

## Silberdotierte DLC-Schichten

AiF-Nr.:  
16708 N

Obmann:  
Dr.-Ing. Tim Hosenfeldt

beteiligte Unternehmen  
 Albrecht + Schuhmacher Oberflächentechnik  
 GmbH, Bio-Gate AG, Cemecon AG, Schaeffler  
 Technologies AG & Co. KG, Tandler Zahnrad-  
 und Getriebetechnik

Laufzeit:  
01.01.2011 – 31.06.2013

Erstelldatum:  
17.12.2013

Forschungsstelle:  
Stiftung Institut für Werkstofftechnik Bremen

Projektleiter:  
Andreas Mehner

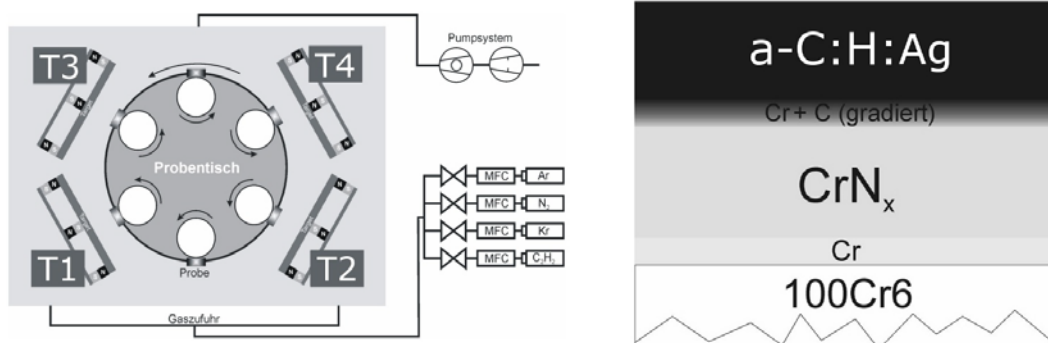
Sachbearbeiter:  
Helge Decho

Forschungsvereinigung:  
AWT

Projektbegleitender Fachausschuss  
 FA 10 (Funktionelle Schichten)

### Zielsetzung und Lösungsweg

Ziel des Vorhabens war die Entwicklung verschleißbeständiger amorpher Kohlenstoffschichten mit bioziden Eigenschaften – für technische Anwendungen beispielsweise im Bereich der Lebensmittelindustrie und der Medizintechnik – bei denen es sowohl auf Keimfreiheit als auch auf Verschleißbeständigkeit ankommt. Die Schichten wurden dabei mittels Magnetronspütern abgeschieden (Bild 1 links). Die Etablierung eines magnetrongesputterten Schichtsystems, welches bei niedrigen Reibungskoeffizienten den Verschleißwiderstand signifikant erhöht und gleichzeitig eine deutlich biozide Wirkung hat, wäre dabei ein bedeutender Fortschritt gegenüber den bisher erhältlichen Schichtsystemen und könnte somit neue Anwendungsfelder erschließen.



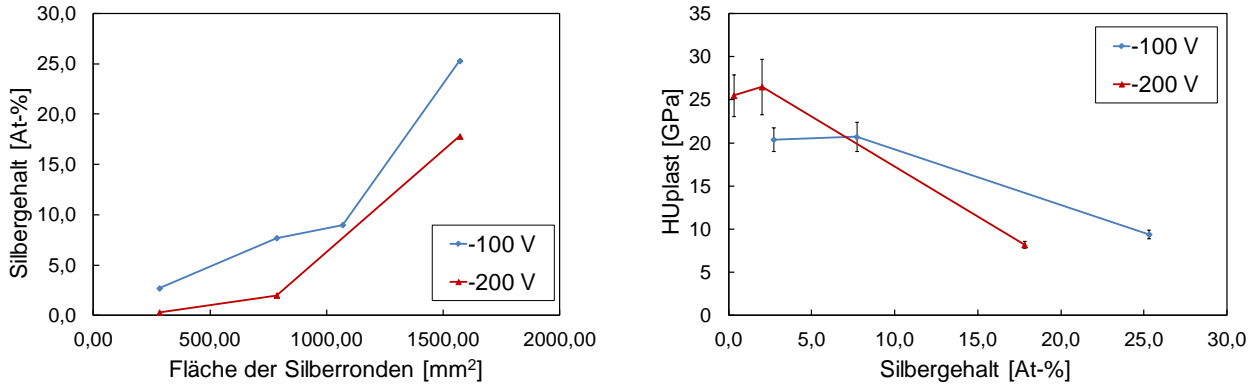
**Bild 1: Schematischer Aufbau der Sputteranlage (links); Schematischer Schichtaufbau (rechts)**

Um das Ziel zu erreichen, wurde der Einfluss ausgewählter Beschichtungsparameter sowie der Silberdotierung auf die tribologischen und bioziden Eigenschaften amorpher wasserstoffhaltiger Kohlenstoffschichten (a-C:H) untersucht. Die Schichtsysteme (siehe Bild 1 rechts) wurden auf Stahlsubstraten abgeschieden und bestanden aus Cr/CrN<sub>x</sub>-Zwischenschichten und wasserstoffhaltigen amorphen silberdotierten Kohlenstoffschichten (a-C:H:Ag). Für die Abscheidung der a-C:H:Ag Schicht wurden Graphittargets mit Silberplatten verwendet. Durch systematische Variation verschiedener Prozessparameter wurden die relevanten Einflussfaktoren des Beschichtungsprozesses ermittelt. Dazu wurden a-C:H:Ag-Schichten mit verschiedenen Targetkonfigurationen, Targetspannungen, Bias-Spannungen und Acetylen-Partialdrücken abgeschieden. Die Ergebnisse wurden hinsichtlich der besten Prozessparameter zur Beeinflussung der bioziden und tribologischen Eigenschaften ausgewertet und Lösungsansätze zur Optimierung der Schichten erstellt und erprobt.

**Ergebnisse**

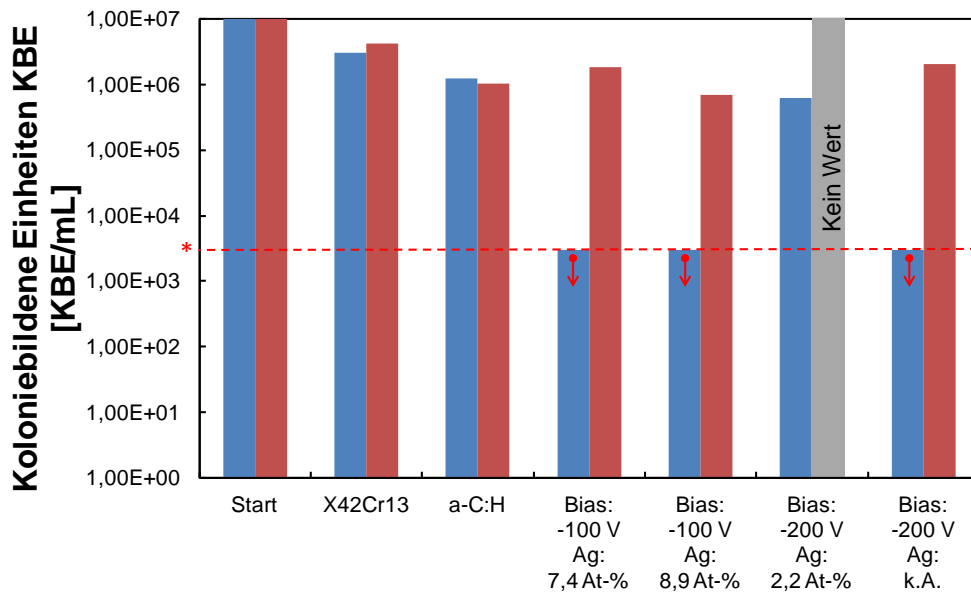
Die zentralen Ergebnisse können wie folgt zusammengefasst werden:

- Der Silbergehalt steigt mit steigender Silberrondenfläche (Bild 2 links), Targetleistung und Acetyldurchfluss sowie sinkender Biasspannung. Die Schichthärte (Bild 2 rechts) und Verschleißbeständigkeit sinken und die Oberflächenenergie steigt mit zunehmendem Silbergehalt. Es konnte kein signifikanter Einfluss des Silbergehalts auf den Reibungskoeffizienten festgestellt werden.



**Bild 2: Einfluss der Silberrondenfläche auf den Silbergehalt (links); Einfluss des Silbergehalts auf die Schichthärte (rechts)**

- Mit steigendem Silbergehalt stieg die biozide Wirkung tendenziell an (Bild 3). Eine Beeinflussung der bioziden Wirkung durch andere Faktoren, wie z.B. die Oberflächenenergie bzw. das Benetzungsverhalten oder die Ausscheidungsgröße der Silberpartikel, ist wahrscheinlich und scheint der Wirkung des Silbers teilweise entgegengerichtet zu sein.



\* Nachweisgrenze (8·10<sup>3</sup> KBE/mL) ■ Escherichia Coli ■ Micrococcus luteus

**Bild 3: Bakterienreduzierung von Referenzschichten (Stahl, a-C:H) und verschiedenen a-C:H:Ag Schichten mit Test in Anlehnung an JIS 2801:2000/ISO 22196**

- Die Größe der Silberausscheidungen stieg mit steigendem Silbergehalt (Bild 4) und Biasspannung (Bild 5) an. Die Ausscheidungen hatten dabei eine kristalline Struktur.

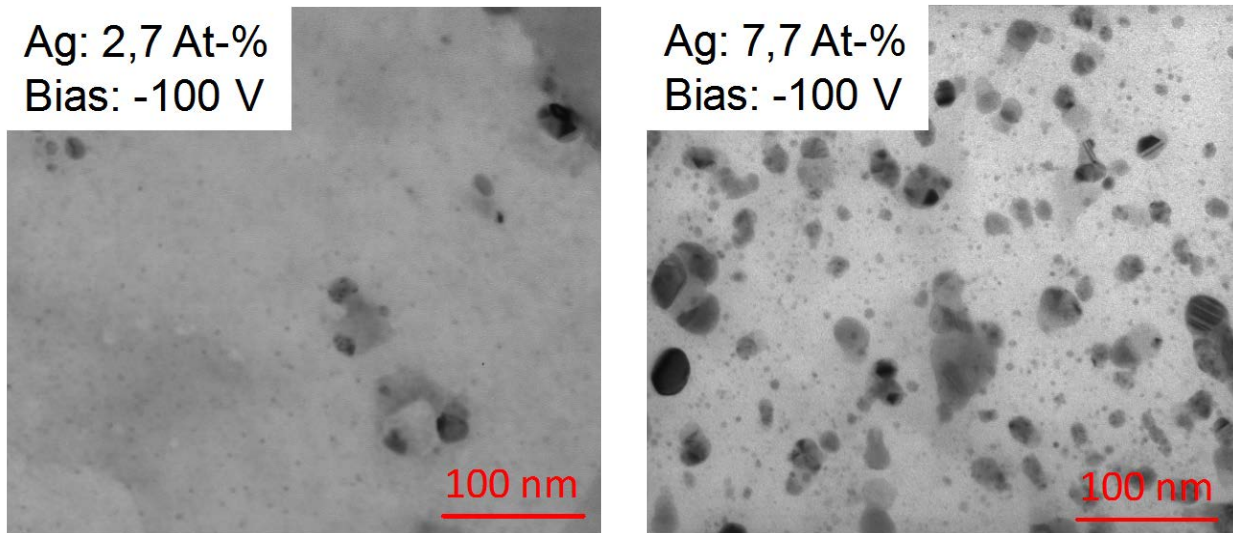


Bild 4: TEM-Aufnahmen von a-C:H:Ag-Schichten mit 2,7 At.-% bzw. 7,7 At.-%, die mit -100 V abgeschieden worden sind

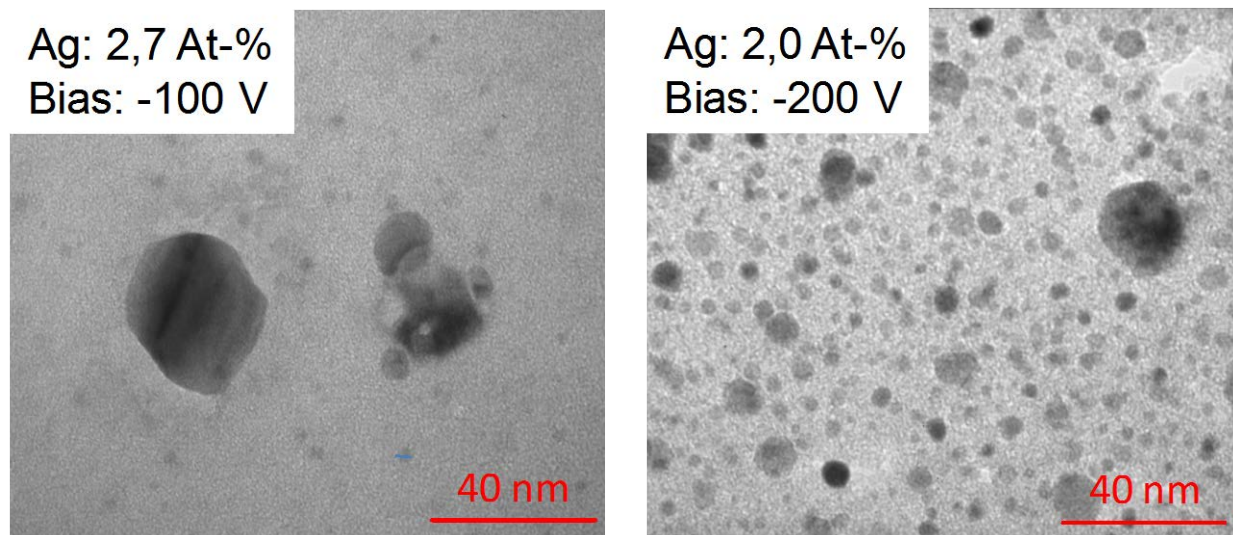


Bild 5: TEM-Aufnahmen von a-C:H:Ag-Schichten mit 2,7 At.-% bzw. 2,0 At.-%, die mit -100 V bzw. -200 V abgeschieden worden sind

- Schichten mit Silbergehalten über 17 At.-% waren nicht stabil, so dass es an Umgebungsluft bzw. bei Lagerung in Wasser zu einer Silberschichtbildung an der Oberfläche kam (siehe Bild 6). Dies deutet auf eine Diffusion von Silber aus der Schicht hin. Aufgrund der fehlenden Löslichkeit vom Silber in der Kohlenstoffmatrix kann die Diffusion dabei allerdings nur über die Silberpartikel – z.B. durch einen Kontakt der einzelnen Silberausscheidungen – geschehen. Durch einen Muttilagenaufbau der Schicht konnte die Bildung von Silberschichten an der Oberfläche verhindert werden.

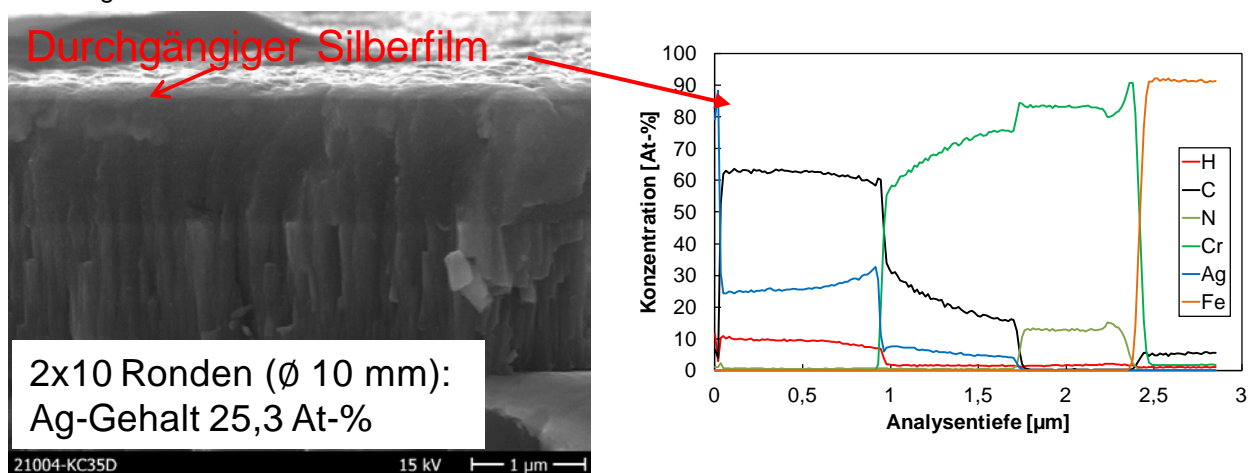


Bild 6: REM-Aufnahmen und SIMS-Profil einer a-C:H:Ag-Schicht mit 25 At.-% Silber

- Durch eine HiPIMS-Abscheidung der Cr/CrN<sub>x</sub>-Zwischenschicht kann ein kolumnares Wachstum unterdrückt werden und deutlich dichtere Schichten abgeschieden werden. Die Haftfestigkeit kann dabei zusätzlich verbessert werden.
- Durch die hohe Sputterrate des Silbers waren die Ronden schnell verbraucht. Ein Austausch der verbrauchten Silberonden mittels Einpressen von neuen Ronden ist realisierbar. Dies ist jedoch mit einem gewissen Risiko für die spröden Graphittargets verbunden. Für eine industrielle Abscheidung ist deswegen der Einsatz von segmentierten Targets zu erwägen.

Es konnte durch eine mehrfache Variation der Bias-Spannung bei der Abscheidung der a-C:H:Ag-Schicht ein Cr/CrN<sub>x</sub>/a-C:H:Ag-Multilagen-Schichtsystem entwickelt werden, das der Zielsetzung entsprach. Schichtsysteme, die mit Bias-Spannungen von -75 V und -150 V in einem Zeitverhältnis von 1:1 abgeschieden wurden, haben folgende Schichteigenschaften erreicht:

- Haftfestigkeitsklasse HF2
- Härte von 19,2 GPa
- Reibkoeffizient von 0,15 bei Trockenreibung gegen 100Cr6
- Reduzierung von E.Coli und Micrococcus Luteus Bakterien nach 24 h bis unter die Nachweisgrenze.
- Kein mikrobieller Bewuchs nach 120 h Auslagerung in Wasser (Bild 7).

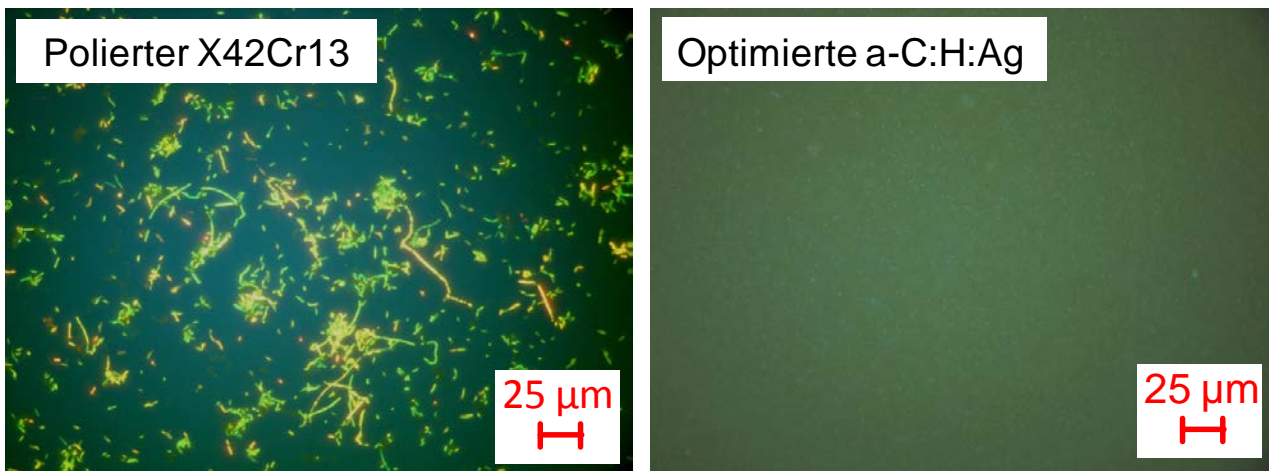


Bild 7: Lichtmikroskopische Aufnahmen des mikrobieller Bewuchs nach 120h Auslagerung in Wasser für polierte Stahlfläche aus X42Cr13 und optimierte a-C:H:Ag-Schichten

### Danksagung

Das IGF-Vorhaben Nr. 16708 der Arbeitsgemeinschaft Wärmebehandlung und Werkstofftechnik e. V. wurde über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Es wurde vom Fachausschuss 10 (Funktionelle Schichten) der AWT betreut.

Kontakt:

Dr.-Ing. Andreas Mehner  
Tel: +49-(0)421-218-51377  
mehner@iwt-bremen.de  
[www.iwt-bremen.de](http://www.iwt-bremen.de)

Dipl.-Ing. Helge Decho  
Tel: +49-(0)421-218-51334  
decho@iwt-bremen.de  
[www.iwt-bremen.de](http://www.iwt-bremen.de)

Gefördert durch:



aufgrund eines Beschlusses  
des Deutschen Bundestages