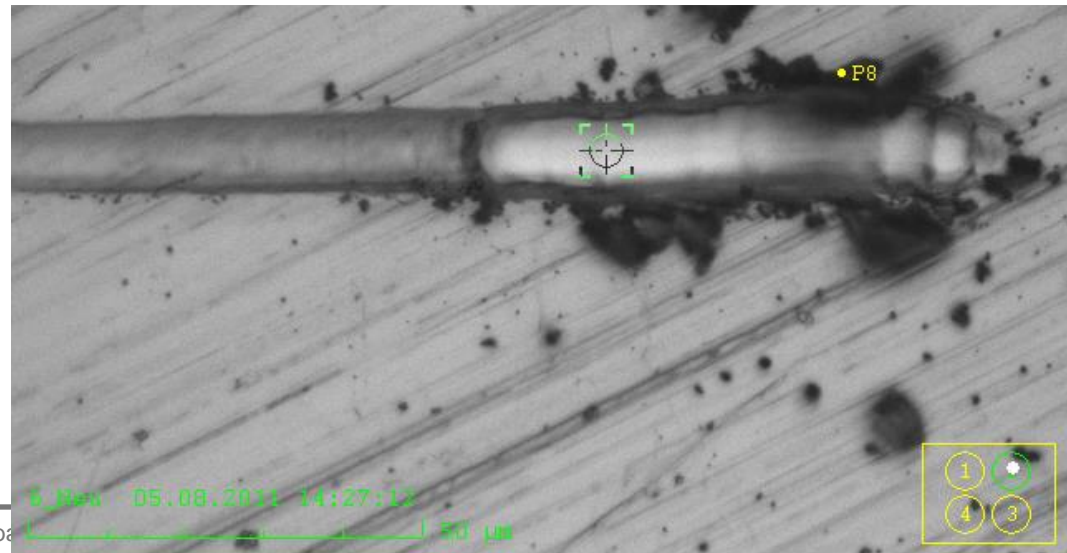
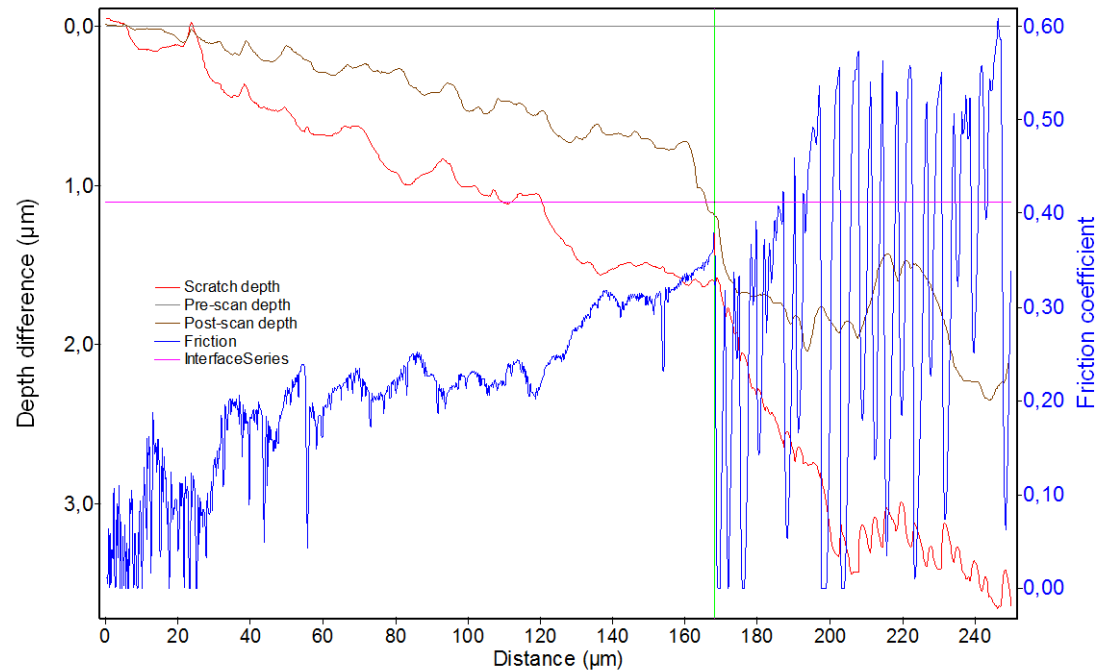
4.3. Fehlermode L_{c3} = Schichtablösung

Beispiel 1:

1,1 μm TiN auf Stahl

10,4 μm Spitzenradius

$F_{C3} = 662 \text{ mN}$

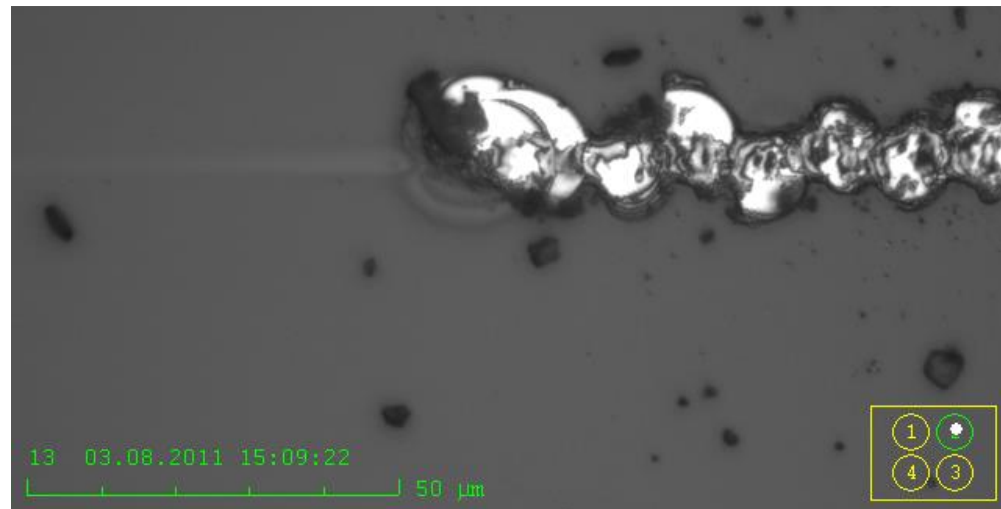
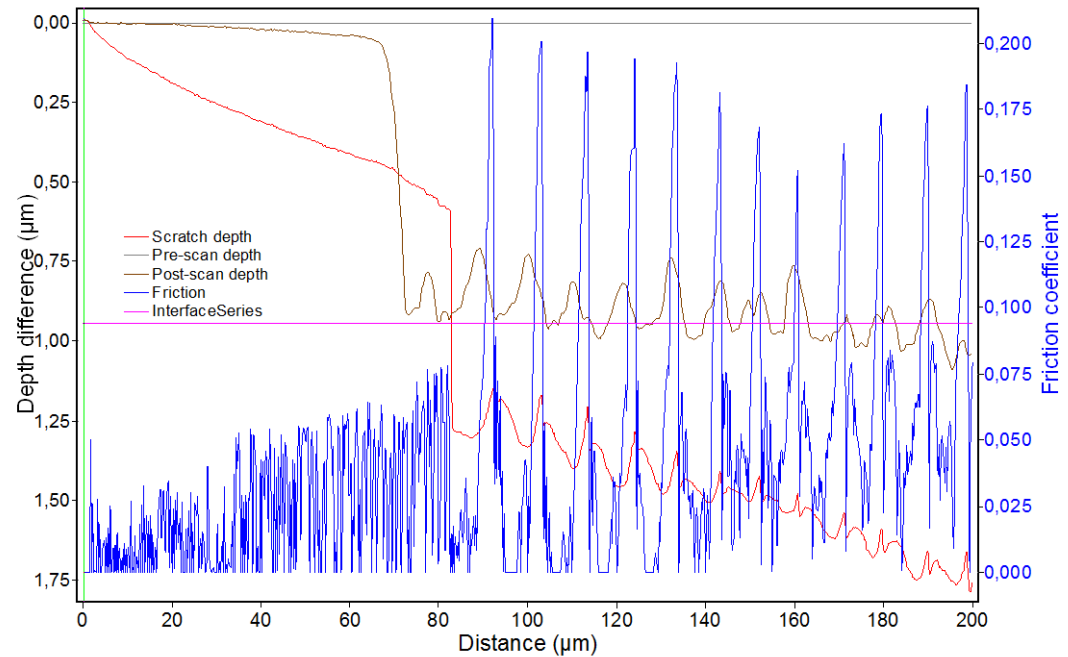


Beispiel 2:

0,94 μm soft DLC auf Si

10,4 μm Spitzenradius

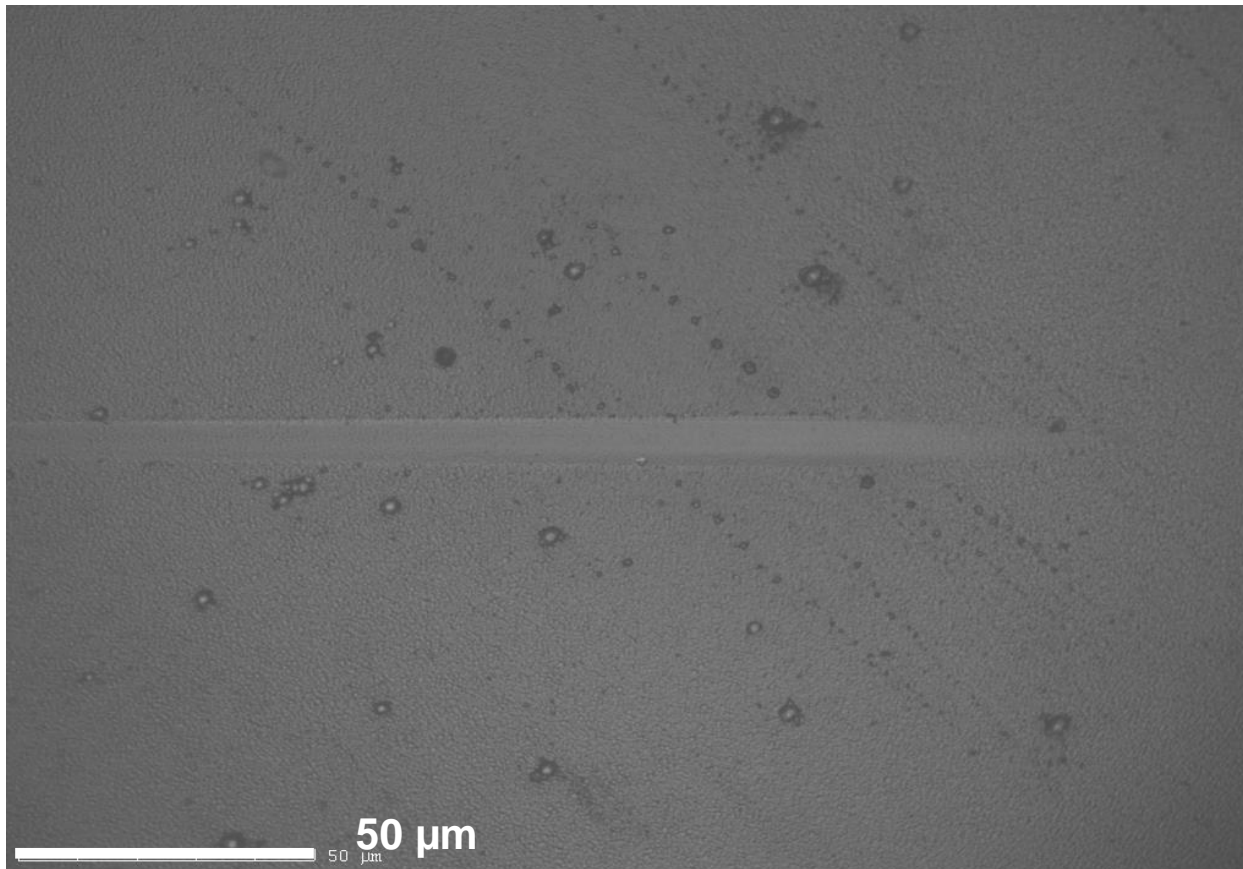
$F_{C3} = 136 \text{ mN}$



4.4. Multi-Pass Scratchtest

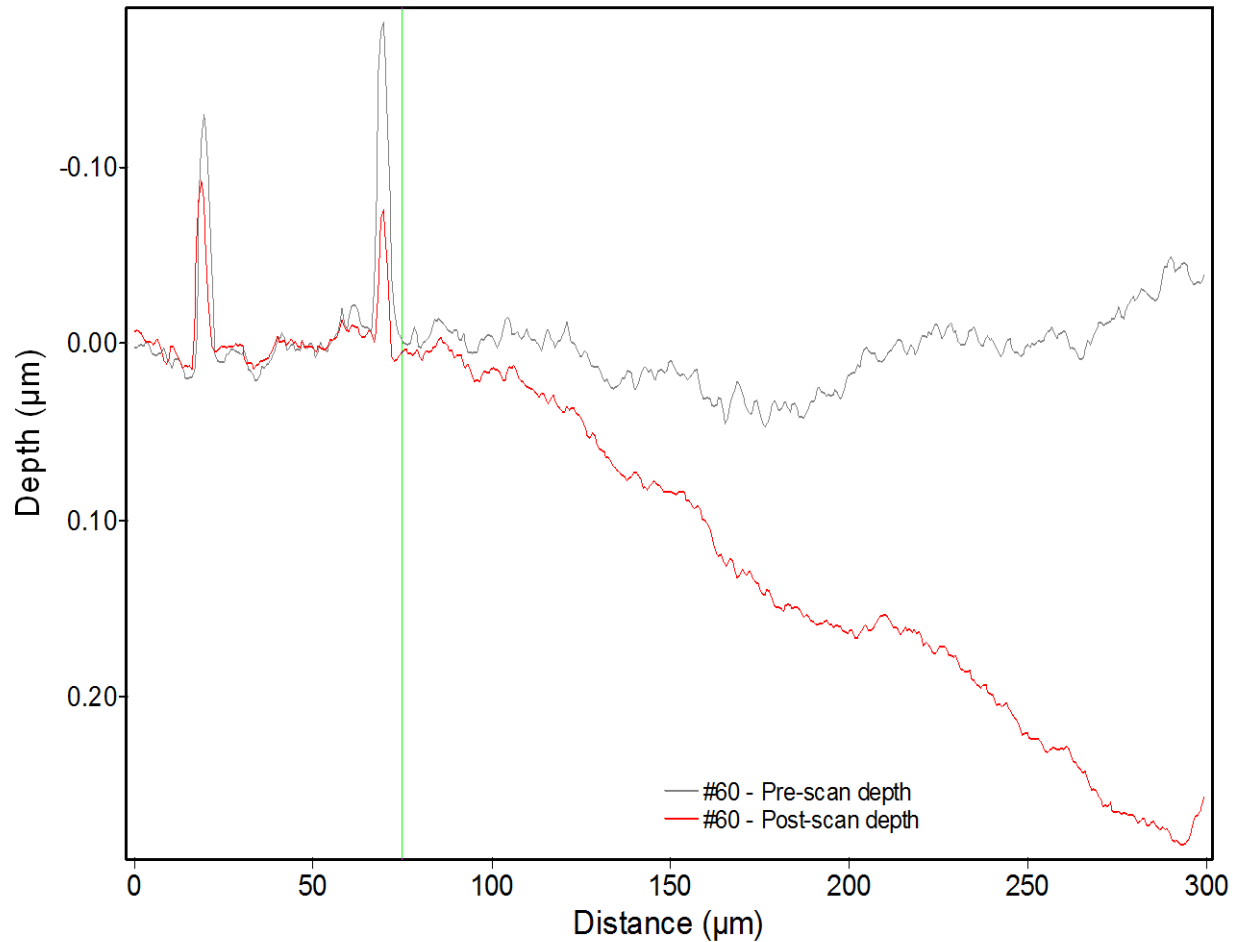
A) Scratchtest mit zunehmender Kraft

Probenoberfläche nach 3 Tests an derselben Stelle mit **800mN** Maximalkraft
6 μ m DLC-Schicht auf Stahl



Test 1

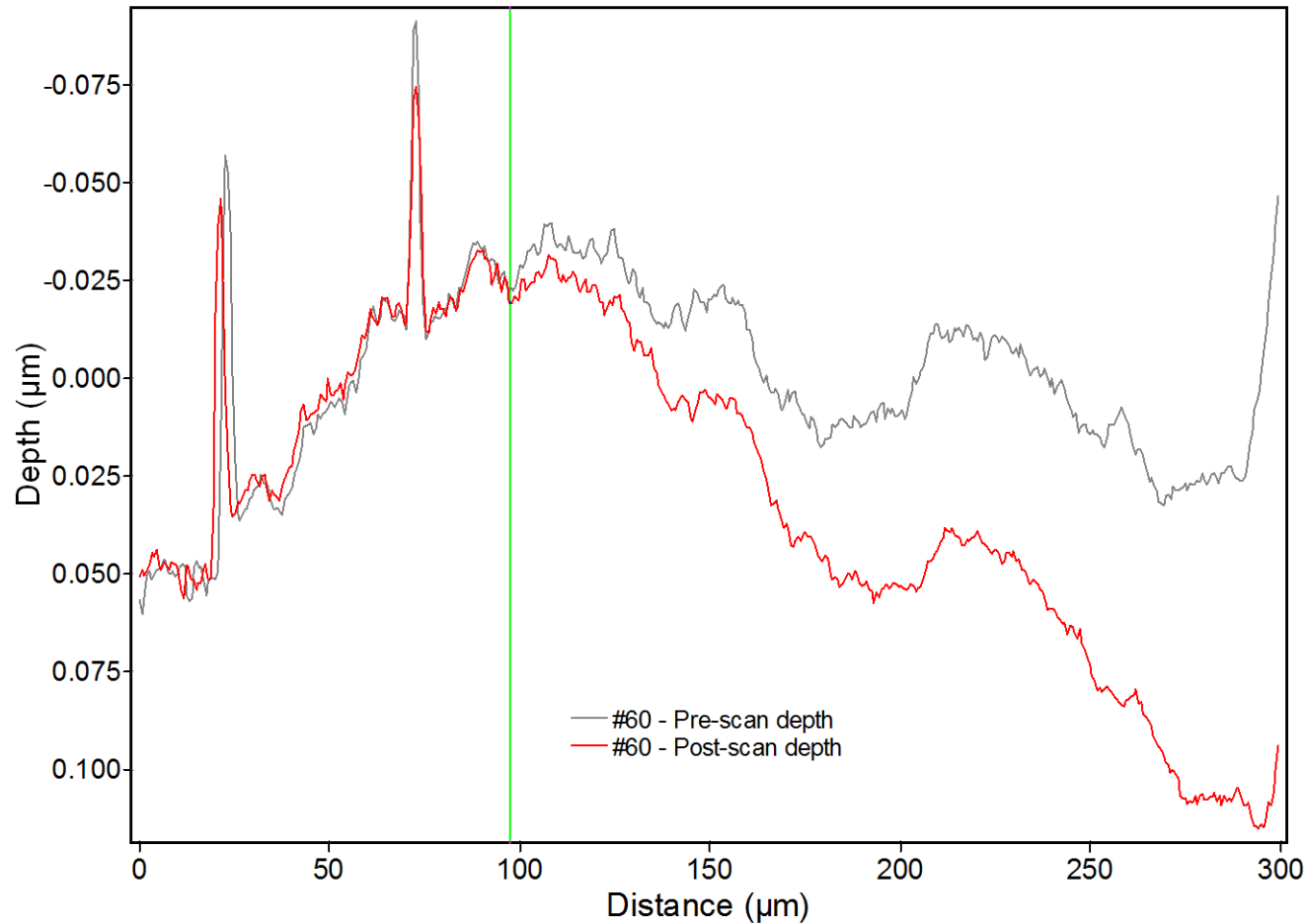
800mN



Vergleich der Oberflächenposition vor und nach dem Test
Plastische Deformation startet bei 207mN, Distanz 75 μm

Test 2

800mN

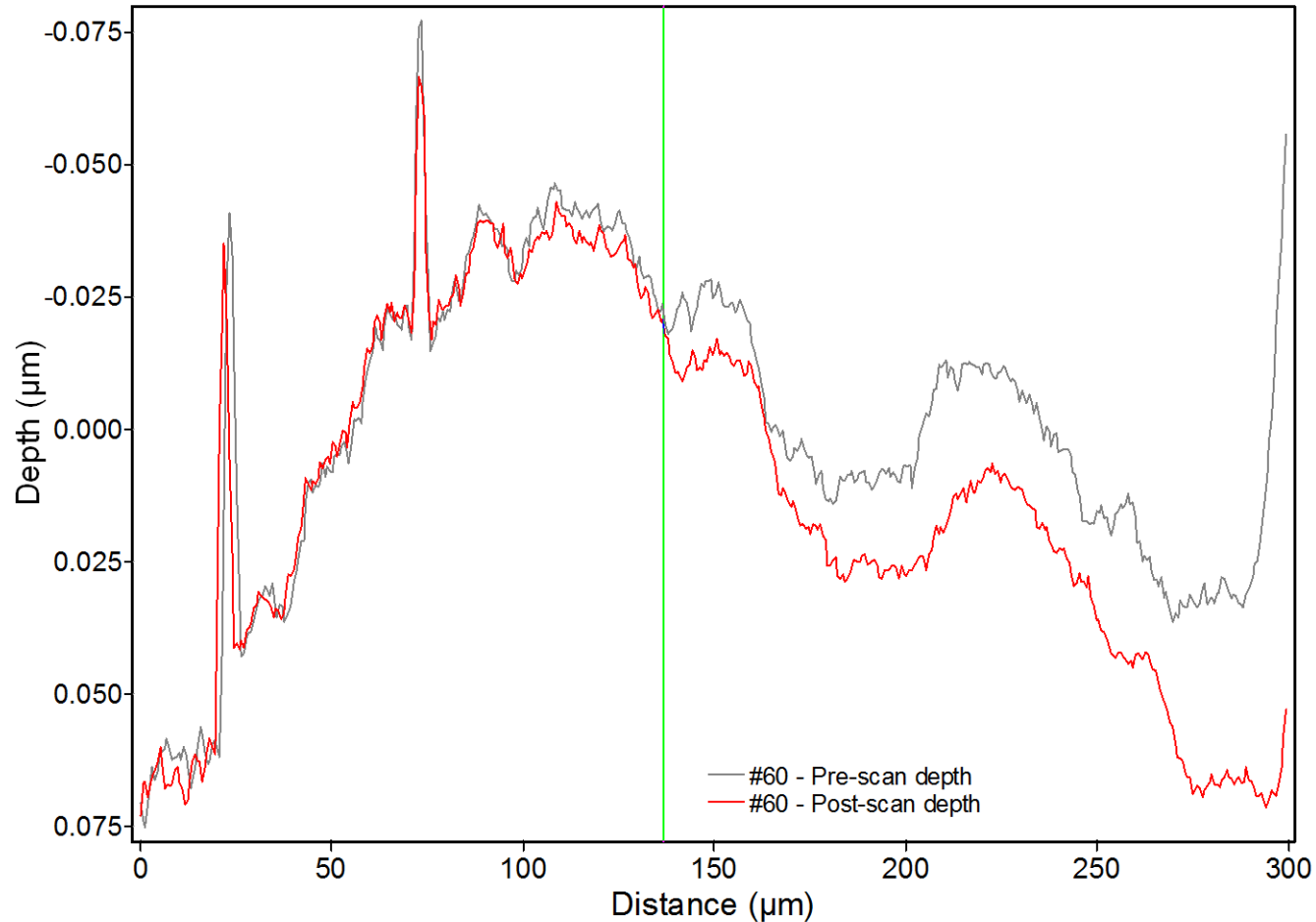


Vergleich der Oberflächenposition vor und nach dem Test

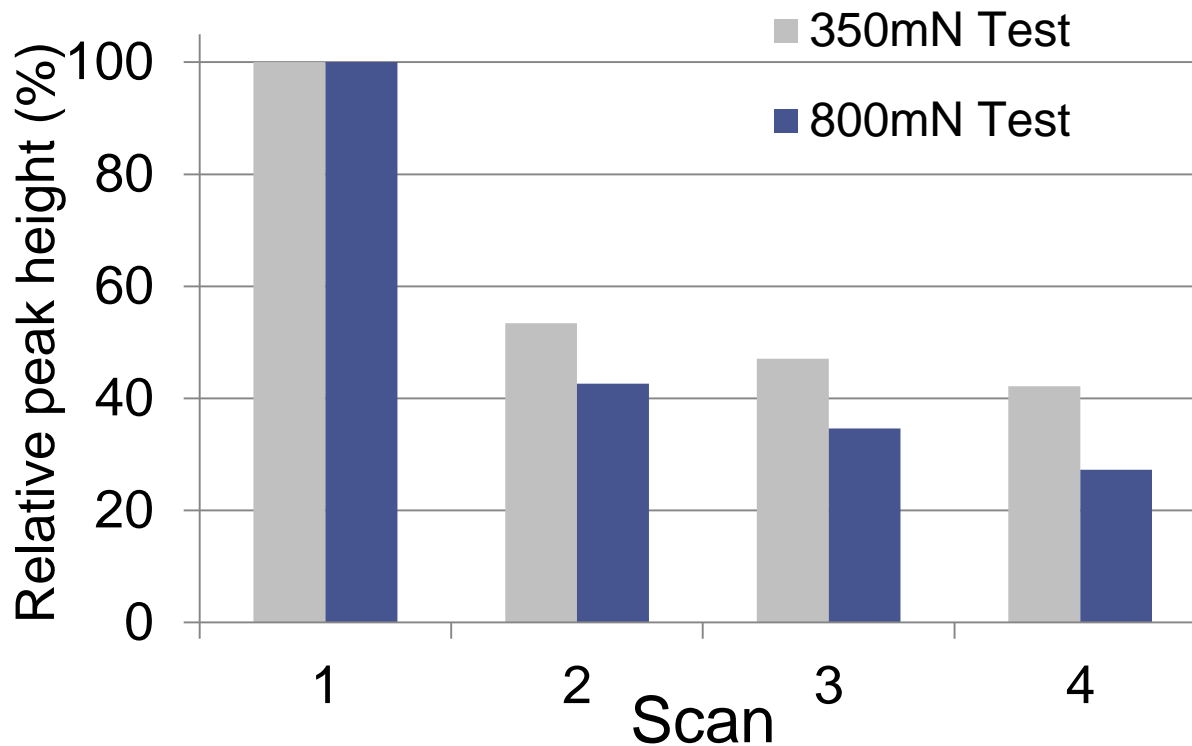
Plastische Deformation startet wieder bei 263mN, Distanz 97,5µm

Test 3

800mN

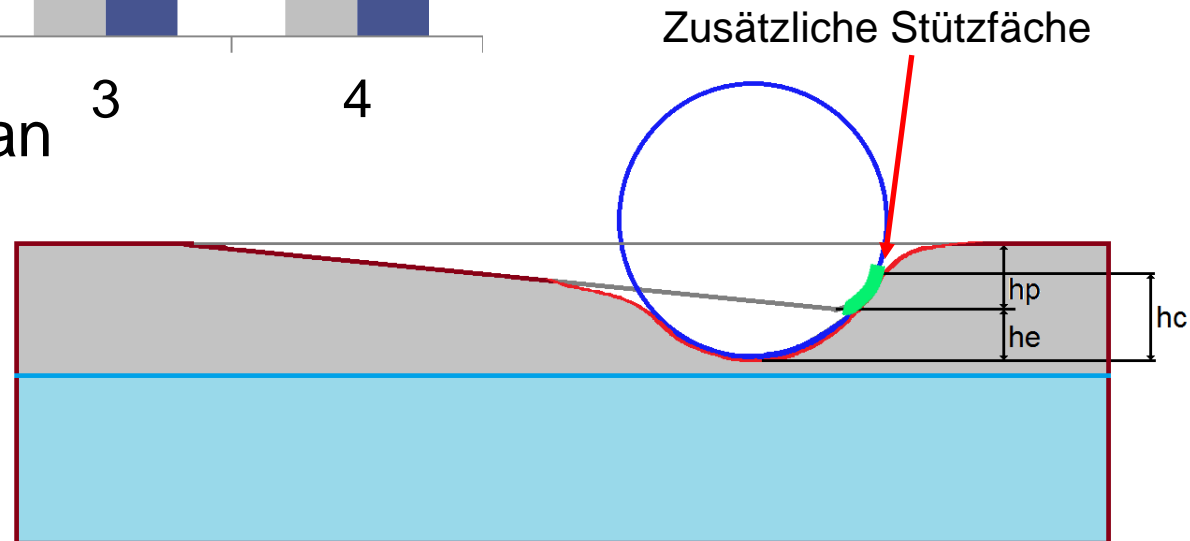


Vergleich der Oberflächenposition vor und nach dem Test
Plastische Deformation startet wieder bei 367mN, Distanz 137µm



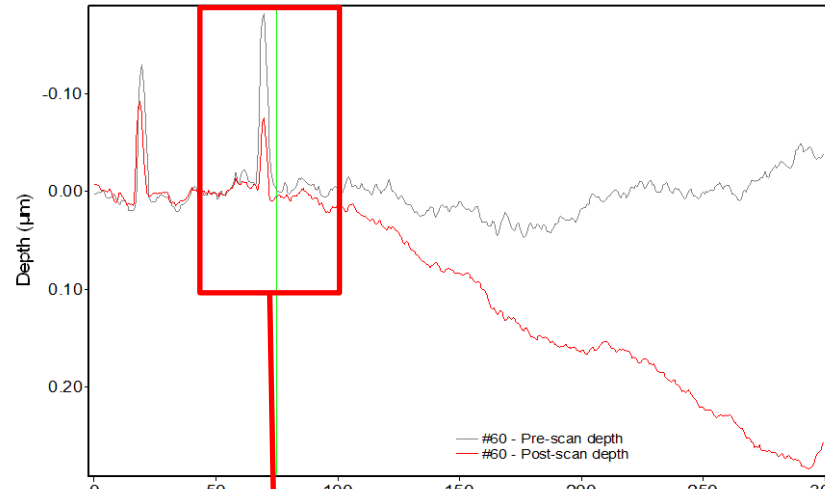
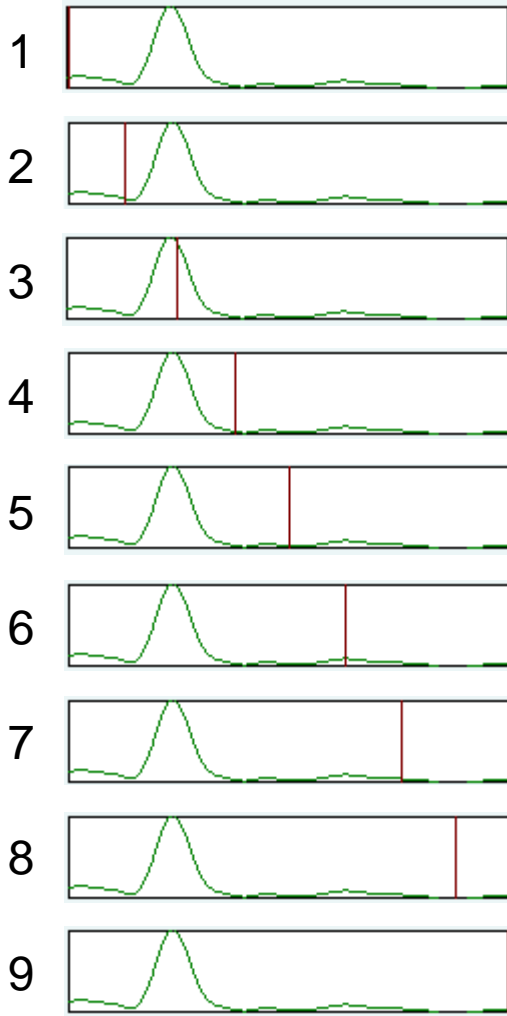
Reduktion der relativen Peakhöhe bei wiederholter Belastung

Die stetige Tiefenzunahme bei wiederholter Belastung kann mit der Änderung der lasttragenden Fläche erklärt werden.

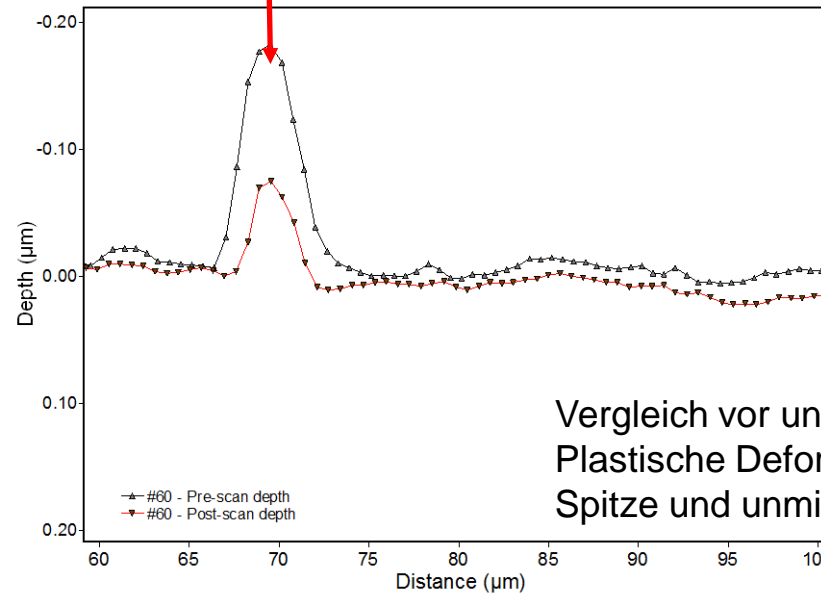


5. Spannungsrechnungen – Teil 2

Scratchtest auf **a:C:H:W** Schicht mit Rauheitenspitze

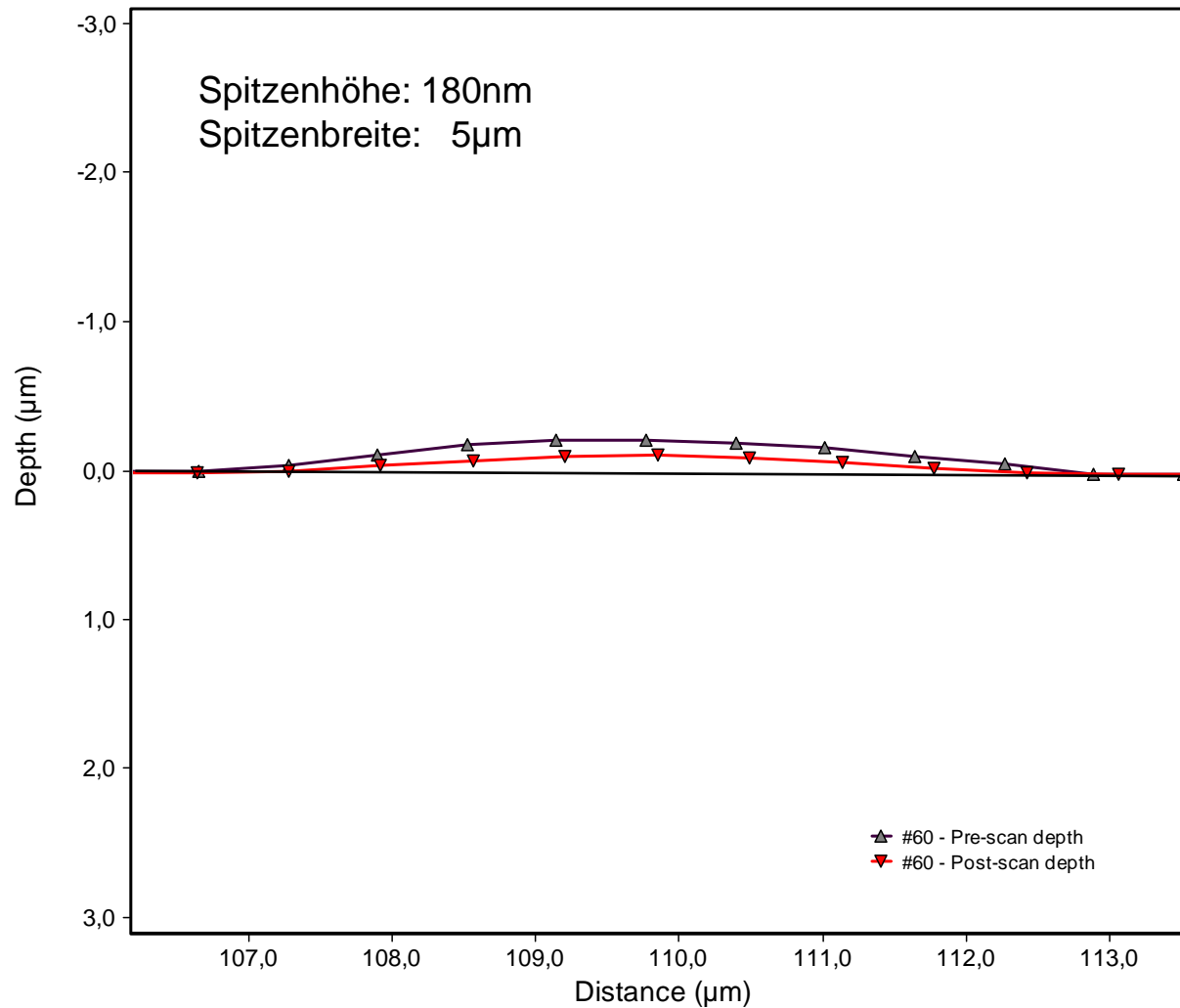


Spitzenhöhe: 180nm
Spitzenbreite: 5µm



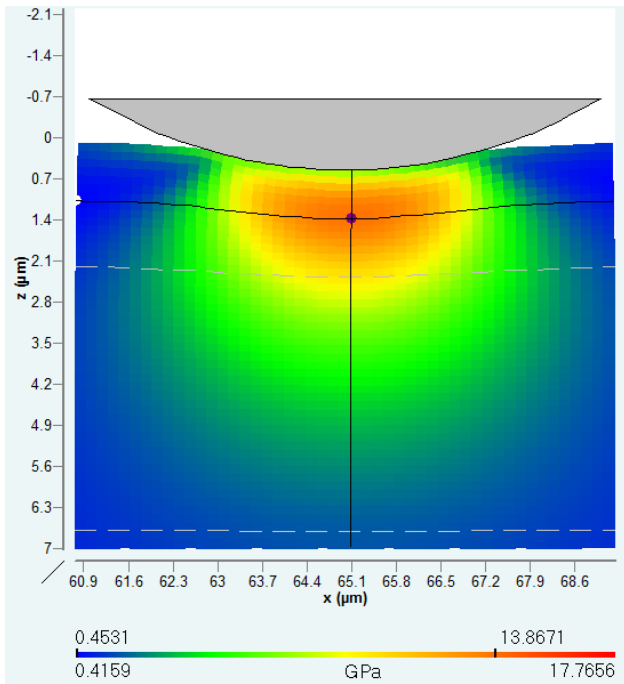
Vergleich vor und nach dem Ritztest:
Plastische Deformation startet an der Spitze und unmittelbar danach.

Die braune Linie zeigt die Position für die Spannungsberechnung

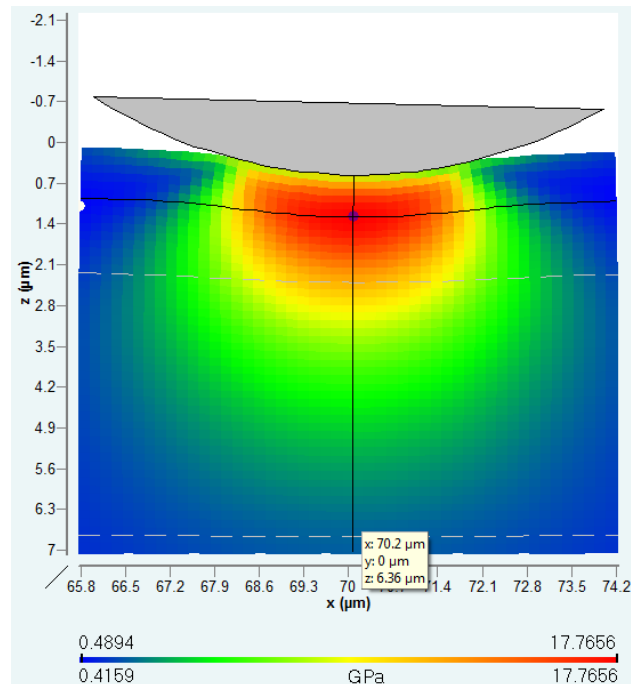


Eine maßstabsgerechte Darstellung zeigt die minimale Spitzenhöhe

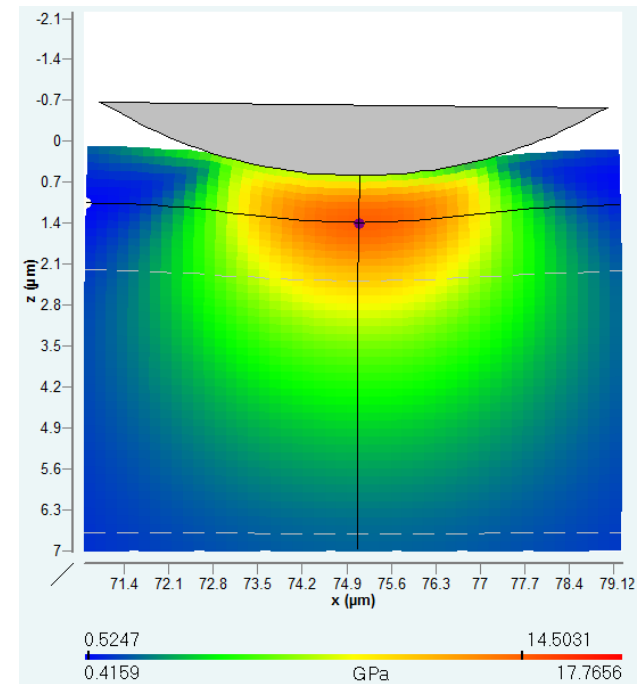
Von Mises Spannungsprofil, *FilmDoctor* Berechnung



180.8mN



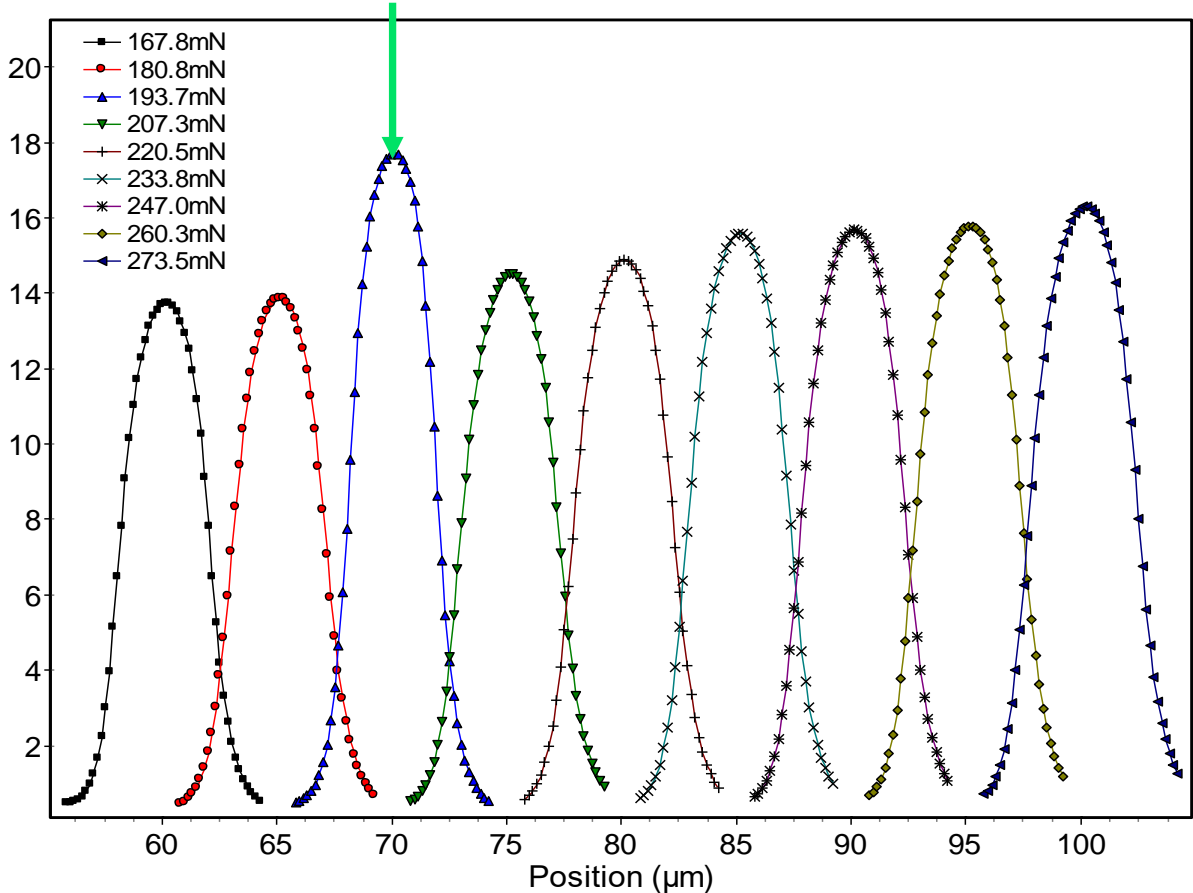
193.7mN



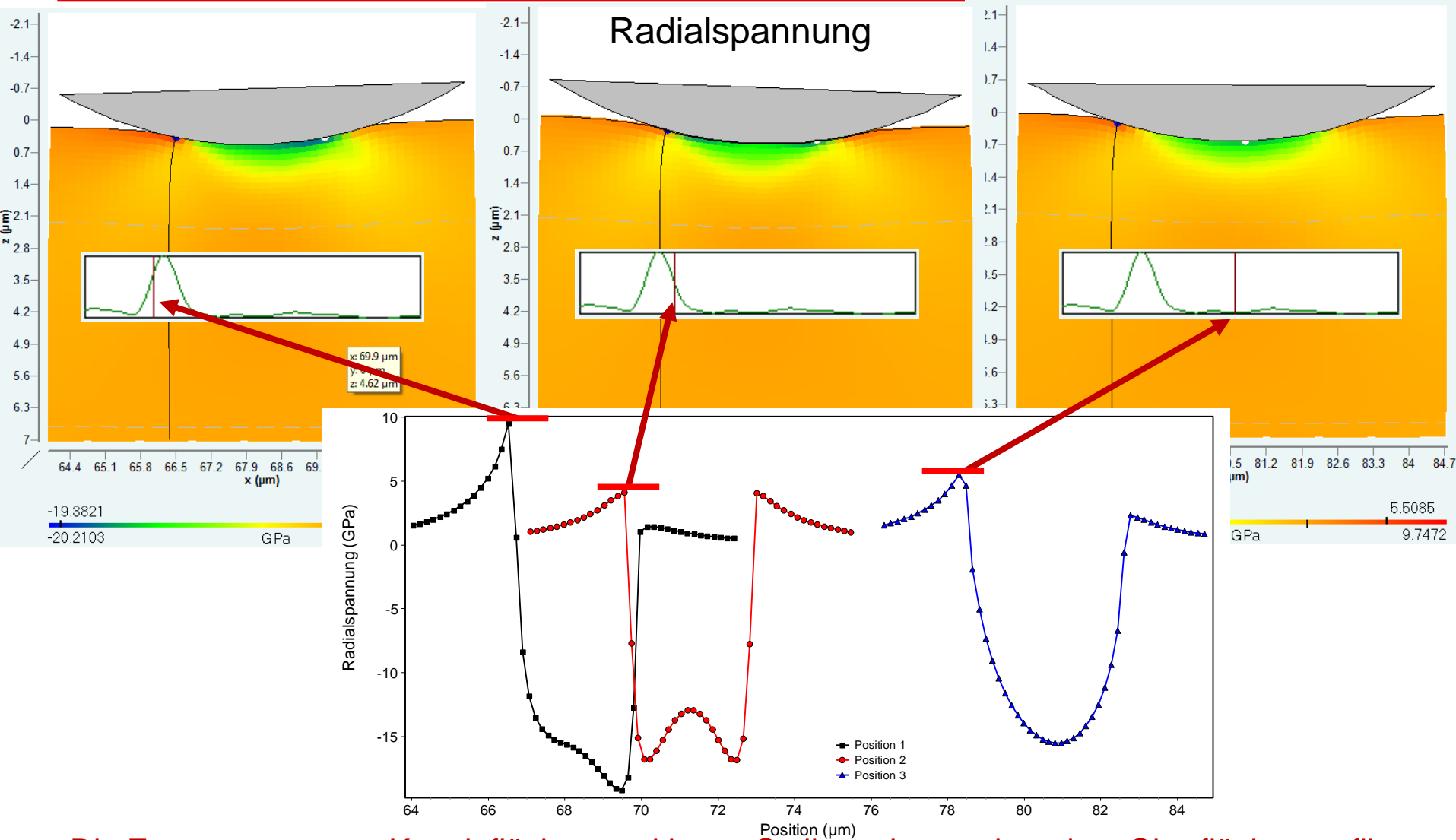
207.3mN

Die von Mises Spannung ist an der Rauheitsspitze deutlich größer

168mN →→→→→→→→→→→→→→→→→→→→→→→ 274mN



Vergleich der von Mises Spannungsprofile an den verschiedenen Positionen



Die Zugspannung am Konaktflächenrand ist an Stellen mit ansteigendem Oberflächenprofil beträchtlich größer

Zusammenfassung

- Scratchtests sind ein **semi-quantitatives** Messverfahren zur Bewertung der Oberflächenstabilität und der Schichthaftung
- Das Verfahren hat verschiedene Nachteile die eine Vergleichbarkeit erschweren. Die Kombination mit Spannungsrechnungen kann helfen eine bessere Vergleichbarkeit herzustellen.
- Es ist äußerst wichtig die Spitzenform genau zu bestimmen und zu kontrollieren
- Mikro-Scratchtests erlauben einen besseren Zugang zum Verständnis der Versagensursachen als konventionelle Scratchtests. Wichtig ist hier eine genaue tiefenaufgelöste Messung vor und nach den Tests.

Danke für die Aufmerksamkeit !

ASMEC

Advanced Surface Mechanics GmbH

Bautzner Landstraße 45

D-01454 Radeberg

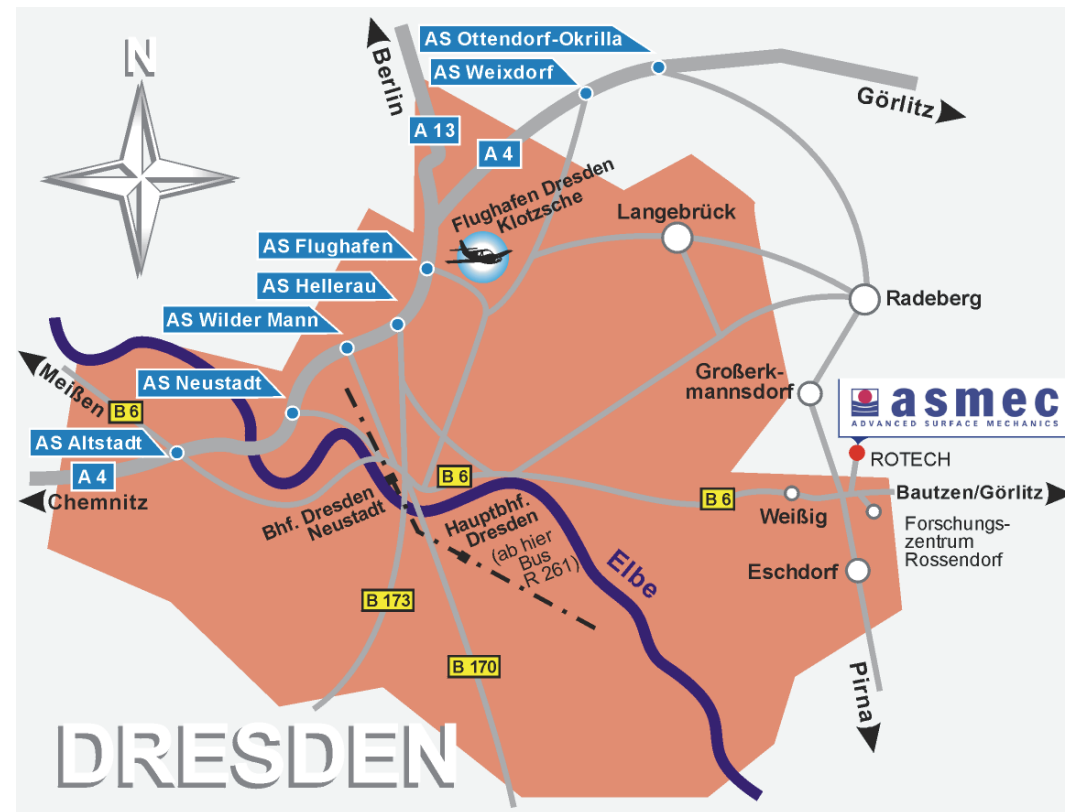
Tel.: +49 351 2695 345

Fax: +49 351 2695 346

Email: info@asmeC.de

Web: www.asmeC.de

HR B 22387 Dresden



Normen:

ISO 20502:2005+Cor 1:2009: Hochleistungskeramik - Bestimmung der Haftung von keramischen Schichten mit dem Ritztest (betrifft Makro-Scratchtest)

ASTM D7027-13: Standard Test Method for Evaluation of Scratch Resistance of Polymeric Coatings and Plastics Using an Instrumented Scratch Machine

ASTM D7187-10: Standard Test Method for Measuring Mechanistic Aspects of Scratch/Mar Behavior of Paint Coatings by Nanoscratching