

Glasspressen – Schichtalterung in Präzisionswerkzeugen

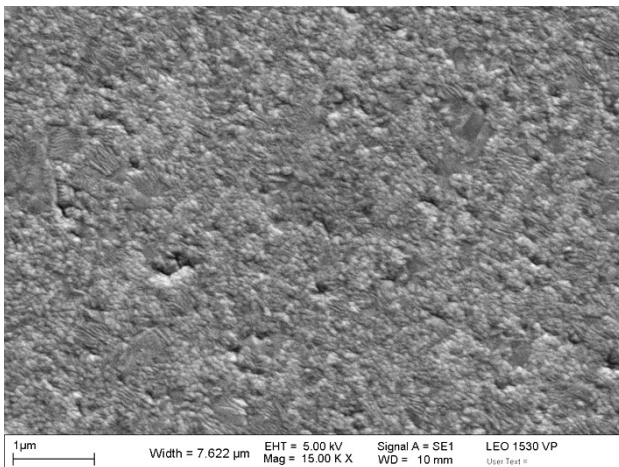
Zur Herstellung von hochwertigen optischen Elementen mit komplexen Geometrien wird die Technologie des Präzisionsblankpressens immer häufiger eingesetzt. Da es sich um einen replikativen Prozess handelt, wird der Stückpreis der hergestellten Optiken hauptsächlich durch die Standzeit der Werkzeuge definiert. Um die Standzeit zu erhöhen, werden auf der Werkzeugoberfläche Schutzschichten auf Edelmetall- oder Kohlenstoffbasis abgeschieden. Die Standzeit dieser Werkzeuge ist daher stark von den Eigenschaften und Standzeiten dieser Beschichtungen abhängig.



Einleitung

Die lange Kontaktzeit des heißen Glases mit dem Werkzeug gepaart mit den mechanischen Beanspruchungen während der Umformung erzeugt ein komplexes Belastungskollektiv der Werkzeugoberflächen. Dieses lässt sich in thermische, chemische und mechanische Beanspruchungen unterteilen.

Um die Standzeit der Umformwerkzeuge im Pressprozess zu erhöhen, werden die Formwerkzeuge mittels speziellen Beschichtungen geschützt. Für die gängigsten Glassorten wird ein Schichtsystem auf Basis der Edelmetalle Platin und Iridium verwendet. Aber auch andere Schichtsysteme sind in der Anwendung bzw. werden getestet.



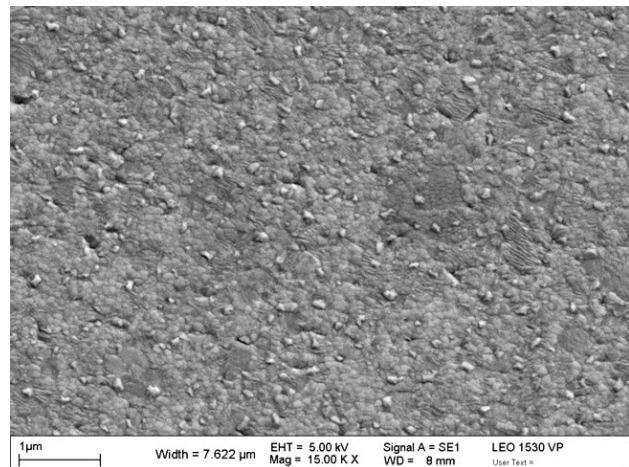
REM Abbildung der Oberfläche einer unbehandelten Platin-Iridium-Schicht.

Die Werkzeugschädigung beim Einsatz erscheint in Form von Glasanhaftungen, Schichtabplatzungen, erhöhter Rauheit oder Defektdichte auf der Oberfläche des Formwerkzeuges. Bis jetzt sind die genauen Ursa-

chen dieser Verschleißerscheinungen noch weitgehend unbekannt.

Elektronenmikroskopie

Untersuchungen der Beschichtungen basieren häufig auf Elektronenmikroskopie (REM) und Röntgenmikroereichsanalysen (EDX) der Schichtoberflächen. Die Informationstiefe der EDX liegt dabei im Bereich um knapp 1µm. Um den internen Aufbau der typischerweise einige 100nm dicken Beschichtungen genauer untersuchen zu können wurden hier jedoch Sputtertiefenprofilmessungen mittels Photoelektronenspektroskopie (XPS) durchgeführt. Die Photoelektronenspektroskopie hat eine vertikale Auflösung von ca. 5 nm. Durch iteratives kontrol-

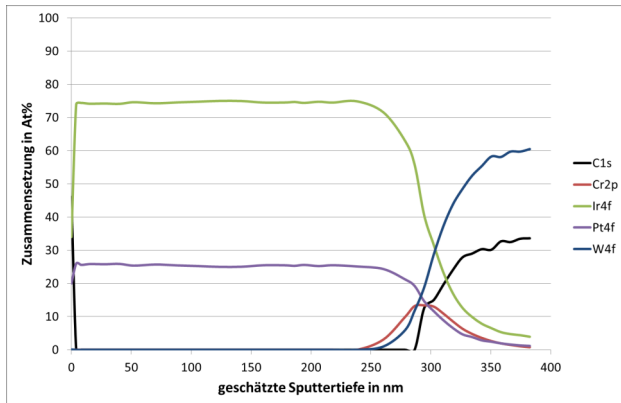


REM Abbildung der Oberfläche einer Platin-Iridium-Schicht. Nach mehreren Heizzyklen.

liertes abtragen der Schicht um einige Nanometer, gefolgt von einer Analyse kann so die Schicht in ihrer vertikalen Zusammensetzung mit hoher Präzision untersucht werden.

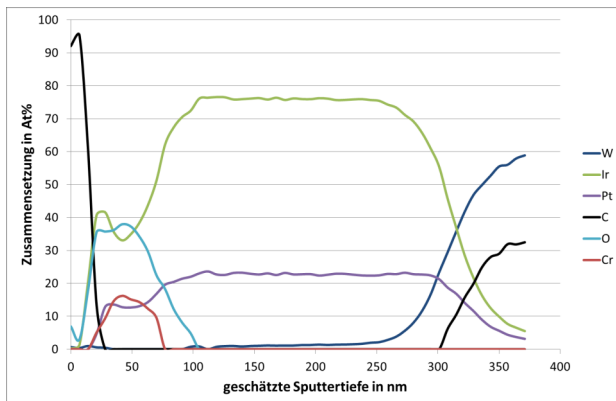
Tiefenprofile an Schichtsystemen

Als Substrat kam das nahezu binderfreie CTM00A Wolfram-Carbid der Ceratizit GmbH zum Einsatz. Auf dieses Substrat wurde zunächst eine 20nm dicke Chrom-Schicht (Cr) als Haftvermittler aufgebracht, gefolgt von einer rund 300nm dicken Platin-Iridium-Schicht (PtIr). Diese Proben wurden dann in einer Moore Nanotech 065 GPM-S unter Vakuum bis auf 630°C wie bei einem typischen Pressvorgang aufgeheizt.



XPS Sputtertiefenprofil einer unbehandelten PtIr-Schicht.

Das Tiefenprofil einer neuwertigen Schicht zeigt bei einer Tiefenprofil-Analyse den erwarteten Schichtaufbau. Wird diese Schicht 1h lang, wie oben beschrieben, thermisch belastet ändert sich der Schichtaufbau jedoch drastisch:



XPS Sputtertiefenprofil einer thermisch belasteten PtIr-Schicht.

Man erkennt gut, dass die Chromschicht von der Grenzfläche zum Substrat praktisch vollständig an die Oberfläche diffundiert ist. Genauere Analyse zeigen, dass das Chrom an der Oberfläche als Chromoxid vorliegt.

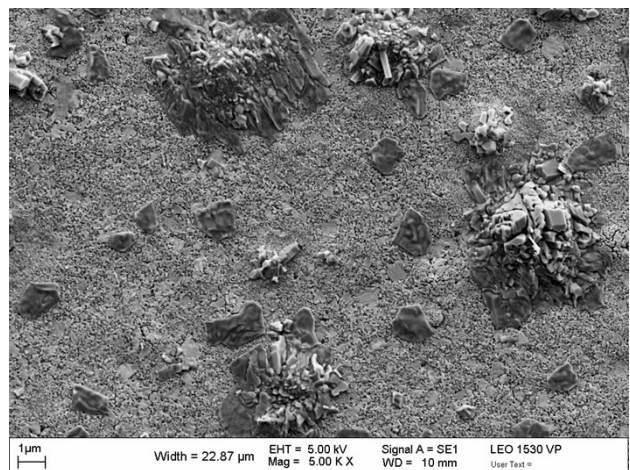
Das Wolfram des Substrates ist ebenfalls in die Schicht eindiffundiert. Bei weiteren Untersuchungen konnte sogar eine Zersetzung des Wolfram-Carbids im Bereich der Grenzfläche nachgewiesen werden.

Wie in dem Profil oben bereits erkennbar, diffundiert das Wolfram aus dem zersetzten Wolframcarbid in die PtIr-Schicht ein. Der Kohlenstoffanteil diffundiert hingegen durch die Schicht hindurch und findet sich dann an der Oberfläche der Probe. Ähnliche Ergebnisse ergeben sich auch mit Nickel als Haftvermittler.

Bedeutung der Ergebnisse

Dieser beobachtete Abbau der Schichtsysteme ist in mehrfacher Hinsicht ein Problem. Zum einen führt ein Fehlen der Haftvermittelnden Schicht zu einer schlechteren Haftung der Schutzschicht auf dem Substrat. Auf Dauer kann dies zu einem Abblättern der Beschichtung von dem Substrat führen.

Darüber hinaus führt die Oxidbildung an der Oberfläche der Schutzschicht aber auch dazu, dass es zu Reaktionen zwischen dem Glas bzw. Glasbestandteilen und den Oxiden auf der Oberfläche der Schutzschicht kommt. Dies wird besonders deutlich, wenn man während der oben beschriebenen Versuche Testgläser auf die Oberfläche der beschichteten Stempel legt.



REM-Abbildung von Glasanhaftungen auf der PtIr-Schicht..

Auf der Oberfläche der Prägestempel konnten danach immer wieder anhaftende Glasbestandteile nachgewiesen werden. Auf der Rückseite der abgenommenen Gläser konnten hingegen typische Schichtbestandteile nachgewiesen werden. Darunter zum Beispiel neben Chrom- oder Nickeloxid auch Iridiumoxid.

Die vorgestellten Untersuchungen wurden im Rahmen des Projektes „Coat4Glass“ (VP2757704) durchgeführt. Das Projekt wurde durch die Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen (AiF) und das Zentrale Innovationsprogramm (ZIM) des Bundesministerium für Wirtschaft und Energie unterstützt.