
Laserinterferenztexturierung elektrischer Steckverbinder für die Automobilindustrie

Dissertation

zur Erlangung des Grades des Doktors der Ingenieurwissenschaften
der Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät III

Chemie, Pharmazie, Biowissenschaften und Materialwissenschaft und Werkstofftechnik
der Universität des Saarlandes



UNIVERSITÄT
DES
SAARLANDES

von

KIM ERIC TRINH QUOC

Saarbrücken 2015

Tag des Kolloquiums: 10.07.2015

Dekan: Prof. Dr.-Ing. Dirk Bähre, Universität des Saarlandes

Berichterstatter: Prof. Dr.-Ing. Frank Mücklich, Universität des Saarlandes

Prof. Dr.-Ing. Frank Berger, TU Ilmenau

Vorsitz: Prof. Dr.-Ing. Dirk Bähre, Universität des Saarlandes

Akad. Mitarbeiter: Dr.-Ing. Michael Marx, Universität des Saarlandes

„Wenn es einen Weg gibt, etwas besser zu machen: Finde ihn!“

Thomas Alva Edison (1847 - 1931),
US-amerikanischer Erfinder und Unternehmer,
Entdecker des glühelektrischen Effekts

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	IV
Abbildungsverzeichnis	VIII
Tabellenverzeichnis	XX
Abkürzungsverzeichnis	XXI
Symbolverzeichnis	XXIII
Danksagung	XXVIII
Zusammenfassung	XXX
Abstract	XXXI
1 Einleitung	1
I. Theoretische Grundlagen	5
2 Physikalische Grundlagen stationärer Kontakte	6
2.1 Kontaktmechanik	6
2.2 Kontaktwiderstand	10
3 Elektrische Steckverbinder	18
3.1 Aufbau und Funktion	18
3.2 Kontaktfederwerkstoffe	19
3.3 Beschichtungswerkstoffe	20
3.4 Herstellungsprozess	25

4	Reibung	27
4.1	Reibungsgesetze.....	27
4.2	Reibungsmechanismen	27
4.2.1	Adhäsion	28
4.2.2	Deformation	29
5	Mechanischer Verschleiß	31
5.1	Verschleißmechanismen und -arten	32
5.2	Mechanischer Verschleiß elektrischer Steckverbinder	33
5.2.1	Gleitverschleiß: Stecken und Ziehen	34
5.2.2	Schwingungverschleiß: Fretting-Korrosion	35
6	LASER-Theorie	41
6.1	Charakteristika von Laserstrahlung	41
6.2	Erzeugung von Licht: Absorption und Emission.....	41
6.3	Populationsinversion.....	43
6.4	Absorption in Metallen	45
6.5	Laser-Material-Wechselwirkung	47
6.6	ns-Laser-Ablation	50
6.7	Laserinterferenztexturierung.....	50
7	Optimierung der tribologischen Eigenschaften durch Oberflächentexturierung	55
7.1	Einführung	55
7.2	Lasertexturierung	58
8	Präzisierte Aufgabenstellung	61
II.	Experimenteller Teil	63
9	Experimenteller Aufbau	64
9.1	Probenvorbereitung.....	64
9.2	Laserinterferenztexturierung.....	65
9.3	Thermische Simulation mittels Finite-Element-Methode.....	67
9.4	Verschleißprüfung.....	72
9.5	Kontaktwiderstandsmessung.....	73
9.6	Simulation des elektrischen Kontaktes	75
9.7	Charakterisierung.....	77

9.7.1	Weißlichtinterferometer	77
9.7.2	Rasterelektronen- und fokussierte Ionenstrahl-Mikroskopie	79
9.7.3	Mikro- und Nanoindentation.....	80
9.7.4	Röntgendiffraktometrie.....	81
9.7.5	Raman-Spektroskopie	81
9.7.6	Sekundärionen-Massenspektrometrie	82
10	Laserinterferenztexturierung	84
10.1	Linienmuster	85
10.1.1	Variation der Fluenz	85
10.1.2	Variation der Periode	87
10.2	Kreuzmuster.....	88
10.3	Punktmuster	89
10.4	Einfluss der Lasertexturierung auf die Mikrostruktur und die chemische Zusammensetzung.....	92
10.5	Thermische Simulation	100
10.6	Diskussion: Laserinterferenztexturierung	105
11	Verschleißexperimente	110
11.1	Verschleißexperimente bei einer Normalkraft von 2,5 N.....	110
11.2	Einfluss des Verschleißes auf Mikrostruktur und chemische Zusammensetzung	120
11.3	Verschleißexperimente bei einer Normalkraft von 5,0 N.....	125
11.4	Vergleich der Verschleißexperimente in Abhängigkeit von der Normalkraft und dem Einfluss der Lasertexturierung	132
11.5	Diskussion der Verschleißexperimente: Entwicklung eines Verschleißmodells	137
12	Kontaktwiderstandsmessungen	148
12.1	Beschreibung des Ausgangszustands und Vergleich mit texturierten Oberflächen.....	148
12.2	Einfluss der Texturierung auf das Deformationsverhalten	151
12.3	Simulation des elektrischen Kontakts	160
12.4	Diskussion: Entwicklung des Kontaktwiderstands nach einmaliger Be- und Entlastung	162
12.5	Verhalten des elektrischen Kontaktwiderstands bei zyklischer Be- und Entlastung	173
12.6	Diskussion: Entwicklung des Kontaktwiderstands nach zyklischer Belastung	176
III.	Schlussfolgerungen und Ausblick.....	178

13	Schlussfolgerung und Ausblick.....	179
IV.	Anhänge.....	185
	Literaturverzeichnis.....	186
	Anlage A: Absorption in Metallen.....	198
A1)	Der komplexe Brechungsindex.....	198
A2)	Abhängigkeit von Polarisierung und Einfallswinkel.....	198
A3)	Abhängigkeit von der Frequenz.....	200
A4)	Abhängigkeit von der Oberflächenrauheit.....	204
A5)	Abhängigkeit von Oxidschichten.....	205
A6)	Abhängigkeit von Verunreinigungen und Defekten.....	206
A7)	Abhängigkeit von der Temperatur.....	207
	Anlage B: Materialparameter.....	210

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1.1:	Modulares Stecksystem für Steuergeräte im Automobil (entnommen aus [14]).	2
Abbildung 2.1:	Hertzscher Punktkontakt zwischen zwei normalbelasteten, elastischen Halbspähren. F_N – Normalkraft, r – Kugelradius, a – Radius der punktförmigen Kontaktfläche, $E_{1/2}$ – E-Modul der oberen bzw. unteren Halbsphäre.	6
Abbildung 2.2:	Modelloberfläche mit stochastisch verteilten Asperiten nach Greenwood und Williamson (entnommen aus [22]). z – Höhe, h_0 – Abstand zwischen der elastischen und der undeformierbaren Ebene, β – Asperitenradius.	7
Abbildung 2.3:	Scheinbare Kontaktfläche A_s und reale Kontaktfläche A_r (schraffiert).	10
Abbildung 2.4:	Scheinbare Kontaktfläche A_s , reale Kontaktfläche A_r (schraffiert) und leitende Kontaktfläche (a-Spots, gepunktet).	12
Abbildung 2.5:	Elektrischer Kontakt zwischen zwei metallischen Körpern (schematisch). Abbildung nach [33].	12
Abbildung 2.6:	Kontaktwiderstand als Funktion der Kontaktnormalkraft (schematisch; doppeltlogarithmische Auftragung); bei ideal elastischer Deformation (—); Einfluss von nichtleitenden Schichten und/oder plastischer Verformung (- - -).	14
Abbildung 3.1:	Schematische Abbildung eines Steckverbinders im Querschnitt (oben). Vergrößerte Darstellung des Schichtsystems (mittig) und der realen Kontaktfläche (unten). Abbildung nach [48].	18
Abbildung 3.2:	Das binäre Phasendiagramm des Systems Kupfer-Zinn (entnommen aus [67]).	24
Abbildung 4.1:	Schematisches Modell der Reibungsmechanismen, die bei Relativbewegung zweier sich berührender Körper auftreten können (entnommen aus [78]).	28
Abbildung 5.1:	Schematisches Modell der Verschleißmechanismen, die bei Relativbewegung zweier sich berührender Körper auftreten können (entnommen aus [88]).	32
Abbildung 5.2:	Wechselwirkung unterschiedlicher Verschleißmechanismen in elektrischen Steckverbindern (Hochstromanwendungen). Abbildung nach [10].	34
Abbildung 5.3:	Mechanismus der Fretting-Korrosion auf einer Zinnoberfläche. 0) Erstkontakt: Die Oxidschicht wird aufgrund der aufgebrachtten Normalkraft durchbrochen. 1) Relativbewegung setzt aufgrund von Vibrationen oder Unterschieden im thermischen Ausdehnungskoeffizienten der Reibpartner ein. Die frei werdende metallische Oberfläche kommt mit der Atmosphäre in Kontakt und oxidiert. 2) Richtungsumkehr der Relativbewegung: Erneut wird metallische Oberfläche frei und beginnt zu oxidieren. Das zuvor gebildete Oxid wird durch die Reibbewegung aufgebrochen. n) Vielfache Wiederholung der Relativbewegungen: Mit fortschreitendem Verschleiß	

	bildet sich eine elektrische isolierende Schicht, bestehend aus verdichteten Oxidpartikeln. Abbildung nach [9].....	36
Abbildung 6.1:	Strahlungsprozesse in einem System mit zwei diskreten Energieniveaus; a) spontane Emission, b) Absorption, c) stimulierte Emission (entnommen aus [100]).....	43
Abbildung 6.2:	Pumpprozess und Inversion in einem Lasermedium mit vier besetzten Energieniveaus. Die Elektronen werden aus dem Grundzustand (E_1) angeregt und auf ein höherenergetisches, instabiles Niveau (Pumpniveau E_4) angehoben. Über strahlungslose Prozesse fallen die Elektronen auf das metastabile Niveau E_3 . Aufgrund der Langlebigkeit dieses Niveaus wird eine Populationsinversion erzeugt, d.h. auf Niveau E_3 befinden sich mehr Elektronen als auf dem instabilen Niveau E_2 . Trifft ein spontan emittiertes Photon, dessen Energie dem Übergang E_3 zu E_2 entspricht, auf die angeregten Elektronen in E_3 , so kommt es zur stimulierten Emission.	45
Abbildung 6.3:	Mögliche Wechselwirkung zwischen einfallendem Laser-Licht mit einem Material. Abbildung nach [107].	46
Abbildung 6.4:	Effekte der Laser-Materialwechselwirkung: a) Aufheizen, b) Aufschmelzen, c) Evaporieren, d) Plasmabildung, e) Ablatieren. Abbildung nach [107].....	48
Abbildung 6.5:	Wirkungsbereiche unterschiedliche Laser-Material-Wechselwirkungseffekte und deren Anwendung in der Laser-Material-Bearbeitung. Abkürzungen: Multi-Photonen Absorption (MPA), Multi-Photonen Ionisation (MPI), gepulste Laserablation (PLA), gepulste Laserdeposition (PLD), Laserhärten (engl. <i>laser annealing</i> , LA), Laser-Reinigen (engl. <i>laser cleaning</i> , LC), Laser-induzierte Isotopen-Trennung (engl. <i>laser induced isotope separation</i> , LIS), Laser-unterstützte Detonationswellen (engl. <i>laser induced detonation waves</i> , LSDW), Laser-unterstützte „Verbrennungswellen“ (engl. <i>laser supported combustion waves</i> , LSCW), Laser-induziertes CVD (engl. <i>laser induced chemical vapor deposition</i> , LCVD), Laser-induziertes elektrochemisches Plattieren/Ätzen (engl. <i>laser induced electrochemical coating</i> , LEC) (entnommen aus [112]).....	49
Abbildung 6.6:	Berechnete Intensitätsverteilung (links) und mittels AFM vermessene Topographie der Textur verzinneter Kupferproben (rechts) für Zweistrahl- (oben) und Dreistrahlinterferenz (unten).....	52
Abbildung 6.7:	Interferenz zweier Laserstrahlen (schematisch).	53
Abbildung 6.8:	Schematische Darstellung der Mikrostruktur nach Laserinterferenzbestrahlung für unterschiedliche Fluenzen im Falle zweier Schichten. Die niedrigschmelzende Schicht (B) liegt oberhalb der hochschmelzenden Schicht (A). a) Niedrige Fluenz: Thermische Dilatation; b) mittlere Fluenz: Schicht B wird aufgeschmolzen, Schicht A nicht; c) mittlere bis hohe Fluenz: Schmelzbereich in B wird erhöht und das Material wird weiter auseinander gedrängt; d) sehr hohe Fluenz: beide Schichten werden aufgeschmolzen. Abbildung entnommen aus [122].	54
Abbildung 7.1:	Vergleich unterschiedlicher Methoden zur Herstellung texturierter Oberflächen. Aufgetragen ist die Herstellungsgeschwindigkeit als Funktion der Strukturgröße [131].....	57

Abbildung 9.1:	Probenringe für Verschleißexperimente (schematisch). Querschnitt der Vollringe (links) und dreidimensionale Darstellung der gefrästen, texturierten Ringe (rechts). Die Höhe der Stege beträgt ca. 1 mm.....	65
Abbildung 9.2:	Schematischer Aufbau des Laserinterferenz-Systems bei Zweistrahl-Interferenz. a) Draufsicht, b) dreidimensionale Darstellung.	66
Abbildung 9.3:	Thermische Diffusionstiefe als Funktion der Zeit. Vertikale gestrichelte Linie: Laserpulsdauer von 10 ns; horizontale Linien: entsprechende Wärmeeindringtiefen für Kupfer und Zinn.	70
Abbildung 9.4:	Schematische Darstellung der Modells: Geometrie des verzinnnten Bandes; laterale und vertikale Intensitätsverteilung der interferierenden Laserstrahlen.	71
Abbildung 9.5:	Schematische Darstellung des Fretting-Prüfstands (entnommen aus [95]). 1. Kurbelantrieb, 2. selbstausrichtendes Gelenk, 3. bewegte Probe, 4. ruhende Probe, 5. Gegengewicht, 6. Normal-Gewicht, 7. Kraftsensor, 8. selbstausrichtendes Kugellager, 9. Gegengewicht.	72
Abbildung 9.6:	Schematische Darstellung des Kontaktwiderstand-Messplatzes. 1. Probe, 2. Sonde, 3. elektrischer Isolator, 4. piezoelektrischer Linearverstärker, 5. Kraftsensor, 6. x-y-Tisch, 7. Stromquelle, 8. Nanovoltmeter [17].....	74
Abbildung 9.7:	Spannungsverteilung nach von Mises (Graustufen) im Querschnitt der Kontaktgrenzfläche eines Dreischichtsystems. Abbildung entnommen aus [146].	75
Abbildung 9.8:	Potentialgefälle im Querschnitt eines elektrischen Kontaktsystems. Darstellung des Potentials in Graustufen (entnommen aus [146]).	76
Abbildung 9.9:	a) Strahlengang im WLI (schematisch); b) Interferenzmuster im WLI; darüber aufgetragen ist die gemessene Intensität gegenüber dem optischen Gangunterschied (engl. <i>optical path difference</i> , OPD).	78
Abbildung 9.10:	Dreidimensionales Oberflächenprofil einer laserinterferenztexturierten Oberfläche, berechnet anhand von WLI-Messungen.	78
Abbildung 9.11:	Zielpräparation mittels FIB. Eine Schutzschicht aus Platin verhindert im Zielbereich die Schädigung der Oberfläche durch den Ionenstrahl. Die Mikrostruktur der Probe ist im Querschnitt deutlich sichtbar. Ein Zielkreuz auf der Oberfläche dient der automatischen Drift-Korrektur während der Präparation.....	79
Abbildung 9.12:	Streuung von Licht an einem Molekül mit einem grünen Laser. Ein Teil der Strahlung wird unter Energieabgabe an das Molekül inelastisch gestreut (roter Strahl) [157].	82
Abbildung 9.13:	Kollisionskaskade während des Ionenbombardements (schematisch) [161].	83
Abbildung 10.1:	REM-Aufnahme der Oberfläche einer untexturierten Probe des Materialsystems B14 SnPur (feuerverzinkt). Die Mittenrauheit R_a betrug $10,2 \pm 1,4$ nm. a) Übersicht: Zu erkennen sind Kratzer auf der Oberfläche. b) Detailansicht: Mikrokratzer und Verformungen.	84

- Abbildung 10.2: REM-Aufnahmen der polierten Oberfläche eines stromlos verzinnnten Kupferrings. Die Mittenrauheit R_a betrug $6,7 \pm 0,8$ nm. a) Übersicht, b) Zoom. Erkennbar sind im Sekundärelektronenkontrast herstellungsbedingte Unregelmäßigkeiten. 85
- Abbildung 10.3: Texturierung feuerverzinnter Oberflächen mit einer Periode von $9 \mu\text{m}$ (REM-Aufnahmen). Variation der Fluenz zwischen 150 und 760 mJ/cm^2 86
- Abbildung 10.4: Texturierung feuerverzinnter Oberflächen. Variation der Periode zwischen $4,5$ und $18 \mu\text{m}$ bei optimaler Fluenz (REM-Aufnahmen). 87
- Abbildung 10.5: Texturierung feuerverzinnter Oberflächen. Kreuzmuster mit einer Periode von $18 \mu\text{m}$. Erster Schuss (vertikale Linien) mit einer Fluenz von 455 mJ/cm^2 (REM-Aufnahmen). Variation der Fluenz zwischen 200 und 300 mJ/cm^2 mit dem zweiten Schuss (horizontale Linien). 88
- Abbildung 10.6: Texturierung feuerverzinnter Oberflächen (REM-Aufnahmen). Punktmuster mit einer Periode von $4,5 \mu\text{m}$. Variation der Fluenz zwischen 200 und 355 mJ/cm^2 90
- Abbildung 10.7: Punktmuster mit einer Periode von $4,5 \mu\text{m}$ auf einer feuerverzinnnten Probe (REM-Aufnahmen). Darstellung eines vollständigen Laserspots. a) Fluenz 250 mJ/cm^2 : Zu sehen ist eine periodische Modulation in der linken Hälfte des Spots. b) Fluenz 300 mJ/cm^2 : Die Modulation ist kaum noch sichtbar..... 91
- Abbildung 10.8: Punktmuster mit einer Periode von $7,5 \mu\text{m}$ auf feuerverzinnnten (a, b) bzw. stromlos verzinnntem (c, d) Kupfer (REM-Aufnahmen). Die Texturierung wurde mit einer Fluenz von 515 mJ/cm^2 durchgeführt. 92
- Abbildung 10.9: REM-Aufnahmen zweier FIB-Querschnitte an feuerverzinnnten Proben. a) Referenzzustand: Das Schichtsystem ist aufgebaut aus dem Grundmaterial (Kupferband), einer Zwischenschicht aus intermetallischer Phase (IMP) und einer darüber liegenden Zinnschicht. b) Texturierte Probe (Periode $7,5 \mu\text{m}$): Der Schichtaufbau entspricht der Probe im Grundzustand. Die Zinnschicht weist eine laserinduzierte Topographie auf. Im Topographiemaximum ist eine Pore erkennbar [17]..... 93
- Abbildung 10.10: Elementverteilung im Querschnitt einer texturierten Probe (EDX-Mapping). Zu sehen sind das Basismaterial aus Kupfer (rot), die Deckschicht aus Zinn (cyan), sowie die dazwischen befindliche intermetallische Phase (IMP). 94
- Abbildung 10.11: FIB-Querschnitte stromlos verzinnnter Kupferringe (REM-Aufnahmen). a) Referenzzustand: Das Schichtsystem ist aufgebaut aus dem Grundmaterial (Kupfer) sowie einer Schicht, bestehend aus metallischem Zinn (dunkelgrau) und intermetallischer Phase (hellgrau, IMP). b) Topographisches Maximum einer lasertexturierten Probe (Periode $7,5 \mu\text{m}$): Der Schichtaufbau entspricht der Probe im Referenzzustand. c) Topographisches Minimum mit gleichem Schichtaufbau. 94
- Abbildung 10.12: XRD-Ergebnisse vor und nach der Lasertexturierung (Periode $7,5 \mu\text{m}$). Aufgetragen ist die Intensität als Funktion des Beugungswinkels. Die Intensität ist dabei in unskalierten Einheiten angegeben (engl. *arbitrary units*, a.u.). a) Feuer-verzinnnte Probe (Fluenz: 355 mJ/cm^2); b) stromlos verzinnnte Probe (Fluenz: 515 mJ/cm^2). Neben Zinn (\blacktriangle) und Kupfer (\blacklozenge) wurde auch die intermetallische Phase Cu_6Sn_5 (\blacklozenge) detektiert. 95

- Abbildung 10.13: FIB-Querschnitte an texturierten, feuerverzinnnten Proben mit Linienmuster und einer Periode von 18 μm (REM-Aufnahmen). Die Fluenz betrug 455 mJ/cm^2 . Im Querschnitt erkennbar ist eine starke Porenbildung innerhalb der topographischen Maxima. a) Übersicht, b) Detailaufnahme. 96
- Abbildung 10.14: Querschnitt der Probenoberfläche einer feuerverzinnnten Probe vor und nach Texturierung (STEM Hellfeld-Aufnahmen). a) Untexturierte Probe mit einer nativen Oxidschicht der Dicke 2,1 nm; b) Übersichtsaufnahme der texturierten Probe (Fluenz: 355 mJ/cm^2); c) topographisches Minimum der texturierten Probe mit einer Oxidschichtdicke von ca. 6,6 nm; d) topographisches Maximum der texturierten Probe mit einer Oxidschichtdicke von ca. 9,6 nm. 97
- Abbildung 10.15: SIMS-Maps des Sauerstoff(^{16}O)-Signals für sechs Ebenen einer untexturierten und einer texturierten feuerverzinnnten Probe im Ausgangszustand. Erste Ebene jeweils links oben; sechste Ebene jeweils rechts unten. Abgetragen wurden ca. 10 nm. 98
- Abbildung 10.16: Mechanische Eigenschaften der untexturierten bzw. texturierten feuerverzinnnten Proben. a) relative Härte, b) relativer E-Modul. Härte und E-Modul wurden dabei auf die Werte des untexturierten Referenzzustands normiert. 100
- Abbildung 10.17: Maximaltemperaturen an der Probenoberfläche im Intensitätsmaximum/ -minimum als Funktion der Periode für Fluenzen zwischen 70 und 1000 mJ/cm^2 . a) Zinnschichtdicke 0,5 μm ; b) Zinnschichtdicke 2,0 μm 101
- Abbildung 10.18: Schmelzdauer im Intensitätsmaximum als Funktion der Periode für Fluenzen zwischen 70 und 1000 mJ/cm^2 . a) Zinnschichtdicke 0,5 μm ; b) Zinnschichtdicke 2,0 μm 103
- Abbildung 10.19: Maximaltiefe der 505 K-Isotherme im Intensitätsmaximum als Funktion der Periode für Fluenzen zwischen 70 und 1000 mJ/cm^2 . a) Zinnschichtdicke 0,5 μm ; b) Zinnschichtdicke 2,0 μm 104
- Abbildung 10.20: Verzinnnte Proben unterschiedlicher Rauheit nach Texturierung mit einer Periode von 9 μm (REM-Aufnahmen). Rauheit des Ausgangsmaterials: a) $R_{\text{rms}} = 15,3 \pm 4,4 \text{ nm}$, b) $R_{\text{rms}} = 258,9 \pm 23,7 \text{ nm}$ 106
- Abbildung 10.21: Modell der Kristallstrukturen von a) Kupfer, b) Zinn, c) Cu_6Sn_5 und d) Cu_3Sn . Die Einheitszellen sind mit schwarzen Linien markiert. Kupfer – rot, Zinn – grau. Strukturdaten entnommen aus [166]. 109
- Abbildung 11.1: Ergebnisse eines Verschleißexperiments an einer untexturierten Probe bei einer Normalkraft von 2,5 N und einer Gesamtzyklenzahl von 35000. Reibungs-koeffizient (oben) und elektrischer Kontaktwiderstand (unten) als Funktion der Zyklenzahl. Die Kurven wurden gemäß dem vorliegenden Verschleißverhalten in drei Zonen eingeteilt. 111
- Abbildung 11.2: Ergebnisse eines Verschleißexperiments an einer texturierten Probe bei einer Normalkraft von 2,5 N und einer Gesamtzyklenzahl von 35000. Reibungs-koeffizient (oben) und elektrischer Kontaktwiderstand (unten) als Funktion der Zyklenzahl. Die Kurven wurden gemäß dem vorliegenden Verschleißverhalten in drei Zonen eingeteilt. Lokale Maxima wurden mit Pfeilen markiert. 112

- Abbildung 11.3: Lichtmikroskopische Aufnahme der Oberfläche der untexturierten (links) und texturierten (rechts) gefrästen Ringe nach Verschleißtests unter einer Normalkraft von 2,5 N. Dargestellt sind die Bereiche maximalen Verschleißes (schwarz). a/b) 512 Zyklen, c/d) Ringe nach Überschreiten des kritischen Widerstands R_{krit} (70 m Ω), e)/f) nach 35000 Zyklen. 114
- Abbildung 11.4: Untexturierte Probe nach 512 Zyklen unter einer Normalkraft von 2,5 N (REM-Aufnahmen eines gefrästen Probenrings). a) Übersichtsaufnahme, b) – d) Detailaufnahmen der in a) markierten Bereiche. 115
- Abbildung 11.5: Texturierte Probe nach 512 Zyklen unter einer Normalkraft von 2,5 N (REM-Aufnahmen eines gefrästen Probenrings). a) Übersichtsaufnahme, b) – d) Detailaufnahmen der in a) markierten Bereiche. b) Eingezeichnet ist der Rand der Verschleißzone (---). Das hexagonale Muster ist in diesem Bereich noch erkennbar..... 116
- Abbildung 11.6: Untexturierte Probe nach Überschreiten des kritischen elektrischen Widerstands unter einer Normalkraft von 2,5 N (REM-Aufnahmen eines gefrästen Probenrings). a) Übersichtsaufnahme, b) – c) Detailaufnahmen der in a) markierten Bereiche. d) Detailaufnahme des in c) markierten Bereichs. Gekennzeichnet sind die Bereiche mit Partikeln des Typs I bzw. II..... 117
- Abbildung 11.7: Texturierte Probe nach Überschreiten des kritischen elektrischen Widerstands unter einer Normalkraft von 2,5 N (REM-Aufnahmen eines gefrästen Probenrings). a) Übersichtsaufnahme, b) – d) Detailaufnahmen der in a) markierten Bereiche. 118
- Abbildung 11.8: Untexturierte und texturierte Probe nach 35000 Zyklen unter einer Normalkraft von 2,5 N (REM-Aufnahmen gefräster Probenringe). a)/e) Übersichtsaufnahmen; b)/c)/f)/g) Detailaufnahmen der in a) bzw. d) markierten Bereiche; d)/h) Formation des Typs III: Detailaufnahme des in b) bzw. f) markierten Bereichs. 119
- Abbildung 11.9: Elementverteilung im Oberflächenbereich einer texturierten Probe nach Überschreiten des kritischen elektrischen Widerstands unter einer Normalkraft von 2,5 N (EDX-Mapping). a) Sekundärelektronen-Kontrast, b) Zinn-Signal mit Kennzeichnung der Partikel des Typs I und II, c) Kupfer-Signal, d) Sauerstoff-Signal..... 120
- Abbildung 11.10: Raman-Spektren der Verschleißpartikel der Typen I bis III. Genutzt wurde eine Anregungswellenlänge von 532 nm. Bei Typ I und III handelt es sich um Kupfer(II)oxid und bei Typ II um Zinn(II)oxid..... 121
- Abbildung 11.11: FIB-Querschnitt der untexturierten Probe nach Überschreiten des kritischen Widerstands (Verschleißtest mit 2,5 N Normalkraft; REM-Aufnahmen). a)/b) Querschnitt des in Abbildung 11.6 b)/d) gezeigten Bereichs. c)/d) Detailaufnahme des in a)/b) markierten Bereichs. Pt – Platin, Cu – Kupfer, IMP – intermetallische Phase..... 122
- Abbildung 11.12: REM-Aufnahmen der Oberfläche und zweier FIB-Querschnitte des untexturierten Gegenkörpers zur texturierten Probe nach Überschreiten des kritischen Widerstands (Verschleißtest mit 2,5 N Normalkraft, vgl. Abbildung 11.7). a) Übersicht; b) und c) Querschnitt durch die in a) markierten Bereiche. 123

- Abbildung 11.13: Elementverteilung im Oberflächenbereich der Verschleißspur des untexturierten Gegenkörpers (vgl. Abbildung 11.12 a); EDX-Mapping). a) Zinn, b) Kupfer, c) und Sauerstoff. 124
- Abbildung 11.14: REM-Aufnahmen der Verschleißformation des Typs III auf einer untexturierten Probe nach 35000 Zyklen (Verschleißtest mit 2,5 N Normalkraft, vgl. Abbildung 11.8 d). a) Übersicht, b) Querschnitt des in a) markierten Bereichs..... 124
- Abbildung 11.15: Ergebnisse eines Verschleißexperiments an einer untexturierten Probe bei einer Normalkraft von 5,0 N und einer Gesamtzyklenzahl von 45000. Reibungs-koeffizient (oben) und elektrischer Kontaktwiderstand (unten) als Funktion der Zyklenzahl. 125
- Abbildung 11.16: Ergebnisse eines Verschleißexperiments an einer texturierten Probe bei einer Normalkraft von 5,0 N und einer Gesamtzyklenzahl von 45000. Reibungs-koeffizient (oben) und elektrischer Kontaktwiderstand (unten) als Funktion der Zyklenzahl. 126
- Abbildung 11.17: Lichtmikroskopische Aufnahme der Oberfläche der untexturierten (links) und texturierten (rechts) gefrästen Ringe nach Verschleißtests unter einer Normalkraft von 5,0 N. Dargestellt sind die Bereiche maximalen Verschleißes (schwarz). a)/b) 512 Zyklen, c)/d) Ringe nach Überschreiten des kritischen Widerstands R_{krit} (70 m Ω), e)/f) nach 45000 Zyklen. 127
- Abbildung 11.18: Untexturierte Probe nach 512 Zyklen unter einer Normalkraft von 5,0 N (REM-Aufnahmen eines gefrästen Probenrings). a) Übersichtsaufnahme, b) – d) Detailaufnahmen der in a) markierten Bereiche. In b) sind die Partikel des Typs I bzw. II markiert. 128
- Abbildung 11.19: Texturierte Probe nach 512 Zyklen unter einer Normalkraft von 5,0 N (REM-Aufnahmen eines gefrästen Probenrings). a) Übersichtsaufnahme, b) und c) Detailaufnahmen der in a) markierten Bereiche. c) Eingezeichnet ist die Grenze zwischen zentraler Verschleißspur und Randbereich..... 129
- Abbildung 11.20: Proben nach Überschreiten des kritischen elektrischen Widerstands unter einer Normalkraft von 5,0 N (REM-Aufnahmen gefräster Probenringe). Dargestellt sind eine untexturierte Probe (oben) und eine texturierte Probe (unten). a) und d) Übersichtsaufnahmen. b) und c) Detailaufnahmen der in a) markierten Bereiche. In b) sind Kupferoxidpartikel (Typ I und III) und Zinnoxidpartikel (Typ II) gekennzeichnet. e) und f) Detailaufnahmen der in d) markierten Bereiche..... 130
- Abbildung 11.21: Proben nach 45000 Zyklen unter einer Normalkraft von 5,0 N (REM-Aufnahmen gefräster Probenringe). Dargestellt sind eine untexturierte Probe (oben) und eine texturierte Probe (unten). a) und d) Übersichtsaufnahmen. b) und c) Detailaufnahmen der in a) markierten Bereiche. e) und f) Detailaufnahmen der in d) markierten Bereiche. In c) sind die Formationen des Typs III gekennzeichnet. 131
- Abbildung 11.22: Vergleich des Reibungskoeffizienten von untexturierten und texturierten Proben unter Normalkräften von 2,5 N (linke Seite) und 5,0 N (rechte Seite). Darstellung als Box-Whisker-Diagramm. Innerhalb der Box liegen die mittleren 50 % der Daten, wobei der Median als durchgezogener Strich dargestellt ist. Das 10 %- bzw. 90 %- Quantil wird durch den unteren bzw. oberen Whisker, das 1 %- bzw. 99 %-Quantil wird durch

den unteren bzw. oberen Punkt dargestellt.....	132
Abbildung 11.23: Vergleich des elektrischen Kontaktwiderstands von untexturierten mit texturierten Proben unter Normalkräften von 2,5 und 5,0 N. Darstellung als Box-Whisker-Diagramm.....	133
Abbildung 11.24: Vergleich der Zyklenanzahl bis zum Überschreiten des kritischen Kontaktwiderstands R_{krit} (70 m Ω). Verglichen werden untexturierte mit texturierten Proben unter Normalkräften von 2,5 und 5,0 N. Darstellung als Box-Whisker-Diagramm.....	134
Abbildung 11.25: Der betrachtete Flächenanteil ist definiert als die Fläche unter der Kontaktwiderstand-Zyklenzahl-Kurve oberhalb von R_{krit} in Relation zur Gesamtfläche unter der Kurve. Verglichen werden untexturierte mit texturierten Proben unter Normalkräften von 2,5 und 5,0 N. Darstellung als Box-Whisker-Diagramm.....	135
Abbildung 11.26: Vergleich des normierten elektrischen Kontaktwiderstands R_k^{norm} von untexturierten mit texturierten Proben unter Normalkräften von 2,5 und 5,0 N. R_k^{norm} ist definiert als die Fläche unterhalb der Kurve des elektrischen Kontaktwiderstands, normiert auf die Anzahl an Zyklen und den minimalen Kontaktwiderstand unter stationären Bedingungen. R_k^{norm} ist daher dimensionslos. Darstellung als Box-Whisker-Diagramm.....	136
Abbildung 11.27: Mögliches Szenario für das Einlaufverhalten bei trockener Reibung: A – Entfernung von Oberflächenoxid; B – plastische Deformation von oberflächennahem Material, C – Beitrag durch Abriebpartikel (Transfer zwischen den metallischen Körpern oder Verschleiß durch Partikel). μ_0 – Reibungskoeffizient bei Beginn des Experiments, μ_{ss} – Gleichgewichts-Reibungskoeffizient (entnommen aus [173]).	137
Abbildung 11.28: Vergleich des Einlaufverhaltens von untexturierten (oben) und texturierten (unten) Proben. Reibungskoeffizient als Funktion der Zyklenzahl. Verschleißexperiment unter Normalkräften von a) 2,5 N; b) 5,0 N.	138
Abbildung 11.29: Vergleich des Einlaufverhaltens von untexturierter (oben) und texturierter (unten) Probe. Elektrischer Kontaktwiderstand als Funktion der Zyklenzahl. Verschleißexperiment unter einer Normalkraft von a) 2,5 N; b) 5,0 N.....	141
Abbildung 11.30: Fretting-Modell für das Materialsystem Kupfer-intermetallische Phase-Zinn-Zinnoxid (s. Stufe 1). Schematische Darstellung einer untexturierten Oberfläche ausgehend von zwei in Kontakt stehenden Asperiten. IMP – intermetallische Phase, R_K – elektrischer Kontaktwiderstand, μ – Reibungskoeffizient. Basierend auf [175].	142
Abbildung 11.31: REM-Aufnahme des Randbereichs einer texturierten Probe nach 512 Zyklen unter einer Normallast von 2,5 N. Zu sehen sind große, kugelförmige Verschleißpartikel auf den Topographiemaxima sowie in den Minima eingelagerte, kleinere Verschleißpartikel.....	145
Abbildung 11.32: Fretting-Modell für den Randbereich der Verschleißzone zwischen einer texturierten Probe und einem untexturierten Gegenkörper. Schematische Darstellung der Oberfläche ausgehend von zwei in Kontakt stehenden topographischen Maxima. IMP – intermetallische Phase.	147

- Abbildung 12.1: WLI-Abbildungen der vergoldeten Sonde. a) reale Geometrie, b) Darstellung der äquivalenten Ebene derselben Sonde. Die Oberfläche ist herstellungsbedingt nicht perfekt sphärisch und weist eine mittlere Rauheit R_a von $266,6 \pm 49,9$ nm auf [17]. 149
- Abbildung 12.2: Elektrischer Kontaktwiderstand als Funktion der Normalkraft. Doppeltlogarithmische Darstellung des untexturierten Zustands. Der obere Ast der Kurve stellt den Belastungsfall dar, der untere den Entlastungsfall. Die Normalkräfte liegen im Bereich von 0,25 bis 10 N. 150
- Abbildung 12.3: Elektrischer Kontaktwiderstand als Funktion der Normalkraft. Doppeltlogarithmische Darstellung des untexturierten und des texturierten Zustands (hexagonales Punktmuster, Periode 7,5 μ m) [17]. 151
- Abbildung 12.4: REM- und WLI-Aufnahmen einer untexturierten und einer hexagonal texturierten Probenoberfläche nach Indentation mit einer Normalkraft von 10 N. a), c) Die Topographie der Sonde wurde während des Experiments auf die nicht-texturierte Probe geprägt. Am Rande des Indents kam es einseitig zum Auftürmen von Material (Pile-up) sowie zur Riefenbildung auf der gegenüberliegenden Seite. b), d) Auf der hexagonal texturierten Probe ist der Präge-Effekt sehr schwach ausgebildet. Ein merklicher Pile-up sowie Riefenbildung wurden nicht beobachtet. 152
- Abbildung 12.5: Probenoberfläche einer texturierten Probe nach Indentation mit einer Normalkraft von 10 N. a) REM-Aufnahme unter einem Beobachtungswinkel von 52° . Vergrößerung von Abbildung 12.4 (rechts oben). Zu sehen ist das Zentrum des Indents mit abgeflachter Topographie. Die Überreste der ursprünglichen Textur sind anhand von Ringen in hexagonaler Anordnung erkennbar. b) STEM-Aufnahme (Hellfeld) eines Querschnitts, der aus dem in a) markierten Bereich stammt. Die Zinnschicht ist durchsetzt mit einzelnen intermetallischen Partikeln und größeren Körnern aus intermetallischer Phase (IMP). Zu sehen ist ein Riss, der ausgehend von der Oberfläche durch die Zinnkörner bzw. entlang der Phasengrenze Zinn-IMP verläuft. Ebenfalls abgebildet ist die leitfähige Beschichtung (Au-Pd) sowie die Schutzschicht aus Platin. 153
- Abbildung 12.6: EBSD-Maps einer untexturierten Probe nach Messung des elektrischen Kontaktwiderstands mit unterschiedlichen Normalkräften (von 0,25 bis 10 N). Darstellung der inversen Polfigur (IPF, farbig) überlagert mit der Image Quality (Graustufen). Anhand der Farbkodierung der IPF lässt sich auf die Orientierung der jeweiligen Körner schließen. 154
- Abbildung 12.7: Durchmesser der rekristallisierten Körner als Funktion der Normalkraft; kalkuliert anhand von EBSD-Daten. Darstellung als Box-Whisker-Diagramm. Innerhalb der Box liegen die mittleren 50 % der Daten, wobei der Median als durchgezogener Strich dargestellt ist. Das 10 %- bzw. 90 %- Quantil wird durch den unteren bzw. oberen Whisker, das 1 %- bzw. 99%-Quantil wird durch den unteren bzw. oberen Punkt dargestellt. Zur besseren Übersichtlichkeit wurde die Y-Achse (Korndurchmesser) an zwei Stellen unterbrochen. 155
- Abbildung 12.8: EBSD-Maps einer untexturierten Probe nach Messung des elektrischen Kontaktwiderstands mit unterschiedlichen Kräften. Darstellung der inversen Polfigur überlagert mit der Grain Reference Orientation Deviation (GROD; schwarz umrandet) der rekristallisierten Körner, die innerhalb der gestrichelten Kreislinie liegen. Die GROD ist farbkodiert,

- wobei blau die minimale und rot die maximale Fehlorientierung darstellt. Angegeben ist zudem der jeweilige Kreisdurchmesser, der ein Maß für den Indentdurchmesser darstellt. 156
- Abbildung 12.9: Vergleich der EBSD-Ergebnisse einer untexturierten mit einer hexagonal texturierten Probe nach Belastung mit einer Normalkraft von 10 N. a), b) Darstellung der inversen Polfigur überlagert mit der Image Quality. Auf der texturierten Probe (b) wurde außerhalb des abgeflachten Indents kein EBSD-Signal empfangen (schwarzer Bereich). c), d) Darstellung der GROD der rekristallisierten Körner, die innerhalb der gestrichelten Kreislinie mit dem Durchmesser D_a liegen. Bei der texturierten Probe wurde ein innerer Bereich mit dem Radius D_i gekennzeichnet, innerhalb dessen die Fehlorientierung korrekt bestimmt werden konnte. Aufgrund der geringen Abflachung der Textur im Bereich $D_i < D < D_a$ wurden die Topographiemaxima als einzelne Körner registriert, was fälschlicherweise zur Berechnung einer zu geringen Fehlorientierung führte. 157
- Abbildung 12.10: Darstellung der inversen Polfigur der in Abbildung 12.9 dargestellten untexturierten (a) und texturierten Probe (b) nach der Messung des elektrischen Kontaktwiderstands mit einer maximalen Normalkraft von 10 N. Berücksichtigt wurden nur die rekristallisierten Körner. Die Intensität ist ein Maß für die Ausprägung der jeweiligen (kristallographischen) Textur und ist farbkodiert dargestellt. Die minimale Intensität ist dabei blau, die maximale rot; MRD. – *multiples of random density* (Vielfache der Poldichte einer Probe ohne Vorzugsorientierung). 158
- Abbildung 12.11: SIMS-Maps des Sauerstoff(^{16}O)-Signals für sechs Ebenen einer untexturierten und einer hexagonal texturierten Probe nach Indentation infolge der Kontaktwiderstandsmessung. 1. Ebene jeweils links oben, 6. Ebene jeweils rechts unten. In Ebene 4 der texturierten Probe wurden die Umrisse eines ehemaligen Topographiemaximums eingezeichnet. Abgetragen wurden ca. 10 nm. 159
- Abbildung 12.12: Kontaktfläche als Funktion der Normalkraft. Verglichen werden die simulierten Daten mit dem Hertz-Modell (s. Gl. 2.2). Die reale Kontaktfläche nach Hertz ist deutlich kleiner als die scheinbare der untexturierten und texturierten Proben [179]. 160
- Abbildung 12.13: Darstellung der Flächenpressung in der x-y-Ebene (senkrecht zur Belastungsrichtung) der untexturierten (links) und texturierten Probe (rechts). Die gelben Flächen kennzeichnen die Kontaktpunkte. Zur Berechnung dieser Darstellung wurden gemessene Oberflächendaten verwendet [179]. 161
- Abbildung 12.14: Elektrischer Kontaktwiderstand als Funktion der Normalkraft bei Belastung. Doppeltlogarithmische Darstellung des untexturierten und des texturierten Zustands (hexagonales Punktmuster, Periode $7,5\ \mu\text{m}$). Vergleich der experimentellen mit den simulierten Daten [179]. 162
- Abbildung 12.15: Elektrischer Kontaktwiderstand als Funktion der Normalkraft (doppeltlogarithmische Darstellung): untexturiert (\square), texturiert (\bullet) und berechnet für den texturierten Fall (nach Holm, Gl. 2.25) (\circ). 163

- Abbildung 12.16: Mittlere Flächenpressung als Funktion der Normalkraft. Vergleich der anhand der Simulationsergebnisse berechneten Werte mit dem Modell von Hertz. Die Fließspannung wurde mit Gleichung Gl. 2.18 anhand der Ergebnisse der Härtemessung berechnet. 167
- Abbildung 12.17: Deformation der lasertexturierten Probe unter Einwirken der Prüfsonde. Links: Schematische Darstellung (im Querschnitt); rechts: REM-Aufnahmen der Oberfläche des entsprechenden Zustands (Beobachtungswinkel 52°). (1) Erstkontakt zwischen Sonde und Topographiemaxima mit noch intakter Oxidschicht. Unter der anliegenden Normallast findet ein radial verlaufender Materialfluss weg von den Maxima statt. In den REM-Aufnahmen ist ein leichtes Abflachen der Maxima erkennbar. Der Materialfluss wird symbolisch durch weiße Pfeile gekennzeichnet. (2) Weitere Abflachung der Maxima. Dort, wo das Material zusammentrifft, bilden sich Grenzflächen (weiße Linie im REM-Bild). Zudem wird Material in die Minima gedrückt. Während dieses Prozesses wird die Oxidschicht mechanisch aufgebrochen. (3) Die Minima wurden unter der äußeren Last vollständig mit Material aufgefüllt. Die Grenzfläche zwischen Sonde und Probe besteht aus einem zerstörten Oxidfilm, durch den ein metallischer Kontakt möglich ist. Die REM-Aufnahmen zeigen Spuren des ursprünglichen hexagonalen Musters. 168
- Abbildung 12.18: Vier Stadien eines Belastung-Entlastung-Zyklus. a) Endstadium der Belastung; b) Entlastung: alle plastisch und einige elastisch deformierte Asperiten sind in Kontakt; c) nur die plastisch deformierten Asperiten sind noch in Kontakt während Entlastung; d) nur wenige plastisch deformierten Asperiten sind noch in Kontakt während Entlastung. ω – Überschneidung, d – Asperitenhöhe. Abbildung entnommen aus [31]. 170
- Abbildung 12.19: Oberflächenprofile vor (oben) und nach Indentation (unten). Verglichen werden untexturierte (links) mit texturierten Proben (rechts). In c) ist der durch die Sonde verursachte Pile-up von Material eingezeichnet. In d) ist schematisch die Kontur der Sonde eingezeichnet (gestrichelte Linie). 172
- Abbildung 12.20: Elektrischer Kontaktwiderstand als Funktion der Normalkraft für 15 vollständige Be- und Entlastungszyklen. Doppeltlogarithmische Darstellung des untexturierten und des hexagonal texturierten Zustands. Zur besseren Übersichtlichkeit wurden nur ausgewählte Zyklen dargestellt (1., 3., 5., 9. und 15. Zyklus). 174
- Abbildung 12.21: Entwicklung des elektrischen Kontaktwiderstands bei der maximalen Normalkraft von 10 N als Funktion der Zyklenzahl. Verglichen wird der untexturierte mit dem texturierten Zustand. 175
- Abbildung 12.22: REM-Aufnahmen von Indents nach Kontaktwiderstandsmessung mit 15 Zyklen unter einem Beobachtungswinkel von 52° . a) untexturierte Probe, b) texturierte Probe. 176
- Abbildung 13.1: Mögliche Reduzierung der Normalkraft bei texturierten Proben zur Erzielung eines äquivalenten elektrischen Kontaktwiderstands im Vergleich zu untexturierten Proben. Darstellung des Lastbereichs zwischen 4 und 10 N. Um einen Kontaktwiderstand zu erzielen, der dem einer untexturierten Probe unter einer Last von bspw. 6,3 N entspricht, kann die Normalkraft auf der texturierten Probe um ca. 96,5 % auf 0,22 N reduziert werden. 184

- Abb. A 1: Abhängigkeit der Reflektivität vom Einfallswinkel für senkrecht und parallel polarisiertes Licht am Beispiel von Stahl. Entnommen aus [109]..... 199
- Abb. A 2: Frequenzabhängigkeit der Reflektivität von Metallen (schematisch). Vergleich experimenteller Daten (durchgezogene Linie) mit den Modellen von Hagen und Rubens, Drude sowie Lorentz (entnommen aus [192]). 202
- Abb. A 3: Frequenzabhängigkeit der Dielektrizitätszahl ϵ , des Brechungsindex n , des Absorptionsindex κ und der Reflektivität eines freien Elektronengases; mit $\hbar = h/2\pi$ (reduziertes Planksches Wirkungsquantum). Abbildung entnommen aus [198]..... 203
- Abb. A 4: Abhängigkeit der Reflektivität von der Wellenlänge für einige Metalle. Die typische Fundamentalwellenlänge zweier Lasertypen sind eingezeichnet (gestrichelt) (entnommen aus [101])...... 204
- Abb. A 5: Einfluss einer Oxidschicht auf das optische Verhalten von Metallen (schematisch). Die auf der Metalloberfläche vorliegende Schicht absorbiert bzw. reflektiert das einfallende Licht teilweise (entnommen aus [105])...... 206
- Abb. A 6: Temperaturabhängiges Verhalten der Absorption und des spezifischen elektrischen Widerstands am Beispiel von Eisen und rostfreiem Stahl (entnommen aus [196])...... 208
- Abb. A 7: Intrinsische Absorptivität als Funktion der Temperatur unter- und oberhalb des Schmelzpunktes unterschiedlicher reiner Metalle. Alle Kurven wurden für den Fall der Nutzung eines CO₂-Lasers berechnet (entnommen aus [190])...... 209

Tabellenverzeichnis

Tabelle 3.1: Ausgewählte Materialparameter des Systems Kupfer-Zinn.	25
Tabelle 6.1: Absorptionsbestimmende Eigenschaften von Laserstrahl und Material.	47
Tabelle 6.2: Kohärenzlänge weißen Lichts und einiger Lasertypen [100, 114].	51
Tabelle 7.1: Anwendungsgebiete texturierter Oberflächen (Auszug aus [125]).	55
Tabelle 7.2: Methoden zur Herstellung von Oberflächentexturen [125].	56
Tabelle 9.1: Chemische Zusammensetzung der Basislegierung und Beschichtung.	64
Tabelle 9.2: Physikalische Eigenschaften der Basislegierungen bei Raumtemperatur.	64
Tabelle 9.3: Parameter des verwendeten Nd:YAG-Lasers.	67
Tabelle 9.4: Parameter der Laserinterferenztexturierung.	67
Tabelle 9.5: Fluenz-Regime für Schichtdicken von 0,5 und 2,0 μm . Der linke Fluenzwert stellt einen Anteil von 1 % der jeweiligen Phase (flüssig, gasförmig) am entsprechenden Ort der Oberfläche dar (Intensitätsmaximum/-minimum), der rechte Fluenzwert einen Anteil von 100 %	71
Tabelle 9.6: Parameter der Verschleißexperimente.	73
Tabelle 9.7: Parameter der Kontaktwiderstandsmessung.	75
Tabelle 9.8: Leistungsdaten des Zygo NewView 7300 Weißlichtinterferometers.	78
Tabelle 12.1: Mittlere Rauheit R_a der Sonde und der untersuchten Probentypen.	149
Tab. A 1: Materialparameter einiger gängiger Kupferlegierungen [36]	210
Tab. A 2: Materialparameter einiger gängiger Kontakt-Beschichtungsmaterialien [36]	211
Tab. A 3: Simulationsparameter [70, 202].	211

Abkürzungsverzeichnis

DLIP	Direct Laser Interference Patterning (zu Deutsch: Direkte Laserinterferenzstrukturierung)
EBS	Electron Backscatter Diffraction (zu Deutsch: Rückstreuelektronenbeugung)
EDX	Energy Dispersive X-ray spectroscopy (zu Deutsch: energiedispersive Röntgenspektroskopie)
FIB	Focused Ion Beam (zu Deutsch: fokussierter Ionenstrahl)
GROD	Grain Reference Orientation Deviation (zu Deutsch: Korn-Referenz-Fehlorientierung)
IMP	Intermetallische Phase(n)
LA	Laser Annealing (zu Deutsch: Laserhärten)
LASER	Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation (zu Deutsch: Lichtverstärkung durch stimulierte Emission von Strahlung)
LC	Laser Cleaning (zu Deutsch: Laser-Reinigen)
LCVD	Laser induced Chemical Vapour Deposition (zu Deutsch: Laser-induzierte chemische Gasphasenabscheidung)
LEC	Laser induced Electrochemical Coating (zu Deutsch: Laser-induziertes elektrochemisches Plattieren)
LIGA	Lithographie, Galvanik und Abformung
LIMET	Laser Interference Metallurgy (zu Deutsch: Laserinterferenz-Metallurgie)
LIS	Laser induced Isotope Separation (zu Deutsch: Laser-induziertes Isotopentrennung)
LSCW	Laser Supported Combustion Waves (zu Deutsch: Laser-unterstützte „Verbrennungswellen“)
LSDW	Laser Supported Detonation Waves (zu Deutsch: Laser-unterstützte „Detonationswellen“)
MPA	Multi-Photonen Absorption
MPI	Multi-Photonen Ionisation
PLA	gepulste Laserablation
ppm	Parts per million (zu Deutsch: Teile von einer Million)
ppb	Parts per billion (zu Deutsch: Teile von einer Milliarde)
REM	Rasterelektronenmikroskop
RF	Radiofrequenz

RoHS	Restriction of (the use of certain) Hazardous Substances (zu Deutsch: Beschränkung der Verwendung bestimmter gefährlicher Stoffe)
SIMS	Secondary Ion Mass Spectrometry (zu Deutsch: Sekundärionen-Massenspektrometrie)
STEM	Scanning Transmission Electron Microscope (zu Deutsch: Rastertransmissionselektronenmikroskop)
TEM	Transmissionselektronenmikroskop

Symbolverzeichnis

A	Absorptivität
A_e	elastisch deformierter Anteil der realen Kontaktfläche
A_l	leitende Kontaktfläche (m^2)
A_{ox}	Absorptivität einer oxidierten Oberfläche
A_M	Absorptivität einer (oxidfreien) Metalloberfläche
A_p	plastisch deformierter Anteil der realen Kontaktfläche
A_r	reale Kontaktfläche (m^2)
A_s	scheinbare Kontaktfläche (m^2)
a	Hertzscher Kontaktradius (m)
\bar{a}	mittlerer Radius der a-Spots (m)
c_0	Lichtgeschwindigkeit
c_p	spezifische Wärmekapazität bei konstantem Druck ($J/kg \cdot K$)
c_{vak}	Lichtgeschwindigkeit im Vakuum ($2,998 \cdot 10^8 \text{ m/s}$)
D	Diffusivität/Diffusionskoeffizient (m^2/s)
d	Ebenenabstand zweier Kontaktpartner (m)
d	Netzebenenabstand (m)
d_F	Fremdschichtdicke (m)
E	E-Modul (GPa)
E	Energie (J)
E'	reduzierter E-Modul (GPa)
E_n	angeregter Zustand n-ter Ordnung
$\vec{E}(\vec{r}, t)$	elektrisches Feld einer elektromagnetischen Welle (V/m)
$\vec{E}_{loc}(\vec{r}, t)$	lokal vorherrschendes elektrisches Feld (V/m)
\vec{E}_0	Feldamplitude (V/m)
e	Ladung eines Elektrons ($1,602 \cdot 10^{-19} \text{ C}$)
F_L	Fluenz (J/m^2)
F_F	Federkraft (N)
F_N	Kontaktnormalkraft (N)
F_R	Reibungskraft (N)
f	Frequenz (Hz)
f_s	Gewichtsanteil der Schmelzphase
f_v	Gewichtsanteil der Gasphase
G	elektrische Leitfähigkeit (S/m)

$\bar{G}_{e/p}$	elektrische Leitfähigkeit unter elastischem/plastischem Kontakt (S/m)
H	Härte (GPa)
H^*	spezifische Enthalpie (J/kg)
ΔH_s	latente Schmelzenthalpie (J/kg)
ΔH_v	latente Verdampfungsenthalpie (J/kg)
h	normalisierter Ebenenabstand (d/σ)
h_p	Planck'sches Wirkungsquantum ($6,626 \cdot 10^{-34}$ Js)
Δh	Ablationstiefe (m)
h^*	sensible Enthalpie (J/kg)
I	elektrischer Strom (A)
I_0	eingestrahelte Intensität
I_r	reflektierte Intensität
L	Wiedemann-Franz-Konstante ($V^2 K^{-2}$); nach Drude [1]: $L = 2 \left(\frac{k_B}{e}\right)^2$, nach Sommerfeld [1]: $L = \frac{\pi^2}{3} \left(\frac{k_B}{e}\right)^2$
L_s	latente Schmelzwärme (J/kg)
L_v	latente Verdampfungswärme (J/kg)
l_α	Absorptionslänge/optische Eindringtiefe (m)
l_{coh}	Kohärenzlänge (m)
l_F	Federlänge (m)
l_T	Wärmeeindringtiefe/thermische Diffusionslänge (m)
k	Absorptionsindex
\vec{k}	Wellenzahl
k_B	Boltzmann-Konstante ($1,38 \cdot 10^{-23}$ J/K)
l_α	Absorptionslänge (m)
l_{coh}	Kohärenzlänge (m)
m_e	Elektronenmasse (kg)
m_n	spektrale Momente n-ter Ordnung
N	komplexer Brechungsindex
$N_{1/2}$	Dichte der Atome im Grundzustand bzw. der angeregten Atome
N_z	Gesamtzyklenzahl
n	(realer) Brechungsindex
n	Beugungsordnung
n_e	Dichte freier Elektronen (m^{-3})
n_a	Anzahl der Asperiten

n_c	Anzahl der Kontaktpots
P	Last (N/mm^2)
P_{el}	elektrische Leistung (W)
P_L	Laserleistung (W)
p	Periodizität (m)
\bar{p}	mittlerer Kontaktdruck (N/mm^2)
p_0	Hertzsche Pressung (N/mm^2)
Q	Wärmequelle/-senke (J)
R	Reflektivität
R_{Bahn}	Bahnwiderstand (Ω)
R_E	Engewiderstand (Ω)
R_F	Fremdschichtwiderstand (Ω)
R_G	Widerstand des Grundmaterials/Bahnwiderstand (Ω)
R_i	Reflektivität einer ideal glatten Oberfläche
R_K	elektrischer Kontaktwiderstand (Ω)
R_K^{norm}	normierter elektrischer Kontaktwiderstand (Ω)
R_{ku}	Kurtosis
R_q bzw. R_{rms}	quadratische Rauheit (m)
R_r	Reflektivität einer rauen Oberfläche
R^*	mittlerer Asperitenradius (m)
r	Kugelradius (m)
\vec{r}	Raumkoordinate (m)
S_{rms}	Steigung des quadratischen Mittelwerts
s	normalisierte Höhe (z/σ)
T	Transmissivität
Y	Streckgrenze (N/mm^2)
U_c	Spannungsabfall über einen Kontaktpunkt (V)
u	lokaler Kontaktabstand (m)
z	Asperitenhöhe (m)
z_F	Federauslenkung (m)

α	Absorptionskoeffizient (1/m)
α_c	Kontaktradius (m)
α_s	Holm-Radius (Radius der a-Spot-Cluster) (m)
α^*	Bandbreiten-Parameter
β	Asperitenradius (m)
β^*	Korrelationslänge (m)
δ	Einfallswinkel ($^\circ$)
ε	komplexe Dielektrizitätszahl
ε_0	elektrische Feldkonstante (8,85 e-12 As/Vm)
$\varepsilon_{1/2}$	Real- bzw. Imaginärteil der Dielektrizitätszahl
η	Asperitendichte
η_L	Verlustfaktor
θ	Winkel zwischen einfallenden Laserstrahlen (bei Interferenz)
ϑ	Glanzwinkel
Λ	modifizierter Plastizitätsindex
λ	Wellenlänge (m)
λ_T	thermische Leitfähigkeit (W/m·K)
λ_0	Vakuum-Wellenlänge (m)
μ	Reibungskoeffizient
ν	Poisson-Zahl
ν_c	Kollisionsfrequenz (Hz)
$\Delta\nu$	spektrale Bandbreite (Hz)
ρ	spezifischer elektrischer Widerstand (Ωm)
ϱ	Dichte (kg/m^3)
σ	Standardabweichung der Höhenverteilung (m)
σ_{el}	spezifische elektrische Leitfähigkeit (S/m)
σ^w	Wirkungsquerschnitt (m^2)
σ_y	Fließgrenze (N/mm^2)
τ	Kollisionszeit (s)
τ_{coh}	Kohärenzzeit (s)
τ_p	Laserpulsdauer (s)
τ_s	Scherfestigkeit (N/mm^2)
$\phi^*(s)$	normalisierte Höhenverteilung
φ	elektrisches Potential (V)

ψ	Plastizitätsindex
ω	Kreisfrequenz (Hz)
ω	Interferenz/Nachgiebigkeit (m)
ω_c	kritische Interferenz/Überschneidung (Beginn plastischer Deformation) (m)
ω_p	Plasmafrequenz(Hz)
ω_0	Eigenfrequenz (Hz)

Danksagung

Bei der Anfertigung der vorliegenden Arbeit wurde mir die Unterstützung seitens zahlreicher Personen und Institutionen zuteil. Aus diesem Grund möchte ich mich bedanken bei:

- Herrn Prof. Dr. Frank Mücklich für die Möglichkeit meine Dissertation am Lehrstuhl für Funktionswerkstoffe anfertigen zu können. Vielen Dank für die fachliche und persönliche Betreuung, das entgegengebrachte Vertrauen sowie die Finanzierung meiner Stelle.
- Herrn Prof. Dr. Frank Berger für die Erstellung des Zweitgutachtens.
- Der öffentlichen Hand für die finanzielle Unterstützung, insbesondere der Europäischen Union (EFRE-Projekt AME-Lab), der Staatskanzlei des Saarlandes (Projekt Forschungscampus caMPlusQ) sowie der Minerva Stiftung (Minerva Short-Term Research Grant).
- Der Wieland Werke AG für die finanzielle Unterstützung. Insbesondere Frau Dr. Isabell Buresch sowie Herrn Dipl.-Ing. Pedro Mayser, die mich in die vorliegende Thematik eingeführt und mir Proben zur Verfügung gestellt haben.
- Den Herren Asst.-Prof. Dr. Esteban Ramos-Moore (Pontificia Universidad Católica de Chile), Dipl.-Ing. Christoph Pauly, Dipl.-Ing. Andreas Rosenkranz, Dr. Carsten Gachot, Dr. Peter Leibenguth, Dr. Christian Selzner (alle Lehrstuhl für Funktionswerkstoffe), Prof. Dr. Stephen Hsu (George Washington University, USA) und Prof. Dr. Itzhak Green (Georgia Tech, USA) für die fruchtbaren wissenschaftlichen Diskussionen im Zusammenhang mit meinem Forschungsthema.
- Herrn Prof. Dr. Izhak Etsion (Technion, Israel) und Herrn Asst.-Prof. Dr. Michael Varenberg (Georgia Tech, USA; zuvor Technion, Israel) für ihren wissenschaftlichen Rat und die Möglichkeit Verschleißexperimente im Shamban Tribology Laboratory durchführen zu können.
- All jenen, die mir bei der technischen Umsetzung meiner Arbeit halfen, insbesondere bei Wolfgang Ott, Dipl.-Ing. Sebastian Slawik und Bennett Schröder (Prüfstandentwicklung, Probencharakterisierung), Dipl.-Ing. Christoph Pauly (FIB), Dipl.-phys. Björn Lechthaler und Ines Blatter (Laserinterferenztexturierung), Simon Staudacher, Peter Limbach und Sascha Schneider (Probenherstellung), M.Sc. Alexey Tsipenyuk (Verschleißprüfung, Technion, Israel), Dr. Mohammad Zamanzade (Härtemessung), Patrick Grysan und Jean-

Nicolas Audinot (SIMS-Messungen, CRP Lippmann, Luxembourg), Nicolas Souza (Raman) sowie Henning Völlm (Beschichtungstechnik, LabView).

- Bei Herrn Dr. Michael Leidner (TE Connectivity, Speyer) für die fruchtbare Zusammenarbeit im Bereich der kontaktphysikalischen Simulation sowie meiner damaligen Studentin M.Eng. Amina Henni für die Unterstützung bei der Erstellung der thermischen Simulationen.
- Allen studentischen Hilfskräften, die mich bei der experimentellen Umsetzung und der Literaturrecherche unterstützt haben, insbesondere Ines Blatter, Bennett Schröder, Selina Dietz, Nils Harste, Marius Gipperich, Carsten Steinhilb, Roman Buchheit, Andreas Geisert und Christoph Mikulla.
- Dipl.-Ing. Andreas Rosenkranz, Dr. Christoph Rivinius, Dipl.-Ing Michael Hans, Dipl.-Übersetzerin Insa Reinersmann, Dipl.-Ing. Christoph Pauly, Dipl.-Ing. Dominik Britz, Dipl.-Phys. Björn Lechthaler und besonders meiner Schwester Dipl.-Kult. Myriam Trinh und meiner Frau Irina für die intensive und rasche Durchsicht des Manuskripts dieser Dissertation.
- Meiner Familie für ihre unendliche Unterstützung und Geduld während der letzten Jahre.

Zusammenfassung

Die Anforderungen an elektrische Steckverbinder für die Automobilindustrie haben in den letzten Jahren stark zugenommen. Ursache hierfür sind die steigende Anzahl an elektronischen Systemen und die damit verbundene Notwendigkeit der Miniaturisierung. Ein elektrischer Steckverbinder muss einen niedrigen und stabilen Kontaktwiderstand bei gleichzeitig hoher mechanischer Verschleißbeständigkeit aufweisen. Um dieses Ziel zu erreichen, wurde der Effekt der Laser-Oberflächentexturierung auf das Verschleißverhalten und den stationären elektrischen Kontaktwiderstand verzinnter Kupfer-Kontakte untersucht. Die Mikrostruktur und Topographie der Kontaktoberflächen wurde vor und nach Prüfung mit modernen Charakterisierungsverfahren wie bspw. fokussierte Ionenstrahlmikroskopie, Raman-Spektroskopie oder Sekundärionen-Massenspektrometrie analysiert. Es wird gezeigt, dass die über Lasertexturierung erzeugten Vertiefungen als Mikroreservoir für das Ansammeln von Verschleißpartikeln dienen, was eine Verminderung des elektrischen Kontaktwiderstands und eine Verlängerung der Laufzeit der Steckverbindermaterialien zur Folge hat. Weiterhin führt die Texturierung zu einer Erweichung der Oberfläche, was den vorherrschenden Deformationsmechanismus ändert. Die Widerstand-Last-Abhängigkeit der texturierten Oberflächen folgt dabei dem Holm-Modell, wonach der Kontaktwiderstand durch plastische Deformation der Oberfläche bestimmt wird. Es wird gezeigt, dass die Lasertexturierung das Aufbrechen elektrisch isolierender Oxidschichten erleichtert und damit sowohl zur Verminderung des elektrischen Kontaktwiderstands als auch zur Abnahme des Hystereseeffekts zwischen dem Be- und Entlasten führt.

Abstract

The demands on electrical connectors for automotive applications have risen in recent years due to a growing number of electronic systems and the resulting need for their miniaturization. An electrical connector must present low and stable contact resistance while being highly resistant against mechanical wear. In order to achieve this, the effect of laser surface texturing (LST) on the fretting wear behavior and the stationary contact resistance of tin-plated copper contacts is explored. The microstructure and topography of the contact surface before and after testing was analyzed using advanced characterization methods such as focused ion beam (FIB), Raman spectroscopy and secondary ion mass spectrometry (SIMS). Results show that the surface cavities introduced by LST act as micro reservoirs for wear debris, which leads to a lower electrical contact resistance and a prolonged service life of connector materials. Furthermore, LST induces surface softening and thereby changes the predominant deformation mechanism. The resistance versus load behavior of the laser-textured contact follows the Holm model, indicating that plastic deformation governs the electrical resistance. It is demonstrated that LST eases the breakdown of insulating oxide layers which reduces the electrical contact resistance as well as the resistance hysteresis during operational mating and unmating cycles.

1 Einleitung

Elektrische Steckverbinder dienen in Kraftfahrzeugen zur Energieübertragung und Vernetzung elektrischer und elektronischer Systeme. Im Jahr 2011 umfasste der weltweite Steckverbindermarkt ein Volumen von mehr als 40 Milliarden US-Dollar, wovon ca. 17 % auf den Automobilssektor entfielen [2]. In einem modernen Oberklassefahrzeug liegen bis zu 400 Steckverbinder mit über 3000 Einzelkontakten vor [3, 4]. Doch nicht nur die bloße Anzahl steigt, sondern auch die Anforderungen an elektrische Steckverbinder. Sie sind während des Betriebs starken Temperaturschwankungen, Vibrationen sowie korrosiven Medien ausgesetzt [4, 5]. Getrieben durch den Trend der Miniaturisierung sollen die Einsatztemperaturen für Steckverbinder von bisher 125 °C auf mehr als 150 °C anwachsen. Ursache hierfür sind unter anderem höhere Umgebungstemperaturen im Motorraum, sowie eine schlechtere Wärmeabfuhr der Einzelkontakte aufgrund verringerter Querschnitte der Zuleitungen. Die Elektrifizierung des Antriebstrangs in Elektro- und Hybridfahrzeugen hat zudem die Verwendung höherer Ströme und Spannungen zur Folge, was ebenfalls zu einer Temperaturerhöhung führt [6, 7]. Eine Erhöhung der Einsatztemperaturen resultiert insbesondere bei den weit verbreiteten verzinnnten Steckverbinderwerkstoffen auf Kupfer-Basis in einem verstärkten Verschleiß. Den gravierendsten Verschleißmechanismus stellt dabei die sogenannte Fretting-Korrosion dar. Dieser durch Mikrovibrationen verursachte Schwingungsverschleiß führt zur Bildung isolierender Oxidschichten im Kontaktbereich und damit zum Funktionsausfall von Steckverbindern [8]. Auf die Fretting-Korrosion sind ca. 60 % aller elektrischen Probleme im Fahrzeug zurückzuführen [5].

Neben einer hohen Verschleißbeständigkeit werden zudem niedrige Steck- und Ziehkraften gefordert, um die Montage und Wartung von Steckverbindern zu erleichtern [9-11]. Dies gilt insbesondere vor dem Hintergrund der Miniaturisierung, die eine steigende Anzahl von Einzelkontakten in Steckverbindern zur Folge hat. In einem modernen Airbag-Steuergerät können beispielsweise bis zu 80 Anschlusspins vorliegen, in Motorsteuergeräten sogar weit über 100 Pins (s. Abbildung 1.1) [12].

Eine Verminderung der Kontaktkraft zur Erleichterung des Steckens und Ziehens wirkt sich jedoch abträglich auf die Funktionalität von Steckverbindern aus. Zum einen erschwert dies die Unterdrückung von Vibrationen, was die Fretting-Korrosion fördert. Zum anderen folgt aus einer verminderten Kontaktkraft ein erhöhter elektrischer Kontaktwiderstand [11, 13].



Abbildung 1.1: Modulares Stecksystem für Steuergeräte im Automobil (entnommen aus [14]).

Neben diesen gestiegenen Anforderungen besteht zudem der Anspruch auf längere Betriebslaufzeiten von Steckverbindern. Dies ist die Folge der fortwährend erweiterten Garantiezeiten, welche die Automobilhersteller aufgrund des starken Konkurrenzdrucks gewähren [4].

Um diese, teils widersprüchlichen Ansprüche in konkrete Lösungen zu überführen, stehen neben konstruktiven, vor allem materialwissenschaftliche Ansätze im Fokus. Interessant ist dabei vor allem die Optimierung von verzinnnten Bändern, um die Substitution von leistungsfähigen, aber teuren Edelmetallschichten zu erreichen. Maßnahmen, die hierbei zum Einsatz kommen, sind beispielsweise die Legierungsverbesserung der Beschichtung auf Zinnbasis oder des Kupfer-basierten Grundmaterials, das Aufbringen diffusionshemmender Zwischenschichten, eine nachgeschaltete Wärmebehandlung sowie die Nutzung von Oberflächenschichten aus organischen Verbindungen oder Nanopartikeln. Ein stabiler Kontaktwiderstand sowie eine Reduktion der Steck- und Ziehkräfte stehen bei all diesen Maßnahmen im Vordergrund [15].

In jüngster Zeit wird ein neuer, vielversprechender Ansatz zur Erreichung dieser Ziele verfolgt, der auf der topographischen Texturierung¹ der Beschichtung oder des Substrats beruht [15-17]. Die Texturierung dient dabei dem Zweck, die tribologischen Eigenschaften der Steckverbinderoberflächen zu verbessern und die Ausbildung einer metallischen, gut leitenden Kontaktfläche zu fördern. Exakt dieser Ansatz wird im Rahmen der vorliegenden Dissertationsschrift verfolgt. Als Werkzeug zur Oberflächenmodifizierung wird dabei das Verfahren der Laserinterferenztexturierung eingesetzt. Diese Arbeit erhebt den Anspruch, die grundlegende Wirkung der Lasertexturierung auf Zinnoberflächen zu studieren, sowie die Anwendbarkeit dieses Verfahrens zur Verbesserung der tribologischen Eigenschaften und zur Absenkung des elektrischen Kontaktwiderstands nachzuweisen.

¹ Unter Textur wird hierbei ein Oberflächenmuster verstanden. Der Begriff ist jedoch nicht zu verwechseln mit der Textur im kristallographischen Sinne.

Die Dissertationsschrift besteht aus 13 Kapiteln sowie zwei Anlagen:

Nach der Einleitung folgt in den Kapiteln 2 und 3 eine Einführung in die Theorie elektrischer Steckverbinder. Neben den kontaktphysikalischen Grundlagen wird auf den genauen Aufbau und die Herstellung von Steckverbindern eingegangen.

In den beiden darauffolgenden Kapiteln wird ein Überblick über Reibungs- und Verschleißmechanismen im Allgemeinen und den für Steckverbinder relevanten Schwingungsverschleiß im Besonderen gegeben.

In Kapitel 6 und 7 werden die grundlegenden Theorien zur Laser-Physik vorgestellt sowie ein Ausblick auf die Nutzungsmöglichkeiten von Texturierungsmethoden, insbesondere der Lasertexturierung, zur Optimierung tribologischer Eigenschaften gegeben.

Der theoretische Teil endet mit der Formulierung einer präzisierten Aufgabenstellung, welche die Ziele dieser Arbeit in den Kontext der bisherigen Ergebnisse auf dem Forschungsgebiet einordnet.

Der experimentelle Teil beginnt mit der Beschreibung der verwendeten Prüfungs- und Charakterisierungsverfahren in Kapitel 9.

In Kapitel 10 werden die Ergebnisse der Lasertexturierung verzinnter Bänder präsentiert und diskutiert. Den experimentellen Ergebnissen werden thermische Simulationen gegenübergestellt, was das Verständnis der während der Texturierung ablaufenden chemischen und mikrostrukturellen Veränderungen erleichtert.

Die Untersuchung der Auswirkung der Lasertexturierung auf die tribologischen Eigenschaften unter Bedingungen des Schwingungsverschleißes wird in Kapitel 11 studiert. Die Praxisrelevanz des Laserinterferenzverfahrens als Methode zur Eigenschaftsverbesserung von Steckverbinderoberflächen steht in diesem Kapitel auf dem Prüfstand.

Der Einfluss der Lasertexturierung auf die kraftabhängige Entwicklung des elektrischen Kontaktwiderstands wird in Kapitel 12 erforscht. Hierbei steht die Aufklärung der prinzipiellen physikalischen Mechanismen unter stationären Bedingungen, d.h. ohne Reibung und Verschleiß, im Mittelpunkt der Untersuchung. Die Gültigkeit der experimentell ermittelten Ergebnisse wird mittels kontaktphysikalischer Simulationen überprüft.

Die Kernpunkte der Arbeit werden schließlich in Kapitel 13 zusammengefasst. Weiterhin wird ein Ausblick auf potentielle Forschungs- und Anwendungsfelder des vorgestellten Verfahrens gegeben.

Die Anlagen am Ende der Arbeit gewähren dem interessierten Leser einen vertieften Einblick auf Laser-physikalische Grundlagen sowie eine Übersicht über wichtige Materialparameter, die im Rahmen der Simulationen und Kalkulationen verwendet wurden.

I. Theoretische Grundlagen

2 Physikalische Grundlagen stationärer Kontakte

2.1 Kontaktmechanik

Die moderne Theorie der Kontaktmechanik basiert auf dem Modell von Heinrich Hertz aus dem Jahr 1882 [18]. Er betrachtete den Kontakt zwischen zwei elastischen, nicht-konformen Körpern und leitete unter anderem den Kontaktradius und die vorherrschenden Kontaktdrücke in Abhängigkeit von der Normalkraft her (s. Abbildung 2.1).

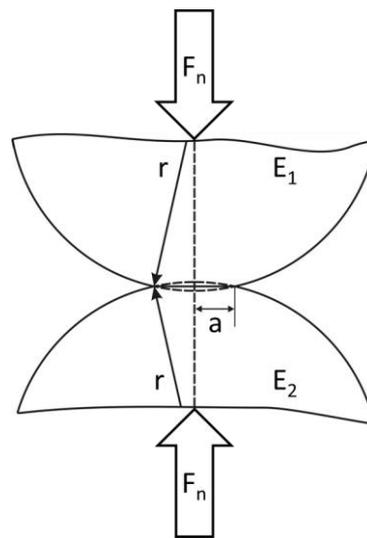


Abbildung 2.1: Hertz'scher Punktkontakt zwischen zwei normalbelasteten, elastischen Halbsphären. F_N – Normalkraft, r – Kugelradius, a – Radius der punktförmigen Kontaktfläche, $E_{1/2}$ – E-Modul der oberen bzw. unteren Halbsphäre.

Hertz ging von folgenden Annahmen aus [18, 19]:

- Der Kontakt findet zwischen zwei elastischen, isotropen Körpern statt. Diese können als unendlich große Halbsphären angesehen werden.
- Der Kontaktradius ist klein gegenüber den Dimensionen der sich berührenden Körper ($a \ll r$).
- Die beiden Körper werden derart in Berührung gebracht, dass die Normale der sich bildenden Grenzfläche parallel zum äußeren Druck liegt.
- Die Oberflächen der Körper werden als vollkommen glatt angesehen.
- Reibung und Adhäsion zwischen den Körpern werden vernachlässigt.

Hertz leitete anhand der Verschiebung beider Körper relativ zueinander unter anderem die folgenden Größen ab [18, 20]:

a) Hertzscher Kontaktradius a :

$$a = \sqrt[3]{\frac{3 F_N r}{4 E'}}, \quad \text{Gl. 2.1}$$

mit F_N – Kontaktnormalkraft,
 r – Kugelradius.

b) reduzierter E-Modul E' :

$$\frac{1}{E'} = \frac{1 - \nu_1^2}{E_1} + \frac{1 - \nu_2^2}{E_2}, \quad \text{Gl. 2.2}$$

mit $E_{1/2}$ – E-Modul von Material 1/2,
 $\nu_{1/2}$ – Poisson-Zahl von Material 1/2.

c) Die Hertzsche Pressung p_0 , also die maximale Flächenpressung im Zentrum der Kontaktfläche, beträgt:

$$p_0 = \sqrt[3]{\frac{6 F_n E'^2}{\pi^3 r^2}}. \quad \text{Gl. 2.3}$$

Das Verhalten zweier sich nähernder nominell flacher Oberflächen wurde von Greenwood und Williamson im Rahmen ihres elastischen Kontaktmodells beschrieben (GW-Modell, [21]). Nominell flach bedeutet in diesem Fall, dass die scheinbare Kontaktfläche groß und die individuellen Kontaktpunkte weit verteilt sind, sodass sich diese nicht gegenseitig beeinflussen. Eine weitere Annahme ist, dass nur die Rauheitsspitzen, die sogenannten Asperiten, deformiert werden, nicht das Bulk-Material. Zudem wurde angenommen, dass alle Asperiten denselben Radius haben und eine zufällige Höhenverteilung vorliegt.

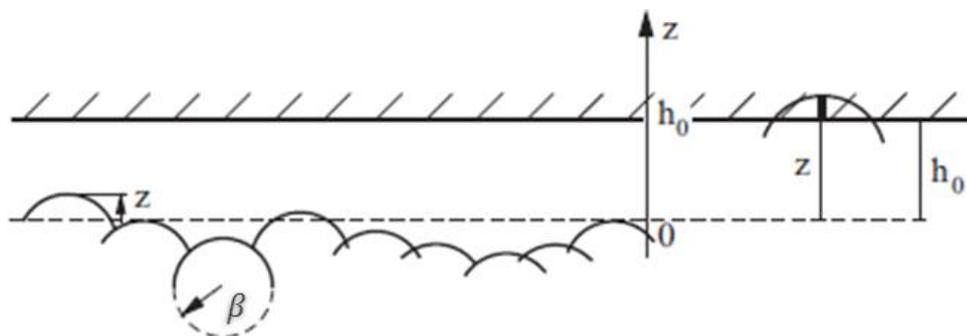


Abbildung 2.2: Modelloberfläche mit stochastisch verteilten Asperiten nach Greenwood und Williamson (entnommen aus [22]). z – Höhe, h_0 – Abstand zwischen der elastischen und der undeformierbaren Ebene, β – Asperitenradius.

Unter diesen Voraussetzungen wurde die Lösung der Hertzischen Gleichung für einen einzelnen Asperiten auf eine nominell flache Oberfläche mit zahlreichen Asperiten übertragen. Auf diese Weise können beispielsweise die Anzahl der Kontaktpunkte, die elektrische Leitfähigkeit, die reale Kontaktfläche oder die Last berechnet werden:

$$n_c = \eta A_s F_0(h) , \quad \text{Gl. 2.4}$$

$$G = 2 \eta A_s \rho^{-1} (\beta \sigma)^{1/2} E' F_{1/2}(h) , \quad \text{Gl. 2.5}$$

$$A_r = \pi \eta A_s \beta \sigma F_1(h) , \quad \text{Gl. 2.6}$$

$$P = \frac{4}{3} \eta A_s E' \beta^{1/2} \sigma^{3/2} F_{3/2}(h) , \quad \text{Gl. 2.7}$$

mit n_c – Anzahl der Kontaktpots,

G – elektrische Leitfähigkeit,

A_r – reale Kontaktfläche,

P – Last,

η – Asperitendichte,

A_s – scheinbare Kontaktfläche,

ρ – spezifischer elektrischer Widerstand,

β – Asperitenradius,

σ – Standardabweichung der Asperiten-Höhenverteilung,

E' – reduzierter E-Modul.

Die Funktion $F_n(h)$ berechnet sich zu:

$$F_n(h) = \int_h^\infty (s - h)^n \phi^*(s) ds , \quad \text{Gl. 2.8}$$

mit h – normalisierter Ebenenabstand (d/σ),

s – normalisierte Höhe (z/σ),

$\phi^*(s)$ – normalisierte Höhenverteilung.

Im Falle des GW-Modells wird eine Gaußsche Höhenverteilung angenommen:

$$\phi^*(s) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{1}{2}s^2} . \quad \text{Gl. 2.9}$$

Bemerkenswert war auch die Einführung des sogenannten Plastizitätsindex ψ , der ein Kriterium zum Übergang von elastischer zu plastischer Verformung darstellt:

$$\psi = \frac{E'}{H} \sqrt{\frac{\sigma}{\beta}} . \quad \text{Gl. 2.10}$$

Greenwood und Williamson berechneten, dass elastische Deformation bei $\psi < 0,6$ und plastische Deformation bei $\psi > 1$ vorliegt, wobei andere Autoren z.T. von höheren Grenzwerten für den Übergang zum plastischen Bereich sprechen (z.B. Popov et al. $\psi > 2$ [23], Kogut et al. $\psi > 8$ [24]). Dazwischen existiert ein Bereich, in dem beide Deformationsarten auftreten können.

Da die Standardabweichung der Asperiten-Höhenverteilung σ und der Asperitenradius β experimentell schwer zugänglich sind, verknüpfte McCool diese Parameter mit den spektralen Momenten einer isotropen Oberfläche, um den von Greenwood und Williamson eingeführten Plastizitätsindex nicht nur mit theoretischen, sondern auch mit realen Materialdaten berechnen zu können [25]. In diesem Zusammenhang verwendete er den Bandbreiten-Parameter α^* nach Nayak [26]:

$$\alpha^* = \frac{m_0 m_4}{m_2^2} , \quad \text{Gl. 2.11}$$

mit m_n – spektrales Moment n-ter Ordnung.

Damit ergeben sich für den Asperitenradius und die Höhenverteilung:

$$\frac{1}{\beta} = \frac{8 \sqrt{m_4}}{3 \sqrt{\pi}} , \quad \text{Gl. 2.12}$$

$$\sigma^2 = \left(1 - \frac{0,8968}{\alpha} \right) m_0 . \quad \text{Gl. 2.13}$$

Die spektralen Momente lassen sich prinzipiell durch moderne Rauheitsmessgeräte bestimmen. So entspricht $\sqrt{m_0}$ dem Rauheitsparameter R_q , auch quadratische Mittenrauheit R_{rms} genannt (engl. *root mean square*). $\sqrt{m_2}$ steht für die Steigung des quadratischen Mittelwerts S_{rms} und m_4 entspricht der Kurtosis R_{Ku} . Die reale Kontaktfläche und die Last lassen sich somit als Funktion des Parameters α^* bzw. als Funktion von α^* und m_2 berechnen.

Greenwood selbst leitete basierend auf Arbeiten von Mikic einen vereinfachten Plastizitätsindex her, der mit dem spektralen Moment zweiter Ordnung verknüpft ist [27, 28]:

$$\psi = \frac{E'}{H} \sqrt{m_2} . \quad \text{Gl. 2.14}$$

In diesem Modell wird 90 % der Kontaktfläche elastisch deformiert, wenn $\psi < 0,42$ ist.

Rosén et al. führten ebenfalls einen vereinfachten Plastizitätsindex ein [29]. Anstelle der Standardabweichung der Asperiten-Höhenverteilung verwendeten sie die Standardabwei-

chung der Gesamthöhenverteilung, die dem Rauheitsparameter R_q entspricht. Als Näherungswert für den Asperitenradius nutzten sie den Kehrwert der mittleren Krümmung der höchsten Asperiten auf der Probenoberfläche. Dabei gilt:

$$\psi = \frac{E'}{H} \sqrt{\frac{R_q}{R^*}}, \quad \text{Gl. 2.15}$$

mit R_q – quadratische Rauheit,
 R^* – mittlerer Asperitenradius.

2.2 Kontaktwiderstand

Nicht nur mechanische Eigenschaften von Werkstoffoberflächen hängen von der lastabhängigen Entwicklung der realen Kontaktfläche ab, sondern auch elektrische. Berühren sich zwei Kontaktpartner, so ist die reale, tragende Kontaktfläche stets kleiner als die scheinbare Kontaktfläche [30]. Da reale metallische Oberflächen nie ideal glatt sind, entsteht die tragende Kontaktfläche bei Annäherung zweier Körper nur in den Berührungspunkten von Rauheitsspitzen (s. Abbildung 2.3).

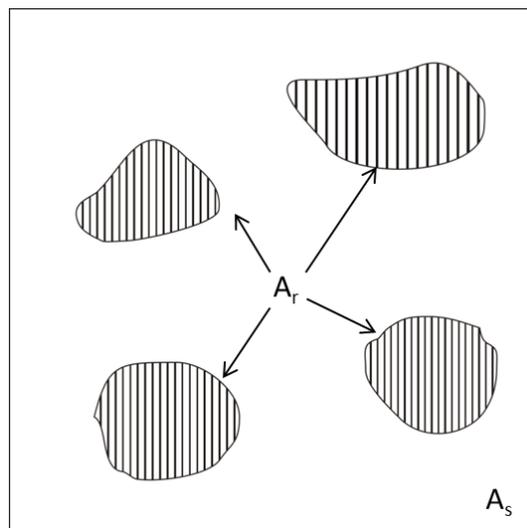


Abbildung 2.3: Scheinbare Kontaktfläche A_s und reale Kontaktfläche A_r (schraffiert).

Die Kontaktnormalkraft F_N hängt dabei in folgender Weise von der realen Kontaktfläche A_r ab:

$$F_N = \bar{p} \cdot A_r, \quad \text{Gl. 2.16}$$

mit \bar{p} – mittlerer Kontaktdruck.

\bar{p} ist dabei der Mittelwert der lokalen Kontaktdrücke der einzelnen Kontaktpunkte und hängt von der Härte H des weicheren der beiden Kontaktpartner ab [30, 31]. Insbesondere, wenn die gesamte reale Kontaktfläche plastisch verformt wird, kann \bar{p} gleich der Härte gesetzt werden. Unter der Annahme, dass die Kontaktpartner aus einer Kugel und einer Ebene bestehen, ergibt sich der Zusammenhang zwischen Härte und Kontaktkraft zu:

$$F_N = H \cdot A_r , \quad \text{Gl. 2.17}$$

wobei näherungsweise gilt [32]:

$$H \approx 3\sigma_y , \quad \text{Gl. 2.18}$$

mit σ_y – Fließgrenze.

Gleichung Gl. 2.17 verdeutlicht, dass die wahre Kontaktfläche unabhängig von der nominalen Kontaktfläche ist und nur von der Kontaktkraft und der Härte abhängt [33].

In Bezug auf den tatsächlich leitenden Querschnitt ist festzustellen, dass bei technischen Oberflächen nur ein Bruchteil der realen Kontaktfläche zur elektrischen Leitfähigkeit beiträgt (s. Abbildung 2.4). Nach Holm ergibt sich folgende Unterteilung der realen Kontaktfläche [30]:

1. Metallisch leitender Anteil: Metallischer Kontakt ohne merklichen Übergangswiderstand.
2. Quasi-metallischer Anteil: Die Kontaktfläche ist mit einem dünnen Film bedeckt, der durchtunnelt werden kann. Typisch für metallische Oberflächen sind Adhäsionsfilme aus Sauerstoff (ca. zwei Atomlagen dick).
3. Nichtleitender Anteil: Kontaktfläche ist mit multi-molekularem Film (z.B. Oxide, Sulfide) sichtbarer Dicke bedeckt.

Die tatsächlich leitenden Anteile der realen Kontaktfläche werden im Allgemeinen als a-Spots bezeichnet. Durch Reinigung der Kontaktoberflächen können diese a-Spots vergrößert werden.

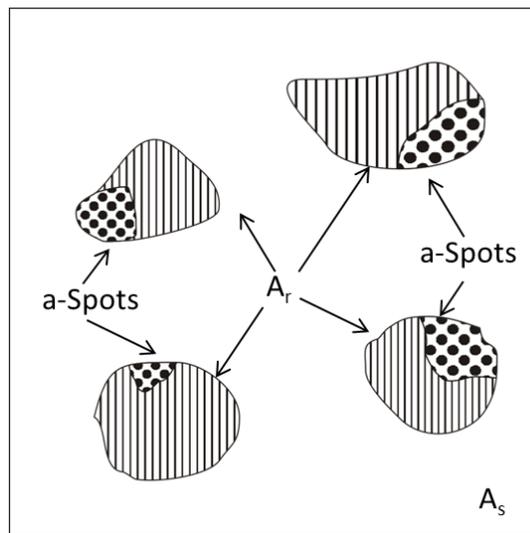


Abbildung 2.4: Scheinbare Kontaktfläche A_s , reale Kontaktfläche A_r (schraffiert) und leitende Kontaktfläche (a-Spots, gepunktet).

Für den elektrischen Kontakt bedeutet dies, dass der elektrische Strom nur in den Punkten übertragen werden kann, in denen sich die Asperiten beider Kontaktpartner berühren (s. Abbildung 2.5).

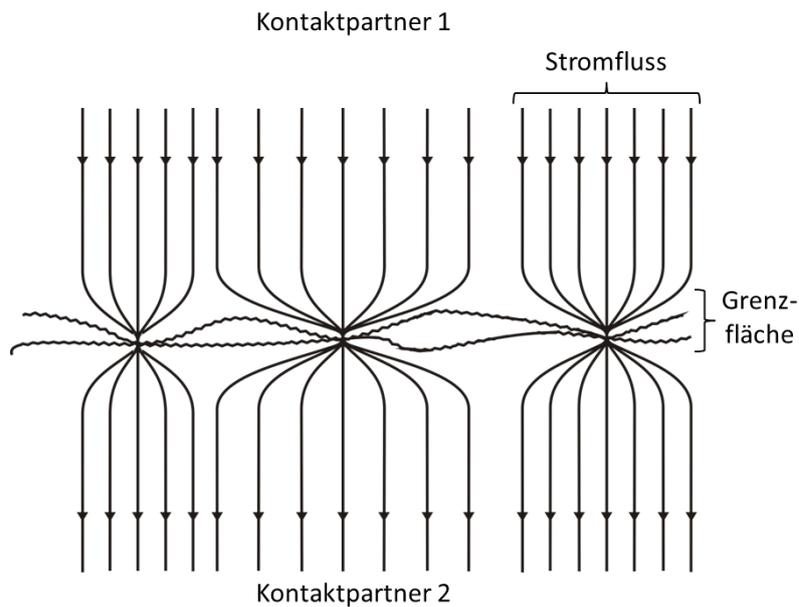


Abbildung 2.5: Elektrischer Kontakt zwischen zwei metallischen Körpern (schematisch). Abbildung nach [33].

Die Einengung der Strompfade reduziert das Volumen, das zur Stromübertragung zur Verfügung steht, was wiederum zur Erhöhung des elektrischen Widerstands führt [33]. Der durch dieses Phänomen hervorgerufene Widerstand wird auch Engwiderstand genannt. Im ein-

fachsten Fall errechnet sich der Engewiderstand R_E eines kreisförmigen Kontaktpunktes zu [34]:

$$R_E = \frac{\rho}{2a}, \quad \text{Gl. 2.19}$$

mit ρ – spezifischer elektrischer Widerstand,
 a – Kontaktradius.

Im Kontakt zwischen zwei nominell glatten Oberflächen ist der Engewiderstand nicht nur durch die Zahl der a-Spots, sondern auch von deren Verteilung abhängig, da sich eng beieinanderliegende a-Spots gegenseitig beeinflussen. Der Engewiderstand berechnet sich dann nach Greenwood wie folgt [35]:

$$R_E = \rho \left(\frac{1}{2n_c \bar{a}} + \frac{1}{2\alpha_s} \right), \quad \text{Gl. 2.20}$$

mit n_c – Anzahl der Kontaktpots,
 \bar{a} – mittlerer Radius der a-Spots,
 α_s – Radius der a-Spot-Cluster (Holm-Radius).

Zum gesamten Kontaktwiderstand können zudem Deckschichten beitragen, die praktisch auf allen technischen Oberflächen in unterschiedlichen Ausprägungen vorhanden sind. Diese isolierenden Schichten müssen zunächst mechanisch durchbrochen werden, bevor ein metallischer Kontakt entstehen kann. Im Falle dünner Schichten können die Leitungselektronen allerdings durch diese hindurchtunneln.

Neben dem Fremdschichtwiderstand R_F leistet auch der Eigenwiderstand des Grundmaterials R_G selbst einen Beitrag, sodass sich der gesamte Kontaktwiderstand R_K zusammensetzt aus [36]:

$$R_K = R_G + R_E + R_F. \quad \text{Gl. 2.21}$$

Die mechanischen Eigenschaften der Kontaktpartner haben entscheidenden Einfluss auf den sich ausbildenden Kontaktwiderstand, insbesondere den Beitrag des Engewiderstands. Von zwei identischen Kugeln ausgehend ergibt sich der Kontaktradius a nach Gleichung Gl. 2.1 zu [36]:

$$a = \sqrt[3]{\frac{3(1-\nu)^2 F_N r}{2E}} . \quad \text{Gl. 2.22}$$

Im rein elastischen Fall berechnet sich durch Einsetzen in Gl. 2.19 eine Abhängigkeit des Engewiderstands von der Kontaktnormalkraft F_N zu:

$$R_E = \frac{\rho}{2} \left(\frac{3 F_N r}{2 E'} \right)^{-1/3} , \quad \text{Gl. 2.23}$$

$$R_E \sim (F_N)^{-1/3} , \quad \text{Gl. 2.24}$$

mit ρ – spezifischer elektrischer Widerstand,

a – Kontaktradius,

E' –reduzierter E-Modul.

Zwischen realen Werkstoffoberflächen kommt es zu Abweichungen vom ideal elastischen Verhalten, beispielsweise durch plastische Deformation oder mechanisches Durchbrechen von Oxidschichten (s. Abbildung 2.6).

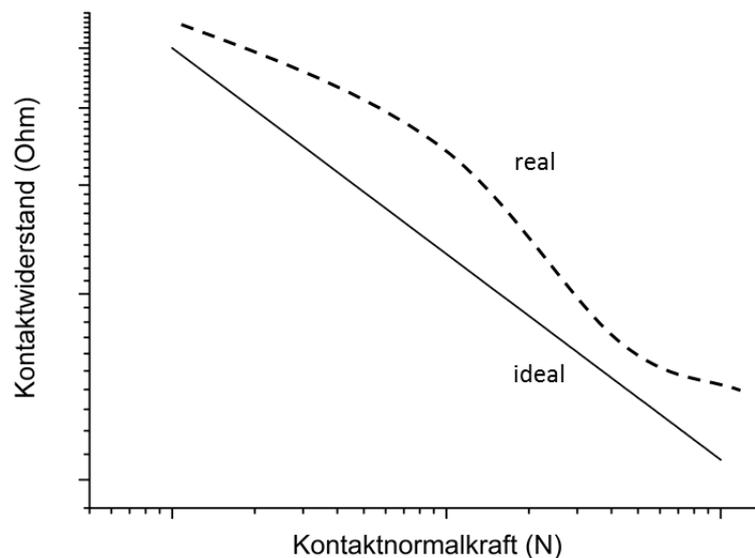


Abbildung 2.6: Kontaktwiderstand als Funktion der Kontaktnormalkraft (schematisch; doppeltlogarithmische Auftragung); bei ideal elastischer Deformation (—); Einfluss von nichtleitenden Schichten und/oder plastischer Verformung (- - -).

Im Falle plastischer Deformation ändert sich die Abhängigkeit des Engewiderstands von der Kontaktnormalkraft zu [37, 38]:

$$R_E = \frac{\rho}{2} \left(\frac{F_N}{\pi H} \right)^{-1/2}, \quad \text{Gl. 2.25}$$

$$R_E \sim (F_N)^{-1/2}, \quad \text{Gl. 2.26}$$

mit H – Härte.

Auch im Fall des Fremdschichtwiderstands R_F existiert eine Abhängigkeit von der Normalkraft. Bei elastischer Deformation gilt [38, 39]:

$$R_F = \frac{\rho_F d_F}{\pi} \left(\frac{3 F_N r}{4 E^*} \right)^{-2/3}, \quad \text{Gl. 2.27}$$

$$R_F \sim (F_N)^{-2/3}, \quad \text{Gl. 2.28}$$

mit ρ_F – spezifischer elektrischer Fremdschichtwiderstand,
 d_F – Fremdschichtdicke.

Liegt plastische Deformation vor, so gilt für den Fremdschichtwiderstand [38, 39]:

$$R_F = \frac{\rho_F d}{\pi} \left(\frac{F_N}{\pi H} \right)^{-1}, \quad \text{Gl. 2.29}$$

$$R_F \sim (F_N)^{-1}. \quad \text{Gl. 2.30}$$

Für die Kraftabhängigkeit des Gesamtwiderstands R_K ergibt sich in der Realität, je nachdem ob Engewiderstand oder Fremdschichtwiderstand dominiert, ein Zusammenhang gemäß [40]:

$$R_K \sim (F_N)^{-n}, \quad \text{Gl. 2.31}$$

wobei der Exponent n zwischen 0,3 und 1 liegt.

Insbesondere in Bezug auf den Engewiderstand ist die Beschaffenheit der Oberfläche eines Kontaktwerkstoffes von großer Wichtigkeit. Zur Beschreibung rauer Oberflächen gibt es zahlreiche Ansätze, wobei vor allem statistische, fraktale und Multiskalenmodelle eine Rolle spielen [41]. Die statistischen Modelle beruhen auf der Arbeit von Greenwood und Williamson (s. Abschnitt 2.1, [42]). Fraktale Modell besitzen den Vorteil, dass die Rauheit skalunenabhängig beschrieben werden kann und weder von der Messlänge noch der Auflösung von Geräten abhängt [43]. Multiskalenmodelle greifen ebenfalls auf fraktale Mathematik zurück, erlauben jedoch eine bessere Berücksichtigung der mechanischen Deformation der Oberflächen [44]. All diesen theoretischen Modellen gemein ist, dass sie eine Erniedrigung des Kontaktwiderstands mit abnehmender Rauheit der Oberfläche voraussagen.

In einigen theoretischen und experimentellen Arbeiten wurde gezeigt, dass der elektrische Kontaktwiderstand durch eine gezielte Oberflächenmanipulation gesteuert werden kann.

Kraytsberg et al. untersuchten die Möglichkeit rostfreien Edelstahl als Material für Bipolarplatten in Brennstoffzellen einzusetzen. Die auf Stahloberflächen vorhandenen schlecht leitenden Passivschichten wirken sich jedoch nachteilig auf den elektrischen Kontaktwiderstand aus. Die Autoren untersuchten daher den Einfluss einer Oberflächenbehandlung auf die Entwicklung des elektrischen Kontaktwiderstands. Die Stahloberflächen wurden mit Schleifpapier unterschiedlicher Körnung von Hand in der Art poliert, dass alle Schleifriefen unidirektional auf der Oberfläche vorlagen. Anschließend wurde der elektrische Kontaktwiderstand zwischen den vorbehandelten Stahloberflächen und einem Karbonfaser-Papier gemessen. In diesem Experiment zeigte sich, dass der Kontaktwiderstand – entgegen der Voraussage durch theoretische Modelle – mit abnehmender Rauheit zunahm. Den Grund hierfür sahen Kraytsberg et al. in der hohen Elastizität des Karbonfaser-Papiers, das sich bei glatten Oberflächen in den Vertiefungen anschmiegen konnte, wodurch sich der lokale Kontaktdruck reduzierte. Dies erschwerte das Durchdringen der schlecht leitenden Passivschicht. Bei rauen Oberflächen hingegen, so das Modell von Kraytsberg et al., lag das Papier nur auf den Spitzen der orientierten Riefen auf, was zu einer Erhöhung des Kontaktdrucks und damit zu einer Absenkung des elektrischen Widerstands führte.

Auch Gu et al. gelang es durch eine Oberflächenmodifikation den elektrischen Kontaktwiderstand zwischen zwei Molybdän-beschichteten Silizium-Substraten abzusenken. Dazu erzeugten sie aus der Beschichtung über Ätzprozesse ca. 2 μm breite Molybdän-Spitzen. Der Kontaktwiderstand zwischen zwei so präparierten Oberflächen war deutlich geringer, als zwischen zwei flachen, ansonsten gleichgearteten. Dieser Effekt war umso stärker, je höher die Dichte der Molybdän-Spitzen auf den betrachteten Oberflächen war. Gu et al. führten dies darauf zurück, dass sich die harten Spitzen leicht durch Fremdschichten bohren konnten und eine größere Anzahl an a-Spots vorlag, als es bei einer glatten Oberfläche der Fall wäre. Diese Hypothese wurde durch ihr analytisches Modell gestützt, das eine gute Übereinstimmung mit dem Experiment zeigte. Eine materialwissenschaftliche Analyse der von den Molybdän-Spitzen durchdrungenen Oxidschichten wurde allerdings nicht durchgeführt.

In einer Reihe von Untersuchungen studierten Leidner, Myers et al. die Flächenpressung und die Stromdichteverteilung in Kontaktgrenzflächen sowohl experimentell, als auch simulativ. Sie stellten dabei fest, dass die höchste Stromdichte bei gewöhnlichen Sphäre-Flach-Kontakten nicht mit den Regionen höchster Flächenpressung zusammenfiel [45]. Durch die Schaffung einer kreisförmigen Vertiefung in der Flachprobe stellten sie jedoch eine Kontakt-

situation her, in der die Sphäre nur am Umriss der Vertiefung auflag. Die Orte höchster Stromdichte und Flächenpressung wurden so zur Deckung gebracht, was zu einer Absenkung des elektrischen Kontaktwiderstands führte [46]. Da die Positionierung der Sphäre in die Vertiefung wenig praxistauglich war, entwickelten sie einen Kontakt mit sinusförmig geprägter Oberfläche. Die Simulationsergebnisse zeigten, dass kleinere Wellenlängen der Oberfläche im Vergleich zum Radius der Sphäre zu einem geringeren elektrischen Kontaktwiderstand führten [16]. Technologisch ist einer Verkleinerung jedoch Grenzen gesetzt, sodass eine optimale Wellenlänge für typische Kontaktwerkstoffe zwischen 0,2 und 0,5 mm angegeben wurde (Sphärenradius = 1,5 mm).

3 Elektrische Steckverbinder

3.1 Aufbau und Funktion

Elektrische Steckverbinder finden im Allgemeinen entweder zur Signalübertragung (niedrige Spannung/niedriger Strom) oder zur Leistungsübertragung (Hochspannung/-strom) Anwendung [47]. Mroczkowski definierte einen elektrischen Steckverbinder als „ein elektromechanisches System, das eine trennbare Schnittstelle zwischen zwei elektronischen Subsystemen bereitstellt, ohne dass ein unakzeptabler Effekt auf die Signalintegrität oder ein Energieverlust auftritt“ [48]. Ein Steckverbinder besteht im Wesentlichen aus folgenden Elementen:

1. Kontaktschnittstelle,
2. Kontaktoberfläche,
3. Kontaktfeder,
4. Steckverbindergehäuse.

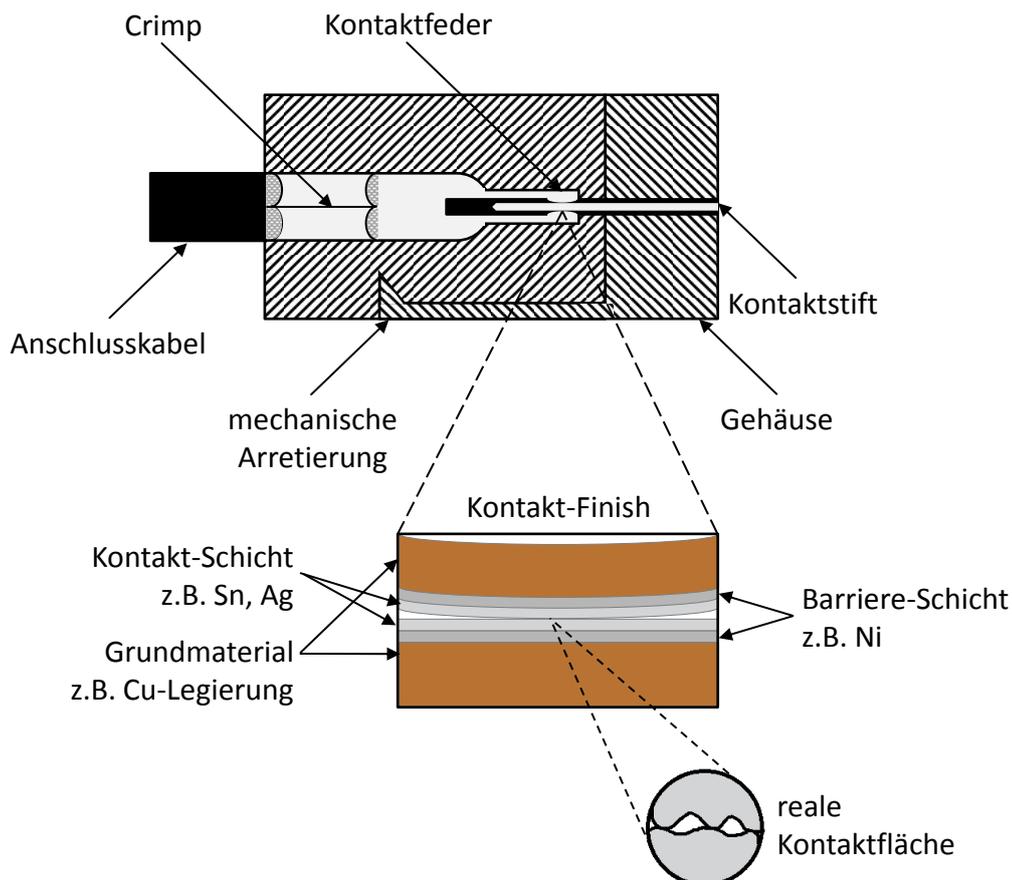


Abbildung 3.1: Schematische Abbildung eines Steckverbinders im Querschnitt (oben). Vergrößerte Darstellung des Schichtsystems (mittig) und der realen Kontaktfläche (unten). Abbildung nach [48].

Es lassen sich zwei Arten von Kontaktschnittstellen unterscheiden: Zum einen die permanente Schnittstelle, die den Kontakt mit dem jeweiligen Subsystem verbindet und zum anderen die trennbare Schnittstelle zwischen den Kontaktoberflächen. Letztere ist entscheidend für die Funktion eines elektrischen Steckverbinders in Bezug auf den Kontaktwiderstand, die notwendigen Steck- und Ziehkräfte und die Lebensdauer [48].

Kontaktoberflächen elektrischer Steckverbinder sind in der Regel beschichtet, um deren chemische und mechanische Verschleißbeständigkeit zu erhöhen. Anwendung finden sowohl Edelmetalle (z.B. Gold) als auch Nicht-Edelmetalle (z.B. Zinn) [48]. Je nach verwendetem Material und Einsatzart variiert die Schichtdicke dabei in der Regel zwischen 0,1 und 2,5 μm [47, 49, 50].

Die Kontaktfedern dienen in erster Linie dazu, eine elektrisch leitfähige Verbindung zwischen den Kontaktpartnern zu gewährleisten, die jedoch durch Aufbringen einer äußeren Kraft wieder getrennt werden kann. Bei der Auswahl geeigneter Werkstoffe muss in erster Linie auf eine hohe Federbiegegrenze sowie eine hohe elektrische Leitfähigkeit geachtet werden. Weiterhin ist das thermische Ermüdungsverhalten von Bedeutung, da beispielsweise die Relaxation mechanischer Spannungen in der Feder zur Verringerung der Kontaktnormalkraft führen kann. Typischerweise kommen hierbei Kupferlegierungen zum Einsatz [48].

Das Steckverbindergehäuse dient in erster Linie als elektrische Isolation der Kontaktfläche von der Umgebung. Hinzu kommt die Aufgabe den Kontakt sowohl vor mechanischer Einwirkung als auch vor schädlichen Umwelteinflüssen zu schützen. Zur Aufrechterhaltung eines stabilen elektrischen Kontaktes fixiert das Gehäuse zudem die Position des Steckers [48].

3.2 Kontaktfederwerkstoffe

Bei der Auswahl eines Kontaktwerkstoffes spielt dessen elektrische Leitfähigkeit die übergeordnete Rolle. Metallische Leiter haben bei Normaltemperatur eine Leitfähigkeit von 10^6 bis 10^8 S m^{-1} . Als Leiterwerkstoff kommen in der Regel entweder reine Metalle, wie beispielsweise Silber und Kupfer oder Legierungen wie Bronze, Messing sowie Aluminiumlegierungen zum Einsatz [49].

Nicht-Edelmetalle und deren Legierungen werden dabei oft für Hochstromanwendungen verwendet, während Edelmetalllegierungen überwiegend bei niedrigen Strömen und hohen Qualitätsanforderungen eingesetzt werden. Die Verwendung von Silberlegierungen für Hochstromapplikationen stellt hierbei eine Ausnahme dar. Reine Edelmetalle werden aus Kostengründen meist nur als Beschichtungsmaterial verwendet [49].

Im speziellen Anwendungsfall des elektrischen Steckverbinders werden vor allem Kupferlegierungen als Kontaktfederwerkstoffe eingesetzt. Kupfer zeichnet sich neben sehr hoher elektrischer und thermischer Leitfähigkeit vor allem durch eine gute Verarbeitbarkeit in Folge geringer Härte bei akzeptablem Rohstoffpreis aus. Zudem zeigt Kupfer eine gute Schweiß- und Lötbarkeit und kann überdies gehärtet werden. Letzteres erlaubt eine gezielte Einstellung der Federeigenschaften je nach Anwendungsfall. Die zum Einsatz kommenden Härtungsmechanismen sind vor allem Mischkristallhärtung, Kaltverfestigung, Ausscheidungshärtung und vereinzelt auch Dispersionshärtung [4, 49, 51].

Die Härtung ist ein notwendiger Schritt zur Aufbringung der geforderten Federkräfte, wirkt sich aber nachteilig auf die elektrische Leitfähigkeit und die Verformbarkeit aus, sodass stets ein am Anwendungsfall orientierter Kompromiss gefunden werden muss [49, 50, 52].

Materialkennwerte einiger typischer Federwerkstoffe sind in Anlage B aufgeführt.

3.3 Beschichtungswerkstoffe

Die Kontaktfedern aus Kupferlegierungen werden in den meisten Anwendungsfällen beschichtet. Diese Oberflächenveredelung dient zum einen dem Korrosionsschutz des Basismaterials, zum anderen der Optimierung der elektrischen Kontaktschnittstelle. Letzteres bedeutet, dass sich bei möglichst geringer Flächenpressung möglichst viele a-Spots ausbilden und die Schicht gleichzeitig abriebfest ist [36, 49, 50].

Kupferlegierungen sind anfällig für Oxidation und Sulfidisierung. Durch legierungstechnische Maßnahmen können Resistenzen gegen diese Schädigungsmechanismen erhöht werden. Darüber hinaus erhöht eine effektive Abschottung von Umwelteinflüssen durch Umman- telung mit einem korrosionsbeständigen Material die Lebensdauer von Steckverbindern noch weiter. Wichtig ist hierbei eine gute Adhäsion zwischen Basismaterial und Beschichtung, so- wie eine geringe Porosität der Schicht [49].

Um einen stabilen und niedrigen elektrischen Kontaktwiderstand zu gewährleisten, müs- sen die Kontaktoberflächen des Weiteren eine hohe Beständigkeit gegen mechanischen Ver- schleiß aufweisen, welcher beispielsweise bei der Montage durch das Stecken oder im Betrieb durch Vibrationen induziert wird. Eine wichtige Rolle spielen hierbei neben mechanischen Eigenschaften, wie Härte und Duktilität, auch tribologische Eigenschaften, wie beispielsweise der Reibungskoeffizient des Beschichtungsmaterials [49]. Materialparameter einiger gängiger Kontakt-Beschichtungswerkstoffe sind in Anlage B aufgeführt.

Auf den Beschichtungen selbst sind Oberflächenfilme, die den elektrischen Widerstand erhöhen, entweder zu vermeiden (Edelmetallbeschichtungen) oder müssen beim Stecken der Kontakte zerstört werden (Nicht-Edelmetallbeschichtungen) [9].

Ein wesentlicher Vorteil der Verwendung von Edelmetallen ist, dass sich auf deren Oberfläche keine schlecht leitenden Oxidschichten ausbilden. Die Edelmetall-Schichtdicke liegt meist zwischen 0,2 und 1,0 μm . Neben Palladium und Silber kommt vor allem Gold zum Einsatz, insbesondere wenn eine hohe Zuverlässigkeit gefordert wird. Gold zeichnet sich neben einer hohen elektrischen und thermischen Leitfähigkeit auch durch eine sehr große Beständigkeit gegenüber Oxidation bzw. der Ausbildung von Anlaufschichten aus. Daher genügen bereits Kräfte von 0,3 – 0,5 N um einen akzeptablen metallischen Kontakt zu erzeugen. Allerdings ist Gold auch das weichste aller Edelmetalle, was zwar einen Vorteil im Hinblick auf die Verarbeitbarkeit mit sich bringt, aber auch eine sehr niedrige Verschleißbeständigkeit bedingt. Weiterhin beschränkt der sehr hohe Preis das Einsatzgebiet reiner Goldbeschichtungen [36, 53].

Durch Zulegieren von Kupfer, Nickel, Silber, Platin und/oder weiteren Metallen, kann die Härte bei gleichzeitiger Kostenreduzierung durch Materialeinsparung erhöht werden. Dies hat jedoch mit steigendem Legierungsanteil negative Auswirkungen auf die Oxidationsbeständigkeit sowie die elektrische und thermische Leitfähigkeit. Gold und dessen Legierungen werden vor allem für Anwendungen mit niedrigem Strom und niedrigen Lasten eingesetzt, beispielsweise in der Mikroelektronik [36, 50, 54].

Um die Nachteile von Edelmetallbeschichtungen auszugleichen, werden oftmals zusätzliche Unterbeschichtungen (z.B. aus Nickel) mit Dicken zwischen 1,25 und 2,50 μm verwendet, die mehrere Aufgaben erfüllen [47, 50]:

1. Erhöhter Schutz vor porenbedingter Korrosion des Basismaterials: Nickel bildet eine passivierende Oxidschicht, die Poren effektiv versiegeln kann. Dadurch wird das unedlere Basismaterial von der Edelmetallbeschichtung abgeschottet und es bildet sich kein Lokalelement.
2. Barrierschicht zum Schutz vor Migration von Korrosionsprodukten: Im Falle einer Beschädigung der Beschichtung und daraus resultierender Korrosion des Basismaterials behindert die Nickelschicht eine Migration von Korrosionsprodukten auf die Edelmetallschicht. Dies verlangsamt die Entstehung schlecht leitender Filme auf der Kontaktfläche.

3. Diffusionsbarriere: Eine Nickelschicht behindert die Diffusion von Kupfer durch die Edelmetallschicht, was ansonsten zur Entstehung von Oxid- und Korrosionsfilmen an der Kontaktfläche führen würde.
4. Erhöhung der mechanischen Beständigkeit: Eine harte Unterschicht unterstützt die weiche Edelmetallschicht und erhöht so die effektive Härte des Schichtsystems. Dies reduziert die sich im Kontakt bildende wahre Kontaktfläche bei einer gegebenen Kraft, was wiederum den Verschleiß verringert.

Durch diese positiven Effekte lässt sich die Dicke der Edelmetallschichten verringern, was zu einer Kostenersparnis führt.

Unedle Beschichtungen sind aufgrund geringer Kosten trotz schlechterer Materialeigenschaften konkurrenzfähig zu Edelmetallbeschichtungen. Von diesen unterscheiden sich die unedlen Beschichtungen vor allem durch das Vorhandensein eines schlecht leitenden Oxidfilms. Um diesen durchbrechen zu können, werden höhere Kontaktnormalkräfte eingesetzt, als bei Edelmetallbeschichtungen [4, 36, 50].

In Steckverbindern werden als unedle Beschichtungen meist Zinnschichten mit einer Dicke zwischen 0,2 und 2,5 μm eingesetzt. Zinn ist ein silber-weißes, duktiles und nichttoxisches Metall mit einer hohen Korrosionsbeständigkeit an Luft. In Kombination mit starken Säuren oder Basen kann es zu heftigen chemischen Reaktionen kommen. In annähernd pH-neutralen Lösungen weist Zinn jedoch eine sehr hohe chemische Beständigkeit auf [55]. Der Schmelzpunkt liegt bei ca. 232 °C und es kann mit fast allen anderen Metallen legiert werden [56]. Reines Zinn existiert unter Normaldruck in zwei allotropen Formen: Unterhalb von 13,2 °C liegt eine Diamantstruktur vor, die α -Sn oder graues Zinn genannt wird. Oberhalb dieser Temperatur findet eine Umwandlung in eine tetragonal raumzentrierte Struktur statt (β -Sn bzw. weißes Zinn) [57-59]. Dieser allotrope Phasenübergang ist mit einem Volumensprung von ca. 28 % verbunden (Dichte: α -Sn: 5,77 g/cm^3 ; β -Sn: 7,31 g/cm^3). Die starke Volumenzunahme bei der Umwandlung von β - zu α -Zinn kann zu intensiver Rissbildung führen, die schließlich im Verlust der strukturellen Integrität resultiert. Dies kann so weit gehen, dass Werkstücke aus Zinn sprichwörtlich zu Staub zerfallen. Dieses Phänomen wird auch als Zinnpest bezeichnet. Neben Verlust der mechanischen Stabilität steigt auch der elektrische Widerstand bei der Transformation von β - zu α -Zinn um das ca. 25-fache, was zum Ausfall elektrischer Komponenten führen kann [60, 61]. Die Zinnpest tritt jedoch in der Realität erst bei weitaus tieferen Temperaturen als 13,2 °C auf. Eine kurzzeitige Abkühlung unter die eigentliche Übergangstemperatur führt daher nicht unmittelbar zu einem Phasenübergang [59, 60].

Auf Zinnoberflächen entstehen unter normalen Umgebungsbedingungen native Oxidschichten mit einer Dicke von bis zu 15 nm. Ab einer Dicke größer als 10 nm können diese Schichten einen erheblichen Beitrag zum elektrischen Kontaktwiderstand leisten (bis zu 5 Ω , [62]). Die entstehenden Zinnoxidschichten lassen sich während des Steckens leicht aus dem Kontaktbereich aufgrund des großen Härteunterschiedes zwischen dem Oxid und dem metallischen Zinn entfernen. Während des Steckens wird die spröde Oxidschicht in die darunterliegende, weiche Zinnschicht gedrückt und kann dabei aufgebrochen werden.

Beim Einsatz von Steckverbindern, beispielsweise im Automobil, kommt es zu Mikrovibrationen (wenige μm bis zu 125 μm) die infolge von Reoxidationsprozessen zur Degradation der Kontaktfläche führen (Fretting, s. Abschn. 5.2.2). Beschichtungen aus Zinn bzw. dessen Legierungen werden insbesondere bei niedrigen Einsatztemperaturen eingesetzt (reines Zinn bis 130 °C, Zinnlegierungen bis 160 °C). Bei höheren Temperaturen erweicht das Material und/oder es kommt zu Kriechprozessen [4].

Ein weiterer Schädigungsmechanismus stellt die Entstehung von Whiskern dar. Die EG-Richtlinie 2002/95/EG zur Beschränkung der Verwendung bestimmter gefährlicher Stoffe in Elektro- und Elektronikgeräten (Restriction of (the use of certain) Hazardous Substances, RoHS) sorgte für die Umstellung auf bleifreie Lotverbindungen. Bleifreie Kupfer-Zinn-Verbindungen sind jedoch besonders anfällig gegenüber Whisker-Bildung. Diese haarartigen Zinn-Einkristalle mit Längen von bis zu mehreren Millimetern und Durchmessern von bis 10 μm können zu Kurzschlüssen führen [36, 63-65]. Der Entstehungsmechanismus dieser Whisker ist nicht vollständig geklärt, wird jedoch in erster Linie dem Vorhandensein von Druckspannungen zugeschrieben. Durch Zugabe von Blei kann die Tendenz zur Whiskerbildung unterdrückt werden, doch aufgrund der RoHS-Bestimmungen wird dieses Schwermetall nur noch in Ausnahmefällen eingesetzt.

Durch Diffusionsprozesse zwischen dem Basismaterial (z.B. Au, Ag, Cu, Ni) und der Zinnschicht kommt es zudem zur Bildung intermetallischer Phasen (abgekürzt IMP; s. Abbildung 3.2). Die Wachstumsgeschwindigkeit dieser Phasen unterscheidet sich jedoch von System zu System. In den weit verbreiteten Systemen Kupfer-Zinn oder Nickel-Zinn können intermetallische Phasen schon bei Raumtemperatur entstehen. Im System Kupfer-Zinn sind vor allem die raumtemperaturstabilen, intermetallischen Strichphasen Cu_3Sn (ϵ) und Cu_6Sn_5 (η bzw. η') von Bedeutung (s. Abbildung 3.2), während bei Nickel-Zwischenschichten vor allem die Phasen Ni_3Sn_4 und Ni_2Sn_2 entstehen [66].

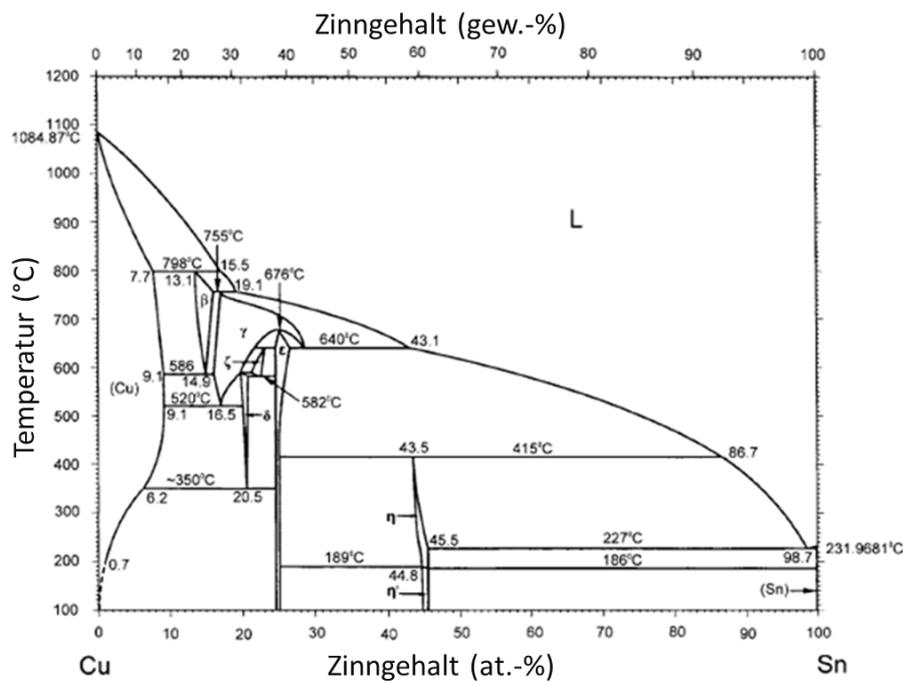


Abbildung 3.2: Das binäre Phasendiagramm des Systems Kupfer-Zinn (entnommen aus [67]).

Die gestiegenen Anforderungen an elektrische Steckverbinder, insbesondere die erhöhte Einsatztemperatur und höhere Ströme (Joulesche Erwärmung), fördern das Wachstum dieser Phasen. Eine rein intermetallische Kontaktfläche ist sehr spröde und daher anfällig für Rissbildung, was wiederum zum mechanischen und elektrischen Versagen des Steckverbinders führt [66].

Das Wachstum intermetallischer Phasen ist diffusionsgesteuert. Aufgrund der unterschiedlichen Interdiffusionsraten der beteiligten Metalle, kommt es jedoch zur Entstehung von Kirkendallporen in dem Metall mit der höheren Diffusionsrate. Im Falle des Kupfer-Zinn-Systems entstehen die Poren dementsprechend auf der kupferreichen Seite (20 °C : $D_{\text{Cu-in-Sn}} = 3,09 \cdot 10^{-13} \text{ m}^2/\text{s}$, $D_{\text{Sn-in-Cu}} = 4,67 \cdot 10^{-34} \text{ m}^2/\text{s}$ [68]). Diese Poren schwächen die Haftung der darüber liegenden Schichten, was die Rissentstehung unter mechanischer Belastung fördert. Weiterhin verringern die Poren den leitenden Querschnitt im Material, was wiederum zu einer Erhöhung des Kontaktwiderstands führt [65].

Die IMP zeichnen sich im Vergleich zur Zinnschicht durch eine deutlich höhere Härte aus (s. Tabelle 3.1). Die Dicke der IMP-Schicht beeinflusst neben dem Kontaktwiderstand auch das Reibverhalten, die Umformbarkeit und die Lötbarkeit der Steckverbinder. Die Entstehung der IMP bei Raumtemperatur via Korngrenzendiffusion kann zur Erzeugung von Druckeigenstressungen führen, die wiederum die Whiskerbildung begünstigen. Durch gezielte Temperaturbehandlung nahe oder über dem Schmelzpunkt von Zinn (Reflow-Behandlung) kann eine gleichmäßige IMP-Schicht gewünschter Dicke über Volumendiffusion eingestellt werden, um der Whisker-Bildung entgegen zu wirken [69].

Tabelle 3.1: Ausgewählte Materialparameter des Systems Kupfer-Zinn.

Phase	spez. Leitfähigkeit (1/Ωm) (T = 300 K)	Schmelz- punkt (°C)	E-Modul (GPa)	Härte (GPa)	Dichte (g/cm ³)
Cu	5,841 e+7 [70]	1085 [67]	116,5 [71]	1,65 [71]	8,96 [70]
Sn	8,696 e+6 [70]	232 [67]	46,9 [71]	0,22 [71]	7,29 [70]
Cu ₃ Sn	5,714 e+6 [72]	676 [67]	119,0 [71]	6,12 [71]	8,9 [72]
Cu ₆ Sn ₅	1,120 e+7 [72]	415 [67]	134,2 [71]	6,5 [71]	8,28 [72]
SnO	-	1077 [73]	36,6 [74]	3,4 [75]	6,45 [73]
SnO ₂	3e-2 – 1 e0 [73]	1625 [73]	174,52 – 68,32 [76]	9,8 – 14,3 [73]	6,95 [73]
CuO	1e-1 – 1 e0 [73]	1336 [73]	81,6 [77]	2,1 – 2,5 [73]	6,4 [73]

Auch bei unedlen Beschichtungsmaterialien kommen Zwischenschichten zum Einsatz, die im Wesentlichen die gleichen Zwecke erfüllen wie bei den Edelmetallbeschichtungen. Es steht jedoch vor allem die Funktion als wirksame Diffusionsbarriere im Vordergrund. Meist wird hierfür Nickel verwendet. Das Wachstum von intermetallischen Zinn-Nickel-Phasen läuft um den Faktor vier langsamer ab, als bei den entsprechenden Cu-Sn-Phasen. Eine gleichförmige, stabile IMP-Schicht verbessert die Lötbarkeit des Materials und unterdrückt die Whiskerbildung, was zu einer erhöhten Temperaturstabilität der Kontakte beiträgt [47, 69].

3.4 Herstellungsprozess

Das Basismaterial, bestehend aus Kupfer bzw. Kupferlegierungen, wird in Form von Bändern über Walzprozesse hergestellt und anschließend mit einer Beschichtung veredelt. Im industriellen Maßstab kommen fast ausschließlich kontinuierliche Verfahren zum Einsatz. Dabei spielen vor allem das Feuerverzinnen und die Galvanisierung eine Rolle [36].

Beim Feuerverzinnen durchlaufen die gereinigten und mit Flussmittel behandelten Kupferbänder eine Zinnschmelze. Dieses Verfahren zeichnet sich durch vergleichsweise geringe Produktionskosten, sehr gute Lötbarkeit sowie hohe Adhäsion zwischen Beschichtung und Grundmaterial aus. Weiterhin zeigen feuerverzinnete Bänder eine hohe Verformbarkeit. Auf-

grund der geringen Eigenspannungen des Materials ist die Tendenz zur Whiskerbildung sehr gering.

Die Methode der Galvanisierung bietet hingegen den entscheidenden Vorteil, dass sich komplexe Schichtsysteme durch hintereinander geschaltete Bäder realisieren lassen. So lässt sich das Eigenschaftsprofil von Steckverbindern gezielter einstellen, als es durch rein legierungstechnische Maßnahmen zu bewerkstelligen ist. Auch ist es durch geeignete Prozessführung möglich nur Teilbereiche der Bänder zu galvanisieren und damit Material einzusparen. Der Nachteil der hohen inneren Spannungen galvanischer Schichten kann durch eine Diffusionsbarriere und eine nachgeschaltete Reflow-Behandlung abgebaut werden. Weiterhin gibt es neuere Elektrolytentwicklungen, die gezielt Zugspannungen in die Schichten einbringen und so der Whiskerbildung entgegen wirken [36, 66, 69].

4 Reibung

4.1 Reibungsgesetze

Die Reibungskraft kann „als Widerstandskraft sich berührender Körper gegen die Einleitung einer Relativbewegung (Ruhreibung, statische Reibung) oder deren Aufrechterhaltung (Bewegungsreibung, dynamische Reibung)“ aufgefasst werden [78]. Experimente von Leonardo da Vinci, Guiliom Amonton und Charles A. Coulomb führten zu Erkenntnissen, die heutzutage als Reibungsgesetze bekannt sind. Diese Gesetze lauten wie folgt [78-81]:

1. Die Reibungskraft ist proportional zur Belastung

$$F_R = \mu \cdot F_N, \quad \text{Gl. 4.1}$$

mit μ – Reibungskoeffizient.

2. Die Reibungskraft ist unabhängig von der scheinbaren Kontaktfläche.
3. Die (dynamische) Reibungskraft ist unabhängig von der Gleitgeschwindigkeit (Coulombsches Gesetz).

Der Reibungskoeffizient ist demnach das Verhältnis der Kraft, die der tangentialen Bewegung zwischen zwei Körpern entgegen wirkt und der Normalkraft, die die beiden Körper zusammenpresst. Je nachdem ob statische oder dynamische Reibung vorliegt, wird zwischen dem statischen und dem dynamischen Reibungskoeffizient μ_s bzw. μ_d unterschieden [80]. Im Folgenden wird μ synonym zu μ_d verwendet.

4.2 Reibungsmechanismen

Reibung zwischen Festkörpern kann infolge mehrerer, simultan wirkender Mechanismen auftreten, die je nach tribologischem System unterschiedlich stark zur resultierenden Reibkraft beitragen (s. Abbildung 4.1) [82]:

- Adhäsion,
- Deformation,
 - Deformation und/oder Bruch von Oberflächenschichten,
 - plastische Wechselwirkung zwischen Asperiten (Furchung),
 - Furchung durch Verschleißpartikel und
 - elastische Wechselwirkung zwischen Asperiten.

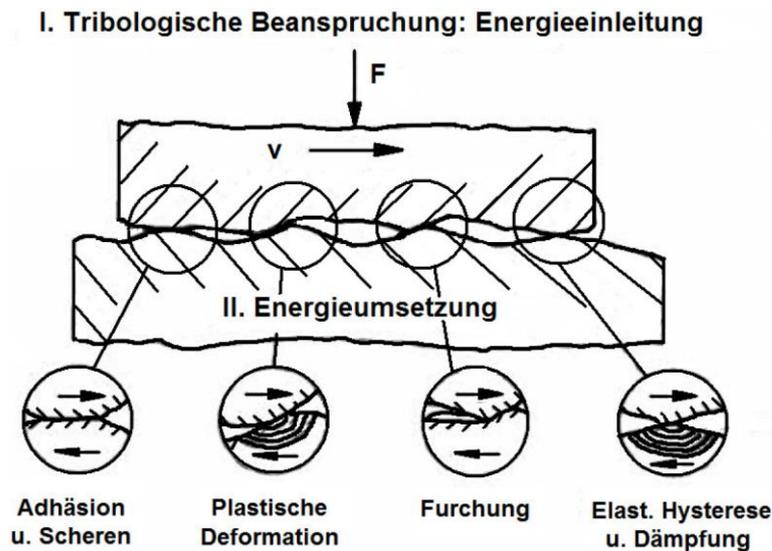


Abbildung 4.1: Schematisches Modell der Reibungsmechanismen, die bei Relativbewegung zweier sich berührender Körper auftreten können (entnommen aus [78]).

Im Folgenden werden die einzelnen Reibungsmechanismen beschrieben.

4.2.1 Adhäsion

Die Adhäsionskomponente der Reibung beruht auf der Bildung und Zerstörung von adhäsiven Bindungen in der wahren Kontaktfläche. Unter Adhäsion wird in diesem Zusammenhang ein atomarer Bindungsprozess verstanden, der zwischen Kontaktstellen zweier sich berührender Oberflächen abläuft. Um zwei adhäsiv miteinander verbundene Oberflächen wieder voneinander zu trennen, muss die sogenannte Adhäsivkraft überwunden werden. Dementsprechend hängt die Reibkraft von der Scherfestigkeit τ_s im Grenzflächengebiet ab. Nach Bowden und Tabor gilt [78, 81, 83, 84]:

$$F_r = \tau_s A_r \quad \text{Gl. 4.2}$$

Da die wahre Kontaktfläche im Falle metallischer Körper annähernd direkt proportional zur Normalkraft ist (s. Gl. 2.17), ergibt sich im Rahmen dieses Modells für die Reibkraft:

$$F_r = \tau_s \frac{F_N}{H} \quad \text{Gl. 4.3}$$

und entsprechend für den Reibungskoeffizienten:

$$\mu = \frac{F_R}{F_N} = \frac{\tau_s}{H} \quad \text{Gl. 4.4}$$

mit H –Härte.

Die Reibkraft ist folglich proportional zur Normalkraft und unabhängig von der scheinbaren Kontaktfläche, was in Übereinstimmung mit Amontons Gesetzen steht [81, 84].

Die Härte hängt dabei mit der Fließspannung näherungsweise über die Beziehung $H \approx 3\sigma_y$ zusammen (vgl. Abschnitt 2.2) [32]. Für die Scherfestigkeit gilt weiterhin $\tau_s \approx [0,5; 0,6]\sigma_y$. Daraus ergibt sich ein Reibungskoeffizient von ca. 0,16 – 0,2. Entsprechende Werte werden häufig bei Reibung zwischen Metallen unter atmosphärischen Normalbedingungen gemessen. Jedoch sind auch deutlich höhere Werte messbar, beispielsweise im Hochvakuum ohne Ausbildung einer schützenden Oxidschicht. In diesem Fall kann die adhäsive Bindung so stark sein, dass ein Bruch im weicheren der beiden Kontaktpartner auftritt, nicht aber in der Grenzfläche [79, 82]. Auch führt der Beitrag plastischer Effekte oftmals zu höheren Reibungskoeffizienten [78].

Im Falle der trockenen Gleitreibung kann die Adhäsionskomponente für technische Oberflächen unter Normalatmosphäre einen Anteil am Reibungskoeffizienten von $\mu = 0,1 - 0,6$ ausmachen [78].

4.2.2 Deformation

Eine tangentielle Relativbewegung zwischen zwei in Kontakt stehender Körper führt meist zu einer Deformation im Kontaktbereich. Die Deformation von Rauheitsspitzen zwischen den Körpern kann entweder elastisch oder plastisch ablaufen. Im elastischen Fall wird Energie während des Belastungs-Entlastungszyklus in Form von Phononen oder durch viskoelastische Effekte dissipiert. Diese Hystereseverluste tragen letztlich zur Reibkraft bei (beispielsweise bei Polymeren mit viskoelastischem Verhalten oder Metallen mit elastischem Verhalten) [84].

Im Falle plastischer Deformation kann es zu Energieverlusten aufgrund der auftretenden dissipativen Prozesse (Energieabsorption, Energieemission, thermische Prozesse) kommen. Die Reibungsenergie kann daher als „Arbeit zur plastischen Deformation beim Gleichgewichtsgleiten“ angesehen werden [78]. Bei trockener Gleitreibung ist die plastische Deformation für den Widerstand zu Beginn des Gleitens, also dem Übergang von statischer zu dynamischer Reibung, verantwortlich. Die Deformationskomponente macht dabei einen Anteil von $\mu = 0,4 - 0,75$ am gesamten Reibungskoeffizienten aus, nimmt mit der Zeit jedoch durch Einebnen der anfänglichen Oberflächenrauheit ab [78].

Läuft die Deformation zwischen Rauheitsspitzen plastisch ab und findet der Reibvorgang zwischen Körpern unterschiedlicher Härte statt, so tritt das sogenannte Furchen auf. Bei diesem Mechanismus graben sich die Asperiten des härteren Materials in den weicheren Körper

ein. Findet eine Relativbewegung zwischen den Reibungspartnern statt, so zerfurchen die härteren Asperiten den weicheren Gegenkörper. Der Widerstand des weicheren Materials gegen diese tangentielle Bewegung trägt zur Reibkraft bei. Die Furchung kann in Abhängigkeit von der Eindringtiefe der Asperiten einen Anteil an der Gesamtreibungszahl zwischen $\mu = 0 - 1$ ausmachen. Je höher die Eindringtiefe der Partikel, desto höher der Anteil an μ_{ges} [78, 85].

Furchung kann nicht nur durch die Asperiten der sich kontaktierenden Oberflächen hervorgerufen werden, sondern auch durch harte Partikel, die in der Kontaktfläche vorliegen. Diese Partikel können entweder von außen in das System eingebracht werden oder entstehen während des Reibprozesses durch Verschleiß (beispielsweise harte Oxide) [84]. Wie bei der Furchung durch Asperiten, kann der Anteil der Furchungskomponente am Gesamtreibungskoeffizienten zwischen $\mu = 0 - 1$ variieren. Je härter die Verschleißpartikel in Relation zu den Kontaktflächen, desto höher ist der Reibungskoeffizient [78, 85].

5 Mechanischer Verschleiß

Mechanischer Verschleiß wird nach Antler definiert als der „Verlust teilchenförmigen Materials aus einer festen Oberfläche als Ergebnis mechanischer Einwirkung“ [11]. Der Verschleiß hängt eng mit den Mechanismen der Reibung zusammen. Dennoch handelt es sich dabei um qualitativ unterschiedliche Phänomene. Reibung ohne Verschleiß ist denkbar, jedoch kann es ohne Reibung keinen mechanischen Verschleiß geben. Während in einigen Fällen eine enge Korrelation zwischen Reibung und Verschleiß vorhanden ist, beispielsweise bei plastischer Deformation von Mikrokontakten, können Reibung und Verschleiß im gleichen System oftmals auf unterschiedlichen physikalischen Mechanismen beruhen. So kann beispielsweise beobachtet werden, dass sich die Verschleißgeschwindigkeit zwischen zwei Körpern bei sonst gleichen Bedingungen um mehrere Größenordnungen unterscheidet, wenn die Materialpaarungen variiert werden [85, 86]. Auch können die mittleren Reibkoeffizienten zweier Materialpaarungen identisch sein, die Verschleißprozesse aber grundlegend verschieden. Die Beziehung von Reibung und Verschleiß hängt nach Blau von der Umwandlung und Dissipation kinetischer Energie ab [87]. Je mehr Reibungsarbeit durch Gleitbewegungen erzeugt wird, desto höher ist die Energie, die dissipiert werden muss. Mögliche Mechanismen dafür sind:

- Reibungswärme,
- Entstehung oder Bruch adhäsiver Bindungen,
- Umordnung molekularer Spezies an der Oberfläche,
- elastische/plastische Deformation der Probenoberfläche,
- Entstehung von Vibrationen oder akustischen Wellen,
- Entstehung von Mikrobrüchen,
- Bildung von Defekten oder Phasenumwandlung,
- Ablauf chemischer Reaktionen an der Oberfläche,
- viskose Verluste im dazwischen befindlichen Medium (falls vorhanden) und
- Kompression oder Neuverteilung von Verschleißpartikeln in der Grenzfläche.

Wie die Energie letzten Endes dissipiert wird, hängt vom jeweiligen Tribosystem und den beteiligten Materialien ab und kann nicht verallgemeinert werden. Ein hoher Reibungskoeffizient ist somit noch kein eindeutiger Hinweis auf einen hohen Verschleiß.

Quantifiziert wird der Verschleiß mittels der sogenannten Verschleißrate. Diese kann beispielsweise als Material-/Volumen-/Masseverlust pro Zeit, Reibdistanz oder Zyklenanzahl angegeben werden. Der Kehrwert der Verschleißrate wird als Verschleißbeständigkeit defi-

niert und beschreibt den Widerstand eines Körpers gegen Materialverlust während eines Verschleißprozesses [81].

5.1 Verschleißmechanismen und -arten

Verschleißprozesse beruhen auf dem Zusammenwirken einer Vielzahl von Mechanismen, die im Folgenden zusammengefasst werden. Verschleißarten können nach dem entsprechenden physikalischen Mechanismus klassifiziert werden [86, 88, 89]:

- Oberflächenzerrüttung,
- abrasiver Verschleiß,
- adhäsiver Verschleiß und
- tribochemischer Verschleiß.

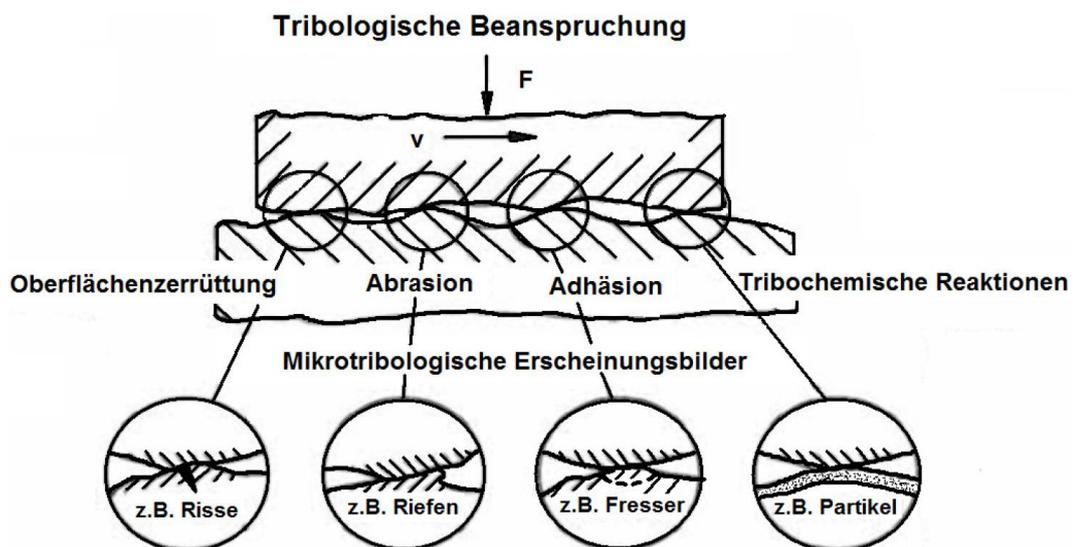


Abbildung 5.1: Schematisches Modell der Verschleißmechanismen, die bei Relativbewegung zweier sich berührender Körper auftreten können (entnommen aus [88]).

Der Prozess der Oberflächenzerrüttung kann folgendermaßen beschrieben werden: Während des Reibvorgangs müssen die Oberflächen beider Reibpartner Kräfte aufnehmen, die in Kombination mit periodischen Relativbewegungen zu einer Ermüdung der Werkstoffoberfläche führen. Auf die Mikrokontakte wirken überlagerte Normal- und Tangentialkräfte, die zu Spannungmaxima in und unterhalb der Kontaktfläche führen. Durch zyklische Beanspruchung können somit wechselnde, mehrachsige Zug- und Druckspannungen wirken, die schließlich zu Rissbildung führen. Durch adhäsive Wechselwirkung zwischen den Reibpartnern können in oder unter der Oberfläche entstandene Risse zusätzlich vergrößert werden, sodass sich schließlich Verschleißpartikel lösen (Delamination). Dieser Prozess wird Oberflächenzerrüttung oder auch Mikroermüden genannt [88, 89].

Abrasiver Verschleiß tritt auf zwischen Materialien mit deutlich unterschiedlicher Härte und wird definiert als Verschleiß aufgrund harter Partikel oder harter Erhöhungen, die gegen und über eine feste Oberfläche bewegt werden. Die Asperiten des härteren Materials (bzw. abrasive Partikel) dringen dabei in das weichere Material ein, was bei Metallen zur Furchenentstehung aufgrund plastischer Deformation führt [88].

Der Mechanismus des adhäsiven Verschleißes tritt zwischen Materialien vergleichbarer Härte auf. Dieser entwickelt sich in derselben Art und Weise wie bei der adhäsiven Reibung. Die Rauigkeitsspitzen werden in der Kontaktfläche durch Kaltverschweißung zusammengefügt. Dabei können Bindungen entstehen, deren Festigkeit die des ursprünglichen Materials der Kontaktpartner übersteigt. Während eines Reibvorgangs auftretende Relativbewegungen können daher zu einem Herausbrechen von Verschleißpartikeln führen, wobei die Bruchfläche dann innerhalb des Materials und nicht an der ursprünglichen Grenzfläche liegt [88].

Der tribochemische Verschleiß stellt einen weiteren Mechanismus dar. Dieser beruht auf dem Ablauf tribochemischer Reaktionen zwischen den Kontaktpartnern und dem Umgebungsmedium. Relativbewegungen zwischen den Kontaktpartnern führen dazu, dass ständig neue Reaktionsprodukte erzeugt und abgerieben werden.

Verschleiß kann auch nach Art der tribotechnischen Anwendung klassifiziert werden. Folgende Verschleißarten können dabei unterschieden werden [88]:

- Gleitverschleiß,
- Wälzverschleiß,
- Stoßverschleiß,
- Schwingungverschleiß,
- Furchungverschleiß,
- Strahlverschleiß und
- Strömungverschleiß.

Im Zusammenhang mit elektrischen Steckverbindern spielen vor allem der Gleit- und der Schwingungverschleiß eine Rolle, worauf im folgenden Abschnitt eingegangen wird.

5.2 Mechanischer Verschleiß elektrischer Steckverbinder

Die primäre Aufgabe einer elektrischen Verbindung ist es, den unterbrechungsfreien Fluss des elektrischen Stroms durch die Kontaktstelle zu ermöglichen. Die Zuverlässigkeit eines elektrischen Kontakts kann durch vielfältige, voneinander abhängigen Faktoren, die eine Degradation der Kontaktfläche zur Folge haben können, nachteilig beeinflusst werden (s. Abbildung 5.2) [10].

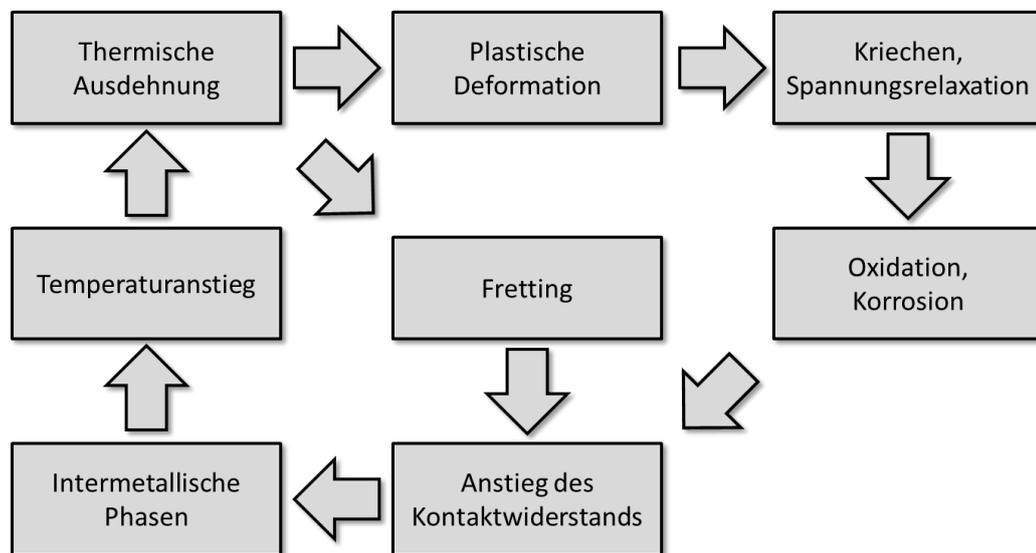


Abbildung 5.2: Wechselwirkung unterschiedlicher Verschleißmechanismen in elektrischen Steckverbindern (Hochstromanwendungen). Abbildung nach [10].

Die grundlegenden physikalischen Zusammenhänge zwischen dem Kontaktwiderstand, der wahren Kontaktfläche und der Kontaktnormalkraft wurden bereits in Kapitel 2 ausführlich diskutiert. Über Korrosionsvorgänge und Whiskerbildung in Zusammenhang mit intermetallischer Phasenbildung und deren nachteiligen Wirkungen auf den Kontaktwiderstand elektrischer Steckverbinder wurde in Abschnitt 3.3 berichtet. Die folgenden Abschnitte konzentrieren sich auf die mechanischen Verschleißmechanismen, die speziell für elektrische Steckverbinder im realen Einsatz von Interesse sind. Dies sind der Gleitverschleiß, welcher beim Stecken und Ziehen elektrischer Steckverbinder auftritt und insbesondere der Schwingungsverschleiß, welcher bei Betrieb in Kraftfahrzeugen auftreten und zum Ausfall elektrischer Systeme führen kann.

5.2.1 Gleitverschleiß: Stecken und Ziehen

Im Laufe der Lebensdauer elektrischer Steckverbinder werden diese während der Montage, Wartung oder im täglichen Gebrauch mehrfach gesteckt und gezogen. Im Falle von verzinneten Kontakten für die Automobilindustrie beträgt die Zyklenzahl in der Regel zwischen 1 und 20 [9, 36]. Steckverbindungen zu tragbaren Geräten werden dagegen viel stärker beansprucht, wobei bis zu einige Tausend Zyklen möglich sind [90].

Während dieser Steck- und Ziehvorgänge unterliegen die Kontaktoberflächen Gleitverschleiß, der als „Ablauf und Ergebnis von Verschleißprozessen bei einer Gleitbewegung kontaktierender Werkstoffe“ definiert werden kann [88]. Alle in Abschnitt 5.1 dargestellten Verschleißmechanismen können am Verschleißprozess in unterschiedlicher Ausprägung und Ab-

folge beteiligt sein [81, 88]. Zinn und dessen Legierungen sind dabei besonders anfällig für adhäsiven Verschleiß (Verschleißrate ist 100-mal höher als bei Hartgoldschichten, [11]).

Gehen wir vom Fall aus, dass diese Vorgänge ohne Anlegen einer elektrischen Spannung geschehen, so rufen die Steck- und Ziehzyklen rein mechanischen Verschleiß hervor. Die Verschleißfestigkeit hängt dabei von unterschiedlichen Parametern ab [36]:

- Dicke/Härte der Deckschicht,
- Art und Dicke der Zwischenschicht (falls vorhanden),
- Oberflächenverunreinigungen,
- Kontaktnormalkraft,
- Anzahl der Steckzyklen,
- Steckverbinder-Geometrie,
- Oberflächentopographie und
- Schmierung (falls vorhanden).

5.2.2 Schwingungverschleiß: Fretting-Korrosion

Unterliegen die Kontaktpartner eines tribologischen Systems oszillierenden Relativbewegungen mit kleinen Schwingungsamplituden, so entsteht Schwingungverschleiß (engl. *Fretting*) [10, 88, 91]. Hervorgerufen werden diese Bewegungen beispielsweise durch mechanische Vibrationen oder Unterschiede im thermischen Ausdehnungskoeffizienten der einzelnen Steckverbinderbauteile [9, 10]. Ein wichtiges Unterscheidungsmerkmal zum Gleitverschleiß ist dabei die Amplitude, die im Falle des Schwingungverschleißes kleiner als der Durchmesser der geometrischen Kontaktfläche ist. Ähnlich wie beim Gleitverschleiß können hierbei alle wesentlichen Verschleißmechanismen nach- oder nebeneinander auftreten. Bei Reibprozessen zwischen unedlen metallischen Kontaktpartnern spielen insbesondere tribochemische Prozesse eine Rolle. In diesem Fall handelt es sich um die sogenannte Reibkorrosion (engl. *Fretting Corrosion*) [88, 92]. So neigt beispielsweise Zinn zur Bildung einer nativen Oxidschicht auf der Materialoberfläche. Diese wirkt sich zwar positiv auf die chemische Beständigkeit aus, ist jedoch auch die Ursache der Fretting-Korrosion, die als primärer Schädigungsmechanismus von Zinn-Deckschichten gilt [9, 92].

Fretting hängt von einer Vielzahl von Faktoren ab, deren Zusammenspiel noch nicht vollständig verstanden wird. Die generellen Abläufe während der Schädigung lassen sich jedoch qualitativ folgendermaßen beschreiben [10]:

Die Kombination aus einer spröden Oxidschicht und dem darunterliegenden weichen Zinn ermöglicht das leichte Aufbrechen des Oxids und das Extrudieren von metallischem Zinn an

die Oberfläche, was zur Herstellung eines leitfähigen, metallischen Kontaktes zwischen den beiden Kontaktpartnern führt (s. Abbildung 5.3, Schritt 0). Durch Mikrovibrationen kann es jedoch dazu kommen, dass sich die Kontaktfläche verschiebt und der Oxidfilm an einer anderen Stelle aufgebrochen wird (s. Abbildung 5.3, Schritt 1). Dieser Vorgang kann beispielsweise über Delamination oder Scherung von kaltverschweißten Kontaktpunkten erfolgen. In der ursprünglichen Kontaktfläche wird das metallische Zinn nun der Atmosphäre ausgesetzt und ein Reoxidationsprozess beginnt [9, 10, 92].

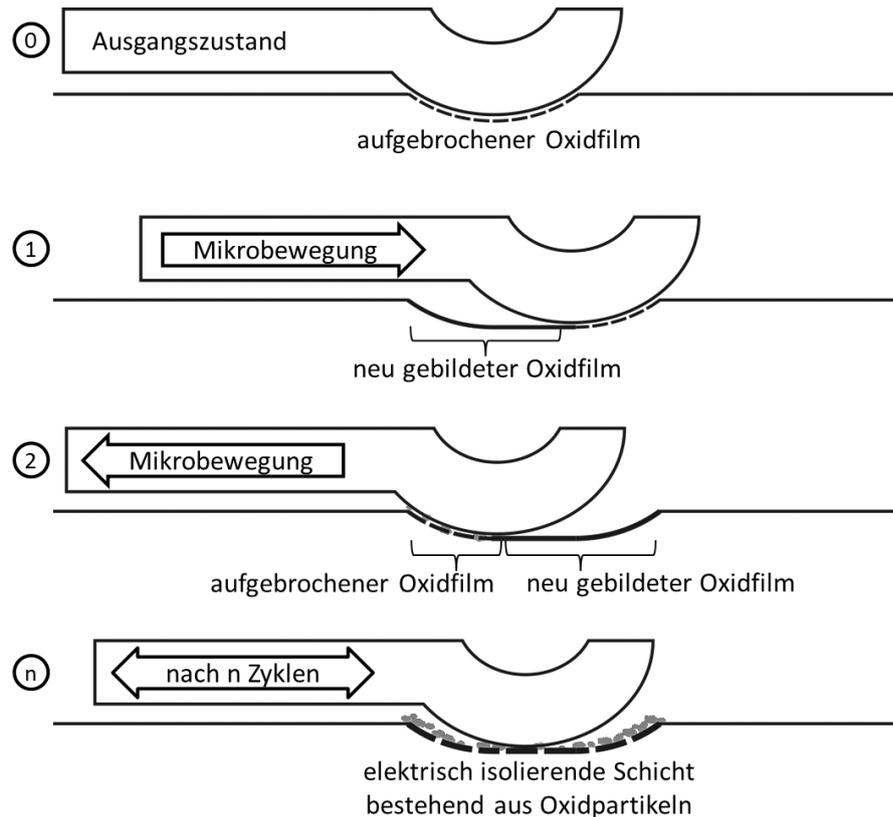


Abbildung 5.3: Mechanismus der Fretting-Korrosion auf einer Zinnoberfläche. 0) Erstkontakt: Die Oxidschicht wird aufgrund der aufbrachten Normalkraft durchbrochen. 1) Relativbewegung setzt aufgrund von Vibrationen oder Unterschieden im thermischen Ausdehnungskoeffizienten der Reibpartner ein. Die frei werdende metallische Oberfläche kommt mit der Atmosphäre in Kontakt und oxidiert. 2) Richtungsumkehr der Relativbewegung: Erneut wird metallische Oberfläche frei und beginnt zu oxidieren. Das zuvor gebildete Oxid wird durch die Reibbewegung aufgebrochen. n) Vielfache Wiederholung der Relativbewegungen: Mit fortschreitendem Verschleiß bildet sich eine elektrische isolierende Schicht, bestehend aus verdichteten Oxidpartikeln. Abbildung nach [9].

Ändert sich die Richtung der Mikrobewegung, so wiederholen sich die oben beschriebenen Ereignisse und neues metallisches Zinn wird aus der Deckschicht freigelegt und oxidiert (s.

Abbildung 5.3, Schritt 2). Dies führt zur Bildung einer Schicht aus Oxidpartikeln zwischen den beiden Kontaktpartnern, die durch abrasiven Verschleiß zur weiteren Zersetzung der Kontaktfläche beitragen, wenn die Mikrovibrationen andauern. So entsteht schließlich eine isolierende Zwischenschicht aus Oxid- und Abriebpartikeln (s. Abbildung 5.3, Schritt n) [9, 10]. Der elektrische Kontaktwiderstand kann sich während dieses Prozesses bis zum Versagen des Steckverbinders erhöhen.

Fretting entsteht nur dann, wenn die Relativbewegung der Kontaktpartner nicht groß genug ist, um die Abriebpartikel aus der Kontaktzone zu befördern. In Abhängigkeit von der Bewegungsamplitude lassen sich folgende Regime unterscheiden [11]:

1. Stick: Die Amplitude in diesem Regime ist kleiner 1 bis 2 μm , je nach Material und Kontaktgeometrie. Die Deformation der Rauheitsspitzen ist rein elastisch und die Schädigung der Oberfläche tritt erst auf, wenn die Kontaktpartner getrennt werden.
2. Stick-Slip: Dieses Regime tritt bei Amplituden von ca. 5 μm auf. Während das Zentrum der Kontaktfläche Stick-Bedingungen unterliegt, setzen im Randbereich bereits Gleitprozesse (engl. *Slip*) ein. Begleitet wird dies von Rissbildung, Oberflächenermüdung und der Entstehung von Abriebpartikeln.
3. Gross-Slip: Bei Amplituden größer 10 μm können alle Verbindungen zwischen Mikrokontakten in jedem Bewegungszyklus zerstört werden. Hierbei tritt folglich vollständiges Abgleiten auf und es kann zur Oberflächenzerrüttung durch Delamination kommen.

Eine weitere Erhöhung der Amplitude führt zu dem in Abschnitt 5.2 beschriebenen Gleitverschleiß. Die Grenze zwischen Fretting und Gleitverschleiß hängt stark von den im jeweiligen Tribosystem vorliegenden Bedingungen ab, liegt erfahrungsgemäß jedoch bei ca. 125 μm [10].

Fretting hängt von vielen Faktoren ab, von denen die Wichtigsten zunächst aufgezählt und anschließend näher beschrieben werden:

- Kontaktnormalkraft,
- Oszillationsfrequenz,
- Amplitude,
- elektrische Stromstärke/Spannung,
- Härte der beteiligten Kontaktpartner,
- relative Luftfeuchtigkeit,
- Umgebungstemperatur und
- Schmiermittel.

Durch Erhöhung der Kontaktnormalkraft können die Reibkraft zwischen Kontaktpartnern erhöht und somit Relativbewegungen minimiert werden, um so die Ursache des Frettings zu unterdrücken. Ein weiterer Effekt besteht in dem Versiegeln der Kontaktfläche durch Kaltverschweißung. Bei ausreichend hoher Kontaktnormalkraft entsteht eine starke adhäsive Bindung zwischen Kontaktpunkten. Die während den oszillierenden Relativbewegungen entstehenden metallischen Verschleißpartikel werden zwischen diesen Kontaktpunkten luftdicht eingeschlossen, sodass eine fortlaufende Oxidation unterbunden wird. Der metallische Kontakt bleibt bestehen und die Bildung harter, abrasiver Partikel wird zunächst unterdrückt. Durch Erhöhung der Kontaktkraft lässt sich die Fretting-Korrosion allerdings nur verzögern, nicht vollständig unterbinden. Zudem führt diese Vorgehensweise zu höherem Gleitverschleiß beim Stecken und Ziehen. Ein erheblicher Nachteil ergibt sich weiterhin dadurch, dass eine Erhöhung der Kontaktkraft die Montage und Wartung von Steckverbindern erschwert [9-11].

Die Oszillationsfrequenz der Mikrobewegungen hat entscheidenden Einfluss auf die während der Fretting-Korrosion auftretenden Oxidationsprozesse. Li et al. beobachteten in frequenzabhängigen Fretting-Experimenten (5 bis 80 Hz) an Stahlproben (Kugel gegen Flachprobe), dass die resultierende Verschleißspur mit steigender Frequenz kleiner wird. Auch die akkumulierte dissipierte Energie – ein Maß für den Verschleiß – nahm entsprechend mit steigender Frequenz ab [93]. Der Grund für dieses Verhalten ist, dass die Kontaktzone bei niedrigen Frequenzen länger atmosphärischen Bedingungen ausgesetzt wird, sodass mehr Zeit für Oxidation bleibt. Mit fallender Frequenz nimmt das Oxidschichtwachstum folglich zu und die Fretting-Korrosion wird verstärkt [10, 11].

Einen ähnlichen Effekt hat die Variation der Amplitude auf den Fretting-Prozess. Je größer der zurückgelegte Weg pro Reibzyklus, desto mehr Zeit steht für die Oxidation der Kontaktzone zur Verfügung und umso stärker wird der Effekt der Fretting-Korrosion [10, 11].

Antler et al. wiesen zudem nach, dass der Kontaktwiderstand über die Verschleißspur nicht konstant ist, sondern im Zentrum einige Größenordnungen kleiner sein kann als in den Umkehrpunkten, an denen sich die Verschleißpartikel sammeln [8]. Ein weiterer Faktor ist das Bewegungsregime, in welchem die Fretting-Korrosion abläuft. So wiesen Hannel et al. nach, dass die durch Fretting hervorgerufene Widerstandsänderung im Stick-Slip-Regime kleiner ausfällt, als im Gross-Slip-Regime [94].

Weiterhin wird die Kontaktfläche in Steckverbindern auch durch den anliegenden elektrischen Strom bzw. die anliegende Spannung beeinflusst. Die während des Frettings erzeugten isolierenden Partikel und die damit verbundene Einengung der Strompfade kann aufgrund von Joulescher Erwärmung zum Erweichen, Schmelzen, Verdampfen, Sublimieren oder gar Zersetzen des Metalls bzw. der vorliegenden Fremdschichten führen. All diese Prozesse können zur Vergrößerung der leitenden Kontaktfläche beitragen und damit zur Stabilisierung des Kontaktwiderstands. So können sich in Fretting-Experimenten Kontaktwiderstands-Plateaus ausbilden. Je höher die Stromstärke bzw. Spannung, umso früher treten diese Plateaus auf und bleiben umso länger stabil [10].

Einen weiteren Einflussfaktor stellt die Härte der beteiligten Oberflächen dar. Je härter das Material, desto höher die Beständigkeit gegen abrasiven Verschleiß. Dies gilt insbesondere, wenn die Härte der metallischen Oberfläche die der entstehenden Oxidpartikel übersteigt. Weiterhin sind harte Oberflächen beständiger gegen Ermüdung als weiche [10]. Dies spielt insbesondere bei ungleichen Materialpaarungen eine Rolle. Hierbei werden die entstehenden Oxidpartikel in das weiche Material gepresst, was dort zu einem verstärkten Verschleiß führt [95].

Auch die atmosphärischen Bedingungen beeinflussen das Fretting. Eine Variation der relativen Luftfeuchtigkeit kann sich in zweierlei Weise auswirken. Zum einen kann eine Erhöhung der Luftfeuchte zu einer verringerten Verschleißrate führen, wenn die in das System eingebrachte Flüssigkeit als Schmierstoff fungieren kann und somit zur Reduktion adhäsiver Kräfte zwischen den Kontaktpartnern beiträgt. Andererseits werden bei bestimmten Materialpaarungen durch das Einbringen einer Flüssigkeit in die Kontaktzone chemische Korrosionsprozesse hervorgerufen. Diese führen dann zur Entstehung von Korrosionsprodukten die in die Ver-

schleißspur eingebracht werden und somit zu einer Erhöhung der Verschleißrate beitragen [10].

Die Umgebungstemperatur kann den Verschleißprozess auf zwei Arten beeinflussen. Eine Veränderung der Temperatur hat sowohl Auswirkungen auf die Oxidations-/Korrosionsrate als auch auf die mechanischen Eigenschaften des Materials. So wurde für eine verzinnete Kupferlegierung nachgewiesen, dass eine Erhöhung der Temperatur bis auf 60 °C auch zu einer Erhöhung der Verschleißrate führt. Bei weiterer Erhöhung bis zu 110 °C wurde jedoch festgestellt, dass die Rate wieder abnahm, da das Material erweicht und sich dadurch die wahre Kontaktfläche erhöht [7, 96]. Dies führte nicht nur unmittelbar zu einer Reduzierung des Kontaktwiderstands, sondern auch zu einer Verkleinerung der Amplitude. Somit wurde pro Zyklus der Anteil an ‚frischem‘ Zinn reduziert, was eine Verringerung der reibinduzierten Oxidationsrate bewirkte. Eine noch weitere Erhöhung der Temperatur führte im System Kupfer-Zinn jedoch zu einer verstärkten Bildung intermetallischer Phasen (IMP), was die Kontakteigenschaften wieder verschlechterte [10]. Diese Verschlechterung schrieben Park et al. in Untersuchungen von verzinneten Kupferkontakten im Temperaturintervall von 25 bis 185 °C vor allem der im Vergleich zu reinem Zinn deutlich höheren Härte der IMP zu (> Faktor 40). Die harte und spröde IMP-Schicht neigte unter Fretting-Bedingungen zu Rissbildung und damit zu einer mechanischen Schädigung im Kontaktbereich. Da der Anteil der IMP mit steigender Temperatur zunahm, führte die Schädigung zu einem verkleinerten leitenden Querschnitt und damit unmittelbar zur Erhöhung des Kontaktwiderstands. Zudem bildete das erweichte Zinn einen Film über der intermetallischen Schicht, der bei Temperaturen von mehr als 125 °C stark oxidierte und somit elektrisch isolierend wirkte [7].

Schmiermittel können in elektrischen Kontakten eingesetzt werden um den Reibungskoeffizienten zu erniedrigen. Dies kann nicht nur zu einer Verminderung des Verschleißes beim Stecken und Ziehen führen, sondern auch die Auswirkungen der Fretting-Korrosion reduzieren. Ein geeigneter Schmierfilm isoliert entstehende Abriebpartikel zudem von der Atmosphäre und verzögert somit die Bildung harter, abrasiv wirkender Oxidpartikel. Durch die Wahl des richtigen Schmiermittels kann somit der Kontaktwiderstand stabilisiert werden. Ungeeignete Schmiermittel können jedoch gegenteilige Wirkung hervorrufen [10].

6 LASER-Theorie

6.1 Charakteristika von Laserstrahlung

Der Begriff LASER ist ein Akronym und beschreibt die Lichtverstärkung durch stimulierte Emission von Strahlung (engl. *Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation*). Laserstrahlung weist einige charakteristische Eigenschaften auf, die sich von jenen weißen Lichts unterscheiden [97-100]:

- monochrom,
- hoher Kohärenzgrad,
- geringe Divergenz,
- hohe Intensität.

Da Laserstrahlung monochrom ist, stellt die Wellenlänge des Laserlichts nach der Quantentheorie unmittelbar ein Maß für die Energie der mit der Welle transportierten Photonen dar [101, 102]:

$$E = h_p \cdot f = h_p \frac{c_0}{\lambda}, \quad \text{Gl. 6.1}$$

mit h_p – Plancksches Wirkungsquantum (6,626 e-34 Js),
 f – Frequenz,
 c_0 – Lichtgeschwindigkeit ($c_{\text{vak}} = 2,998 \text{ e}8 \text{ m/s}$),
 λ – Wellenlänge.

Der Begriff Kohärenz drückt aus, dass die Wellenzüge der Laserstrahlung sowohl zeitlich als auch räumlich feste Phasenbeziehungen aufweisen. Die Divergenz ist ein Maß für die Abweichung von einer parallelen Strahlausbreitung. Die geringe Divergenz bei Laserstrahlung ermöglicht die Fokussierung des Strahls mit optischen Elementen. Dies ist eine notwendige Voraussetzung zum Erreichen hoher Intensitäten bzw. Energiedichten (Energie pro Fläche, Fluenz) von Laserstrahlung [99].

6.2 Erzeugung von Licht: Absorption und Emission

Dringt Licht in Materie ein, so wird dieses darin ganz oder teilweise absorbiert und wandelt sich in andere Energieformen, beispielsweise in Wärme um. Trifft eine ebene Lichtwelle auf eine Materialschicht der Dicke d , so schwächt sich deren Ausgangsintensität I_0 beim Durchgang durch die Schicht gemäß des Lambert-Beerschen Gesetzes ab [103, 104]:

$$I = I_0 \exp(-\alpha \cdot d) , \quad \text{Gl. 6.2}$$

mit α – Absorptionkoeffizient.

Der Absorptionskoeffizient berechnet sich dabei zu [105]:

$$\alpha = \frac{4\pi nk}{\lambda_0} , \quad \text{Gl. 6.3}$$

mit n – (realer) Brechungsindex,

k – Absorptionsindex,

λ_0 – Vakuumwellenlänge.

Für stark absorbierende Materialien liegt der Absorptionskoeffizient in der Größenordnung $10^5 - 10^6 \text{ cm}^{-1}$. Der Kehrwert des Absorptionskoeffizienten beschreibt die Tiefe, innerhalb derer die Laserstrahlung signifikant gedämpft wird. Die Absorptionstiefe ist dabei definiert als [105]:

$$l_\alpha = \frac{1}{\alpha} . \quad \text{Gl. 6.4}$$

Dieser Wert wird auch als Absorptionslänge oder Eindringtiefe bezeichnet und beschreibt die Tiefe, ab der die Intensität der Laserstrahlung auf den Wert $1/e$ abgefallen ist.

Absorption tritt auf, da Licht mit Atomen und Molekülen wechselwirken kann. Atome und Moleküle besitzen diskrete Energiezustände, auf denen deren Elektronen verweilen. Ohne äußeren Einfluss nehmen die Atome/Moleküle den Zustand niedrigster Energie ein, der auch als Grundzustand bezeichnet wird. Triff jedoch Licht einer bestimmten Frequenz f_{12} auf ein Atom, so kann dieses in einen höheren Energiezustand übergehen, sofern die Bohrsche Bedingung erfüllt ist (s. Abbildung 6.1 b) [100]:

$$\Delta E_{12} = E_2 - E_1 = hf_{12} , \quad \text{Gl. 6.5}$$

mit $E_{1/2}$ – Grundzustand bzw. angeregter Energiezustand.

Durch Absorption eines Photons wird ein Elektron auf ein höheres Energieniveau gehoben, während der einfallenden Lichtwelle die Energie ΔE_{12} entzogen wird. Der nicht absorbierte Teil der Welle läuft mit verringerter Amplitude in der ursprünglichen Richtung weiter.

Der angeregte Energiezustand ist jedoch höchst instabil, sodass Elektronen nach einer Verweilzeit von ca. 10^{-9} s aus instabilen und in ca. 10^{-3} s aus metastabilen Zuständen wieder in den Grundzustand zurück fallen. Diese Energie kann in Form von Wärme oder Strahlung ab-

gegeben werden. Im Falle der Strahlung wird spontan ein Photon mit gleicher Frequenz wie das ursprüngliche Photon in zufälliger Richtung emittiert (s. Abbildung 6.1 a). Geschieht dieser Prozess ohne äußere Einwirkung, wird dies als spontane Emission bezeichnet [99, 103].

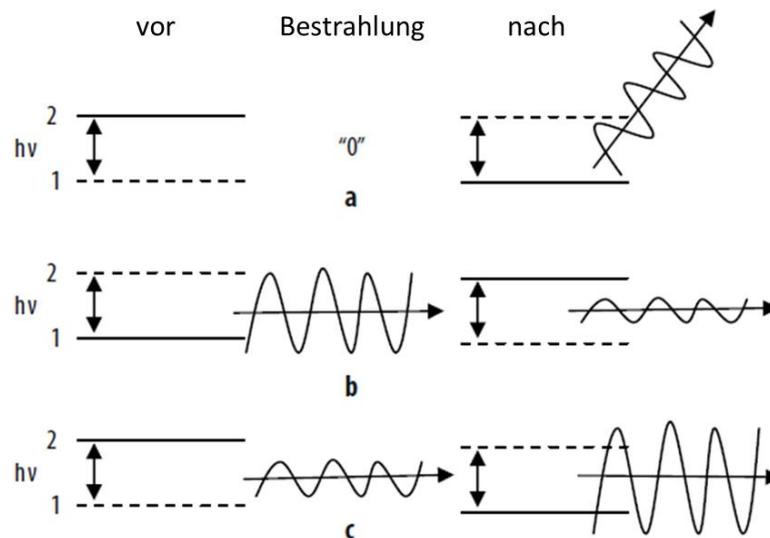


Abbildung 6.1: Strahlungsprozesse in einem System mit zwei diskreten Energieniveaus; a) spontane Emission, b) Absorption, c) stimulierte Emission (entnommen aus [100]).

Trifft auf ein angeregtes Atom eine Lichtwelle, deren Energie genau der Übergangsenergie des angeregten Elektrons entspricht, wird ein optischer Übergang induziert, noch bevor das System durch spontane Emission den Grundzustand erreicht. Dabei wird ein Photon erzeugt, das in Frequenz, Phase, Polarisierung und Ausbreitungsrichtung mit dem ursprünglichen Photon, das den Übergang induzierte, übereinstimmt (s. Abbildung 6.1 c). Diese Umkehrung des Absorptionsprozesses wird stimulierte Emission genannt.

6.3 Populationsinversion

Stimulierte Emission und Absorption stehen zueinander in Konkurrenz. Die Abnahme der Intensität durch Absorption bzw. die Zunahme durch spontane Emission ist dabei gegeben durch [103]:

$$\left. \frac{dI}{dx} \right|_a = -\sigma_{12}^w N_1 I, \quad \text{Gl. 6.6}$$

$$\left. \frac{dI}{dx} \right|_e = \sigma_{21}^w N_2 I, \quad \text{Gl. 6.7}$$

mit $\sigma_{12/21}^w$ – Wirkungsquerschnitt für Absorption bzw. spontane Emission,
 $N_{1/2}$ – Dichte der Atome im Grundzustand bzw. der angeregten Atome.

Der Wirkungsquerschnitt gibt dabei an, mit welcher effektiven Fläche das Atom die Photonen absorbiert (negatives Vorzeichen) bzw. emittiert (positives Vorzeichen). Vom Betrag her sind beide im Falle der Absorption und spontanen Emission gleich, falls die beiden Energieniveaus gleiches statistisches Gewicht aufweisen. Die Bilanz vereinfacht sich daher zu:

$$\left. \frac{dI}{dx} \right|_{ges} = \left. \frac{dI}{dx} \right|_a + \left. \frac{dI}{dx} \right|_e = -\sigma_w(N_1 - N_2)I . \quad \text{Gl. 6.8}$$

Durch Integration über die Dicke des durchstrahlten Mediums ergibt sich das verallgemeinerte Beersche Gesetz:

$$\frac{I}{I_0} = \exp(\sigma_w(N_2 - N_1)d) . \quad \text{Gl. 6.9}$$

Daraus ergeben sich folgende Fälle [97]:

1. $(N_2 - N_1) < 0$: Die Absorption überwiegt. Die Intensität des einfallenden Lichts wird abgeschwächt.
2. $(N_2 - N_1) = 0$: Absorption und stimulierte Emission kompensieren sich gegenseitig. Das Medium ist transparent.
3. $(N_2 - N_1) > 0$: Stimulierte Emission überwiegt. Die Intensität des einfallenden Lichts wird verstärkt.

Zur Erzeugung von Laserstrahlung muss im aktiven Medium der dritte Fall vorliegen, in dem eine sogenannte Besetzungsinversion vorherrscht. Dies ist nur in Medien mit metastabilen Energieniveaus möglich, in denen Elektronen relativ lange verweilen können, bevor diese in den Grundzustand zurückkehren (vgl. Abschn. 6.2). Laseraktive Medien verfügen daher über mindestens drei Energieniveaus. Neben Dreiniveausystemen werden häufig auch Vierniveausysteme genutzt (s. Abbildung 6.2, [99]).

Im aktiven Medium wird die einfallende Energie absorbiert, wodurch Elektronen auf ein höheres Energieniveau E_4 , das sogenannte Pumpniveau, gehoben werden. Damit eine Besetzungsinversion möglich ist, müssen mehrere Bedingungen erfüllt sein:

1. Bei E_4 und E_2 handelt es sich um kurzlebige Energiezustände.
2. Bei E_3 handelt es sich um einen metastabilen Zustand.
3. Die Übergangswahrscheinlichkeit von E_4 in den Grundzustand ist kleiner als die Übergangswahrscheinlichkeit von E_4 in E_3 .

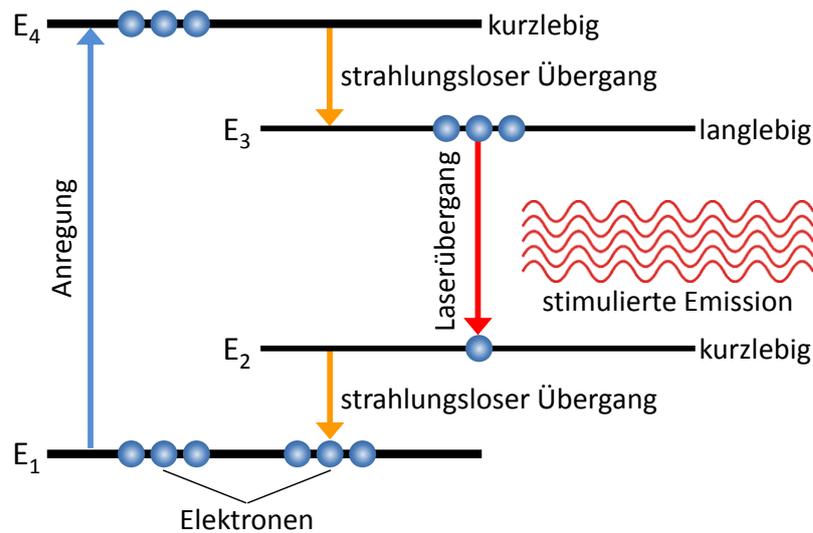


Abbildung 6.2: Pumpprozess und Inversion in einem Lasermedium mit vier besetzten Energieniveaus. Die Elektronen werden aus dem Grundzustand (E_1) angeregt und auf ein höherenergetisches, instabiles Niveau (Pumpniveau E_4) angehoben. Über strahlungslose Prozesse fallen die Elektronen auf das metastabile Niveau E_3 . Aufgrund der Langlebigkeit dieses Niveaus wird eine Populationsinversion erzeugt, d.h. auf Niveau E_3 befinden sich mehr Elektronen als auf dem instabilen Niveau E_2 . Trifft ein spontan emittiertes Photon, dessen Energie dem Übergang E_3 zu E_2 entspricht, auf die angeregten Elektronen in E_3 , so kommt es zur stimulierten Emission.

Sind diese Bedingungen erfüllt, so fällt das zuvor durch Absorption auf den Zustand E_4 angeregte Elektron auf den metastabilen Zustand E_3 . Dies kann beispielsweise strahlungslos (Gitterschwingungen) oder über spontane Emission geschehen. Da die Population auf E_3 größer ist als auf E_2 , ist die Wahrscheinlichkeit, dass ein spontan emittiertes Photon auf das angeregte Elektron trifft, sehr hoch. Besitzt das Photon dabei die für den Übergang von E_3 auf E_2 charakteristische Frequenz, so ist die Voraussetzung für stimulierte Emission gegeben und ein neues Photon kann emittiert werden. Die so hervorgerufene Kettenreaktion verläuft allerdings regel- und richtungslos und ist nur von kurzer Dauer. Erst durch den Einsatz eines Resonators kann die Strahlung durch Mehrfachreflektion entlang einer Vorzugsrichtung verstärkt werden [99, 106].

6.4 Absorption in Metallen

Wenn elektromagnetische Strahlung auf eine Materialoberfläche trifft, so wird diese zu unterschiedlichen Anteilen reflektiert, gebrochen, absorbiert, gestreut und/oder transmittiert (s. Abbildung 6.3, [107]).

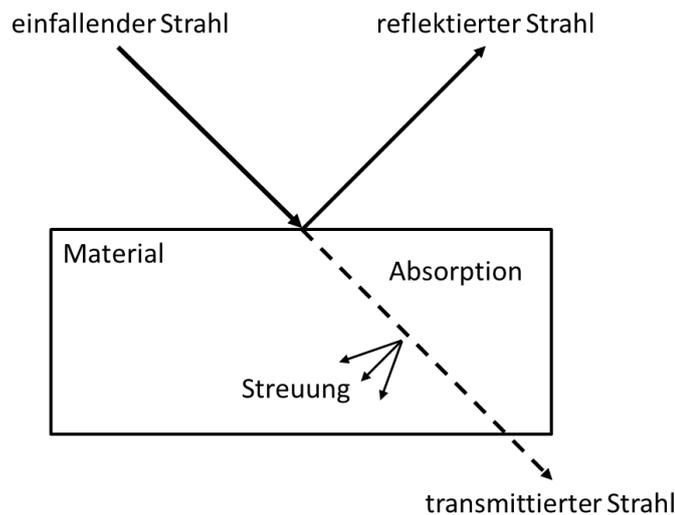


Abbildung 6.3: Mögliche Wechselwirkung zwischen einfallendem Laser-Licht mit einem Material. Abbildung nach [107].

Für transparente Medien gilt dabei [108, 109]:

$$A + R + T = 1 , \quad \text{Gl. 6.10}$$

mit A – Absorptivität,
 R – Reflektivität,
 T – Transmissivität.

Im Fall opaker Medien, wie beispielsweise von Metallen, ist die Transmissivität gleich null ($T = 0$).

Die Basis für Laser-Materialbearbeitung stellt dabei die Fähigkeit des Materials dar, die eingestrahlte Leistung zu absorbieren. Dies kann etwa zu einer Erhöhung der kinetischen Energie freier Elektronen oder zur Anregung von Valenzelektronen führen. Die Degradation dieser überschüssigen Energie durch unterschiedliche Zwischenschritte hat schließlich die Erzeugung von Wärme zur Folge. Daraus resultieren Effekte wie Aufheizen, Schmelzen, Vaporisieren, Plasmabildung etc. [107].

Für opake Materialien ist die Absorptivität definiert als der Teil der einfallenden Intensität, der nicht reflektiert wird [110]:

$$A = 1 - R , \quad \text{Gl. 6.11}$$

wobei

$$R = \frac{I_r}{I_0} , \quad \text{Gl. 6.12}$$

mit I_r – reflektierte Intensität,
 I_0 – Ausgangsintensität.

In einem Metall ist die Absorption von einer Vielzahl von Faktoren abhängig. Dabei spielen sowohl die Eigenschaften des Laserstrahls, als auch die des Materials eine wichtige Rolle, wie anhand folgender Tabelle veranschaulicht wird.

Tabelle 6.1: Absorptionsbestimmende Eigenschaften von Laserstrahl und Material.

Laserstrahl	Intensität
	Wellenlänge
	Einfallswinkel
	Polarisation
Material	Zusammensetzung
	Temperatur
	Oberflächenrauheit
	Fremdschichten und Defekte

Eine detaillierte Darstellung des Absorptionsverhaltens von Metallen kann Anlage A entnommen werden.

6.5 Laser-Material-Wechselwirkung

Prinzipiell wird bei der Laser-Material-Wechselwirkung zwischen photothermischen, photochemischen und photophysikalischen Prozessen unterschieden [111, 112].

Als photothermische Effekte werden Prozesse bezeichnet, bei denen die Umwandlung der Anregungsenergie in Wärme schneller abläuft als die der anderen anfänglichen Prozessschritte, wie beispielsweise der Neuordnung von Atomen oder Molekülen, der Desorption von Spezies von der Oberfläche oder den ersten Schritten chemischer Reaktionen. Die detaillierten Anregungsmechanismen können daher vernachlässigt werden und der Laser kann als einfache Wärmequelle betrachtet werden.

Neben rein thermischen Effekten, kann es auch zu photochemischen Prozessen kommen, welche direkten Einfluss auf die Atombindungen ausüben. Hierbei ist der erste Reaktionsschritt schneller als die Umwandlung der Anregungsenergie in Wärme, weshalb auch von nicht-thermischen Prozessen gesprochen wird.

Spielen sowohl thermische als auch chemische Prozesse eine Rolle, so wird dies als photophysikalischer Prozess bezeichnet.

Mögliche Folgen der Laser-Material-Wechselwirkung sind in Abbildung 6.4 veranschaulicht [107].

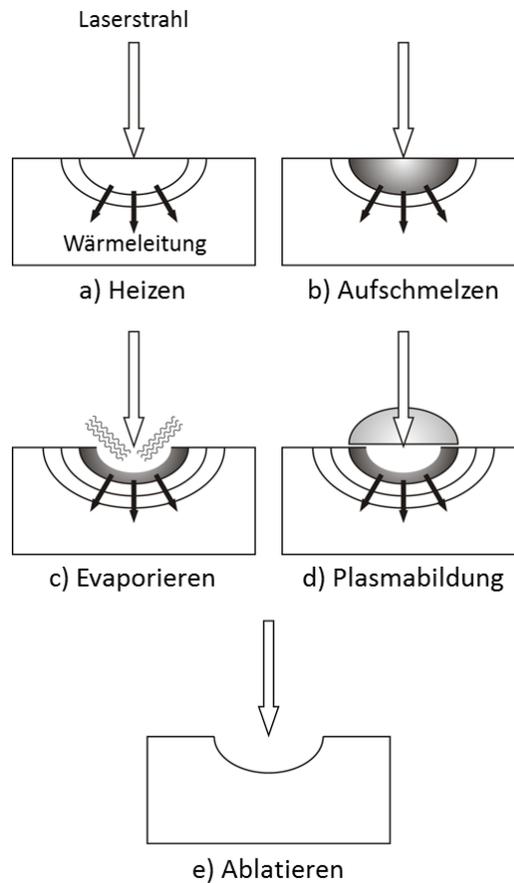


Abbildung 6.4: Effekte der Laser-Materialwechselwirkung: a) Aufheizen, b) Aufschmelzen, c) Evaporieren, d) Plasmabildung, e) Ablatieren. Abbildung nach [107].

Diese Effekte treten in Abhängigkeit von der Intensität der Laserstrahlung und der Wechselwirkungszeit nur in bestimmten Regimen auf und finden in der Materialbearbeitung und -fertigung eine breite Anwendung (s. Abbildung 6.5).

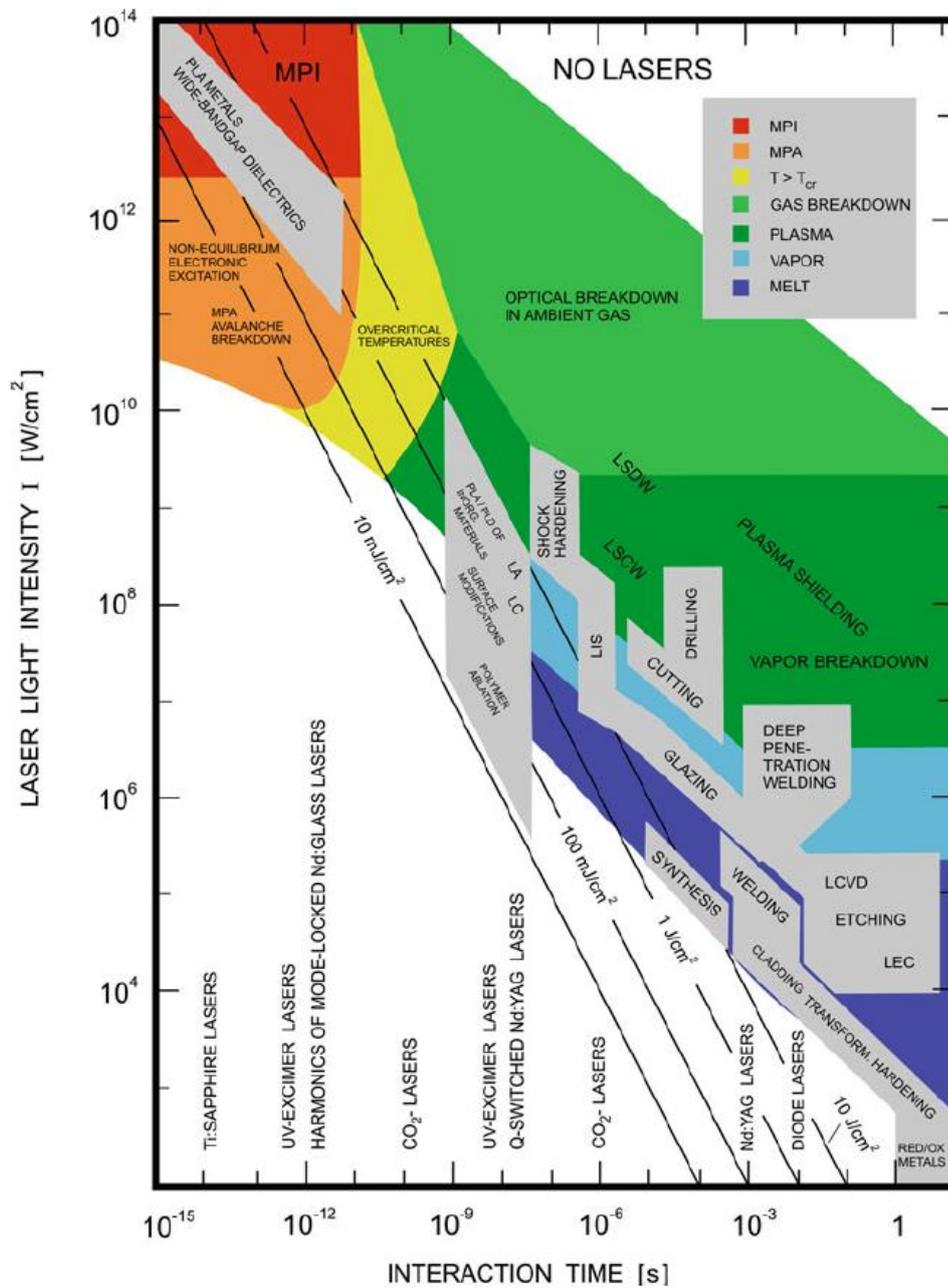


Abbildung 6.5: Wirkungsbereiche unterschiedliche Laser-Material-Wechselwirkungseffekte und deren Anwendung in der Laser-Material-Bearbeitung. Abkürzungen: Multi-Photonen Absorption (MPA), Multi-Photonen Ionisation (MPI), gepulste Laserablation (PLA), gepulste Laserdeposition (PLD), Laserhärten (engl. *laser annealing*, LA), Laser-Reinigen (engl. *laser cleaning*, LC), Laser-induzierte Isotopen-Trennung (engl. *laser induced isotope separation*, LIS), Laser-unterstützte Detonationswellen (engl. *laser induced detonation waves*, LSDW), Laser-unterstützte „Verbrennungswellen“ (engl. *laser supported combustion waves*, LSCW), Laser-induziertes CVD (engl. *laser induced chemical vapor deposition*, LCVD), Laser-induziertes elektrochemisches Plattieren/Ätzen (engl. *laser induced electrochemical coating*, LEC) (entnommen aus [112]).

6.6 ns-Laser-Ablation

Der Materialabtrag durch kurze, hochenergetische Pulse wird als gepulste Laser-Ablation bezeichnet (engl. *pulsed laser ablation*, PLA). Die Ablation beruht auf photophysikalischen Mechanismen und findet fernab des thermischen Gleichgewichts statt. Laserablation erlaubt eine Materialbearbeitung, in der die thermische Wechselwirkung im Wesentlichen auf das ablatierte Volumen beschränkt ist. Voraussetzung dafür ist, dass die während eines ns-Pulses ablatierte Schicht mit der Dicke Δh kleiner ist als die Wärmeeindringtiefe oder die Absorptionslänge, je nachdem welche der beiden Tiefen größer ist [113]:

$$\Delta h \approx \max\{l_T, l_\alpha\} , \quad \text{Gl. 6.13}$$

$$l_T \approx 2\sqrt{D\tau_p} , \quad \text{Gl. 6.14}$$

$$D = \frac{\lambda}{\varrho(T)c_p} , \quad \text{Gl. 6.15}$$

mit l_T – Wärmeeindringtiefe,
 l_α – Absorptionslänge,
 D – Diffusivität,
 τ_p – Laserpulsdauer,
 $\varrho(T)$ – Dichte,
 c_p – spezifische Wärmekapazität bei konstantem Druck.

6.7 Laserinterferenztexturierung

Neben konventionellen Fertigungsverfahren, in denen Laser im *direct-writing*-Verfahren verwendet werden, kommt in jüngerer Zeit verstärkt das Laserinterferenz-Prinzip zur gezielten Manipulation von Materialoberflächen zum Einsatz [114, 115]. Dabei produzieren zwei oder mehr sich überlagernde, kohärente und linear polarisierte Laserstrahlen ein gezielt einstellbares Interferenzmuster. Voraussetzung dafür ist die räumliche und zeitliche Kohärenz der Laserstrahlung. Die räumliche Kohärenz kann durch Interaktion mit der Umgebung oder den optischen Elementen des Interferometers beeinträchtigt werden. Zeitliche Kohärenz hängt entscheidend von der Bandbreite der Laserquelle ab. Absolute zeitliche Kohärenz wäre mit einem perfekt monochromatischen Laser zu erzielen, der nur in einer einzigen Frequenz strahlt. Dies ist in der Realität jedoch nicht umsetzbar. Ein merklicher Verlust der zeitlichen Kohärenz tritt auf, wenn der optische Weglängenunterschied zwischen den interferierenden Strahlen größer wird als die Kohärenzlänge l_{coh} [114, 116]:

$$l_{coh} = c_0 \tau_{coh} , \quad \text{Gl. 6.16}$$

mit $\tau_{coh} = \frac{1}{2\pi\Delta\nu}$ – Kohärenzzeit,

$\Delta\nu$ – spektrale Bandbreite.

Die Kohärenzlängen einiger typischer Laserquellen sind folgender Tabelle zu entnehmen:

Tabelle 6.2: Kohärenzlänge weißen Lichts und einiger Lasertypen [100, 114].

Lichtquelle	Kohärenzlänge (m)
Glühbirne	$< 10^{-6}$
Nd:YAG	1-2
stabilisierter HeNe	> 5
CO ₂ -Laser	100

Im einfachen Fall zweier interferierender Laserstrahlen ist resultierende Intensität gegeben durch [117, 118]:

$$I(x) = 2I_0 \left\{ \cos\left(\frac{4\pi x}{\lambda} \sin(\theta)\right) + 1 \right\} = 4I_0 \cos^2(kx \sin(\theta)) , \quad \text{Gl. 6.17}$$

mit I_0 – Intensität des Laserstrahls (Fluenz),

λ – Wellenlänge,

θ – Winkel zwischen den Laserstrahlen,

$k = \frac{2\pi}{\lambda}$ – Wellenzahl.

Die Intensitätsverteilung innerhalb des Interferenzmusters oszilliert zwischen 0 und $4 \cdot I_0$. Komplexere Fälle wie Dreistrahl- oder Vierstrahlinterferenz wurden von Lasagni bzw. Kondo et al. beschrieben [111, 119]. Die berechneten Intensitätsverteilungen und die resultierenden Topographien für Zwei- und Dreistrahlinterferenz werden im Folgenden exemplarisch visualisiert.

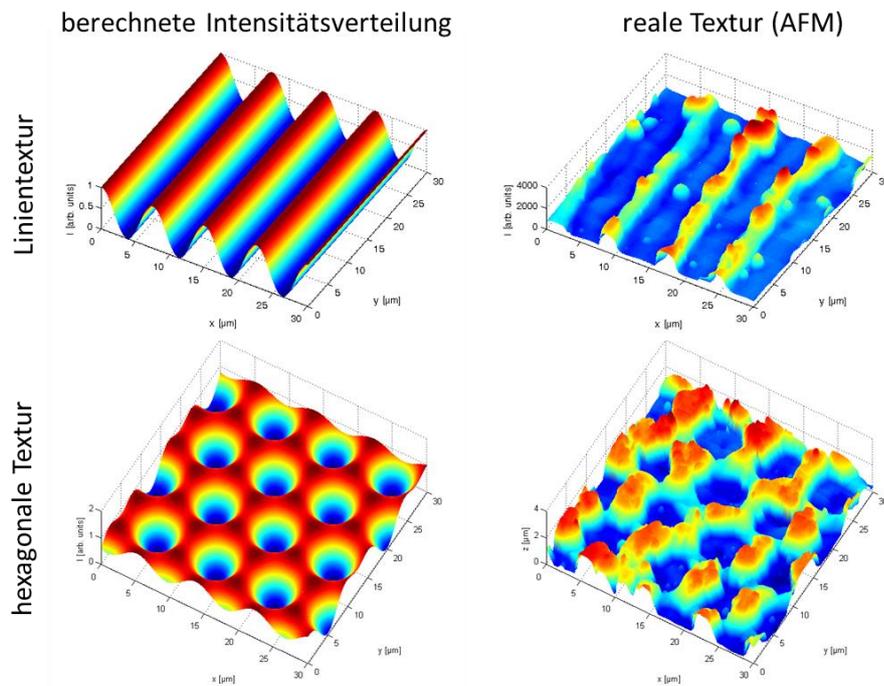


Abbildung 6.6: Berechnete Intensitätsverteilung (links) und mittels AFM vermessene Topographie der Textur verzinneter Kupferproben (rechts) für Zweistrahl- (oben) und Dreistrahlinterferenz (unten).

Die Periodizität p des erzeugten Interferenzmusters ist durch folgende Gleichung bestimmt:

$$p = \frac{\lambda}{2 \sin(\alpha/2)} \quad \text{Gl. 6.18}$$

Größere Winkel zwischen den Strahlen haben demnach eine kleinere Periodizität zur Folge und umgekehrt. Das (theoretische) untere Limit für den Abstand der Interferenzstreifen ist die halbe Laserwellenlänge. Somit ist das entstehende Interferenzmuster nicht nur von der Geometrie des Interferenzaufbaus, sondern auch stark von der verwendeten Laserwellenlänge abhängig. Welche Periodizität sich tatsächlich darstellen lässt, hängt jedoch stark vom bestrahlten Material und der eingekoppelten Energiedichte, auch Fluenz genannt, ab. Die Fluenz berechnet sich im Falle eines gepulsten Lasers zu:

$$F_L = \eta_L \frac{P_L}{f \cdot A} \quad \text{Gl. 6.19}$$

mit η_L – Verlustfaktor,
 P_L – Laserleistung,
 f – Laserpulsfrequenz,
 A – Spotfläche.

Je höher die thermische Leitfähigkeit, umso schneller kann die während der Bestrahlung entstehende Wärme dissipiert werden, was sich ungünstig auf die erzielbare Strukturbreite (Peri-

ode) auswirkt. Die Periodizität kann daher nie kleiner als die Wärmeeindringtiefe sein (s. Gl. 6.14), d.h. die Tiefe, in der die Temperatur auf den Bruchteil $1/e$ der ursprünglichen Temperatur abgefallen ist (s. Abschnitt 9.3). Das obere Limit der Periodizität wird von dem geringsten noch einstellbaren Winkel zwischen den interferierenden Strahlen bestimmt. Der limitierende Faktor ist der geometrische Aufbau der Optiken, die möglichst dicht nebeneinander positioniert werden müssen. Durch rahmenlose Optiken kann dieser Abstand minimiert werden [120, 121].

Die positive Interferenz führt auf der Probenoberfläche je nach Leistung zu bis zu mehreren Tausend Grad heißen Bereichen, was zum Aufschmelzen der Probenoberfläche führt. Im Intensitätsminimum hingegen ist die Probenoberfläche um mehrere hundert Grad kühler (s. Abschnitt 10.5) [111].

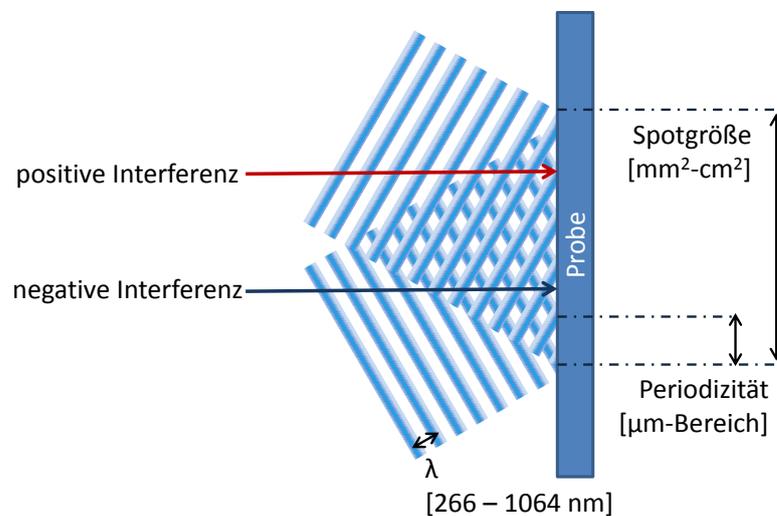


Abbildung 6.7: Interferenz zweier Laserstrahlen (schematisch).

Der generelle Mechanismus der Topographieausbildung durch Laserinterferenztexturierung an mehrlagigen Werkstoffsystemen wurde durch A. Lasagni experimentell untersucht [122]. Er fand heraus, dass unterschiedliche Topographieregime in Abhängigkeit von der Fluenz existieren (s. Abbildung 6.8). Betrachtet wird ein System, bei dem das niedrigschmelzende Material über dem hochschmelzenden liegt, so wie es bei verzinnem Kupfer der Fall ist.

Bei niedriger Fluenz kommt es durch die Einwirkung des Lasers in den Interferenzmaxima zu thermisch bedingten Verformungen, ohne dass die Oberfläche aufgeschmolzen wird (Regime I, s. Abbildung 6.8 a). Bei weiterer Erhöhung der Fluenz wird die obere Schicht aufgeschmolzen, die untere jedoch nicht (Regime II, s. Abbildung 6.8 b und c). Aufgrund des hohen Temperaturgradienten zwischen Minima und Maxima führt die sogenannte Marangoni-Konvektion im schmelzflüssigen Zinn zur Entstehung einer Topographie [123]. Ursache hierfür ist der Gradient der Oberflächenspannungen zwischen heißem Intensitätsmaximum und

kühlerem Intensitätsminimum und dem daraus folgenden gerichteten Materialtransport zum Minimum hin.

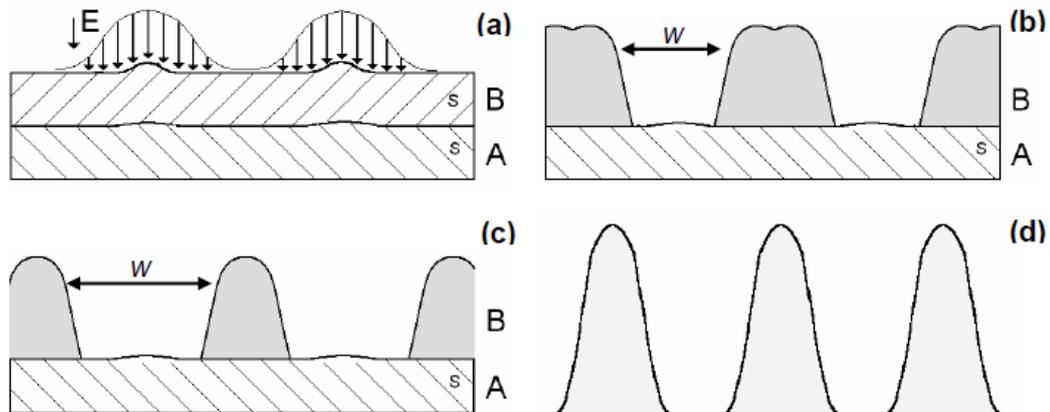


Abbildung 6.8: Schematische Darstellung der Mikrostruktur nach Laserinterferenzbestrahlung für unterschiedliche Fluenzen im Falle zweier Schichten. Die niedrigschmelzende Schicht (B) liegt oberhalb der hochschmelzenden Schicht (A). a) Niedrige Fluenz: Thermische Dilatation; b) mittlere Fluenz: Schicht B wird aufgeschmolzen, Schicht A nicht; c) mittlere bis hohe Fluenz: Schmelzbereich in B wird erhöht und das Material wird weiter auseinander gedrängt; d) sehr hohe Fluenz: beide Schichten werden aufgeschmolzen. Abbildung entnommen aus [122].

Da die Abkühlungsgeschwindigkeit zwischen 10^{10} und 10^{11} K/s liegt, erstarrt das Material in der Bewegung [122, 124]. Auf der ehemals flachen Materialoberfläche wird so eine topographische Struktur erzeugt. Bei noch höherer Fluenz schmilzt schließlich auch die untere Schicht auf (Regime III, s. Abbildung 6.8 d).

7 Optimierung der tribologischen Eigenschaften durch Oberflächentexturierung

7.1 Einführung

Um eine strukturierte bzw. texturierte² Oberfläche von einer gewöhnlichen technisch bearbeiteten Oberfläche zu unterscheiden, führten Evans et al. zwei Definitionen ein, welche diese beiden Begriffe voneinander abgrenzen [125]. Unter einer bearbeiteten Oberfläche verstanden sie „Oberflächen, bei denen der Herstellungsprozess optimiert ist, um eine Variation der Geometrie zu erzeugen und/oder um oberflächennahen Materialeigenschaften eine spezifische Funktion zu geben.“ Texturierte Oberflächen dagegen sind „Oberflächen mit einem deterministischen Muster aus geometrischen Elementen, die für gewöhnlich ein hohes Aspektverhältnis aufweisen und der Oberfläche eine spezifische Funktion verleihen sollen.“ Darüber hinaus weisen texturierte Oberflächen zumeist eine Periodizität in mindestens einer Richtung auf. Typische Anwendungen texturierter Oberflächen sind exemplarisch in Tabelle 7.1 aufgeführt.

Tabelle 7.1: Anwendungsgebiete texturierter Oberflächen (Auszug aus [125]).

Anwendungsgebiete	Beispiel
Optik	<ul style="list-style-type: none"> • Gitter • Fresnel-Linsen
Mechanischer Kontakt	<ul style="list-style-type: none"> • Zylinderringe/-kolben • Festplatten-Oberflächen
Hydrodynamik	<ul style="list-style-type: none"> • Reifenlauffläche • Golfbälle
Biologie	<ul style="list-style-type: none"> • Zellkultur-Systeme • Bio-MEMS
Reibung und Verschleiß	<ul style="list-style-type: none"> • Gewellte Oberflächen • Werkzeuge
Adhäsion	<ul style="list-style-type: none"> • Zahnfüllungen • Oberflächenvorbehandlung für Farben

² Unter Struktur bzw. Textur wird in diesem Falle ein Oberflächenmuster verstanden (im Sinne von Laseroberflächentexturierung (engl. *Laser Surface Texturing*)). Im Folgenden wird nur noch von Textur gesprochen. Dieser Begriff ist jedoch nicht zu verwechseln mit der Textur im kristallographischen Sinne.

Insbesondere in der Tribologie ist das Texturieren bereits erfolgreich eingesetzt worden. Für tribologische Anwendungen wurden Texturen mit kreisförmigen, elliptischen, viereckigen, linienartigen und V-förmigen Querschnitt eingesetzt [126-130], wobei die optimale Geometrie vom jeweiligen Anwendungsfall abhängt und – mangels eines umfassenden theoretischen Modells – meist empirisch ermittelt wird. Dies gilt insbesondere für den Fall der trockenen Reibung [127]. Die genannten Oberflächentexturen können durch eine Vielzahl unterschiedlicher Herstellungsverfahren erzeugt werden, von denen in Tabelle 7.2 einige Beispiele aufgelistet sind.

Tabelle 7.2: Methoden zur Herstellung von Oberflächentexturen [125].

Herstellungsart	Beispiel
Materialbewegung/ -entfernung	<ul style="list-style-type: none"> • Spanende Bearbeitung • Rändeln • Kugelpolieren/Rollieren • Ätzen (chemisch, reaktives Ionenätzen, RF sputtering etc.); lithographische Methoden (z.B. LIGA) • Thermisches Wiederaufschmelzen
Materialabscheidung	<ul style="list-style-type: none"> • Beschichtung • Evaporation
Replikation	<ul style="list-style-type: none"> • Heißprägen • Spritzgießen • Gießen
Materialmodifikation	<ul style="list-style-type: none"> • Lasertexturieren • Erstarren von Flüssigkeiten

Insbesondere wenn hohe Prozessgeschwindigkeiten gefragt sind, eignet sich die Methode der Laserinterferenztexturierung (engl. *Laser interference texturing*; auch *laser interference metallurgy* (LIMET) oder *direct laser interference patterning* (DLIP) genannt), auf die in Abschnitt 7.2 näher eingegangen wird (s. Abbildung 7.1).

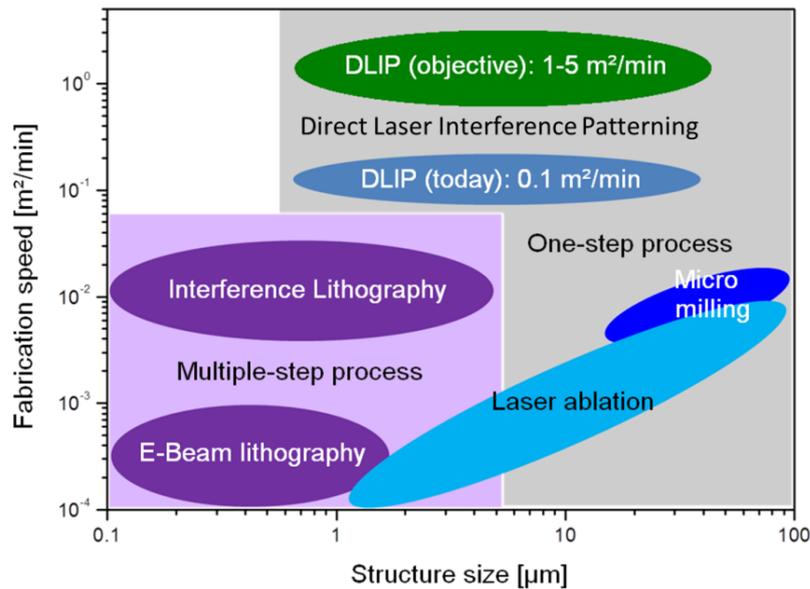


Abbildung 7.1: Vergleich unterschiedlicher Methoden zur Herstellung texturierter Oberflächen. Aufgetragen ist die Herstellungsgeschwindigkeit als Funktion der Strukturgröße [131].

Oberflächentexturen erfüllen im Allgemeinen eine oder mehrere der folgenden Funktionen [127]:

1. Mikroreservoir für Schmierstoffe,
2. hydrodynamisches Lager und/oder
3. Mikrohohlraum zum Einlagern von Verschleißpartikeln.

Der dritte Mechanismus kommt besonders bei trockener Reibung zum Tragen. Suh et al. untersuchten die trockene Reibung in Gleitlagern, bestehend aus einem Schaft aus rostfreiem Stahl und einer Hülse aus dispersionsgehärtetem Kupfer. Um trotz fehlender Schmierstoffe einen niedrigen Reibungskoeffizienten zu erzielen, ist es essentiell die Bildung von Agglomeraten aus Verschleißpartikel zu unterbinden, die andernfalls zum Mikropflügen führen würden. Der Schaft wurde daher mittels spanender Bearbeitung mit einer Linientextur versehen. In den so erzeugten Furchen konnten sich Verschleißpartikel, die ansonsten zum mechanischen Verkeilen des ungeschmierten Gleitlagers führen würden, ablagern. Suh et al. konnten in ihren Experimenten einen deutlich geringeren und stabileren Reibungskoeffizienten der texturierten gegenüber der untexturierten Lager nachweisen. Der Reibungskoeffizient lag dabei sogar in der Größenordnung dessen, was normalerweise erst im Regime der Grenzreibung zu erwarten wäre [132].

Speziell im Fall des in Abschnitt 5.2.2 beschriebenen Fretting-Mechanismus können Mikrohölräume einen positiven Effekt auf den Kontaktwiderstand von elektrischen Steckverbindern haben, da so die Entstehung elektrisch isolierender Schichten verzögert werden kann.

Saka et al. untersuchten das Fretting-Verhalten von Bulk-Materialien und Beschichtungen aus edlen und unedlen Metallen bzw. Legierungen mit und ohne Texturierung [133]. Anhand ihrer Ergebnisse konnten sie demonstrieren, dass eine mit Sn-34Pb beschichtete und zuvor über Ätzprozesse texturierte Kupferplatte während der gesamten Versuchsdauer einen konstant niedrigen Kontaktwiderstand aufwies (Gegenkörper: Au-30Ag Pin). Bei der untexturierten Vergleichsprobe traten indes starke Fluktuationen im Kontaktwiderstand auf, die Saka et al. auf die Entstehung von Oxidpartikeln zurückführten. Diese Partikel konnten im Falle der texturierten Probe in die erzeugten Hohlräume abgeführt werden, sodass die reale Kontaktfläche weitgehend frei von Oxiden blieb. Der resultierende elektrische Kontaktwiderstand lag in der gleichen Größenordnung wie bei den Proben mit Edelmetallbeschichtung. Die Texturierung führte allerdings nicht zu einer Verringerung des Reibungskoeffizienten, wohl aber zu einer Verminderung des Verschleißes.

7.2 Lasertexturierung

Zur Herstellung lasertexturierter Oberflächen kommen unterschiedliche Systeme zum Einsatz. Gepulste Eximer-Laser im ultravioletten Bereich (157, 193 oder 248 nm) werden genutzt um Polymere, Glas, Keramiken und Metalle durch Laserablation zu bearbeiten [125]. Die Form der Textur kann dabei durch bildgebende Verfahren wie beispielsweise Masken beeinflusst werden. Bei größeren Wellenlängen (z.B. 266, 355, 532 oder 1046 nm) werden vor allem ns-Festkörperlaser verwendet. Für Materialien mit einem sehr niedrigen Absorptionskoeffizienten oder bei Oberflächen, bei denen keine Wärme eingebracht werden soll, kommen Ultrakurzpulslaser zum Einsatz. Mit einer Pulsdauer im fs-Bereich und Spitzenleistungen von mehreren GW können Materialien unmittelbar vom festen in den gasförmigen Zustand umgewandelt werden, ohne dass Zeit für einen Wärmetransfer über Gitterschwingungen bleibt. Typische Wellenlängen von fs-Laser liegen bei 260, 390 oder 780 nm [125].

Neben direkt schreibenden Verfahren gibt es weitere Texturierungsansätze. So kann ein Laser auch genutzt werden um chemische Ätzprozesse zu induzieren [125, 127]. Eine weitere Alternative ist die bereits in Abschnitt 6.7 erläuterte Laserinterferenztexturierung. Der experimentelle Aufbau der im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Methode wird in Abschnitt 9.2 beschrieben.

Lasertexturierung wurde bereits vielfach erfolgreich als Verfahren zur Optimierung tribologischer Eigenschaften eingesetzt.

Volchok et al. untersuchten den Einfluss von Lasertexturierung auf das Fretting-Verhalten von Stahlproben. Als Reibpartner wurden zwei Zylinder verwendet, zwischen denen eine

Flachprobe oszillierte. Dabei wurde jeweils ein texturiertes Element (entweder Zylinder oder Flachprobe) gegen ein untexturiertes Element gerieben. Die Lebensdauer unter trockenen Fretting-Bedingungen konnte im Falle der texturierten Flachprobe um bis zu 51 % und bei texturierten Zylindern um bis zu 88 % gesteigert werden. Die kreisförmigen, durch Lasertexturierung eingebrachten Vertiefungen, erlaubten den Abtransport der Verschleißpartikel aus der Kontaktzone. Im Falle des texturierten Flachblechs ergab sich allerdings bei Verdopplung der Texturtiefe (von 2,6 auf 5,3 μm) eine Verkürzung der Lebensdauer. Volchok erklärte dieses Verhalten mit einer Schwächung des Materials durch die Löcher der Textur, was zu einer verstärkten Materialermüdung führte. Dieser Effekt wurde bei den massiven Stahlzylindern jedoch nicht beobachtet [134].

Raillard et al. untersuchten die trockene Reibung zwischen einer Aluminiumoxid-Kugel und flachen Kupferproben. Das Kupfer wurde zum einen im polierten Referenzzustand verwendet und zum anderen über Laserinterferenzmetallurgie (LIMET) mit einer Linien- bzw. Kreuzstruktur texturiert. Die Linienstruktur führte zu einer Reduzierung des mittleren Reibungskoeffizienten um 70 %, die Kreuzstruktur sogar um 80 %. Auch wenn es nachweislich zu plastischer Deformation oberflächennaher Bereiche kam, so wurden aufgrund der niedrigen Kräfte (2 mN) keine Verschleißpartikel erzeugt. Im Falle der Lasertextur wurde die Topographie sichtbar eingeebnet, jedoch ohne einen Nettoverlust an Material. Die Erniedrigung des Reibungskoeffizienten führten die Autoren auf die Minimierung der realen Kontaktfläche durch die aus der Texturierung resultierende Topographie zurück [135].

In der Literatur wird im Allgemeinen lediglich von Texturen auf einem der beiden Reibpartner gesprochen. Gachot et al. experimentierten dagegen mit beidseitig gleichartig texturierten Reibpartnern und erforschten im Speziellen die Abhängigkeit des Reibungskoeffizienten von der Orientierung zweier Linienstrukturen zueinander (0° und 90°) [128]. Die verwendeten Kugeln und Flachproben wurden mittels LIMET texturiert. Innerhalb der ersten Zyklen wiesen die texturierten Proben unabhängig von der Orientierung einen höheren Reibungskoeffizienten auf als die Untexturierten, was die Autoren auf ein anfängliches Verhaken der rauen Oberflächen zurückführten. Nach dem Einebnen der verhakten Asperiten reduzierte sich der Reibungskoeffizient der Proben drastisch und fiel auf ein Niveau deutlich unterhalb des Referenzwerts der polierten Probe ab. Als Ursache hierfür wurden zum einen eine reduzierte reale Kontaktfläche und zum anderen eine durch die Laserbestrahlung geänderte Oberflächenchemie identifiziert. Mit steigender Versuchszeit näherten sich die Reibwerte dem Referenzzustand an, was auf das Einebnen der Texturierung zurückgeführt wurde. Weiterhin zeigten die Ergebnisse, dass durch eine 90° -Orientierung niedrigere Reibwerte erzielt werden konnten als unter 0° . Die Erklärung hierfür wurde in einer ergänzenden Studie von Prodanov et al. gege-

ben [136]. Durch numerische Berechnungen wurde ermittelt, dass ein Verhältnis der realen Kontaktflächen der 0° - zur 90° -Orientierung von $4/3$ vorlag. Das bedeutet, im Falle einer senkrechten Orientierung beider texturierter Oberflächen ergab sich eine kleinere reale Kontaktfläche als bei paralleler Orientierung, was die Unterschiede des Reibungskoeffizienten zwischen beiden Fällen erklärte.

Varenberg et al. wiesen in Reibexperimenten mit Stahl-Stahl- und Stahl-Bronze-Paarungen nach, dass eine Lasertexturierung die elektrischen und tribologischen Eigenschaften von Oberflächen unter Fretting-Bedingungen signifikant verbessern können [95]. Während der Kontaktwiderstand bei einer Variation der Kontaktnormalkraft von 5 auf 25 N im untexturierten Fall nur um 3 % abnahm, wurde bei den texturierten Proben eine Reduktion um 32 % nachgewiesen (Stahl-Stahl-Paarung). Für die betrachteten Lasten lag im Mittel eine Verminderung des Kontaktwiderstands infolge der Texturierung von 69 % bei der Stahl-Stahl- und von 84 % bei der Stahl-Bronze-Paarung vor. Diese signifikante Verbesserung wurde dem Effekt zugeschrieben, dass die sich bildenden, schlecht leitenden Oxidpartikel in den Kavitäten sammeln können, was die Entstehung einer isolierenden Fremdschicht zwischen den Kontaktpartnern verhindert oder sogar vollständig unterdrückt. Die Unterschiede zwischen den Materialpaarungen rühren dagegen nur von der höheren elektrischen Leitfähigkeit des Kupfers.

In derselben Studie untersuchten Varenberg et al. auch die Veränderung der Reibungskoeffizienten unter Variation der Normalkraft und verglichen ebenfalls untexturierte mit lasertexturierten Proben. Die Entwicklung des Reibungskoeffizienten hing dabei wesentlich vom vorliegenden Verschleißmechanismus ab. Bei überwiegend adhäsivem Verschleiß fungierte ein dünner Film aus Abriebpartikeln als eine Art Schmiermittel und trug zur Reduzierung des Reibungskoeffizienten bei. Daher hatte die Texturierung, die den Abtransport der Abriebpartikel unterstützte, eine Erhöhung von Reibung und damit des adhäsiven Verschleißes zur Folge. War dagegen abrasiver Verschleiß der dominierende Mechanismus, so verursachte die Texturierung eine Verkleinerung des Reibungskoeffizienten und des Verschleißes.

8 Präzisierte Aufgabenstellung

Der in den vorangegangenen Kapiteln gegebene Überblick über den Stand der Technik zeigt, dass auf dem Forschungsgebiet elektrischer Steckverbinder durch geänderte Rahmenbedingungen, wie beispielsweise verschärften Umweltauflagen sowie fortschreitender Miniaturisierung und Elektrifizierung, neue Fragestellungen aufgeworfen wurden, die zu klären sind. Die Kernpunkte, die es bei künftigen Materialentwicklungen zu beachten gilt, sind dabei:

- Die Erhöhung der Verschleißbeständigkeit gegen Fretting-Korrosion,
- die Verringerung der Steck- und Ziehkräfte,
- die Absenkung und Stabilisierung des elektrischen Kontaktwiderstands.

Das Phänomen der Fretting-Korrosion in Zusammenhang mit dem elektrischen Kontaktwiderstand wurde bereits vielfach untersucht und in der Literatur diskutiert [8]. Im Bereich der Tribologie gibt es zahlreiche Ansätze zur Verschleißreduzierung, wobei in ungeschmierten Systemen neben Beschichtungsverfahren vor allem die Oberflächentexturierung relevant ist. Auch wenn diese Technologie seit vielen Jahren erfolgreich in mechanischen Lagern, Zylinderlaufflächen und zahlreichen weiteren mechanisch belasteten Anwendungen eingesetzt wird, fand sie erst kürzlich Einzug in das Feld der elektrischen Steckverbinder [17, 137].

Obwohl die einzelnen Aspekte der im Anwendungsfall von Steckverbindern relevanten Mechanismen in der Literatur bereits ausführlich beleuchtet wurden, gibt es nur eine sehr geringe Anzahl an Publikationen, die sich mit der Wirkung von Oberflächentexturierung auf den Fretting-Verschleiß in elektrischen Anwendungen beschäftigen (z.B. [95, 134]). Insbesondere existieren nach bestem Wissen des Autors in diesem Zusammenhang nur wenige Studien zum Werkstoffsystem Kupfer-Zinn ([133], institutseigene Publikation: [138]).

Einige wenige Arbeiten, die den Zusammenhang zwischen Oberflächentexturierung und dem elektrischen Kontaktwiderstand unter stationären Bedingungen untersuchen, wurden erst in jüngster Zeit veröffentlicht. Neben einer Publikation des Autors zum Thema Laserinterferenztexturierung ([17]) gibt es Veröffentlichungen, die eine Texturierung durch Prägeverfahren beschreiben [16, 137]. Hierbei wurden die vielversprechenden experimentellen Ergebnisse mit Simulationen verglichen und so eine potentielle Absenkung des Kontaktwiderstands durch diese bestätigt. Der Fokus der Arbeit lag allerdings nicht auf der materialwissenschaftlichen Analyse der beobachteten Phänomene, sondern auf der kontaktphysikalischen Betrachtung.

Im Rahmen dieser Dissertation soll der Einfluss der Texturierung auf das Verschleißverhalten und die Entwicklung des elektrischen Kontaktwiderstands untersucht und die Ursache der auftretenden Mechanismen durch Korrelation mit ausgewählten chemischen und mikrostrukturellen Analyseverfahren aufgeklärt werden. Die Oberflächen werden mit dem Verfahren der Laserinterferenztexturierung modifiziert. Im Gegensatz zu anderen Methoden lassen sich ohne besondere Vorbehandlung der Werkstücke Texturen mit Perioden im niedrigen μm -Bereich auf metallischen, keramischen und polymeren Oberflächen erzeugen [139]. Ziel dieses Teilaspekts der Arbeit ist es, die prinzipielle Eignung der Laserinterferenz-Methode als Werkzeug zur Erzeugung von Texturen auf verzinnnten Kupferproben zu überprüfen. Die Auswirkungen der Laserstrahlung auf Topographie und Phasenzusammensetzung des Materials sind dabei zentraler Untersuchungsgegenstand.

Um die Praxistauglichkeit der Lasertexturierung verzinnter Oberflächen als Verfahren zur Erhöhung des Verschleißwiderstands zu prüfen, werden Experimente unter Fretting-Bedingungen durchgeführt. Bei der Evaluation der Ergebnisse stehen vor allem die materialwissenschaftlichen Phänomene im Vordergrund, die zu chemischen und mikrostrukturellen Änderungen infolge der Verschleißprozesse führen.

Der dritte experimentelle Teil dieser Arbeit befasst sich mit dem Effekt der Lasertexturierung auf die elektrischen Eigenschaften von Steckverbinderoberflächen. Dazu wird ein eigens entwickelter Prüfstand verwendet, der die Untersuchung des elektrischen Kontaktwiderstands als Funktion der Normalkraft erlaubt. Durch den Vergleich der Messergebnisse, einer detaillierten Gefügecharakterisierung sowie dem Abgleich mit einer kontaktphysikalischen Simulation sollen Gemeinsamkeiten und Unterschiede zwischen dem Referenz- und dem texturierten Zustand festgestellt und erklärt werden.

II. Experimenteller Teil

9 Experimenteller Aufbau

9.1 Probenvorbereitung

Die Kontaktwiderstandsexperimente wurden an Proben der feuerverzinnnten Basislegierungen B14 mit der Beschichtung SnPur der Wieland-Werke AG durchgeführt. Zusammensetzung und chemische Eigenschaften der Legierung können Tabelle 9.1 entnommen werden. Die physikalischen Eigenschaften der Basislegierung sind Tabelle 9.2 zu entnehmen.

Tabelle 9.1: Chemische Zusammensetzung der Basislegierung und Beschichtung.

Element	gew.-%
Basislegierung	
Sn	4
Cu	Rest
Beschichtung	
Cu	max. 2
Pb	max. 0,1
Sn	Rest

Tabelle 9.2: Physikalische Eigenschaften der Basislegierungen bei Raumtemperatur.

elektrische Leitfähigkeit (MS/m)	12
Wärmeleitfähigkeit (W/(m·K))	100
Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstands ($10^{-3}/K$) (zwischen 0 und 300 °C)	1,3
Wärmeausdehnungskoeffizient ($10^{-6}/K$)	18
Dichte (g/cm ³)	8,85
E-Modul (GPa)	120
spezifische Wärmekapazität (mJ/(g·K))	0,377

Das Probenmaterial wurde in Form von verzinnnten Bändern geliefert, aus denen rechteckige Stücke mit Abmessungen von ca. $1,5 \times 4,5 \text{ cm}^2$ entnommen wurden. Die Banddicke betrug

0,32 mm mit einer Zinnschichtdicke von ca. 2 μm . Ein Teil der Proben wurde unmittelbar nach Reinigung im Ultraschallbad (mit Aceton bzw. Isopropanol) einer Laserbehandlung unterzogen (s. Abschn. 9.2).

Die Verschleißexperimente wurden an selbst gefertigten Probenringen durchgeführt. Dabei handelte es sich um gefräste Kupferringe, die nach metallographischer Präparation (letzte Polierstufe: 1 μm Diamantsuspension) stromlos mit Zinn beschichtet wurden. Im Anschluss an den Beschichtungsvorgang wurden die Proben vibrationspoliert (1 μm Tonerde). Die endgültige Schichtdicke betrug dabei 633 ± 185 nm. Die Ringe wurden in zwei Ausführungen gefertigt: Als vollflächige Ringe und als gefräste Ringe mit Stegen im Abstand von 120° und einer Gesamtfläche von ca. 100 mm² (s. Abbildung 9.1). Ein Teil der gefrästen Ringe wurde nach Reinigung im Ultraschallbad (mit Aceton bzw. Isopropanol) lasertexturiert.

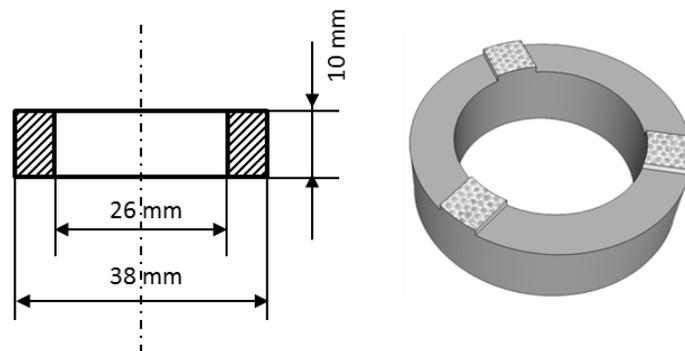


Abbildung 9.1: Probenringe für Verschleißexperimente (schematisch). Querschnitt der Vollringe (links) und dreidimensionale Darstellung der gefrästen, texturierten Ringe (rechts). Die Höhe der Stege beträgt ca. 1 mm.

Da die Oberflächenrauheit der mittels LIMET zu texturierenden Proben einen Einfluss auf die Qualität der späteren Strukturen hat, wurde die Mittenrauheit R_a der zu untersuchenden Materialsysteme mittels WLI vermessen. Die feuerverzinnnten Proben wiesen ein R_a von $10,2 \pm 1,4$ nm, die stromlos verzinnnten Proben ein R_a von $6,7 \pm 0,8$ nm auf.

9.2 Laserinterferenztexturierung

Zur Lasertexturierung wurde ein hochenergetischer, gepulster Nd:YAG-Nanosekundenlaser (Spectra Physics Quanta-Ray PRO 290) verwendet (s. Tabelle 9.3). Der Interferenzaufbau bestand aus einem Laser, einem Interferometer und der zu bestrahlenden Oberfläche (s. Abbildung 9.2). Weitere optische Elemente wurden zur Optimierung der Strahlform genutzt [101]. Nach Verlassen des Lasers trifft der Strahl zunächst auf den Strahlabschwächer, der zur

Einstellung der Leistung dient (s. Abbildung 9.2 b). Mit dem darauf folgenden Verschluss lässt sich die Anzahl und Frequenz der auf die Probe treffenden Pulse regulieren. Schließlich folgt das eigentliche Interferometer, bestehend aus frei verschiebbaren Spiegeln und Strahlteilern, mit dem Periode und Art der Struktur eingestellt werden können. Im Falle der Zweistrahlinterferenz können durch einfache Bestrahlung Linien- und durch Mehrfachbestrahlung und Drehen der Probe um 90° Kreuzmuster erzeugt werden. Komplexere Geometrien, wie beispielsweise Wabenmuster, lassen sich durch Überlagerung von drei oder mehr Strahlen erzeugen.

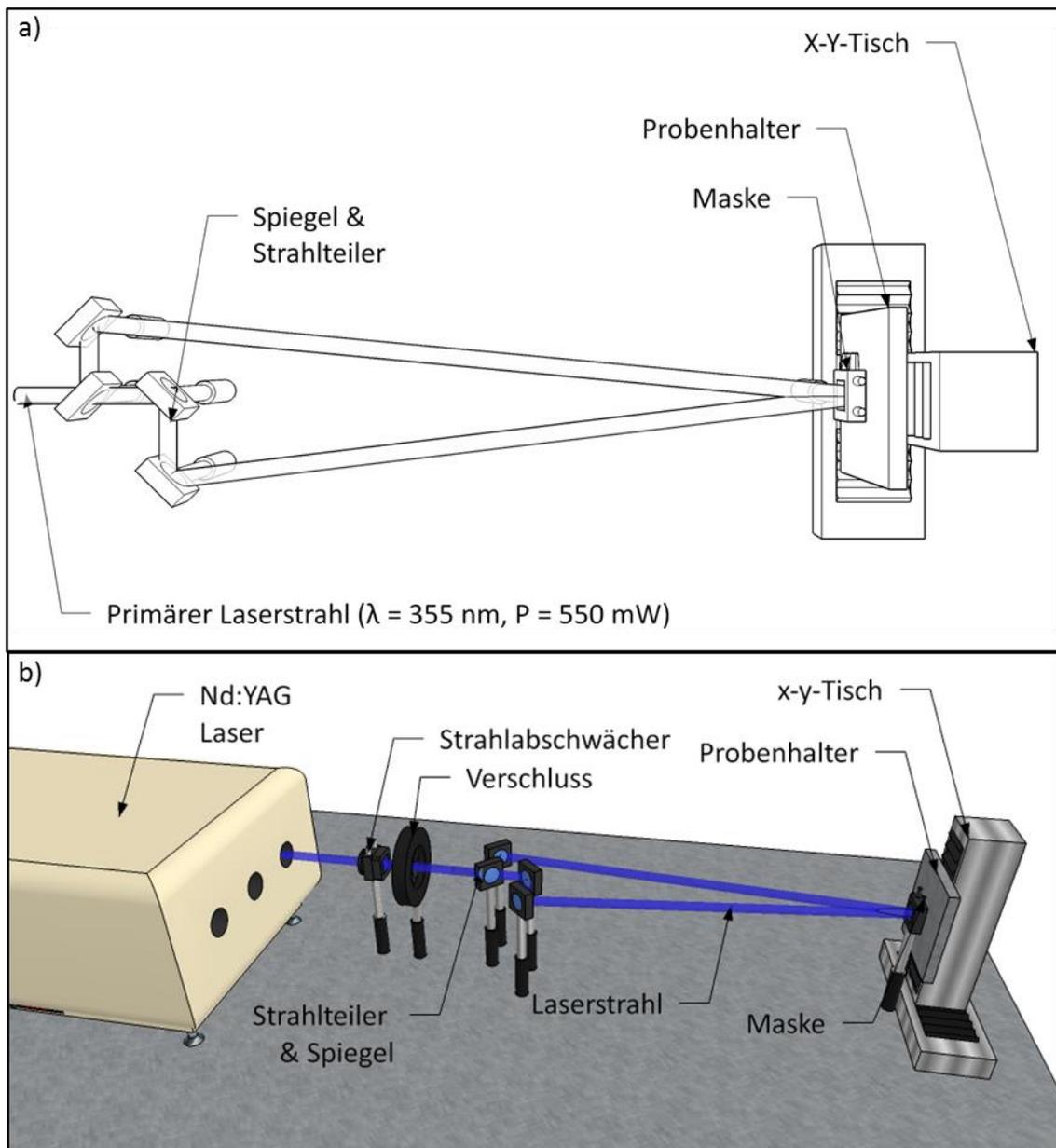


Abbildung 9.2: Schematischer Aufbau des Laserinterferenz-Systems bei Zweistrahl-Interferenz.
a) Draufsicht, b) dreidimensionale Darstellung.

Tabelle 9.3: Parameter des verwendeten Nd:YAG-Lasers.

Wellenlänge (nm)	355 (experimentell verwendet), 266, 532, 1064
Peak-Leistung (MW)	200
Pulsdauer (ns)	10
Pulsfrequenz (Hz)	10

In dieser Arbeit wurde eine Interferenztexturierung mit Spotgrößen zwischen 1,1 und 1,5 mm² unter Variation folgender Parameter durchgeführt:

Tabelle 9.4: Parameter der Laserinterferenztexturierung.

Periode (µm)	4,5 – 18
Fluenz (mJ/cm ²)	100 – 800
Wellenlänge (nm)	355
Strukturart	Linie, Kreuz, Punkt

9.3 Thermische Simulation mittels Finite-Element-Methode

Die Finite-Element-Methode (FEM) wurde genutzt um die thermische Antwort der Materialoberfläche auf die Einwirkung von Laserstrahlung in Abhängigkeit von Fluenz, Periode und Schichtdicke zu simulieren. Dabei kam das Programm Comsol Multiphysics in der Version 3.5a zum Einsatz.

Das Temperaturprofil innerhalb eines Körpers hängt ab von der erzeugten bzw. aufgenommenen Wärme, der spezifischen Wärmekapazität des Materials sowie dessen thermischer Leitfähigkeit [140]. Dieses Verhalten kann mathematisch durch die Wärmediffusionsgleichung ausgedrückt werden:

$$\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} = \nabla(\lambda_T \nabla T) + Q, \quad \text{Gl. 9.1}$$

- mit
- ρ – Dichte,
 - c_p – spezifische Wärmekapazität bei konstantem Druck,
 - T – Temperatur,
 - λ_T – Wärmeleitfähigkeit,
 - Q – Wärmequelle/-senke.

Q beschreibt in unserem Fall die durch den Laser eingebrachte Energie:

$$Q = I_0 (1 - R) \cdot I(x) \cdot I(y) \cdot I(t) . \quad \text{Gl. 9.2}$$

Der Term (1-R) berücksichtigt die Teilreflektion der eingestrahnten Laserleistung. I_0 ist die Eingangsintensität des Lasers (Fluenz). Die Terme $I(x)$, $I(y)$ und $I(t)$ beschreiben die Laserintensität in x- und y-Richtung bzw. die zeitliche Intensitätsverteilung des Lasers, wobei gilt [141, 142]:

$$I(x) = 4 \cos^2(kx \sin(\theta)) , \quad \text{Gl. 9.3}$$

$$I(y) = \alpha \cdot \exp(-\alpha \cdot y) , \quad \text{Gl. 9.4}$$

$$I(t) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{t - t_p}{2\sigma^2}\right) , \quad \text{Gl. 9.5}$$

mit x, y – Ortkoordinaten,

t – Zeit,

θ – Winkel zwischen den Laserstrahlen,

α – Absorptionskoeffizient,

$$\sigma = \frac{\tau_p}{2\sqrt{2\ln 2}} ,$$

t_p – Zeitpunkt des Laserpulses,

τ_p – Laserpulsdauer.

Zur Beschreibung des Modells wurden einige vereinfachte Annahmen getroffen:

- Wärmeübertragung lediglich durch Wärmeleitung unter Vernachlässigung von Konvektion und Wärmestrahlung.
- Phasenumwandlung von fest-flüssig und flüssig-gasförmig ohne Berücksichtigung der Kinetik.
- Dichte, spezifische Wärmekapazität und Wärmeleitfähigkeit wurden als Funktion der Temperatur behandelt. Die Temperaturabhängigkeit der optischen Eigenschaften wurde vernachlässigt.
- Vernachlässigung der intermetallischen Phase.
- Beschränkung des Modells auf zwei Dimensionen unter Ausnutzung von Symmetrieeffekten.

Da Phasenübergänge nicht direkt in die Software Comsol implementiert sind, wurde die Wärmediffusionsgleichung umformuliert, um die Änderungen der latenten Wärme zu berücksichtigen [143]:

$$\rho \frac{\partial H^*}{\partial t} = \nabla(\lambda_T \nabla T) + Q, \quad \text{Gl. 9.6}$$

wobei

$$H^* = h^* + \Delta H_s + \Delta H_v, \quad \text{Gl. 9.7}$$

$$h^* = C_p(T - T_0), \quad \text{Gl. 9.8}$$

$$\Delta H_s = f_s L_s, \quad \text{Gl. 9.9}$$

$$\Delta H_v = f_v L_v, \quad \text{Gl. 9.10}$$

mit H^* – spezifische Enthalpie,

h^* – sensible Enthalpie (nur Wärmeänderung, keine Phasenumwandlung),

ΔH_s – latente Schmelzenthalpie,

ΔH_v – latente Verdampfungsenthalpie,

f_s – Gewichtsanteil der Schmelzphase,

L_s – latente Schmelzwärme,

f_v – Gewichtsanteil der Gasphase,

L_v – latente Verdampfungswärme.

Phasenübergänge von reinen Metallen laufen bei einer konstanten Temperatur ab, was jedoch innerhalb der Simulation zu einer Unstetigkeit führen würde. Daher wurde ein Temperaturbereich ΔT_p definiert, innerhalb dessen eine stetige Änderung der latenten Wärme bei einem Phasenübergang berücksichtigt werden konnte. Lasagni [122] fand heraus, dass ein Temperaturbereich von 50 K ein guter Kompromiss zwischen Genauigkeit der Simulation und Rechenzeit darstellt, weshalb ΔT_p entsprechend definiert wurde.

Aufgrund der getroffenen Annahmen kann die erzeugte Wärme lediglich innerhalb der festgelegten Geometrie über Wärmeleitung verteilt werden. Um einen Wärmestau zu verhindern muss berechnet werden, wie weit die vom Laser erzeugte Wärme diffundieren kann, wozu Gleichung Gl. 6.14 herangezogen wurde. Das Ergebnis der Berechnung ist in Abbildung 9.3 dargestellt. Ausgehend von der experimentell verwendeten Laserpulsdauer von 10 ns ergab sich eine Wärmeeindringtiefe von 1,23 μm für Zinn und 2,13 μm für Kupfer (s. gestrichelte Linien in Abbildung 9.3). Unter Berücksichtigung eines angemessenen Sicherheitsfaktors wurde die Simulation auf eine Dicke des Kupferbandes von 10 μm beschränkt, um Rechenkapazität einzusparen.

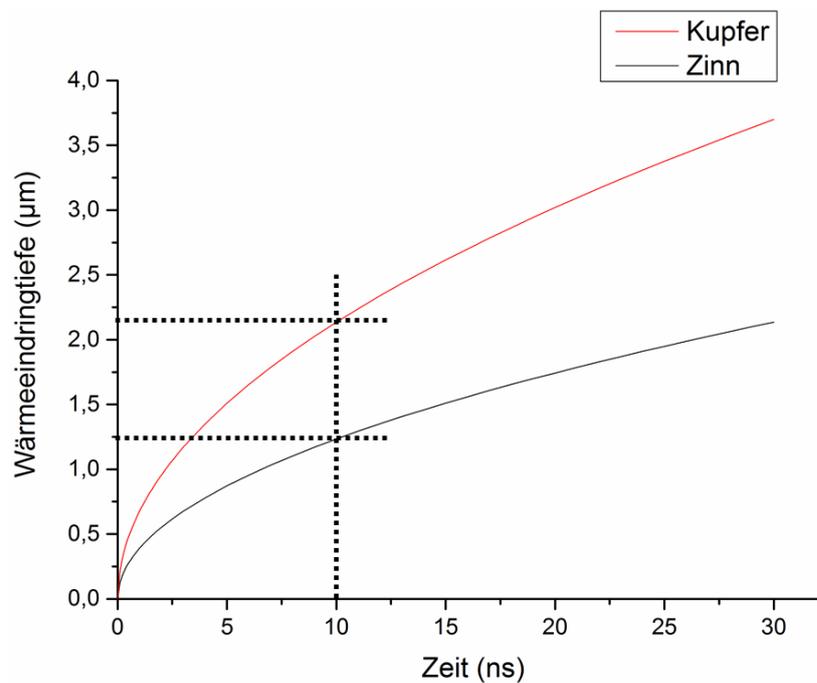


Abbildung 9.3: Thermische Diffusionstiefe als Funktion der Zeit. Vertikale gestrichelte Linie: Laserpulsdauer von 10 ns; horizontale Linien: entsprechende Wärmeindringtiefen für Kupfer und Zinn.

Als Variablen innerhalb der Simulation wurden die Fluenz des Lasers, die Periode der Lasertextur sowie die Zinnschichtdicke berücksichtigt.

Zunächst wurde eine Auswahl geeigneter Fluenz-Regime identifiziert, die sich folgendermaßen voneinander abgrenzen:

1. f_{s_max} : Fluenzen die zum Aufschmelzen des Materials an der Oberfläche im Intensitätsmaximum führen.
2. f_{s_min} : Fluenzen die zum Aufschmelzen des Materials an der Oberfläche im Intensitätsminimum führen.
3. f_{v_max} : Fluenzen die zum Verdampfen des Materials an der Oberfläche im Intensitätsmaximum führen.

Minimaler und maximaler Anteil des jeweiligen Regimes wurden für zwei Zinnschichtdicken berechnet (s. Tabelle 9.5):

Tabelle 9.5: Fluenz-Regime für Schichtdicken von 0,5 und 2,0 μm . Der linke Fluenzwert stellt einen Anteil von 1 % der jeweiligen Phase (flüssig, gasförmig) am entsprechenden Ort der Oberfläche dar (Intensitätsmaximum/-minimum), der rechte Fluenzwert einen Anteil von 100 %.

Fluenzbereich	Zinnschichtdicke	
	0,5 μm	2,0 μm
f_{s_max}	55 – 92 mJ/cm^2	49 – 85 mJ/cm^2
f_{s_min}	114 – 185 mJ/cm^2	89 – 155 mJ/cm^2
f_{v_max}	1044 – 1120 mJ/cm^2	1044 – 1088 mJ/cm^2

Anhand dieser Berechnungen wurden vier Fluenzen ausgewählt, die für beide Schichtdicken vergleichbar sind:

- 70 mJ/cm^2 : liegt innerhalb des ersten Regimes,
- 130 mJ/cm^2 : liegt innerhalb des zweiten Regimes,
- 500 mJ/cm^2 : liegt zwischen dem zweiten und dritten Regime,
- 1000 mJ/cm^2 : liegt knapp unterhalb des dritten Regimes (noch kein Verdampfen).

Die simulierte Periode lag im Intervall von 1 – 20 μm . Die untere Grenze liegt knapp unterhalb der Diffusionslänge von Zinn unter den gegebenen Bedingungen (1,23 μm); die obere Grenze stellt das Maximum dar, das mit dem in Abschnitt 9.2 beschriebenen Aufbau technisch realisierbar ist. Als Zinnschichtdicke wurden 0,5 und 2,0 μm gewählt, entsprechend der experimentell verwendeten Schichtdicken. Eine schematische Darstellung des Modells ist in Abbildung 9.4 zu sehen.

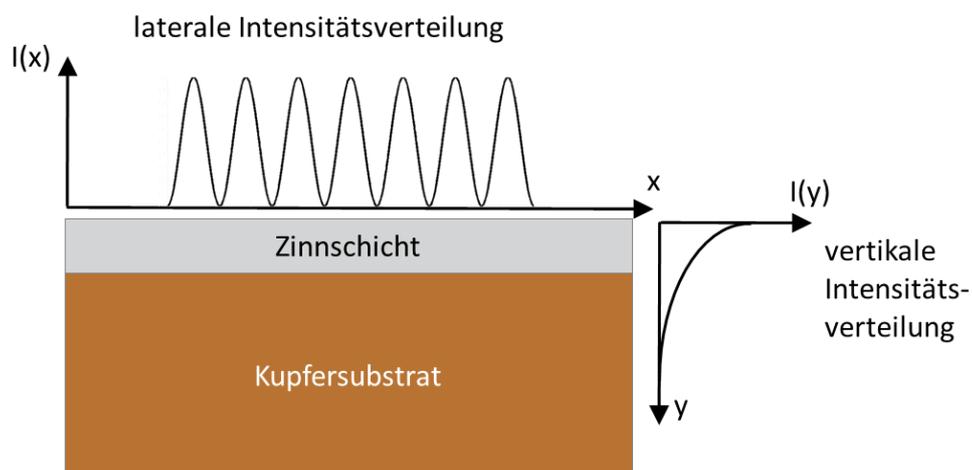


Abbildung 9.4: Schematische Darstellung der Modells: Geometrie des verzinnenden Bandes; laterale und vertikale Intensitätsverteilung der interferierenden Laserstrahlen.

Das FEM-Netz wurde zunächst automatisch von der Software Comsol generiert und schließlich manuell im oberflächennahen Bereich verfeinert, in dem die Laserstrahlung auf das Material trifft. So konnte eine ausreichend hohe Auflösung in dieser Region des Modells gewährleistet werden. Die zur Simulation verwendeten Materialparameter können Anhang B entnommen werden.

9.4 Verschleißprüfung

Der Verschleißprüfstand wurde im Shamban Tribology Laboratory am Israel Institute of Technology (Technion) in Haifa (Israel) konstruiert und verwendet. Es handelt sich um einen Aufbau zur Untersuchung von Fretting in einer flach-auf-flach-Konfiguration (s. Abbildung 9.5).

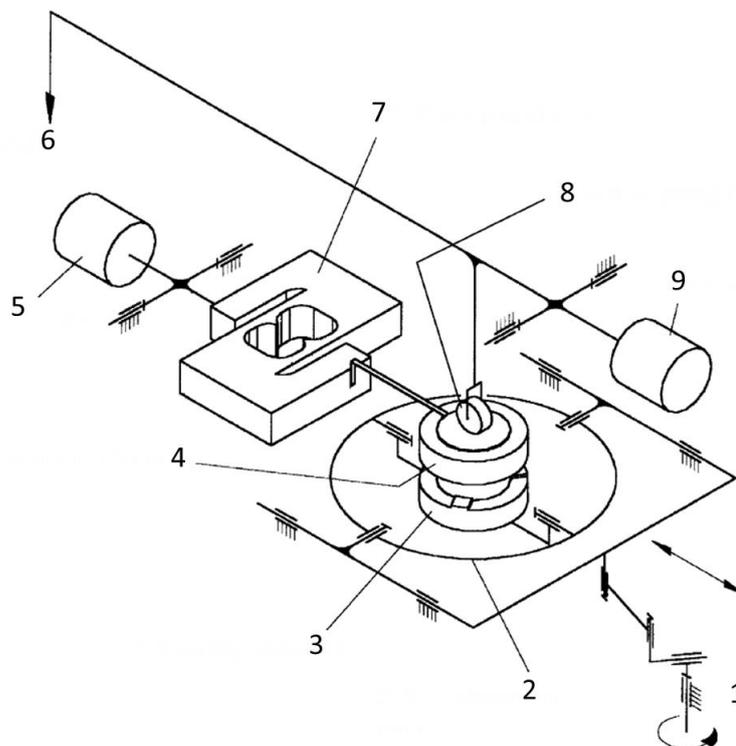


Abbildung 9.5: Schematische Darstellung des Fretting-Prüfstands (entnommen aus [95]).

1. Kurbelantrieb, 2. selbstausrichtendes Gelenk, 3. bewegte Probe, 4. ruhende Probe,
5. Gegengewicht, 6. Normal-Gewicht, 7. Kraftsensor, 8. selbstausrichtendes Kugellager, 9. Gegengewicht.

Ein Kurbelantrieb (1) wurde zum Antrieb eines Exzenters genutzt, der die untere Probe (3) in eine lineare Bewegung versetzte. Diese Probe wurde in ein sich selbstausrichtendes Gelenk (2) montiert, was eine planparallele Ausrichtung zur oberen, ruhenden Probe (4) gewährleistete. Die tangentielle Kraft zwischen beiden Proben wurde über einen Kraftsensor (7) gemessen,

der sich im Gelenkarm der oberen Probe befand. An einem zweiten Gelenkarm wurde ein Totgewicht (6) angebracht, welches eine definierte Normalkraft auf die Kontaktfläche ausübte. Der Kraftübertrag fand über ein sich selbstausrichtendes Kugellager (8) statt, das die Übertragung unerwünschter Tangentialkräfte zwischen den beiden Gelenkarmen verhinderte. Das Eigengewicht der Gelenkarme wurde über Gegengewichte (5 und 9) ausgeglichen, sodass nur das Totgewicht zur Normalkraft beitrug. Die Amplitude wurde während der Experimente über einen Wirbelstromsensor (nicht eingezeichnet) gemessen. Mittels der Vier-Leiter-Methode wurde der elektrische Kontaktwiderstand bestimmt [144]. Alle Messungen wurden unter den vorherrschenden atmosphärischen Umgebungsbedingungen durchgeführt. Die genauen Versuchsparameter sind Tabelle 9.6 zu entnehmen.

Tabelle 9.6: Parameter der Verschleißexperimente.

Kontakt-Kraft (N)	2,5; 5 N
Frequenz (Hz)	16,7
Amplitude (μm)	120
Zyklenzahl	max. 45000
Probentyp	untexturiert; texturiert (7,5 μm ; hexagonal)

Die Analyse der Daten wurde mit der Software OriginPro 9.1 durchgeführt. In einigen Fällen kam die integrierte Varianzanalyse zum Einsatz (einfaktorielle ANOVA, Holm – Sidak-Methode, Signifikanzniveau 5 %). Diese Analyse dient dem Zweck zu überprüfen, ob die Varianz zwischen einzelnen Gruppen (in diesem Fall Messergebnisse) größer ist, als die Varianz innerhalb einer Gruppe. Somit kann festgestellt werden, ob ein Unterschied zwischen den betrachteten Gruppen an Messergebnissen vorliegt [145].

9.5 Kontaktwiderstandsmessung

Der Kontaktwiderstand in Abhängigkeit von der Kraft wurde mit einem selbst konstruierten Prüfstand gemessen (s. Abbildung 9.6). Dabei wurde ein definierter Kontakt zwischen der Probe (1) und einer beschichteten AgNi_{0,15}-Sonde (2) mit einem Radius von 4 mm hergestellt. Die Beschichtung der Sonde war $4 \pm 1 \mu\text{m}$ dick und bestand aus einer inerten AuCo_{0,2}-Legierung. Somit wurde eine Oxidation der Sonde verhindert und damit auch ein unerwünschter Beitrag zum elektrischen Kontaktwiderstand durch Fremdschichten vermieden. Die

Sonde wurde vor jede Messung gereinigt und nach jeweils fünf Einzelmessungen (1 Zyklus pro Messpunkt) bzw. nach einem Dauerversuch (bis zu 45 Zyklen pro Messpunkt) ausgetauscht. Sonde und Probe wurden elektrisch voneinander isoliert, sodass der Strom nur durch den definierten Kontaktpunkt fließen konnte. Die Normalkraft wurde mittels eines Piezoelektrischer Linearverstellers (PI M-683) mit einer Positionsgenauigkeit von $0,1 \mu\text{m}$ aufgebracht (4). Die Normalkraft wurde mittels eines Kraftsensors (ME KD24s 20 N) mit einer Auflösung von $0,02 \text{ N}$ gemessen (5). Die Positionierung der Sonde konnte über einen manuellen x-y-Tisch vorgenommen werden (6). Eine Stromquelle (Keithley SourceMeter 2400) mit einer Genauigkeit von 200 nA wurde verwendet um einen konstanten Strom I_{const} anzulegen (7). Die am Kontaktpunkt abfallende Spannung wurde über separate Zuleitungen mit einem Voltmeter (Keithley Nanovoltmeter 2182a) mit einer Auflösung von 10 nV gemessen (8). Das Verfahren der Vier-Leiter-Messung minimierte den Beitrag des Eigenwiderstands der Zuleitungen.

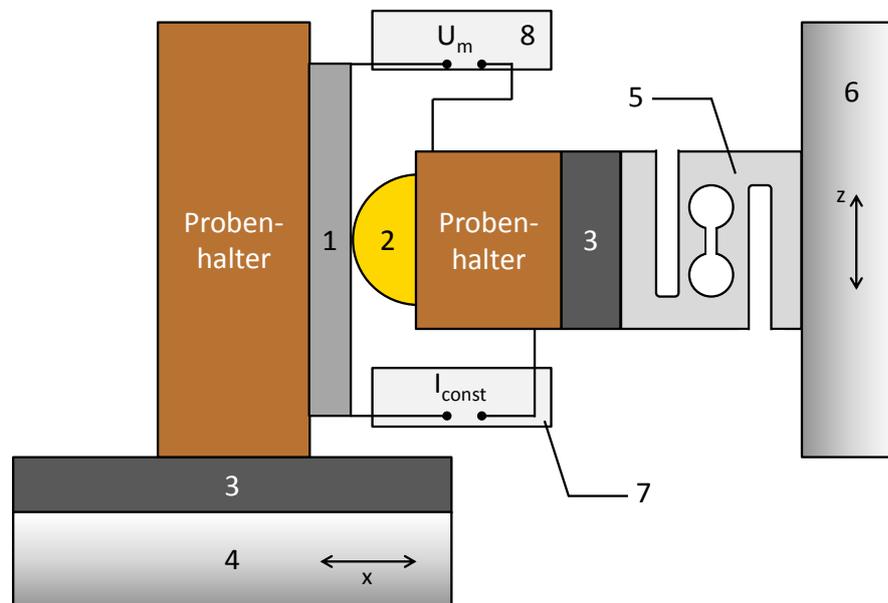


Abbildung 9.6: Schematische Darstellung des Kontaktwiderstand-Messplatzes. 1. Probe, 2. Sonde, 3. elektrischer Isolator, 4. piezoelektrischer Linearversteller, 5. Kraftsensor, 6. x-y-Tisch, 7. Stromquelle, 8. Nanovoltmeter [17].

Die Messungen erfolgten mit den in Tabelle 9.7 aufgeführten Parametern. Spannung und -strom wurden dabei so niedrig gewählt, dass kein elektrischer Durchschlag eventuell auf der Probenoberfläche vorhandener Deckschichten (bspw. Oxide) stattfinden konnte. Diese sogenannten „dry-circuit“-Bedingungen verhindern die fälschliche Messung zu geringer elektrischer Widerstände.

Tabelle 9.7: Parameter der Kontaktwiderstandsmessung.

Kontaktkraft (N)	0,25 – 10
Kontaktspannung (V)	< 0,02
Mess-Strom (A)	< 0,1
Anzahl der Messpunkte/Probe	5

9.6 Simulation des elektrischen Kontaktes

Analog zum Aufbau der Kontaktwiderstandsmessung wurde der elastisch-plastische Kontakt zwischen Sonde und Probe mit der Software „First Contact“ simuliert [36]. Dieses von Dr. Michael Leidner (TE Connectivity, Speyer) entwickelte Programm ist in der Lage auf Basis von generierten oder gemessenen Oberflächendaten Kenngrößen wie mechanische Spannungen, elektrische Potentiale oder den elektrischen Kontaktwiderstand zu simulieren. Es können Systeme mit bis zu drei Schichten je Kontaktpartner untersucht werden. Mittels eines numerischen Verfahrens wurden in einem ersten Schritt die mechanischen Spannungen und Deformationen des betrachteten Kontaktsystems berechnet (s. Abbildung 9.7) [40]. Dabei können Härtungseffekte während der Deformation berücksichtigt werden.

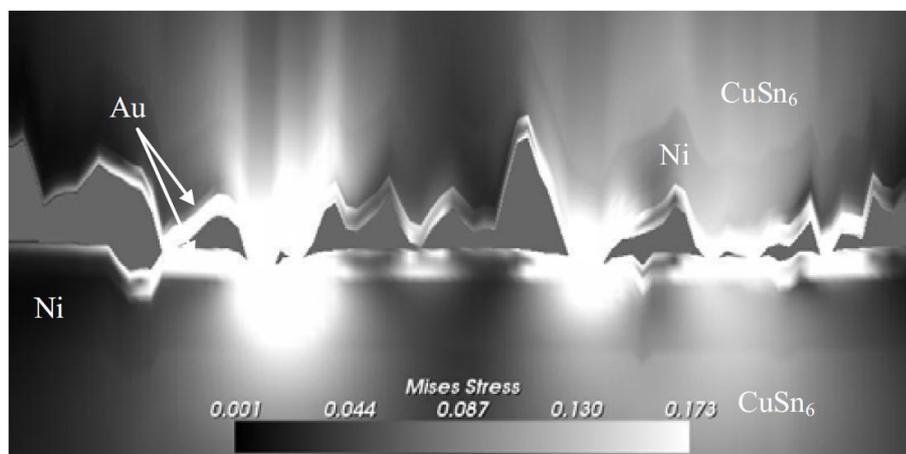


Abbildung 9.7: Spannungsverteilung nach von Mises (Graustufen) im Querschnitt der Kontaktgrenzfläche eines Dreischichtsystems. Abbildung entnommen aus [146].

Folgende Vereinfachungen wurden angenommen:

- trockener Kontakt ohne Schmiermittel unter Vernachlässigung von Adhäsion,
- konstante Schichtdicke,
- jede zusätzliche Schicht bildet die Oberflächentopographie des Substrats nach,
- Vernachlässigung von Bahnwiderständen.

Neben mechanischen Größen ergab sich aus diesen Berechnungen auch die Verteilung der a-spots, auf deren Basis in Schritt zwei der Simulation die elektrischen Eigenschaften des Kontaktsystems simuliert wurden. Dazu wurde ein elektrisches Potential an einer Seite der simulierten Probe angelegt und der Spannungsabfall in jedem Punkt des dreidimensionalen Gitters durch Lösen der Laplace-Gleichung iterativ berechnet (s. Abbildung 9.8). Berücksichtigt wurden hierbei auch die Wechselwirkungen der einzelnen a-Spots.

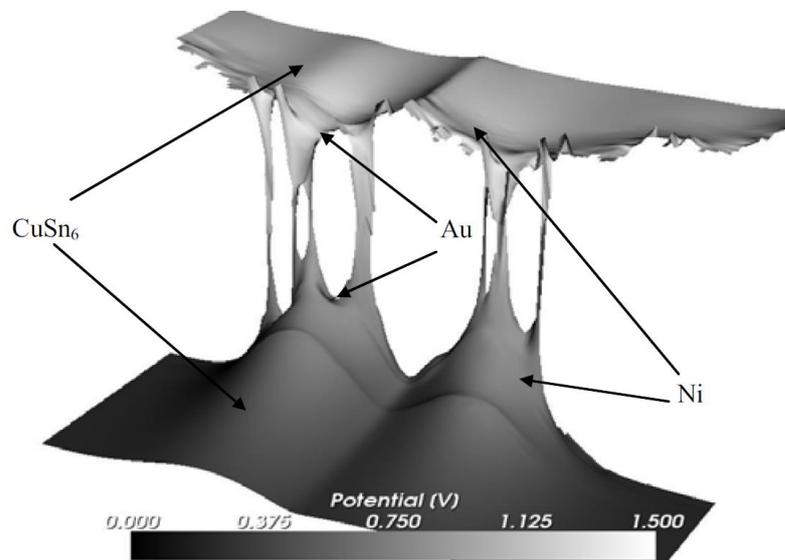


Abbildung 9.8: Potentialgefälle im Querschnitt eines elektrischen Kontaktsystems. Darstellung des Potentials in Graustufen (entnommen aus [146]).

Anhand der Stromdichteverteilung wurde die Gesamtstromstärke I im elektrischen Kontakt berechnet. Unter Berücksichtigung des Potentialunterschieds zwischen den äußeren Rändern des Modells ($\varphi_2 - \varphi_1$) konnte der elektrische Kontaktwiderstand in Abhängigkeit von der Normalkraft berechnet werden. Dabei gilt [45]:

$$R_K = \frac{\varphi_2 - \varphi_1}{I} . \quad \text{Gl. 9.11}$$

Nicht berücksichtigt wurden in der Simulation Bahnwiderstände, die aufgrund der Messapparatur in den Gesamtwiderstand einfließen [45]:

$$R_{gemessen}(F_N) = R_K(F_N) + R_{Bahn} \cdot \quad \text{Gl. 9.12}$$

Um dies zu korrigieren wurde ein konstanter Offset-Wert für den jeweils verwendeten Messaufbau ermittelt und zu den Simulationsergebnissen hinzuaddiert.

Wie bereits in Abschnitt 2.2 gezeigt, trägt nur ein Bruchteil der Kontaktpunkte tatsächlich zum leitenden Querschnitt bei (s. Abbildung 2.4). Auf unedlen Beschichtungen, wie dem im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Zinn, liegen stets Oxidschichten vor. Ein Kontaktpunkt wurde nur dann als a-Spot definiert, wenn eine bestimmte Flächenpressung überschritten wurde, was einem Durchbrechen der Oxidschichten gleichkam. Weiterhin wurde die Stromtragfähigkeit einzelner a-Spots berücksichtigt, welche aufgrund der Joulschen Erwärmung und dem damit verbundenen Anstieg des elektrischen Widerstands limitiert ist. Bei Überschreiten einer bestimmten Grenzstromdichte wurde der betreffende a-Spot als nicht mehr leitfähig angesehen. Die mechanische Last wurde jedoch weiterhin von diesem Kontaktpunkt getragen. Ebenfalls wurde die gegenseitige Beeinflussung von a-Spots mit in die Simulation einbezogen, was bei zu hoher Spotdichte zu einer Erhöhung des elektrischen Widerstands führte (s. Gl. 2.20).

Eine detaillierte Beschreibung der Software ‚First Contact‘ kann der Dissertationsschrift von Herrn Dr. Leidner entnommen werden [36].

9.7 Charakterisierung

9.7.1 Weißlichtinterferometer

Um die Oberflächentopographie der Proben im Ausgangszustand und nach der Lasertexturierung bzw. Kontaktwiderstandsmessung zu erfassen, wurde ein Weißlichtinterferometer (Zygo NewView 7300) eingesetzt. Bei dieser Methode wird das Licht einer weißen LED durch einen Strahlteiler in einen Referenz- und einen Probenstrahl aufgespalten. Nach der Reflexion an Referenz- und Probenoberfläche interferieren beide Teilstrahlen im Innern des Interferometers und es ergibt sich ein Muster aus hellen und dunklen Streifen (s. Abbildung 9.9). Dieses Muster wird mittels Frequenz-Domänen-Analyse (FDA) analysiert. Die zu untersuchende Oberfläche wird während der Analyse in vertikaler Richtung bewegt und der aufgezeichnete Verfahrensweg wird mit der FDA korreliert [147].

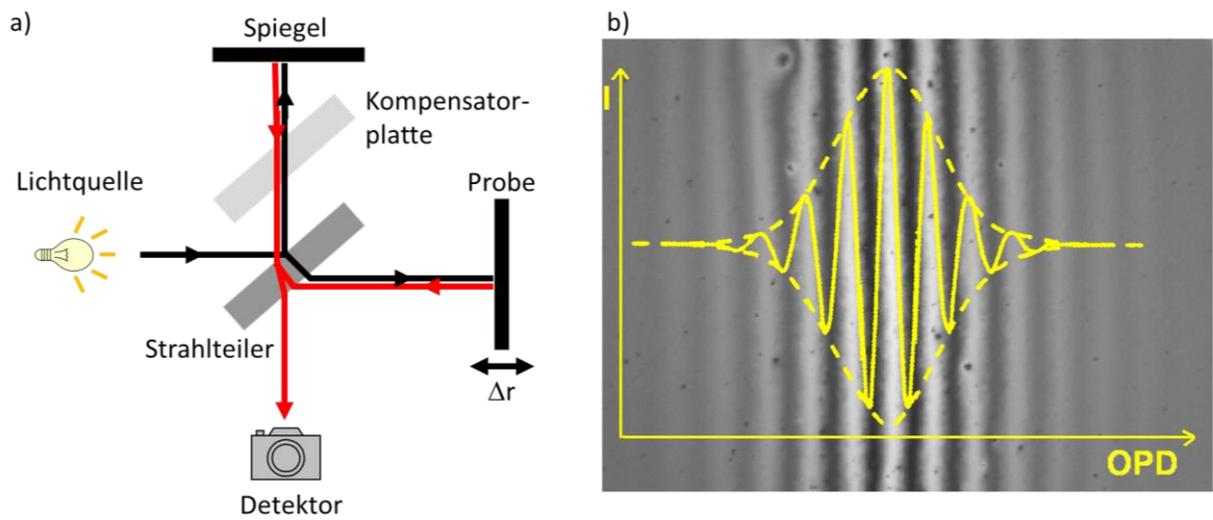


Abbildung 9.9: a) Strahlengang im WLI (schematisch); b) Interferenzmuster im WLI; darüber aufgetragen ist die gemessene Intensität gegenüber dem optischen Gangunterschied (engl. *optical path difference*, OPD).

Aus der Gesamtheit der Interferenzbilder kann dann ein dreidimensionales Oberflächenprofil errechnet werden (vgl. Abbildung 9.10).

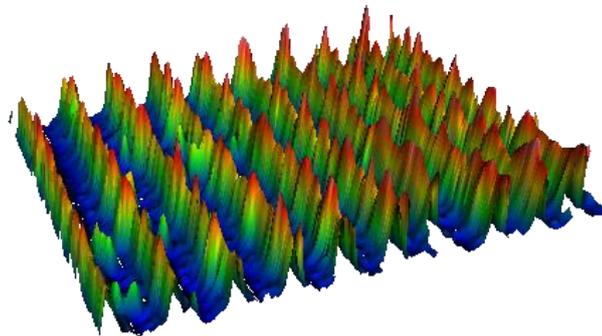


Abbildung 9.10: Dreidimensionales Oberflächenprofil einer laserinterferenztexturierten Oberfläche, berechnet anhand von WLI-Messungen.

Die Leistungsdaten des Weißlichtinterferometers sind der Tabelle 9.8 zu entnehmen.

Tabelle 9.8: Leistungsdaten des Zygo NewView 7300 Weißlichtinterferometers.

Vertikale Scanlänge	150 μm (Piezo-Aktor), 20 mm (Elektromotor)
Vertikale Auflösung (nm)	< 0,1
Laterale Auflösung (μm) (vom Objektiv abhängig)	0,36 – 9,5
Scan-Rate ($\mu\text{m/s}$)	< 135

9.7.2 Rasterelektronen- und fokussierte Ionenstrahl-Mikroskopie

Zur Charakterisierung der Mikrostruktur und der chemischen Zusammensetzung der Proben kamen zwei Dual-Beam-Anlagen (FEI Strata DB 235; FEI Helios 600) zum Einsatz, in denen jeweils ein Rasterelektronenmikroskop (REM) und ein fokussiertes Ionenstrahl-Mikroskop (engl. *Focused Ion Beam*, FIB) installiert sind [148, 149]. Beide REM sind mit einer Feldemissionskathode (engl. *Field Emission Gun*, FEG) ausgerüstet, die bei 5 kV betrieben wurden. Im FIB-Modus wurden an beiden Geräte mit einer Beschleunigungsspannung von 30 kV gearbeitet. Während der Elektronenstrahl zur Abbildung genutzt wird, kann der Ionenstrahl sowohl zur Abbildung, als auch zum gezielten Abtrag von Material aus der Probenoberfläche verwendet werden. Dies bietet die Möglichkeit zur exakten Zielpräparation um die Mikrostruktur unterhalb der Probenoberfläche zu analysieren.

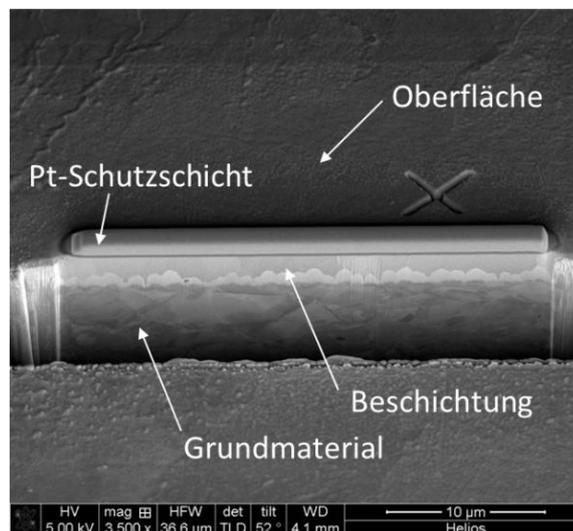


Abbildung 9.11: Zielpräparation mittels FIB. Eine Schutzschicht aus Platin verhindert im Zielbereich die Schädigung der Oberfläche durch den Ionenstrahl. Die Mikrostruktur der Probe ist im Querschnitt deutlich sichtbar. Ein Zielkreuz auf der Oberfläche dient der automatischen Drift-Korrektur während der Präparation.

Neben einfachen Querschnitten können auch TEM-Folien und Atomsondenspitzen präpariert werden. Zusätzliche Instrumente in den Dual-Beam-Anlagen bieten die Möglichkeit zur EDX-, EBSD und STEM-Analyse.

Die energiedispersive Röntgenspektroskopie (engl. *Energy Dispersive X-ray spectroscopy*, EDX) wurde zur chemischen Analyse der Proben genutzt. In unserem Fall kamen Geräte der Firma EDAX zum Einsatz, die bei Beschleunigungsspannungen zwischen 12 und 15 kV betrieben wurden. Die zugehörige Software (EDAX Genesis) erlaubte das Aufzeichnen von Spektren, Linienscans und Mappings.

Rückstreuungselektronenbeugung (engl. *Electron Backscatter Diffraction, EBSD*) wurde verwendet um die kristallographische Orientierung, Korngröße und Fehlorientierung zwischen den Körnern zu messen. Die EBSD-Daten wurden mit einer Beschleunigungsspannung von 20 kV und einem Strom von 22 nA ermittelt. Die Schrittweite betrug zwischen 0,1 und 0,5 μm . Um zwischen einzelnen Körnern zu unterscheiden wurde ein Winkel von 5° als minimale Korngrößenfehlorientierung definiert.

Im Rastertransmissions-Modus (engl. *Scanning Transmission Electron Microscope, STEM*) wird eine dünne Probe mit dem Elektronenstrahl abgerastert. Zum Bildaufbau werden die transmittierten Elektronen genutzt, wobei Detektoren für Hellfeld-, Dunkelfeld- und HAADF-Aufnahmen zur Verfügung standen. HAADF steht dabei für *High-Angle Annular Darkfield*. Mit diesem Detektor können die stark gestreuten Elektronen registriert werden. Der Kontrast skaliert dabei mit dem Quadrat der Ordnungszahl.

9.7.3 Mikro- und Nanoindentation

Die Härte und der E-Modul der Zinnschicht auf den feuerverzinneten Proben im Referenzzustand wurden mittels eines Hysitron TI 900 TriboIndenter gemessen. Dieses Gerät ist mit einem nanoDMA III-kompatiblen Transducer ausgestattet, der dynamische Messungen bei Kräften von maximal 10 mN erlaubt. Die Kraftauflösung beträgt dabei 1 nN, die Wegauflösung 0,04 nm. Der thermische Drift während der Messungen war $< 0,05 \text{ nm/s}$ [150]. Für die Experimente wurde ein Berkovich-Indenter (dreiseitige Pyramide; Öffnungswinkel $142,3^\circ$) verwendet. Der Nanoindenter kann in einem AFM-Modus betrieben werden, wodurch sich die Oberflächentopographie abbilden lässt und eine geeignete Probenstelle zur Messung ausgewählt werden kann. Geeignet bedeutet in diesem Fall, dass die zu untersuchende Oberfläche eben, homogen und kratzerfrei ist.

Diese Voraussetzungen waren bei den texturierten Proben nicht gegeben, weshalb dafür eine andere Methode zum Einsatz kam. Um die Änderung der mechanischen Eigenschaften durch die Lasertexturierung qualitativ zu erfassen, wurde ein in-situ Mikroindenter verwendet (UNAT-SEM 2 von ASMEC). Dieses Gerät ist in ein hochauflösendes REM integriert, was eine genaue Auswahl der zu untersuchenden Probenstelle ermöglicht. Der Mikroindenter besitzt eine Kraftauflösung $< 50 \text{ nN}$ und eine Wegauflösung $< 10 \text{ pm}$. Eine Normalkraft von maximal 200 mN kann damit aufgebracht werden [151]. Als Indenter wurde eine Stahlkugel mit einem Durchmesser von 1,5 mm gewählt. Die Hertzsche Spannung lag bei Verwendung einer maximalen Indentationskraft von 170 mN in derselben Größenordnung wie bei der Kontaktwiderstandsmessung. Dies erlaubte einen qualitativen Vergleich zwischen untexturierter und texturierter Probe.

9.7.4 Röntgendiffraktometrie

Der Einfluss der Lasertexturierung auf die im Material vorliegenden Phasen wurde mittels Röntgenbeugung, kurz XRD (engl. *X-Ray Diffraction*), untersucht. Die Beugung kann nach Bragg auf eine selektive Reflexion der Röntgenstrahlung an Netzebenenscharen des untersuchten Materials zurückgeführt werden [152]. Ist die Bragg-Bedingung erfüllt, so tritt ein im Diffraktometer messbares Intensitätsmaximum, ein sogenannter Beugungspeak, auf [153]. Die Bragg-Bedingung lautet:

$$2d \sin \vartheta = n\lambda , \quad \text{Gl. 9.13}$$

mit d – Netzebenenabstand,
 ϑ – Glanzwinkel,
 n – Beugungsordnung,
 λ – Wellenlänge der monochromatischen Röntgenstrahlung.

Für jede Phase existieren charakteristische Peaks, anhand derer diese identifiziert werden kann. Phasen können dabei reine Elemente, Mischkristalle oder chemische Verbindungen in kristalliner oder amorpher Form sein [154].

Die in dieser Arbeit durchgeführten Phasenanalysen wurden mit einem Panalytical X'Pert MRD HR in Bragg-Brentano-Anordnung mit einer Schrittweite von $0,013^\circ$ und einer Geschwindigkeit zwischen 70 und 140 s/Schritt gemessen.

9.7.5 Raman-Spektroskopie

Das Prinzip der Raman-Spektroskopie basiert auf der inelastischen Streuung monochromatischer Strahlung an einer Probe im festen, flüssigen oder gasförmigen Zustand. Die hierbei verwendeten Wellenlängen liegen üblicherweise im sichtbaren oder infraroten Bereich [155]. Der größte Teil des gestreuten Lichts hat dieselbe Wellenlänge wie der einfallende Strahl (Rayleigh-Streuung). Ein geringer Anteil wird jedoch auch derart gestreut, dass die Wellenlänge von der Eingangswellenlänge verschieden ist (Raman-Effekt). Diese kann entweder länger (Stokes-Streuung) oder kürzer (Anti-Stokes-Streuung) sein (s. Abbildung 9.12) [156].

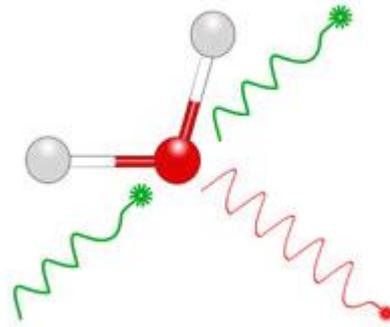


Abbildung 9.12: Streuung von Licht an einem Molekül mit einem grünen Laser. Ein Teil der Strahlung wird unter Energieabgabe an das Molekül inelastisch gestreut (roter Strahl) [157].

Die Frequenzänderung durch inelastische Streuung kann beispielsweise durch Vibration oder Rotation eines Moleküls hervorgerufen werden. Die Änderung ist abhängig von der Substanz, die den Raman-Effekt verursacht, nicht von der Wellenlänge der Eingangsstrahlung. Somit lässt sich durch Aufzeichnen der Raman-Spektren unter anderem eine Aussage über die Zusammensetzung der auf der Probenoberfläche vorliegenden Moleküle treffen [158].

Die Raman-spektroskopischen Untersuchungen wurden mit einem konfokalen inVia Raman-Mikroskop der Firma Renishaw durchgeführt. Zur Anregung wurde ein Nd:YAG-Laser der Wellenlänge 532 nm mit 1 % Leistung (0,176 mW) verwendet. Die Laserspotgröße betrug 5 μm . Die spektrale Auflösung lag mit einem 2400 mm^{-1} -Gitter bei ca. 1,26 cm^{-1} . Das Hintergrundrauschen der Spektren wurde mit der auf MATLAB basierenden Software COBRA (Version 5) entfernt [159].

9.7.6 Sekundärionen-Massenspektrometrie

Zur chemischen Analyse der Oberfläche und oberflächennaher Bereiche wurde die Methode der Sekundärionen-Massenspektrometrie (engl. *Secondary Ion Mass Spectrometry*, SIMS) verwendet. Im SIMS werden durch Ionenbombardement (z.B. durch Cs^+ , O^- , O_2^+) der obersten Atomlagen Sekundärionen aus der Probenoberfläche emittiert, die anschließend in einem Massenspektrometer analysiert werden [160]. Dadurch sind Informationen über die Elementzusammensetzung sowie über die isotopische und molekulare Zusammensetzung jeglicher Oberflächen im festen Zustand zugänglich. Mit SIMS können alle Elemente und deren Kombinationen detektiert werden.

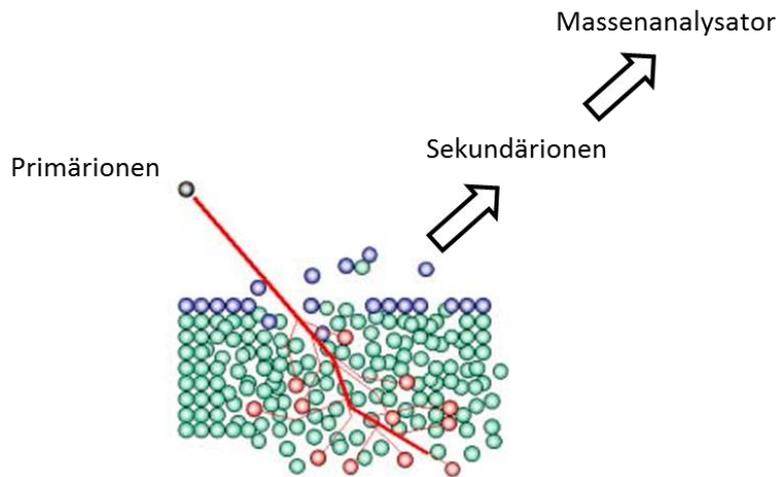


Abbildung 9.13: Kollisionenkaskade während des Ionenbombardements (schematisch) [161].

Während im statischen Modus nur die oberste Atomlage analysiert wird, können im dynamischen Modus auch darunterliegende oberflächennahe Bereiche untersucht werden. Dazu wird die Oberfläche durch kontinuierliches Sputtern abgetragen, was eine tiefenabhängige Materialanalyse ermöglicht (einige Nanometer tief).

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein Cameca NanoSIMS50 mit einer Massenseparation von $M/\Delta M$ von mehr als 5000 bei einer Transmission von ca. 70 % und einer räumlichen Auflösung von 50 nm verwendet. Bis zu fünf unterschiedliche Atommassen können quasi-simultan detektiert werden, wobei das Detektionslimit im ppb- bis ppm-Bereich liegt [161].

10 Laserinterferenztexturierung

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der Lasertexturierung vorgestellt. Nach einer Beschreibung des Ausgangszustands werden die unterschiedlichen Muster beschrieben, die auf den verzinneten Oberflächen hergestellt wurden. Im Anschluss wird der Einfluss der Lasertexturierung auf die Mikrostruktur des Materials sowie die chemischen Änderungen, die damit einhergehen, untersucht. Die Ergebnisse werden schließlich mit Simulationsdaten verglichen und anschließend diskutiert.

Ziel bei der Optimierung des Texturierungsprozesses war die Erzeugung eines möglichst homogenen Musters. Unter homogen wird in diesem Fall eine regelmäßige Oberflächentextur, arm an Schmelztröpfchen und sonstigen Störeinflüssen, verstanden. Entscheidend dafür, ob diese Vorgaben erfüllt werden können, sind zum einen die Materialeigenschaften der Zinnoberfläche und zum anderen die Art der Textur. Zur Bestrahlung wurde eine Laserwellenlänge von 355 nm verwendet, die von Zinn stark absorbiert wird. Am Beispiel der feuerverzinneten Probe wurden Texturen mit Linien-, Kreuz- und Punktmuster erzeugt. Weiterhin wurde der Einfluss der Periode auf die resultierende Topographie studiert. Dies wurde exemplarisch anhand von Linienmustern demonstriert, da sich der entsprechende Zweistrahl Aufbau experimentell am besten steuern lässt. Um die optimalen Parameter für jeden Texturtyp zu ermitteln, wurde jeweils eine Variation der Energiedichte des Lasers (Fluenz) durchgeführt.

Die Oberfläche der feuerverzinneten Proben im Grundzustand ist in Abbildung 10.1 dargestellt.

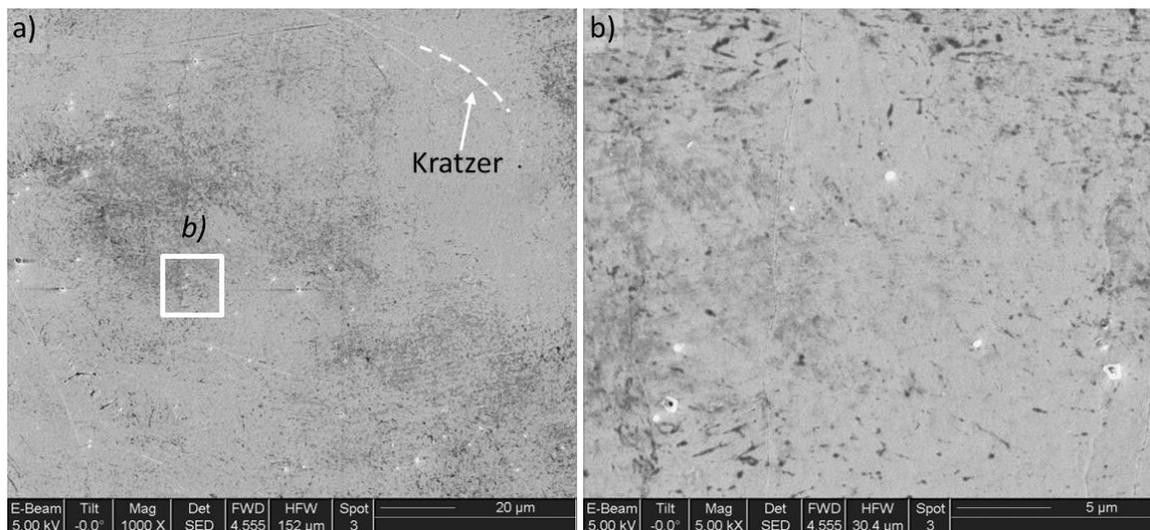


Abbildung 10.1: REM-Aufnahme der Oberfläche einer untexturierten Probe des Materialsystems B14 SnPur (feuerverzinkt). Die Mittenrauheit R_a betrug $10,2 \pm 1,4$ nm. a) Übersicht: Zu erkennen sind Kratzer auf der Oberfläche. b) Detailansicht: Mikrokratzer und Verformungen.

Auf der Oberfläche des Zinns sind zahlreiche Kratzer und Verformungen erkennbar, die aufgrund der geringen Härte der Zinnschicht bereits während des Transports oder der Probenreinigung entstehen konnten.

Eine stromlos verzinnte Oberfläche direkt nach der Politur wird in Abbildung 10.2 gezeigt. In höherer Vergrößerung sind leichte Unregelmäßigkeiten sichtbar, die während des Herstellungsprozesses entstanden sind.

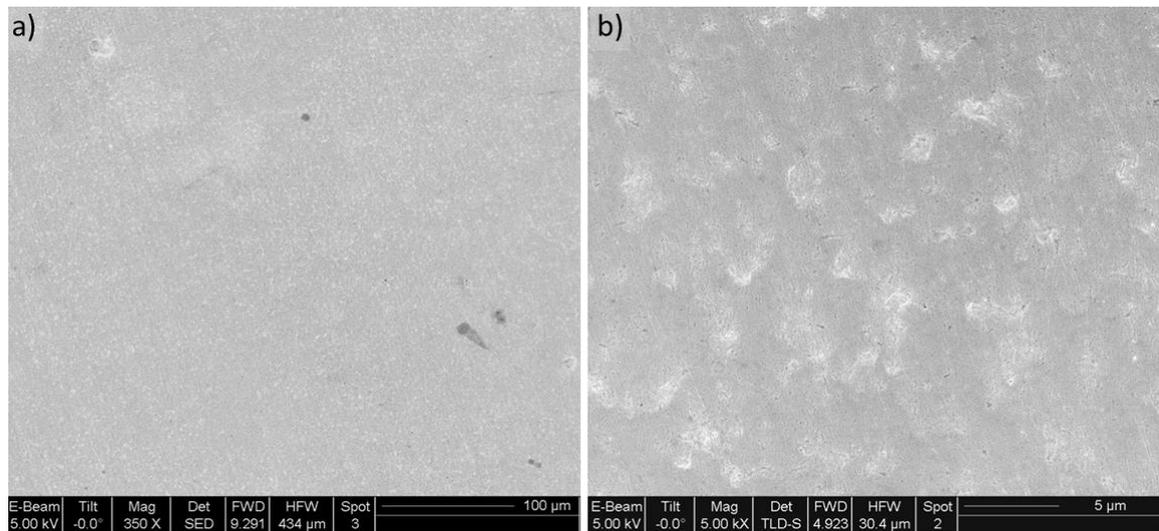


Abbildung 10.2: REM-Aufnahmen der polierten Oberfläche eines stromlos verzinnten Kupferrings. Die Mittenrauheit R_a betrug $6,7 \pm 0,8$ nm. a) Übersicht, b) Zoom. Erkennbar sind im Sekundärelektronenkontrast herstellungsbedingte Unregelmäßigkeiten.

10.1 Linienmuster

10.1.1 Variation der Fluenz

Der Einfluss der Fluenz auf die resultierende Proben-topographie wird exemplarisch anhand einer Textur mit der Periode $9 \mu\text{m}$ dargestellt. Bei geringer Fluenz wurde das Interferenzmuster sehr homogen auf der Probenoberfläche abgebildet, allerdings ohne eine nennenswerte Topographie zu erzeugen (vgl. Abbildung 10.3 a). Die Höhe der Textur betrug ca. $0,03 \mu\text{m}$, was ein Aspektverhältnis von ca. $0,10$ ergab. Ab einer Fluenz von 250 mJ/cm^2 setzte das merkliche Aufschmelzen der Probenoberfläche und damit auch die Ausbildung einer topographischen Struktur ein (s. Abbildung 10.3 c). Ein flächendeckendes Aufschmelzen lag jedoch erst ab einer Fluenz von 355 mJ/cm^2 vor. Bei noch höheren Fluenzen wurde die Oberfläche zwar stärker aufgeschmolzen, doch auch die ungewollte Tröpfchenbildung nahm vermehrt zu, bis sich schließlich keine homogene Struktur mehr erzielen ließ (s. Abbildung 10.3 f).

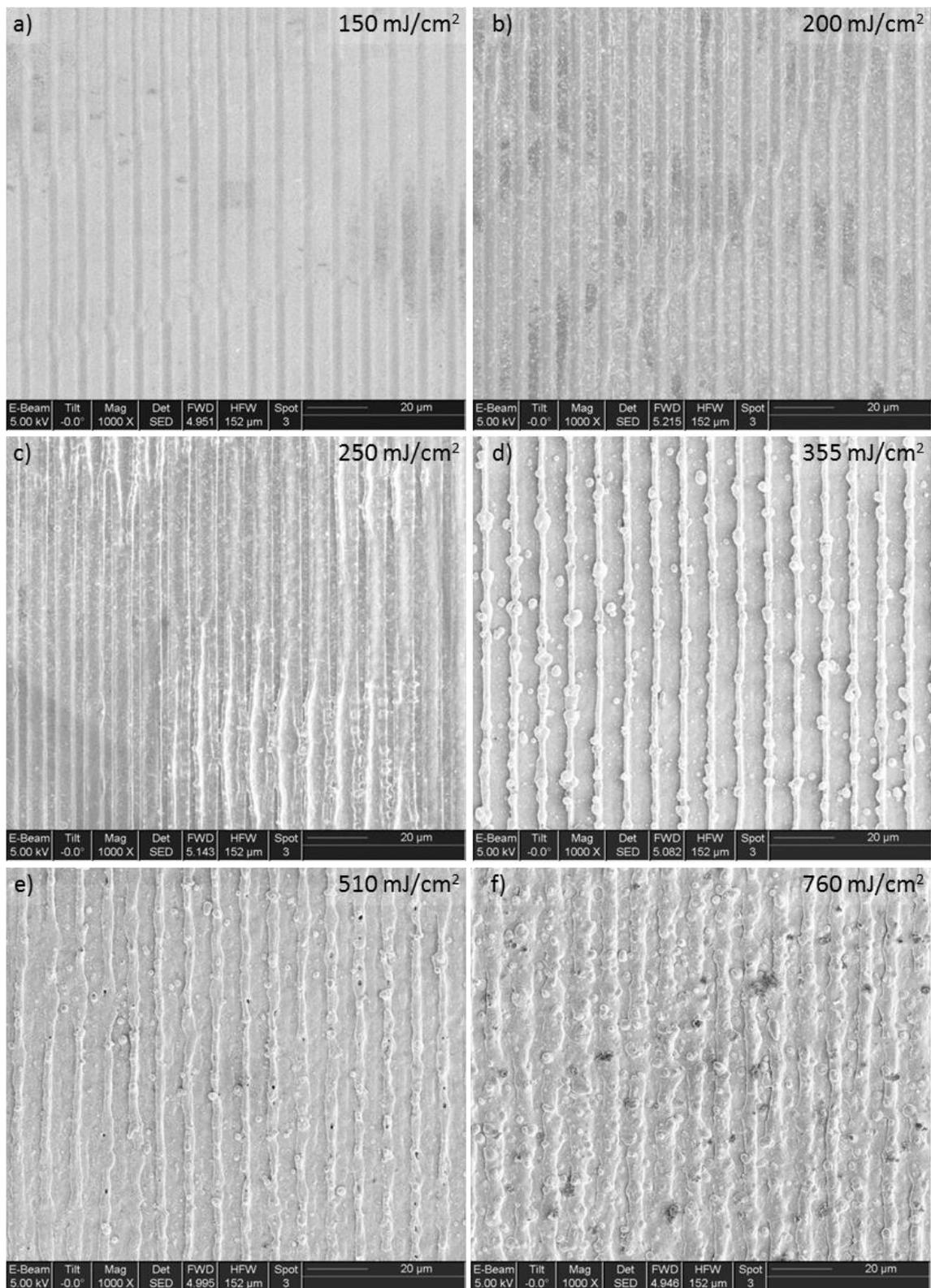


Abbildung 10.3: Texturierung feuerverzinnter Oberflächen mit einer Periode von 9 µm (REM-Aufnahmen). Variation der Fluenz zwischen 150 und 760 mJ/cm².

Eine optimale Struktur im Hinblick auf Homogenität, Tröpfchen- und Topographieausbildung ergab sich bei einer mittleren Leistung von 355 mJ/cm² (s. Abbildung 10.3 d). Die Texturhöhe betrug bei dieser Fluenz ca. 0,95 µm und das Aspektverhältnis ca. 0,29.

10.1.2 Variation der Periode

Weitere Fluenzreihen wurden für Perioden zwischen 4,5 und 18 μm durchgeführt. Die optimalen Texturen einiger dieser Reihen werden exemplarisch in Abbildung 10.4 gezeigt.

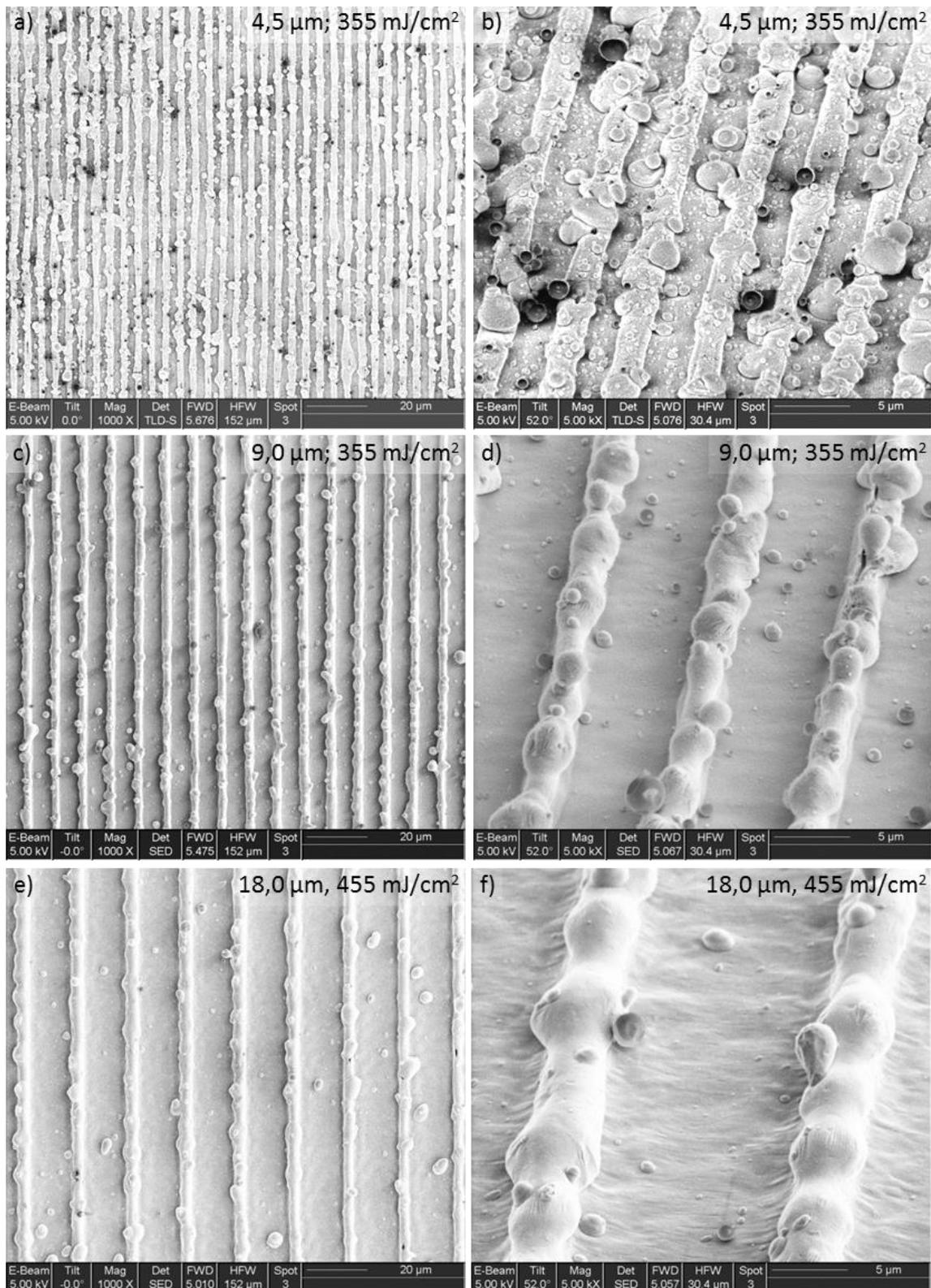


Abbildung 10.4: Texturierung feuerverzinneter Oberflächen. Variation der Periode zwischen 4,5 und 18 μm bei optimaler Fluenz (REM-Aufnahmen).

Ein Vergleich der Texturen zeigt, dass die Tröpfchenbildung mit steigender Periode abnahm und die Textur homogener wurde. Die Texturhöhe lag immer um $1,0 \pm 0,1 \mu\text{m}$, so dass sich Aspektverhältnisse von 0,32 (Periode $4,5 \mu\text{m}$), 0,29 (Periode $9,0 \mu\text{m}$) und 0,23 (Periode $18,0 \mu\text{m}$).

10.2 Kreuzmuster

Am Beispiel der feuerverzinnnten Proben wurde überprüft, ob die Erzeugung einer Kreuzstruktur durch zweifachen Beschuss der Oberfläche prinzipiell möglich ist (s. Abbildung 10.5).

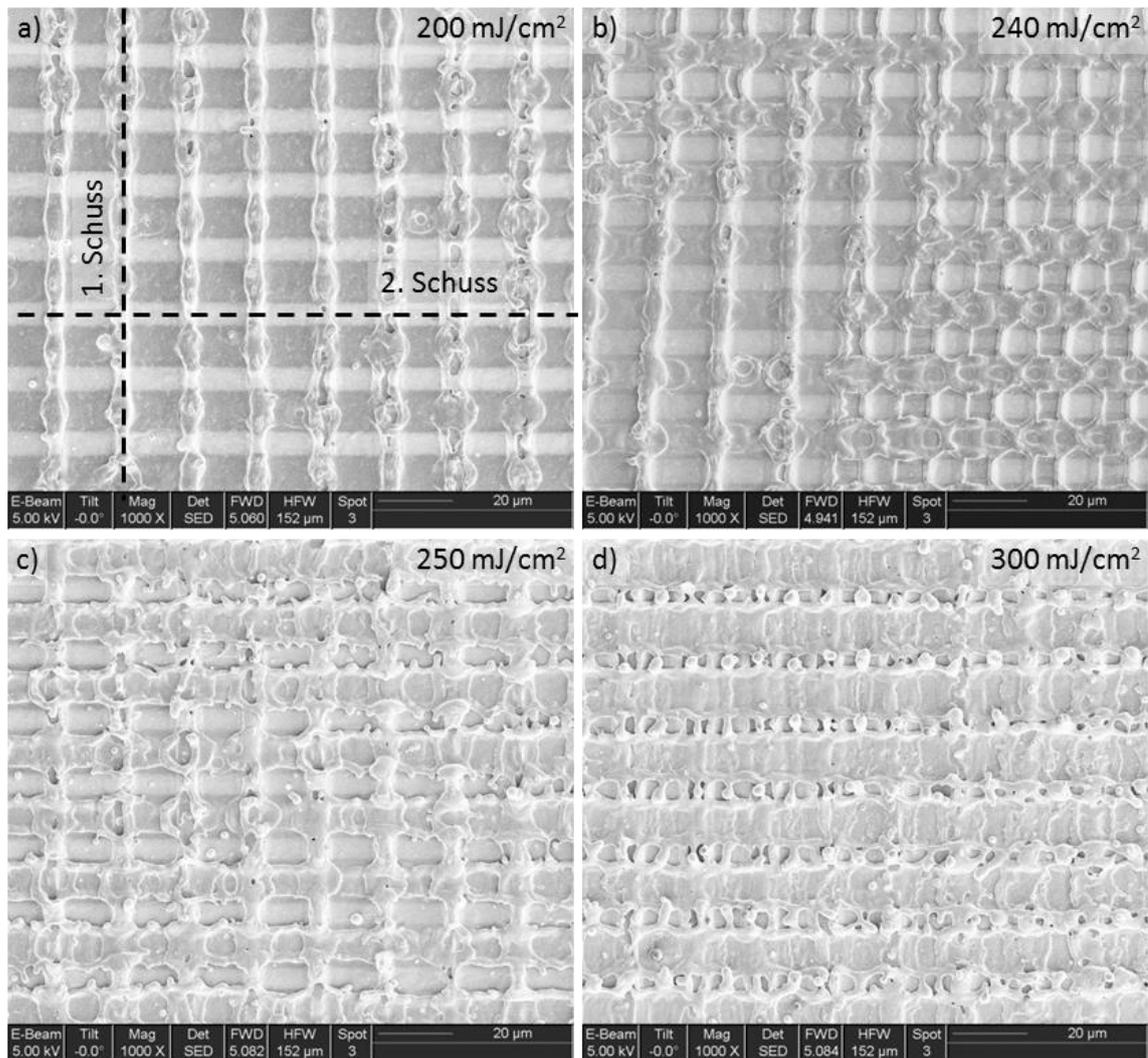


Abbildung 10.5: Texturierung feuerverzinnnter Oberflächen. Kreuzmuster mit einer Periode von $18 \mu\text{m}$. Erster Schuss (vertikale Linien) mit einer Fluenz von 455 mJ/cm^2 (REM-Aufnahmen). Variation der Fluenz zwischen 200 und 300 mJ/cm^2 mit dem zweiten Schuss (horizontale Linien).

Auf Basis der Ergebnisse der Linientexturierung wurde zu diesem Zwecke eine Periode von $18 \mu\text{m}$ ausgewählt, da diese das homogenste Erscheinungsbild aufwies. Dabei wurde der erste

Schuss mit der für Linienmuster von $18\ \mu\text{m}$ optimalen Fluenz von $355\ \text{mJ}/\text{cm}^2$ erzeugt. Nach anschließender Drehung der Probe um 90° wurde die Probe ein zweites Mal mit dem Laser unter Variation der Fluenz beschossen.

Bei geringer Fluenz war die durch den zweiten Schuss verursachte Textur bereits deutlich sichtbar, allerdings ohne Ausbildung einer merklichen Topographie (s. Abbildung 10.5 a). Wurde eine kritische Schwelle überschritten, so genügte die Fluenz schließlich, um die Zinnoberfläche aufzuschmelzen. In Abbildung 10.5 b) ist ein entsprechender Randbereich zu sehen, in dem dieser Übergang beobachtet wurde. Bereits geringe Schwankungen in der Leistung des Lasers oder eine inhomogene Intensitätsverteilung im erzeugten Interferenzmuster genügten, um diesen Übergang herbei zu führen. Hieran ist allerdings deutlich erkennbar, dass durch den zweiten Schuss (horizontale Linien), die Struktur des ersten Schusses aufgeschmolzen und damit zerstört wurde. Mit weiter steigender Fluenz nahm die Ausprägung der horizontalen Linien weiter zu, bis die vertikale Struktur vollständig zerstört wurde.

Innerhalb der kontrollierbaren Parameter war es mit dem verwendeten Interferenzaufbau nicht möglich, auf den verzinnten Proben eine homogene Kreuzstruktur durch Zweifachbestrahlung zu generieren.

10.3 Punktmuster

Zur Erzeugung von Punktmustern wurde das Verfahren der Dreistrahlinterferenz verwendet, bei dem der Primärstrahl in drei Teilstrahlen aufgespalten wird. Analog zur Zweistrahlinterferenz wurde ebenfalls eine Variation der Fluenz an Proben aus feuerverzinntem B14 SnPur durchgeführt. Zusätzlich wurden auch die für die Verschleißexperimente vorgesehenen, stromlos verzinnten Ringe texturiert. Zunächst werden die Ergebnisse der feuerverzinten Proben am Beispiel einer Textur mit der Periode $4,5\ \mu\text{m}$ beschrieben.

Die Bestrahlung mit niedriger Fluenz führte bereits zu einem gut erkennbaren Punktmuster (s. Abbildung 10.6 a). Die einzelnen Spots waren dabei in einer hexagonalen Textur angeordnet. Weiteres Erhöhen der Fluenz führte ab ca. $250\ \text{mJ}/\text{cm}^2$ zum großflächigen Aufschmelzen der Zinnoberfläche und damit einhergehend setzte eine wabenförmige Topographiebildung ein (s. Abbildung 10.6 b). Homogene Texturen ließen sich im Fluenzbereich zwischen 300 und $355\ \text{mJ}/\text{cm}^2$ erzeugen (s. Abbildung 10.6 c und d).

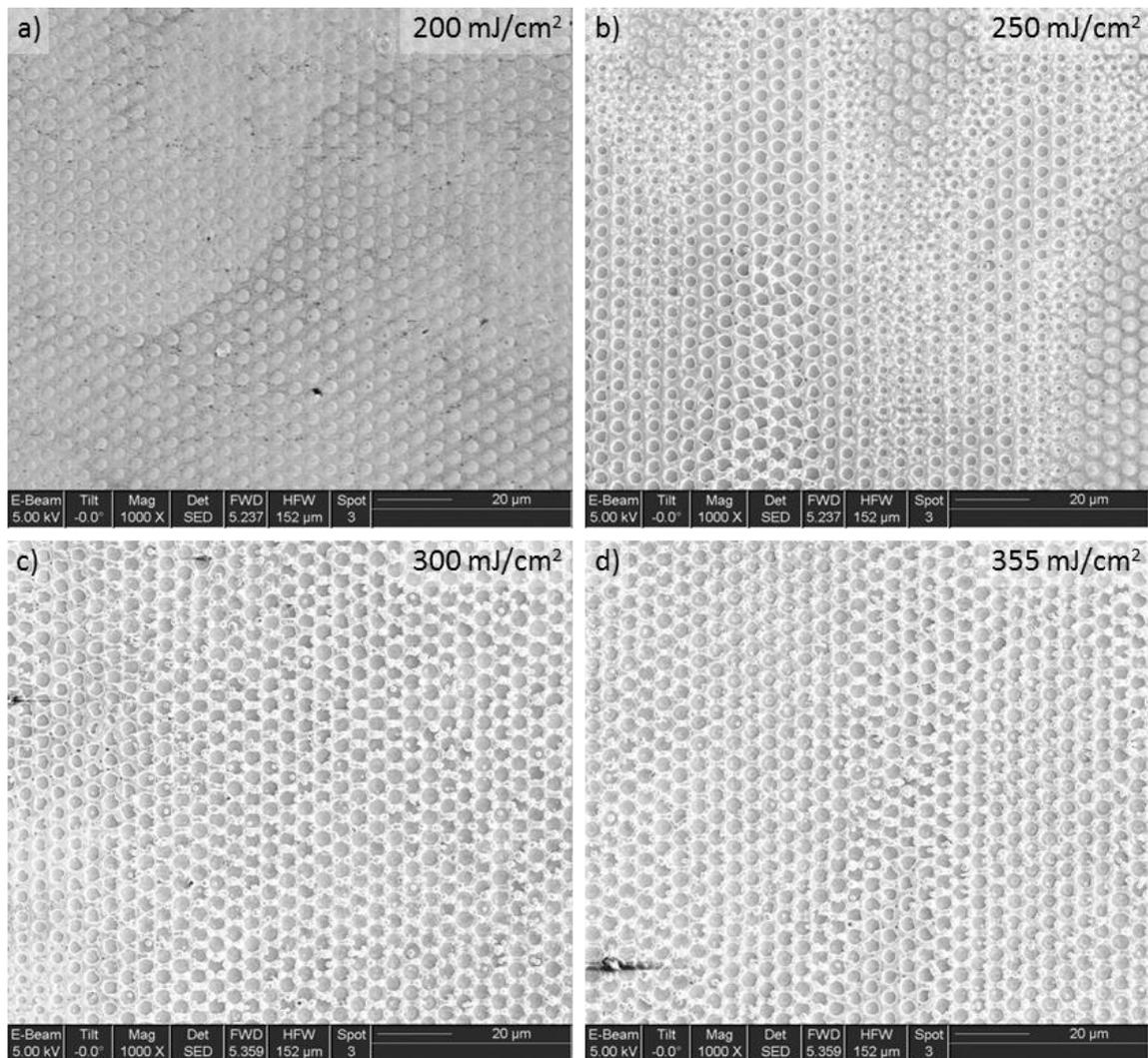


Abbildung 10.6: Texturierung feuerverzinneter Oberflächen (REM-Aufnahmen). Punktmuster mit einer Periode von 4,5 μm. Variation der Fluenz zwischen 200 und 355 mJ/cm².

Auffällig bei allen Proben waren periodische Schwankungen der Intensitätsverteilung innerhalb der Laserspots, die sich in lokal unterschiedlich ausgeprägter Morphologie der hexagonalen Muster äußerten (s. Abbildung 10.7). Ursache hierfür waren Intensitätsunterschiede zwischen den Einzelstrahlen. Diese Modulation trat vor allem bei niedriger Fluenz in Erscheinung. Da sich die hexagonale Textur in einem breiten Intervall zwischen 300 und 355 mJ/cm² erzeugen ließ, konnte dieses Problem jedoch durch Arbeiten bei möglichst hohen Fluenzen umgangen werden.

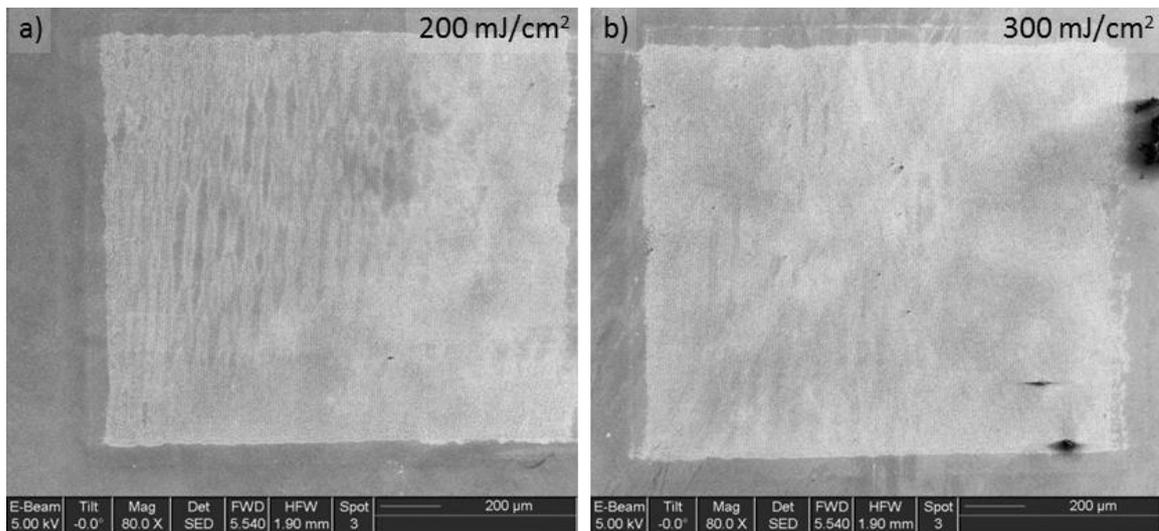


Abbildung 10.7: Punktmuster mit einer Periode von $4,5 \mu\text{m}$ auf einer feuerverzinnnten Probe (REM-Aufnahmen). Darstellung eines vollständigen Laserspots. a) Fluenz 250 mJ/cm^2 : Zu sehen ist eine periodische Modulation in der linken Hälfte des Spots. b) Fluenz 300 mJ/cm^2 : Die Modulation ist kaum noch sichtbar.

Für die Verschleiß- bzw. Kontaktwiderstandsmessungen wurden hexagonal texturierte Proben verwendet (s. Abbildung 10.8). Diese Art der Textur wurde insbesondere im Hinblick auf die Verschleißexperimente ausgewählt, da bei einem hexagonalen Muster im Vergleich zu einem Linienmuster eine weniger starke Richtungsabhängigkeit der tribologischen Eigenschaften zu erwarten ist. Die Proben wurden mit einer Periode von $7,5 \mu\text{m}$ texturiert, wobei die optimale Fluenz ca. 515 mJ/cm^2 betrug. Auf der feuerverzinnnten Probe ergab sich ein Aspektverhältnis von ca. 0,59, während dieses auf der stromlos verzinnnten Probe 1,02 betrug. Die Maxima bestanden aus wiedererstarteten Schmelzkugeln, die auf den Eckpunkten der hexagonalen Textur saßen. Im Falle der feuerverzinnnten Probe wurden diese Maxima durch Stege miteinander verbunden. Deren Breite entsprach in etwa dem Durchmesser der Schmelzkugeln (s. Abbildung 10.8 b). Auf den stromlos verzinnnten Proben hingegen, betrug die Stegbreite nur einen Bruchteil des Kugeldurchmessers. An einigen Stellen der Oberfläche befanden sich keine Schmelzkugeln auf den Eckpunkten der hexagonalen Textur. Stattdessen traten offene Poren auf, die bis zum Substrat reichten (Abbildung 10.8 d).

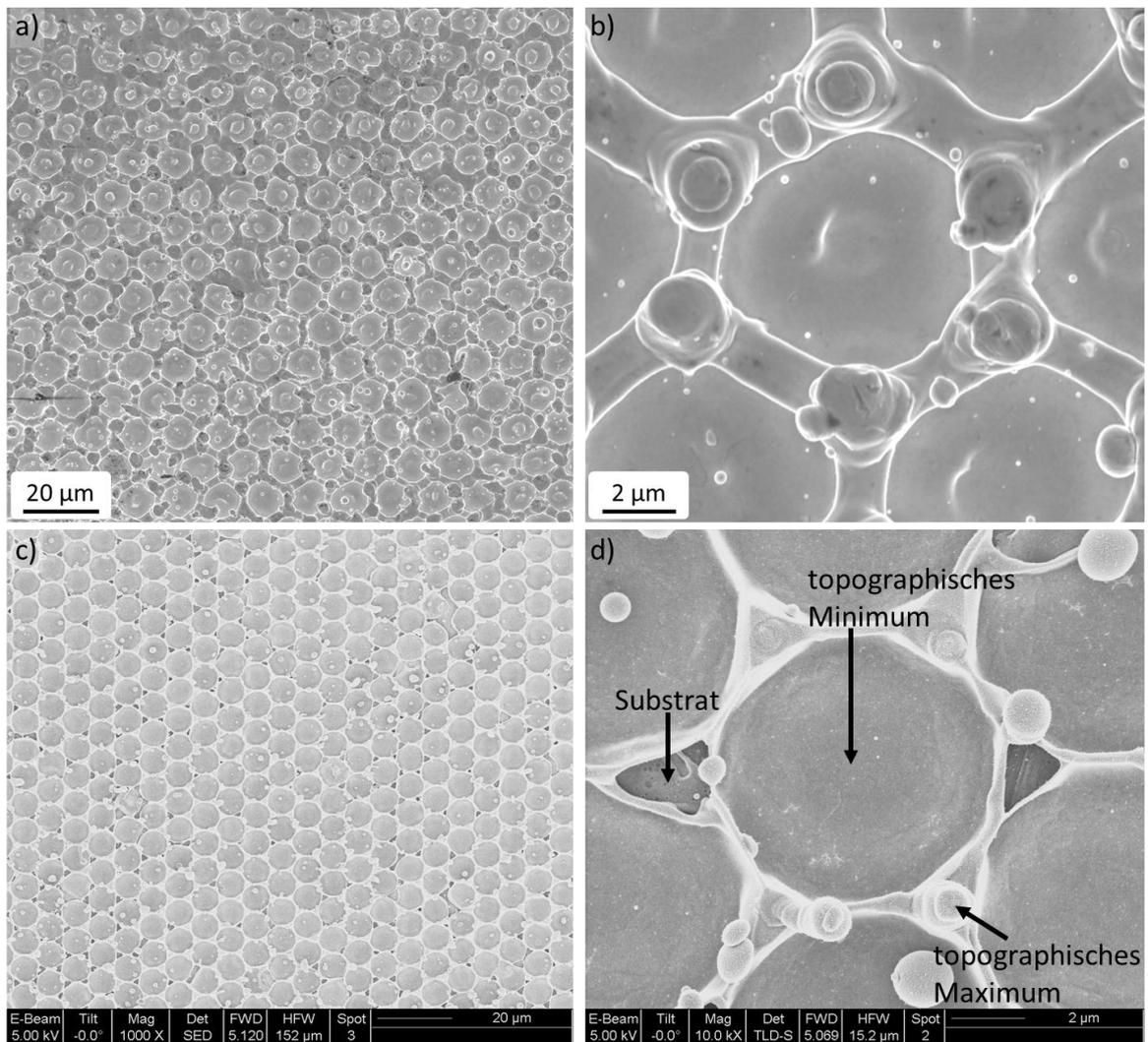


Abbildung 10.8: Punktmuster mit einer Periode von 7,5 µm auf feuerverzinnten (a, b) bzw. stromlos verzinnem (c, d) Kupfer (REM-Aufnahmen). Die Texturierung wurde mit einer Fluenz von 515 mJ/cm² durchgeführt.

10.4 Einfluss der Lasertexturierung auf die Mikrostruktur und die chemische Zusammensetzung

An den feuerverzinnten Proben des Materialsystems B14 SnPur wurden FIB-Querschnitte erzeugt, um einen Einblick in die Mikrostrukturveränderung durch die Lasertexturierung im Vergleich zum Referenzzustand zu erhalten. Alle Untersuchungen wurden dabei exemplarisch an den Proben mit Punktmuster durchgeführt, die auch in den späteren Experimenten Anwendung fanden.

In den untexturierten Proben konnte anhand von EDX-Messungen eine intermetallische Zwischenschicht nachgewiesen werden, die zwischen dem Kupfersubstrat und der Zinnschicht lag (s. Abbildung 10.9 a). Zudem existierten kleine Ausscheidungen innerhalb der

Zinnschicht, die während der Ionenpolitur teils zu Streifenbildung führten und im Sekundärelektronen-Kontrast die gleiche Graustufe wie die intermetallische Zwischenschicht hatten.

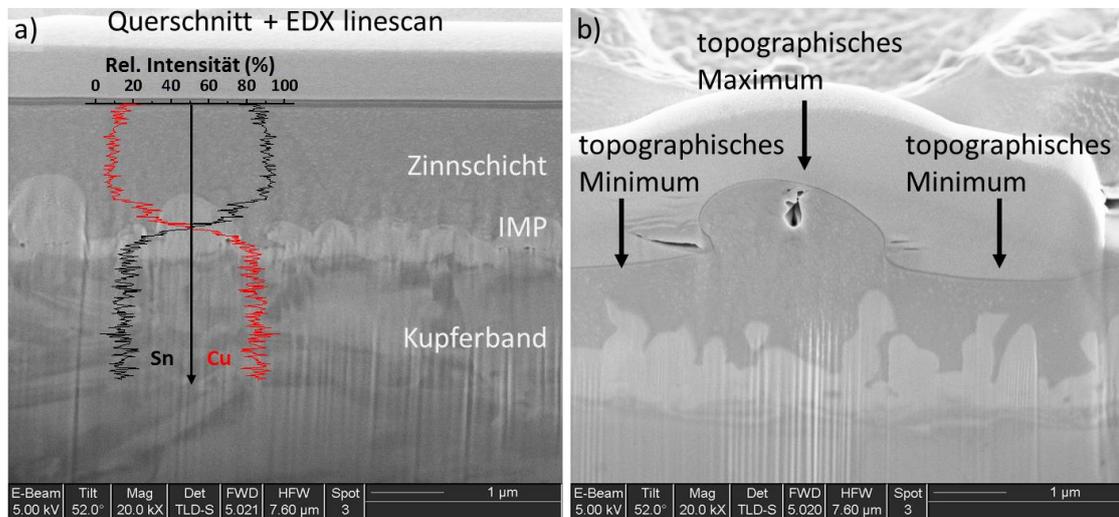


Abbildung 10.9: REM-Aufnahmen zweier FIB-Querschnitte an feuerverzinnnten Proben. a) Referenzzustand: Das Schichtsystem ist aufgebaut aus dem Grundmaterial (Kupferband), einer Zwischenschicht aus intermetallischer Phase (IMP) und einer darüber liegenden Zinnschicht. b) Texturierte Probe (Periode 7,5 µm): Der Schichtaufbau entspricht der Probe im Grundzustand. Die Zinnschicht weist eine laserinduzierte Topographie auf. Im Topographiemaximum ist eine Pore erkennbar [17].

Bei einer lasertexturierten Probe mit einer Periode von 7,5 µm ergab sich aus Sicht der Mikrostruktur ein vergleichbares Bild (s. Abbildung 10.9 b). Innerhalb der topographischen Maxima konnte das Vorhandensein von Poren nachgewiesen werden. Eine gezielte Veränderung intermetallischer Phasen wurde nicht beobachtet. Es lagen ebenfalls eine intermetallische Zwischenschicht und kleine Ausscheidungen innerhalb der Zinnschicht vor (s. Abbildung 10.10).

Querschnitte der untexturierten und lasertexturierten Ringe sind in Abbildung 10.11 dargestellt. Bedingt durch die geringe Schichtdicke und die kurzen Diffusionswege entstand bereits während der Herstellung ein großer Anteil intermetallischer Phase innerhalb der Zinnschicht. Die IMP lag in Form von Partikeln unterschiedlicher Größe dispergiert innerhalb der Zinnschicht vor.

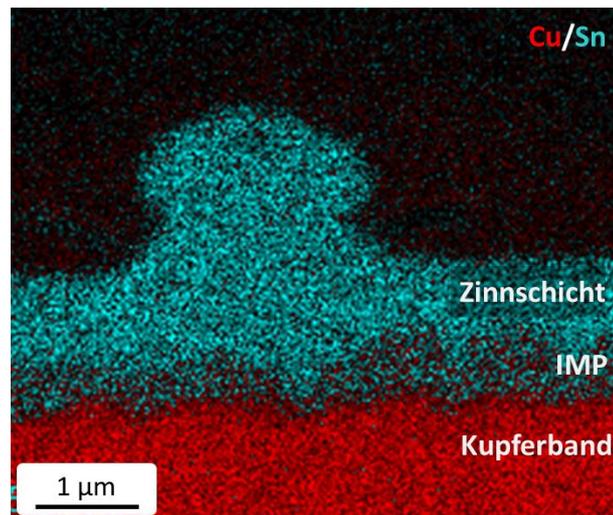


Abbildung 10.10: Elementverteilung im Querschnitt einer texturierten Probe (EDX-Mapping). Zu sehen sind das Basismaterial aus Kupfer (rot), die Deckschicht aus Zinn (cyan), sowie die dazwischen befindliche intermetallische Phase (IMP).

Die Querschnitte der lasertexturierten Probe zeigen einen ähnlichen Schichtaufbau. Kein wesentlicher Unterschied in der Morphologie der Deckschicht konnte zwischen Minima und Maxima festgestellt werden. Im Unterschied zum Grundzustand sind jedoch weniger kleine intermetallische Partikel erkennbar. Als mögliche Ursache hierfür wird die Koagulation der Partikel während des Texturierungsprozesses gesehen.

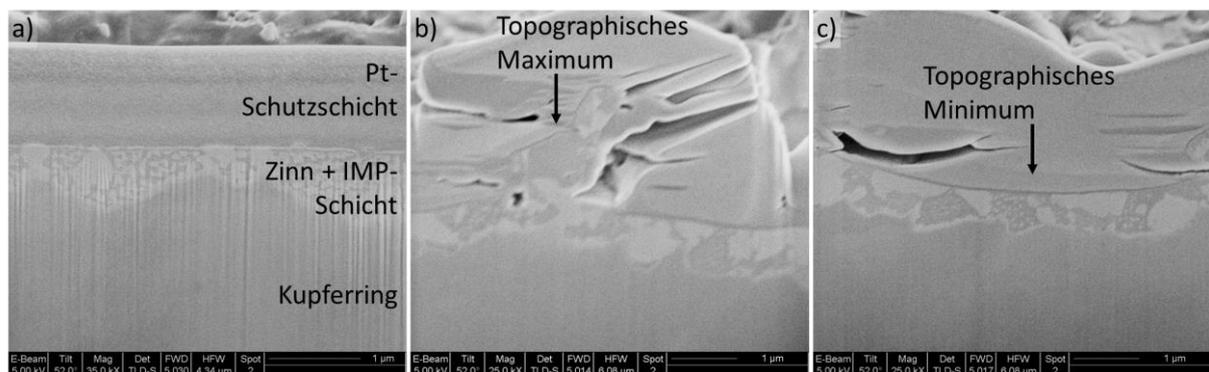


Abbildung 10.11: FIB-Querschnitte stromlos verzinneter Kupferringe (REM-Aufnahmen). a) Referenzzustand: Das Schichtsystem ist aufgebaut aus dem Grundmaterial (Kupfer) sowie einer Schicht, bestehend aus metallischem Zinn (dunkelgrau) und intermetallischer Phase (hellgrau, IMP). b) Topographisches Maximum einer lasertexturierten Probe (Periode 7,5 µm): Der Schichtaufbau entspricht der Probe im Referenzzustand. c) Topographisches Minimum mit gleichem Schichtaufbau.

Gestützt werden diese Ergebnisse durch eine Phasenanalyse mittels XRD an den feuerverzinneten und stromlos verzinneten Proben (s. Abbildung 10.12). Die drei stärksten Peaks der feuerverzinneten Probe lagen bei 30,5°, 31,7° und 44,8°. Unter diesen Winkeln sind auch die

stärksten Peaks von β -Zinn zu erwarten, die jeweils der (200)-, (101)- bzw. (211)-Ebene entsprechen. Weitere starke Peaks bei $43,7^\circ$ und $50,3^\circ$ konnten der (111)- bzw. (200)-Ebene von Kupfer zugeordnet werden.

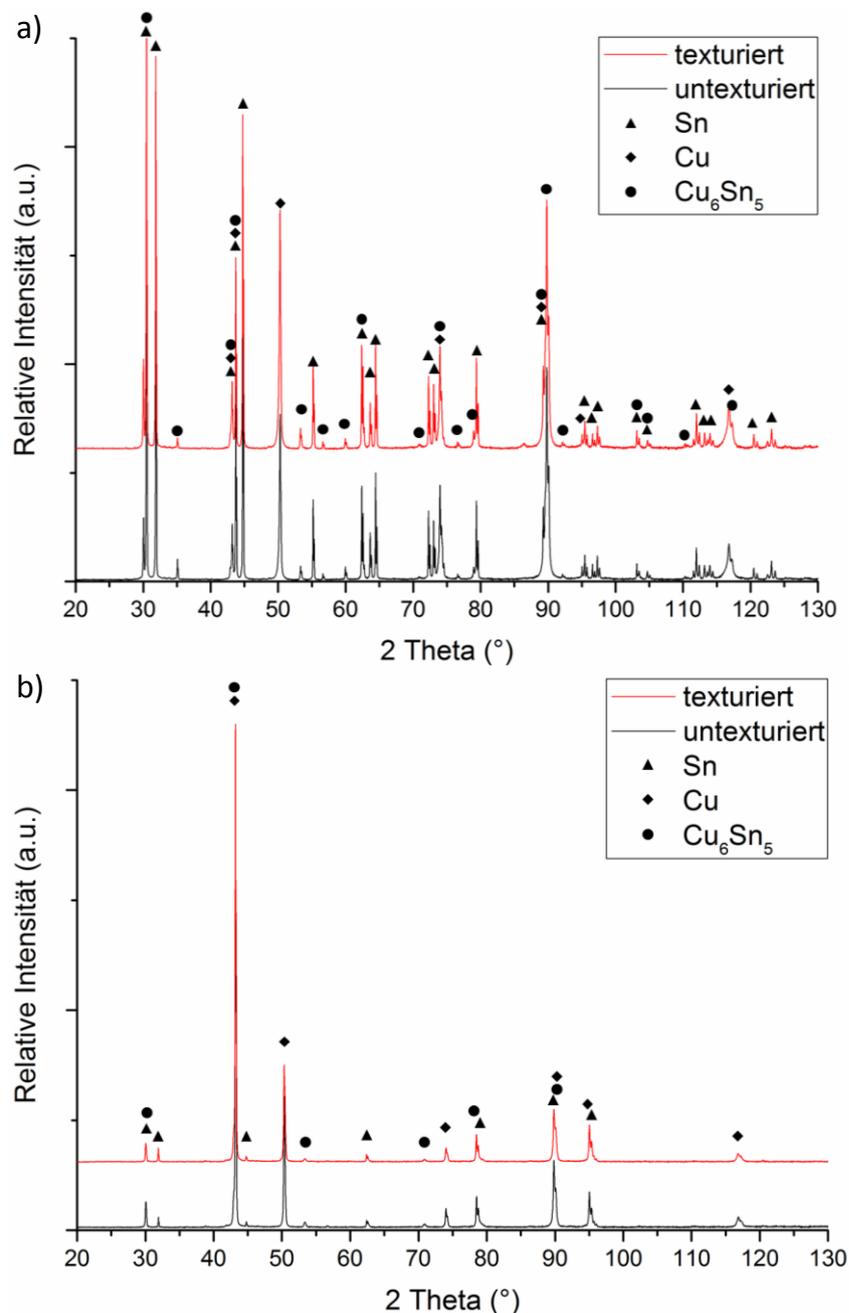


Abbildung 10.12: XRD-Ergebnisse vor und nach der Lasertexturierung (Periode $7,5 \mu\text{m}$). Aufgetragen ist die Intensität als Funktion des Beugungswinkels. Die Intensität ist dabei in unskalierten Einheiten angegeben (engl. *arbitrary units*, a.u.). a) Feuerverzinnte Probe (Fluenz: 355 mJ/cm^2); b) stromlos verzinnte Probe (Fluenz: 515 mJ/cm^2). Neben Zinn (▲) und Kupfer (◆) wurde auch die intermetallische Phase Cu_6Sn_5 (●) detektiert.

Die Reflexe der intermetallischen Phase Cu_6Sn_5 überschneiden sich teilweise mit denen der rein metallischen Kupfer- bzw. Zinnphase. So könnte der Peak im Bereich von $30,5^\circ$ auch der

(311)- oder (-113)-Ebene von Cu_6Sn_5 zugeordnet werden. Weiterhin entspricht ein Peak bei $43,0^\circ$ der (132)- bzw. (204)-Ebene, während bei $43,3^\circ$ der Peak der (510)- bzw. (-314)-Ebene erwartet wird. Alle signifikanten Peaks werden sowohl im Referenzzustand als auch nach der Lasertexturierung registriert. Die thermische Wirkung des Lasers hatte somit keine Bildung neuer intermetallischer Phasen zur Folge.

Bei der stromlos verzinnten Probe liegen grundsätzlich andere Intensitätsverhältnisse vor (Abbildung 10.12 b). Die Kupfer-Peaks überragen alle anderen Peaks deutlich, was bei der vergleichsweise geringen Schichtdicke (633 nm im Vergleich zu ca. $2\ \mu\text{m}$ auf der feuerverzinten Probe) zu erwarten war. Dennoch traten auch bei diesem Probenotyp die entsprechenden Peaks für β -Zinn und Cu_6Sn_5 auf. Eine laserinduzierte Phasenbildung konnte für die stromlos verzinnten Proben nicht nachgewiesen werden.

Eine eindeutige Zuordnung aller Peaks innerhalb der Messkurven war nicht möglich. Gründe hierfür können Überschneidungen mehrerer Reflexe unterschiedlicher Phasen, Peak-Verschiebungen aufgrund von Eigenspannungen und Mischkristallbildung, das Vorhandensein einer (kristallographischen) Textur, Peak-Verbreiterung durch kleine Korngrößen und/oder hoher Defektdichten sein [154].

Selbst bei den mit einer Periode von $18\ \mu\text{m}$ texturierten Proben, die mit der höchsten Fluenz aller feuerverzinten Proben texturiert wurden, trat keine gezielte Bildung intermetallischer Phasen auf. Allerdings wurde eine besonders intensive Porenbildung innerhalb der Maxima beobachtet.

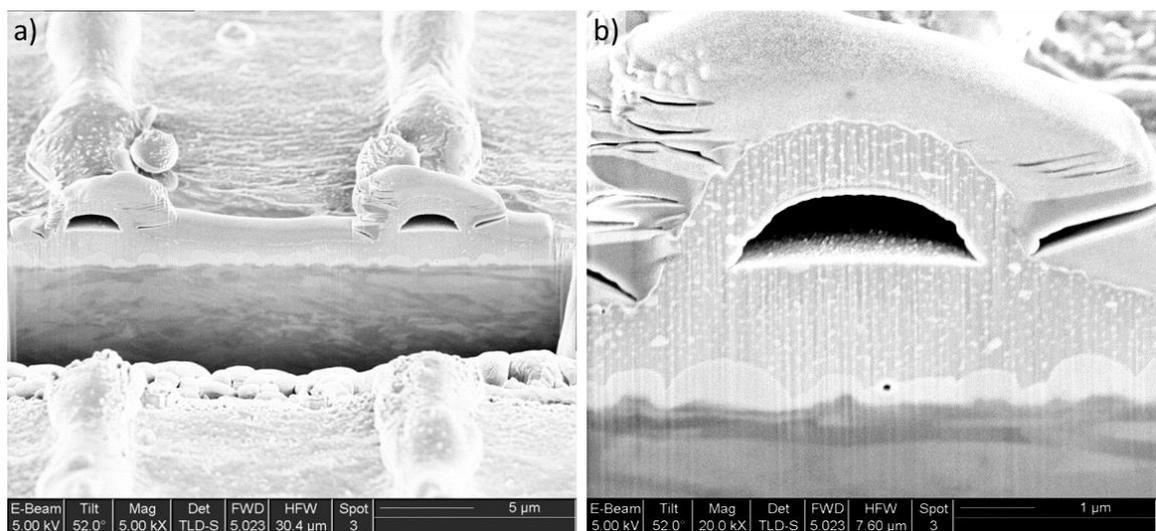


Abbildung 10.13: FIB-Querschnitte an texturierten, feuerverzinten Proben mit Linienmuster und einer Periode von $18\ \mu\text{m}$ (REM-Aufnahmen). Die Fluenz betrug $455\ \text{mJ/cm}^2$. Im Querschnitt erkennbar ist eine starke Porenbildung innerhalb der topographischen Maxima. a) Übersicht, b) Detailaufnahme.

Wie in Abschnitt 2.2 beschrieben, hat das Vorhandensein von Fremdschichten einen wesentlichen Einfluss auf das Verhalten des elektrischen Kontaktwiderstands. Eine interessante Fragestellung war daher, welchen Einfluss die Lasertexturierung auf die native Oxidschicht hatte, die auf der Zinnoberfläche vorlag. Dies wurde anhand von STEM und SIMS näher untersucht. Die STEM-Aufnahmen zeigen deutlich, dass das Oxidschichtwachstum durch die Temperaturerhöhung während der Lasertexturierung gefördert wurde (s. Abbildung 10.14). Dabei war die Oxidschicht im topographischen Minimum ca. dreimal so dick wie die native Schicht im Referenzzustand, während die Schichtdicke im topographischen Maximum um einen Faktor von ca. 4,5 zunahm.

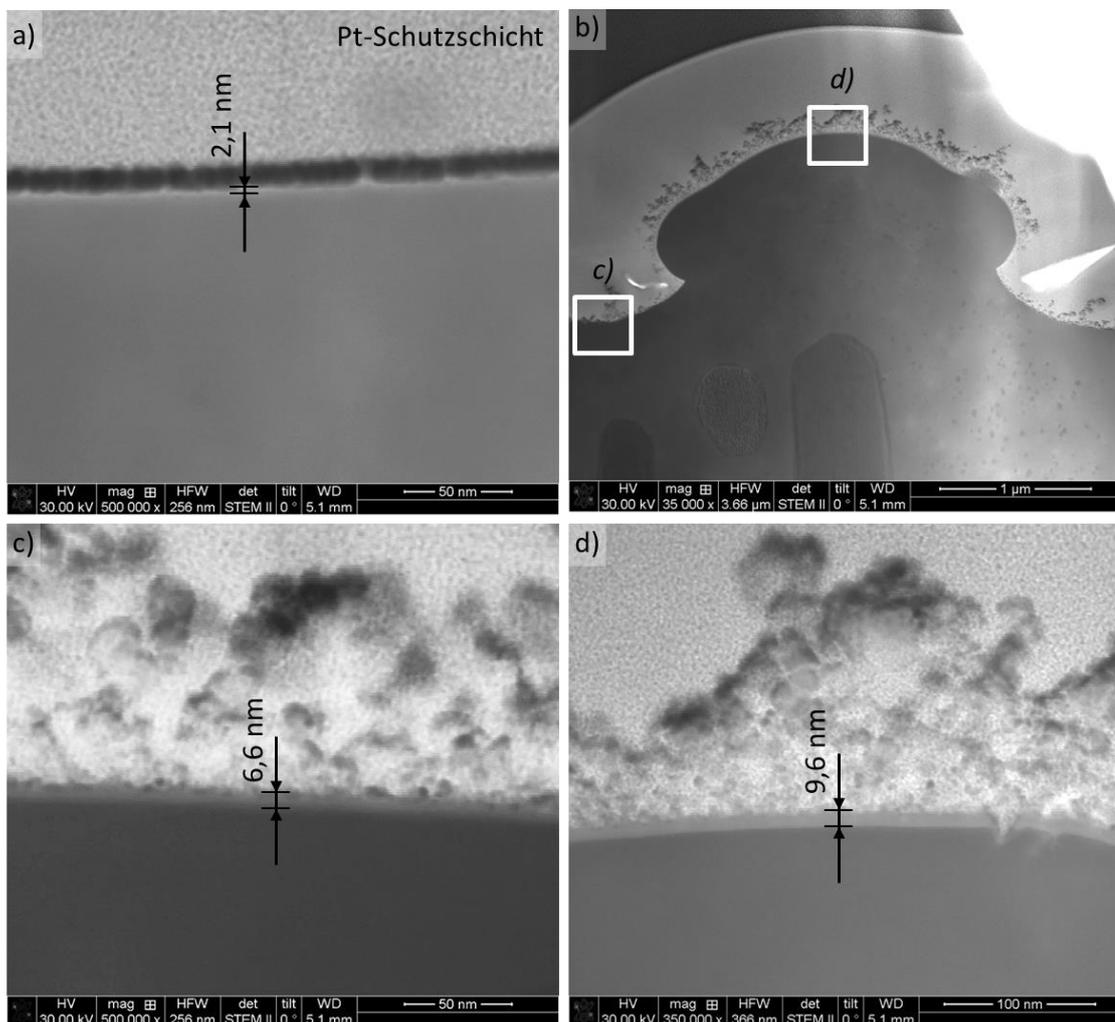


Abbildung 10.14: Querschnitt der Probenoberfläche einer feuerverzinnten Probe vor und nach Texturierung (STEM Hellfeld-Aufnahmen). a) Untexturierte Probe mit einer nativen Oxidschicht der Dicke 2,1 nm; b) Übersichtsaufnahme der texturierten Probe (Fluenz: 355 mJ/cm²); c) topographisches Minimum der texturierten Probe mit einer Oxidschichtdicke von ca. 6,6 nm; d) topographisches Maximum der texturierten Probe mit einer Oxidschichtdicke von ca. 9,6 nm.

Die SIMS-Messungen decken sich mit den Resultaten der STEM-Untersuchung. Gemessen wurde das Sauerstoffsignal in Abhängigkeit von der Sputtertiefe, anhand dessen entsprechende Maps erstellt wurden (s. Abbildung 10.15). Der in beiden Fällen beobachtete Anstieg der Intensität des Sauerstoffsignals nach der ersten Schnittebene hängt mit dem Messprinzip selbst zusammen, da die Sputterrate zunächst einen Gleichgewichtszustand erreichen muss. In den weiteren Schnittebenen sank die Intensität des Sauerstoffsignals merklich ab, wobei deutliche Unterschiede zwischen untexturierter und texturierter Probe erkennbar waren. Die Intensität des Sauerstoffsignals sank im Falle der untexturierten Probe bereits in der vierten Schnittebene auf unter 5 % der Maximalintensität ab.

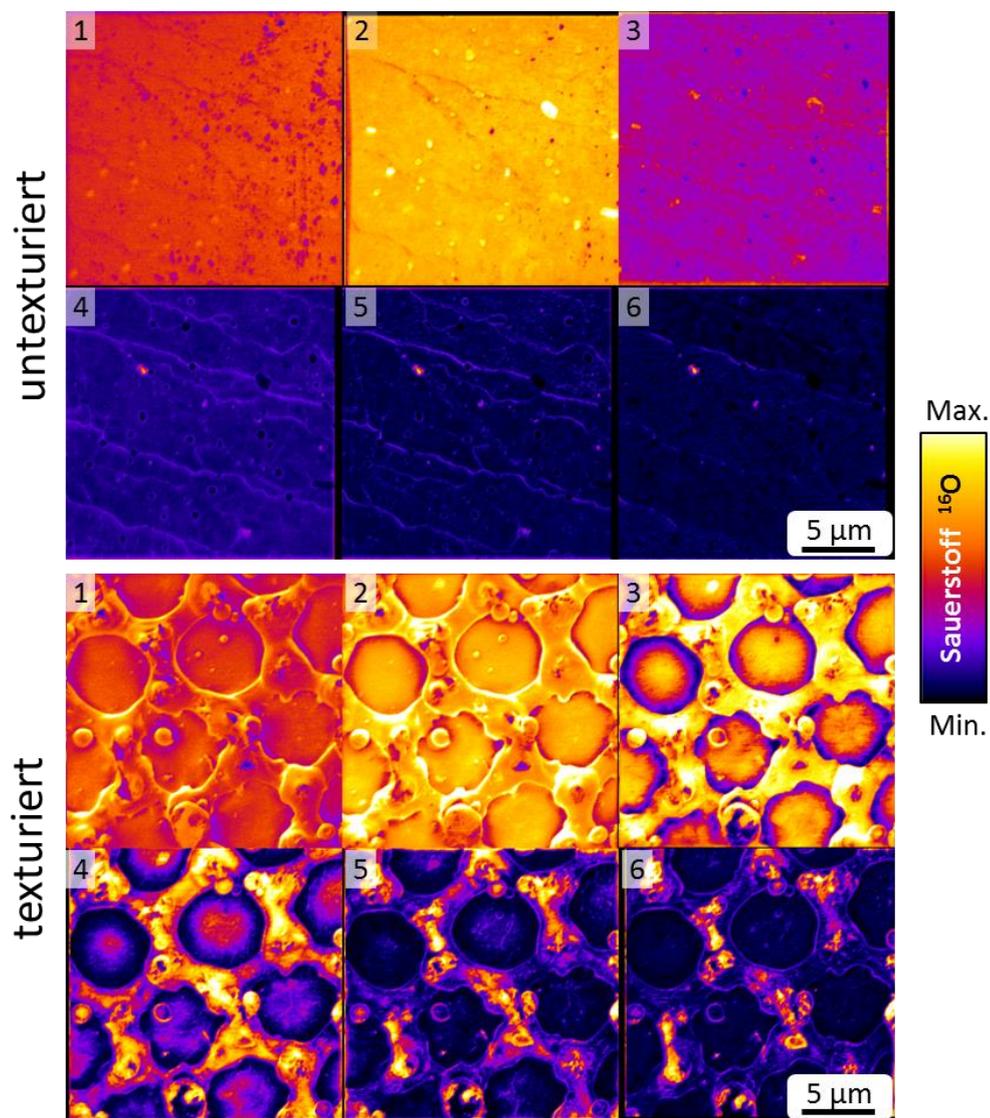


Abbildung 10.15: SIMS-Maps des Sauerstoff(^{16}O)-Signals für sechs Ebenen einer untexturierten und einer texturierten feuerverzinneten Probe im Ausgangszustand. Erste Ebene jeweils links oben; sechste Ebene jeweils rechts unten. Abgetragen wurden ca. 10 nm.

Auf der texturierten Probe ist zwischen den topographischen Maxima und Minima zu differenzieren, wobei die Intensität in beiden Fällen langsamer abnahm, als im untexturierten Fall. In den Maxima betrug die Intensität in der sechsten Schnittebene noch ca. 25 % der Maximalintensität, während diese in den Minima nur noch ca. 9 % betrug. In Übereinstimmung mit den Ergebnissen der STEM-Messungen deutet dies auf ein laserinduziertes Oxidschichtwachstum hin.

Die Wirkung der Lasertexturierung auf die mechanischen Eigenschaften wurde anhand von Indentationsexperimenten untersucht. Dazu wurden zwei Arten von Experimenten durchgeführt (s. Abschnitt 9.7.3). Die Härte und der E-Modul einer Probe im Ausgangszustand wurden mittels eines Nanoindenters mit Berkovich-Spitze geprüft. Um den Substrateinfluss auszuschließen, wurde lediglich innerhalb der ersten 100 nm gemessen, was weniger als 10 % der Schichtdicke entspricht. Die Zinnschicht wies dabei eine Härte von $0,53 \pm 0,11$ GPa auf, während der E-Modul $39,4 \pm 3,6$ GPa betrug. Dies liegt in der Größenordnung der Literaturwerte, die anhand vergleichbarer Experimente ermittelt wurden (Härte: $0,22 \pm 0,03$ GPa, E-Modul: $46,9 \pm 2,7$ GPa [71]).

Auf den lasertexturierten Proben konnten mittels Nanoindentation keine absoluten Kennwerte bestimmt werden. Grund hierfür war die starke Topographie in Kombination mit dem komplexen Schichtaufbau und der sehr leichten Verformbarkeit des Zinns. Der Berkovich-Indenter glitt an den Flanken der Topographiemaxima während der Messung ab. Auch die Porenbildung stellte bei der Messung der mechanischen Eigenschaften ein Problem dar. In den Topographieminima wirkte sich die irreguläre Schichtdicke der intermetallischen Phasen zudem negativ auf die Streuung der Messergebnisse aus. All diese Faktoren ließen keine reproduzierbaren Messungen zu.

Um einen qualitativen Vergleich zwischen texturiertem und untexturiertem Zustand ziehen zu können, wurde ein weiteres Experiment mit einer sphärischen Indentergeometrie verwendet (Radius 1,5 mm). Ziel war es dabei eine integrale Antwort des gesamten Schichtsystems auf das Eindringen des sphärischen Prüfkörpers zu erhalten. Die Ergebnisse dieser Messungen sind in Abbildung 10.16 dargestellt. Die mechanischen Eigenschaften sind dabei relativ zueinander angegeben (normiert auf den Referenzzustand). Die Lasertexturierung führte demnach zu einer Erweichung des Materials. Die texturierten Proben wiesen eine um ca. 71 % reduzierte Härte auf. Der E-Modul sank durch die Laserbehandlung auf 48 % des Referenzwertes ab.

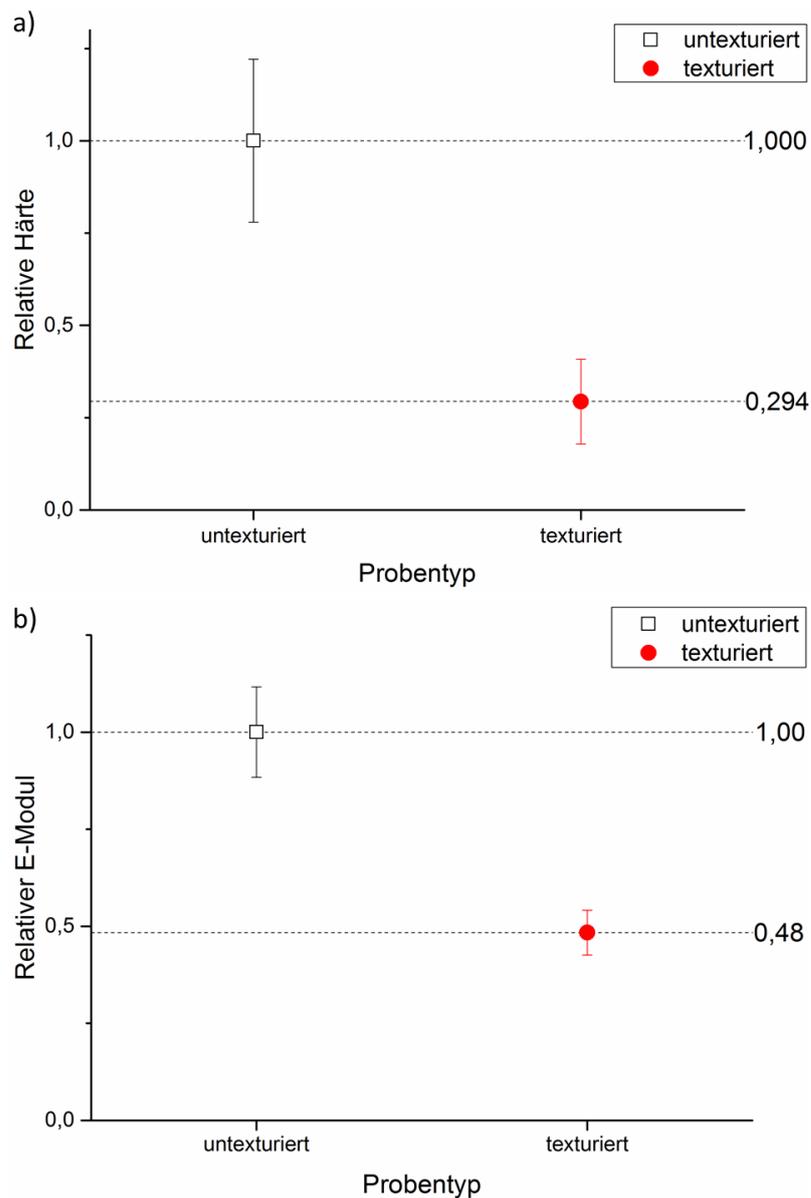


Abbildung 10.16: Mechanische Eigenschaften der untexturierten bzw. texturierten feuerverzinneten Proben. a) relative Härte, b) relativer E-Modul. Härte und E-Modul wurden dabei auf die Werte des untexturierten Referenzzustands normiert.

10.5 Thermische Simulation

Das Temperaturfeld während der Lasertexturierung hat wesentlichen Einfluss auf die resultierende Topographie und Mikrostruktur des bestrahlten Materials. Die thermische Simulation mittels Finite-Elemente-Methode (FEM) ermöglicht näherungsweise die Berechnung dieses Temperaturfelds. Durch Abgleich mit dem binären Phasendiagramm Kupfer-Zinn kann auf die potentielle Entstehung von Phasen innerhalb dieses Systems geschlossen werden.

Zunächst wird die auf der Oberfläche vorliegende Maximaltemperatur in Abhängigkeit von der Periode für unterschiedliche Fluenzen und Schichtdicken betrachtet (s. Abbildung

10.17). Daraus lässt sich ableiten, ob die Zinnschicht oberflächlich aufgeschmolzen wurde, was im gegebenen experimentellen Aufbau eine notwendige Voraussetzung für das Ausbilden einer Textur mit merklicher Topographie ist.

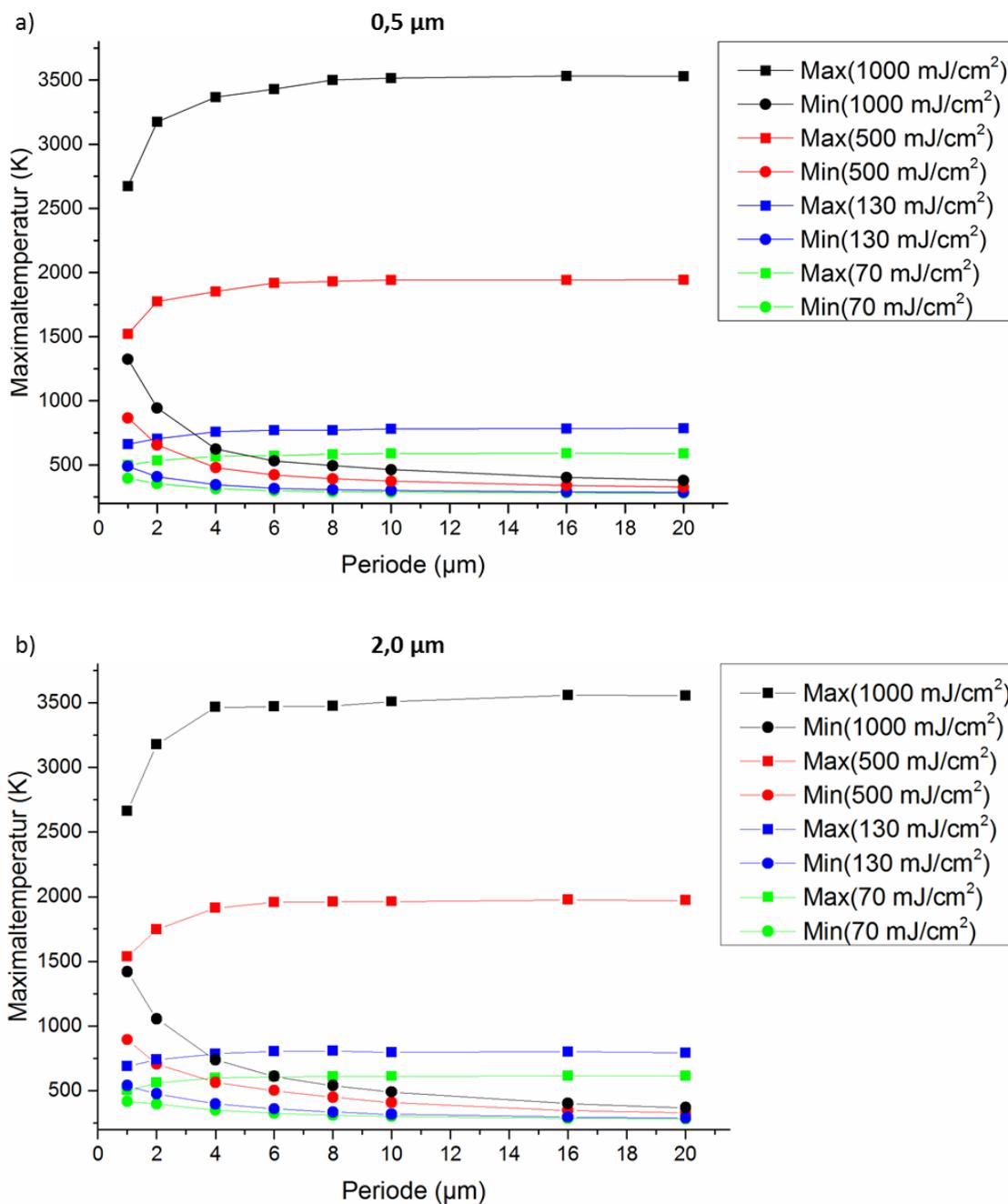


Abbildung 10.17: Maximaltemperaturen an der Probenoberfläche im Intensitätsmaximum/-minimum als Funktion der Periode für Fluenzen zwischen 70 und 1000 mJ/cm². a) Zinnschichtdicke 0,5 µm; b) Zinnschichtdicke 2,0 µm.

Die Simulationsergebnisse zeigen einen prinzipiell gleichen Kurvenverlauf für beide gewählten Schichtdicken. Im Intensitätsmaximum wurde ein Anstieg der erreichten Temperaturen mit größer werdender Periode beobachtet. Dies ist deutlich für Perioden bis 8 μm sichtbar, während die Kurven bei noch höheren Perioden abflachten und einem Sättigungswert entgegen strebten. Je höher die Fluenz, desto höher fiel dieser Temperaturanstieg mit steigender Periode aus. Auf der 2,0 μm dicken Zinnschicht ergab sich beispielsweise bei einer Fluenz von 1000 mJ/cm^2 ein Temperaturanstieg von 893 K, wenn die Periode von 1 μm auf 20 μm erhöht wurde. Wurde eine Fluenz von 70 mJ/cm^2 angenommen, betrug der Anstieg hingegen nur 113 K.

Im Intensitätsminimum ergab sich ein gespiegelter Kurvenverlauf: Die Temperatur nahm mit steigender Periode ab. Je höher die Fluenz und je größer die Periode, desto größer war der Temperaturunterschied zwischen Maximum und Minimum.

Um abschätzen zu können, wie viel Zeit der Texturierungsvorgang in Anspruch nimmt, wurde die Zeitspanne simuliert, während der flüssige Phase innerhalb der Zinnschicht vorlag. Die Schmelzdauer für das Intensitätsmaximum ist in Abbildung 10.18 dargestellt. Der Kurvenverlauf war für beide Schichtdicken tendenziell gleich. Mit zunehmender Periode nahm die Schmelzdauer zu, wobei der Anstieg bei höheren Fluenzen stärker ausfiel. Absolut gesehen war die Schmelzdauer auf der Probe mit der 2,0 μm dicken Zinnschicht signifikant höher, verglichen mit der dünner beschichteten Probe (bspw. bei 1000 mJ/cm^2 : $t(2,0 \mu\text{m}) = 0,36 \mu\text{s}$, $t(0,5 \mu\text{m}) = 0,12 \mu\text{s}$). Die Ursache dieses Unterschieds ist der starke Substrateinfluss bei der dünner beschichteten Oberfläche. Eine Sättigung des Kurvenanstiegs in Abhängigkeit von der Periode wurde nur im Falle der niedrigen Fluenzen (70 und 130 mJ/cm^2) erreicht.

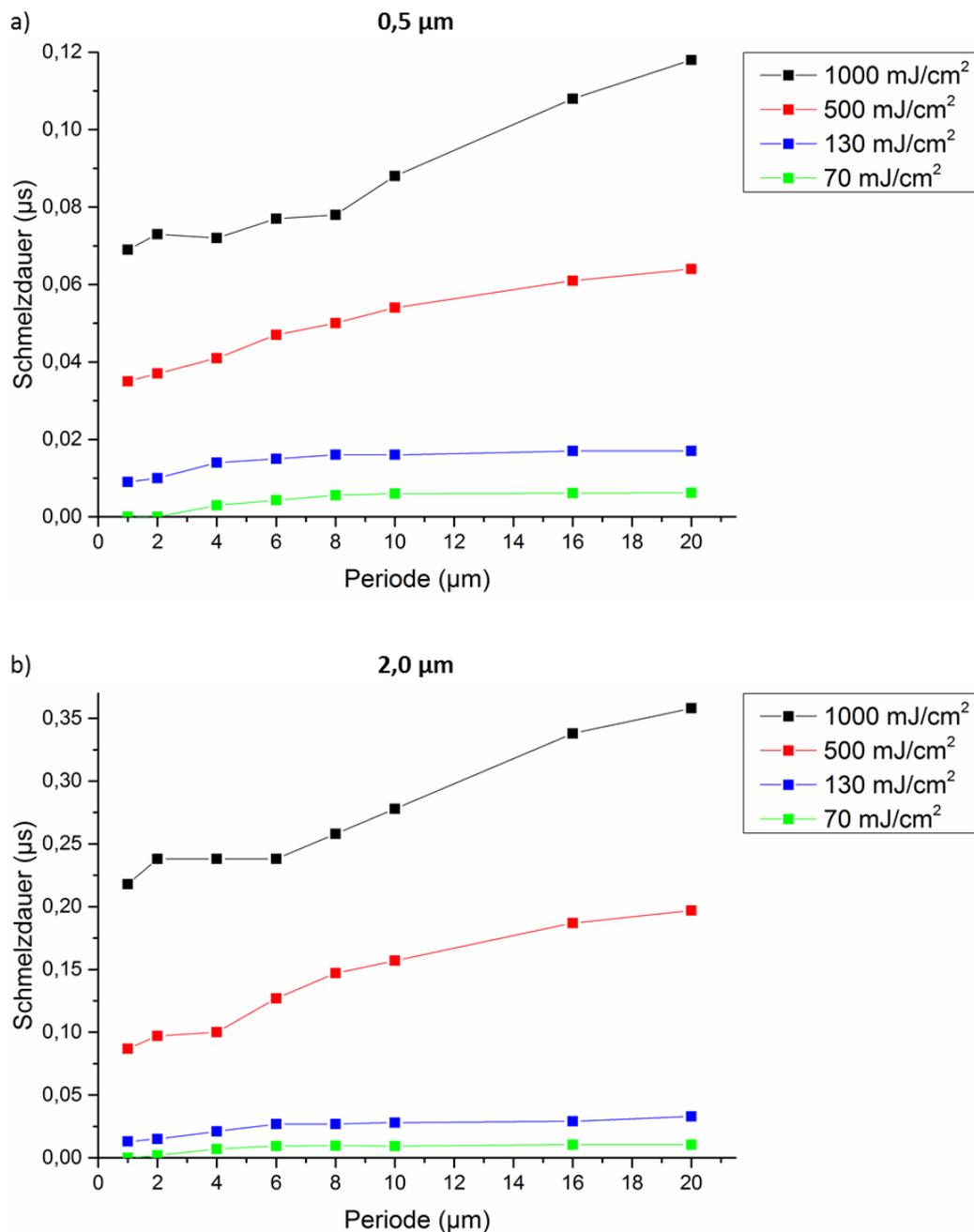


Abbildung 10.18: Schmelzdauer im Intensitätsmaximum als Funktion der Periode für Fluenzen zwischen 70 und 1000 mJ/cm^2 . a) Zinnschichtdicke 0,5 μm ; b) Zinnschichtdicke 2,0 μm .

Da die Tiefe der Schmelzfront im gegebenen Materialsystem experimentell nicht ohne weiteres ermittelt werden kann, wurde die Maximaltiefe der 505 K-Isotherme simuliert (s. Abbildung 10.19). Diese Temperatur entspricht der Schmelztemperatur von Zinn, weshalb die Isotherme ein Maß für die Schmelztiefe im Intensitätsmaximum innerhalb der Zinnschicht darstellt. Die Maximaltiefe der Isotherme nahm in beiden Fällen mit steigender Periode zu. Dies galt insbesondere für die hohen Fluenzen (500 und 1000 mJ/cm^2), deren Temperaturverläufe keinen Sättigungswert erreichten. Bei einer Zinnschichtdicke von 0,5 μm wurde die Schmelz-

temperatur bei einer Fluenz von 500 mJ/cm^2 überschritten. Im Intensitätsmaximum wurde die Zinnschicht demnach bis zum Substrat aufgeschmolzen. Im Falle der dickeren Beschichtung kam es für keine der simulierten Fluenzen oder Perioden zum Aufschmelzen der Zinnschicht bis zum Substrat.

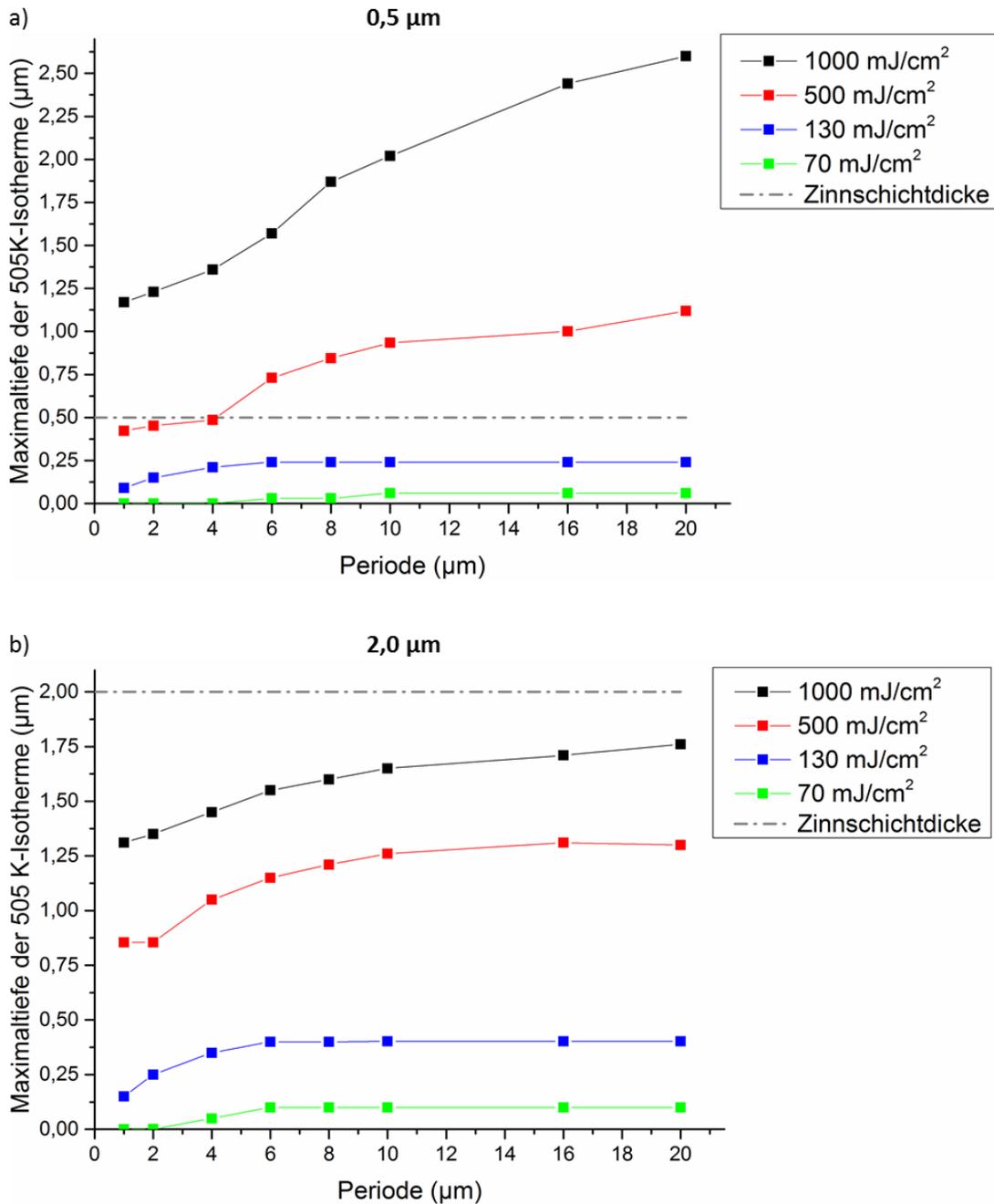


Abbildung 10.19: Maximaltiefe der 505 K-Isotherme im Intensitätsmaximum als Funktion der Periode für Fluenzen zwischen 70 und 1000 mJ/cm^2 . a) Zinnschichtdicke 0,5 μm ; b) Zinnschichtdicke 2,0 μm .

10.6 Diskussion: Laserinterferenztexturierung

Der Mechanismus der Topographieausbildung durch Laserinterferenztexturierung nach Lagnani wurde in Abschnitt 6.7 beschrieben [111]. Die in Abbildung 6.8 gezeigten Regime wurden zum Teil auch experimentell beobachtet. Dies wird am Beispiel der feuerverzinnnten Kupfer-Proben mit einer Linientextur (Periode 9 μm) diskutiert.

Regime I, die thermisch bedingte Verformung der Zinnschicht ohne Auftreten der Schmelzphase, trat bei geringen Fluenzen auf ($< 250 \text{ mJ/cm}^2$, s. Abbildung 10.3 a und b). In diesem Regime fand noch keine deutliche Topographiebildung statt (Aspektverhältnis von 0,10).

Eine Erhöhung der Fluenz ($\geq 250 \text{ mJ/cm}^2$) führte zum Aufschmelzen der Zinnschicht und damit zum Erreichen von Regime II (s. Abbildung 10.3 d bis f). Wie durch thermische Simulationen im Rahmen dieser Arbeit gezeigt wurde, beträgt der Temperaturgradient zwischen Minima und Maxima bis zu mehreren 100 K, was über die Marangoni-Konvektion zur Entstehung einer Topographie führt (s. Abschnitt 10.5) [123]. Ein Übergang zwischen Regime I und II ist in Abbildung 10.3 b) dargestellt. Am Rande des Laserspots traten, bedingt durch Schwankungen der Intensität, beide Regime nebeneinander auf.

Das Aufschmelzen des Substrats (Regime III) wurde mit den experimentell verwendeten Fluenzen (max. 800 mJ/cm^2) bei den feuerverzinnnten Proben nicht beobachtet.

Vom idealen Modell abweichend kam es beim Zusammentreffen zweier Schmelzfronten während des Texturierungsprozesses zum Wegspritzen von Material. Dies ist die Ursache für das Vorhandensein wiedererstarteter Schmelztropfen und Unregelmäßigkeiten in den Topographiemaxima. Dieser Effekt macht sich vor allem bei hohen Fluenzen bemerkbar, bei denen viel Energie in das System eingebracht wird, aber auch bei kleinen Perioden, bei denen die Abstände zwischen den einzelnen Schmelzfronten sehr gering sind (s. Abbildung 10.3 f).

Ein weiterer Effekt, der auftreten kann, ist die Porenbildung im Topographiemaximum. Beim Zusammentreffen der Schmelzfronten erstarrt das Material so schnell, dass die dazwischen befindliche Luft nicht entweichen kann. Insbesondere bei großen Perioden, d.h. wenn große Mengen schmelzflüssigen Materials bewegt werden, ist dies zu beobachten (s. Abbildung 10.13 b).

Da das Interferenzmuster aufgrund des ungleichmäßigen Intensitätsprofils des Laserstrahls nicht perfekt ist, kommt es zu lokal unterschiedlichen Intensitäten auf der Probenoberfläche, was zusätzlich zur Inhomogenität der Textur beiträgt. Im verwendeten Aufbau kann der Einfluss dieser Fehlerquelle durch geeignete Linsen und dem Einsatz von Masken minimiert werden, indem nur der homogenste Teil des Laserspots zur Texturierung genutzt wird.

Es gilt darauf zu achten, die verwendete Maske so nahe wie möglich zur Probenoberfläche zu positionieren, um die Auswirkung der Beugungseffekte an den Maskenrändern zu minimieren.

Ein zusätzlicher Faktor, der die Homogenität der erzeugten Textur beeinflusst, ist die Oberflächenqualität des Ausgangsmaterials. Folgende Abbildung zeigt zwei verzinnte Proben, die, abgesehen von der Rauheit der ursprünglichen Oberfläche, bei sonst gleichen Bedingungen texturiert wurden (s. Abbildung 10.20).

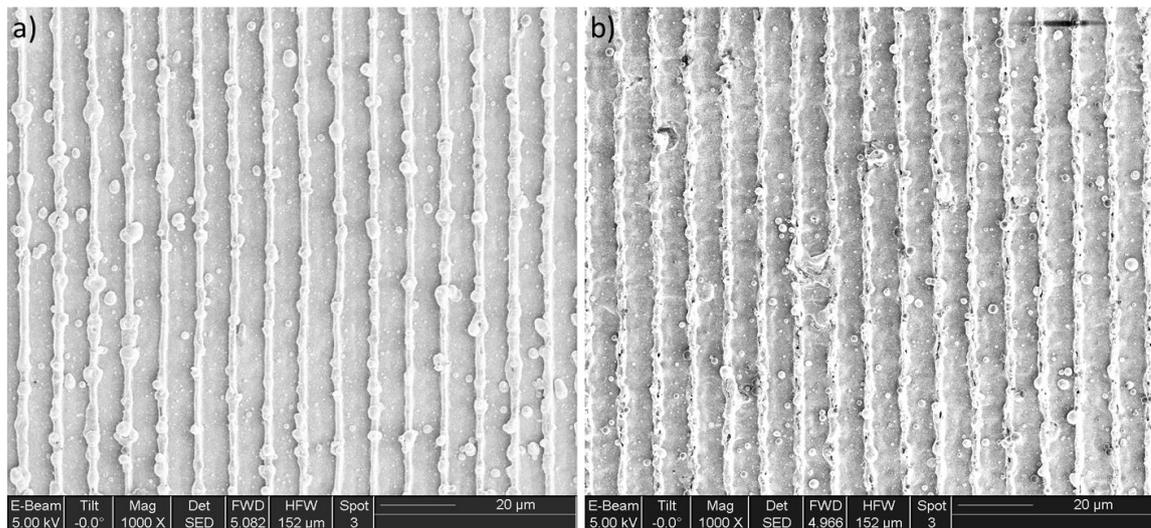


Abbildung 10.20: Verzinste Proben unterschiedlicher Rauheit nach Texturierung mit einer Periode von $9\ \mu\text{m}$ (REM-Aufnahmen). Rauheit des Ausgangsmaterials: a) $R_{\text{rms}} = 15,3 \pm 4,4\ \text{nm}$, b) $R_{\text{rms}} = 258,9 \pm 23,7\ \text{nm}$.

Die Rauheit R_{rms} der in Abbildung 10.20 b) dargestellten Probe lag im Ausgangszustand in der Größenordnung der verwendeten Wellenlänge des Lasers ($355\ \text{nm}$). Durch Mehrfachreflexion an den Asperiten der rauen Oberfläche kommt es in diesem Fall zu einem sichtbar inhomogeneren Erscheinungsbild der Textur im Vergleich zur Probe mit geringer Rauheit (s. Anlage A4). Eine hohe Oberflächengüte stellt daher ein wichtiges Kriterium zur Erzielung homogener Texturen dar.

Mehrfachreflektion tritt auch bei der Herstellung von Kreuzturen auf. Der Laserstrahl wird beim zweiten Schuss an der bereits vorhandenen Textur reflektiert, was zu einer erhöhten Absorption der Laserstrahlung durch die Materialoberfläche führt. In Kombination mit dem niedrigen Schmelzpunkt von Zinn führt dies zum Aufschmelzen der ursprünglichen Textur, sodass sich keine homogene Kreuztextur herstellen lässt (s. Abbildung 10.5).

Zudem stellen die in Abbildung 10.7 gezeigten periodischen Schwankungen im Drei-Strahl-Interferenz-Aufbau einen weiteren Störfaktor dar. Diese Modulation liegt im prinzipiellen Versuchsaufbau begründet. Die einzelnen Teilstrahlen passieren eine unterschiedliche

Anzahl optischer Elemente, wie Strahlteiler oder Spiegel. Die Optiken sind nicht perfekt, sodass die einzelnen Teilstrahlen nicht exakt dieselbe Leistung besitzen, wenn diese auf der Probenoberfläche interferieren. Dies äußert sich in der beobachteten langwelligen Modulation der Topographie, die zusätzlich zur eigentlichen Textur auftritt. Um diesem Effekt entgegenzuwirken, würde eine separate Leistungsanpassung eines jeden Teilstrahls Abhilfe schaffen. Die praktische Umsetzung ist allerdings nicht ohne weiteres möglich, da im komplexen experimentellen Aufbau bei Dreistrahl-Interferenz nur wenig Raum für zusätzliche optische Elemente besteht.

Neben der rein topographischen Modifikation der Zinnoberfläche und der damit verbundenen experimentellen Hürden, hat die Lasertexturierung auch Auswirkungen auf die chemische Zusammensetzung und die Mikrostruktur des Materials.

Während des Texturierungsprozesses können auf der Probenoberfläche Temperaturen von mehr als 3000 K erreicht werden, wie anhand der Simulationsergebnisse demonstriert wurde (s. Abbildung 10.17). Dies regt unter anderem ein Oxidschichtwachstum an, wie die Ergebnisse der STEM- und SIMS-Untersuchungen zeigen (s. Abbildung 10.14 und Abbildung 10.15). Die Oxidschicht auf den topographischen Maxima ist dabei dicker, als in den topographischen Minima, obwohl die Maximaltemperaturen in den Tälern der Textur am größten sind (s. Abbildung 10.17). Die thermischen Simulationen zeigen, dass bei den verwendeten Versuchsparametern ein Temperaturgradient zwischen Intensitätsminimum und -maximum in der Größenordnung von $10^2 - 10^3$ K vorliegen kann (Periode: 7,5 μm , Fluenz: 355 bzw. 515 mJ/cm^2). Aufgrund der niedrigeren Zinnschichtdicke im Topographieminimum kann die Wärme dort schneller in das thermisch hochleitfähige Kupfersubstrat diffundieren. Im Topographiemaximum sind die Diffusionswege hingegen länger und es steht mehr Zeit für das Oxidschichtwachstum zur Verfügung. Die im Vergleich zum Ausgangszustand dickere Oxidschicht hat allerdings keine Erhöhung der Indentationshärte bzw. des E-Moduls zur Folge, da die Schichtdicke weniger als 10 nm beträgt (s. Abbildung 10.16). Gegenteilig sorgt die Texturierung sogar für ein Absinken beider mechanischer Kennwerte, was in Abschnitt 12.4 im Zusammenhang mit der Simulation des elektrischen Kontaktes weiter diskutiert wird.

Im Rahmen anderer Veröffentlichungen wurde überdies von der gezielten Bildung intermetallischer Phasen in dünnen Multischichtsystemen mittels Laserinterferenzmetallurgie berichtet (z.B. Al-Cu [162], Ni-Al [121], Ti-Al [163]). An dem in dieser Arbeit untersuchten Materialsystem (Kupfer mit einfacher Zinnbeschichtung, keine Multilagen) wurde eine solch gezielte Phasenbildung nicht beobachtet. XRD-Messungen zeigten, dass die intermetallische Phase Cu_6Sn_5 bereits im Ausgangszustand vorhanden war und keine neuen Phasen durch die Laser-

texturierung erzeugt wurden (s. Abbildung 10.12). Zinn hat einen relativ niedrigen Schmelzpunkt (ca. 232 °C) und kann daher nur mit niedrigen Fluenzen texturiert werden, sofern homogene Texturen gefordert sind. Im Falle der feuerverzinnnten Proben (Schichtdicke von ca. 2 µm, Fluenz: 355 mJ/cm²) reichte dies nicht aus, um das Zinn bis zum Substrat aufzuschmelzen. Auch die intermetallische Schicht blieb unversehrt. Diese experimentelle Beobachtung wird durch Simulationsergebnisse gestützt, die zeigen, dass die Schmelztiefe bei der verwendeten Fluenz deutlich unterhalb von 2 µm lag (s. Abbildung 10.19). Noch höhere Fluenzen würden zwar eine höhere Schmelztiefe ermöglichen, jedoch zeigten die in dieser Arbeit durchgeführten Experimente, dass sich in diesem Falle keine homogenen Texturen erzeugen lassen. Eine Option wäre daher eine Verringerung der Schichtdicke.

Die stromlos verzinnnten Ringe mit einer Schichtdicke von ca. 633 nm wurden mit einer Fluenz von 515 mJ/cm² texturiert, um eine homogene Textur mit der Periode 7,5 µm zu erzeugen. Dabei wurde die Schicht bis zum Substrat aufgeschmolzen (s. Abbildung 10.8). Simulationsergebnisse zeigten, dass unter diesen Bedingungen an der Grenzfläche Kupfer-Zinn durch Laserbeschuss eine Maximaltemperatur von ca. 600 °C erreicht werden kann, was weit unterhalb des Schmelzpunktes von Kupfer liegt (ca. 1085 °C). Eine mehr als doppelt so hohe Fluenz wäre nötig, um diese Temperaturen zu erreichen, wodurch sich ebenfalls keine homogenen Texturen mehr erzielen ließen.

Eine zusätzliche Hürde zur Herstellung intermetallischen Phasen stellt der Umstand dar, dass es sich – anders als den in der Literatur beschriebenen Systemen wie Ni-Al – bei den raumtemperaturstabilen Cu-Sn-Phasen um Strichphasen mit komplexen Einheitszellen handelt. Zwar bilden sich diese intermetallischen Phasen bei Raumtemperatur ohne äußere Einwirkung, doch in Anbetracht der hohen Aufheiz- und Abkühlraten während des Prozesses der Lasertexturierung befindet sich das System fernab des thermodynamischen Gleichgewichts. Ob eine Phase entsteht oder nicht, hängt daher in erster Linie von der Kinetik ab. Turnbull postulierte, dass diejenigen Phasen kinetisch favorisiert werden, die mit dem geringsten Aufwand an Umordnung oder Bewegung von Atomen verbunden sind [164]. Einfache isotrope Kristallstrukturen mit kleinen Einheitszellen werden daher kinetisch bevorzugt [165]. Die beiden raumtemperaturstabilen Phasen Cu₃Sn (ϵ , orthorhombisch) und Cu₆Sn₅ (η , hexagonal) sind im Vergleich zum kubisch flächenzentrierten Kupfer bzw. dem tetragonalen Zinn stärker anisotrop (s. Abbildung 10.21, [67]). Die Bildung der intermetallischen Phasen, insbesondere der ϵ -Phase, ist daher nicht durch kurzreichweitige Atombewegungen zu bewerkstelligen.

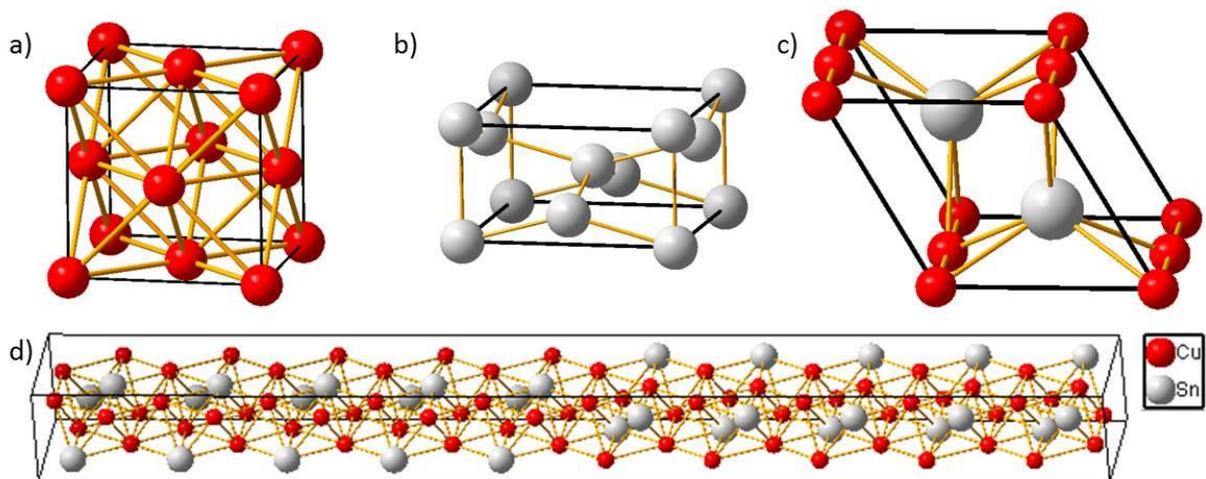


Abbildung 10.21: Modell der Kristallstrukturen von a) Kupfer, b) Zinn, c) Cu_6Sn_5 und d) Cu_3Sn . Die Einheitszellen sind mit schwarzen Linien markiert. Kupfer – rot, Zinn – grau. Strukturdaten entnommen aus [166].

Ein weiterer limitierender Faktor für die Bildung der beiden raumtemperaturstabilen intermetallischen Phasen stellt der schmale Zusammensetzungsbereich dar [167]. Die ϵ -Phase ist über einen Bereich von 1,4 at.-% stabil, die η -Phase über einen Bereich von 1,0 at.-% [67].

Die zuvor beschriebenen Effekte behindern die Bildung intermetallischer Phasen bei der Wiedererstarrung des schmelzflüssigen Zinns. Eine lokal-periodische Erzeugung intermetallischer Phasen durch Laserinterferenztexturierung kann daher im gegebenen Schichtsystem aller Voraussicht nach nicht erreicht werden und wurde experimentell auch nicht nachgewiesen.

11 Verschleißexperimente

Im Folgenden werden die Ergebnisse der in Abschnitt 9.6 beschriebenen Verschleißprüfung dargestellt und diskutiert, wobei zwischen Experimenten bei einer Normalkraft von 2,5 N und 5,0 N unterschieden wird. Auch die chemischen und mikrostrukturellen Veränderungen, die verschleißbedingt auftraten, werden im Detail untersucht. Neben der qualitativen Beschreibung der Oberflächenveränderung werden die Ergebnisse in Form aussagekräftiger Kennwerte wie dem Reibungskoeffizienten und dem elektrischen Kontaktwiderstand quantifiziert. In der abschließenden Diskussion werden die auftretenden Phänomene mit Modellen aus der Literatur verglichen. Darauf basierend wird ein auf das untersuchte Materialsystem zugeschnittenes Verschleißmodell entwickelt, anhand dessen die quantitativen Kennwerte interpretiert werden.

Ziel der Experimente war es zu überprüfen, welchen Effekt die Laserinterferenztexturierung auf die tribologischen Eigenschaften der untersuchten Proben hat. Als Texturart wurde ein Punktmuster gewählt (Periode 7,5 μm), da dies im Vergleich zu einer entsprechenden Liniertextur weniger stark richtungsabhängig ist. Alle Versuche wurden unter Bedingungen durchgeführt, die für den Fretting-Verschleiß in der Praxis charakteristisch sind (s. Abschnitte 5.2.2).

11.1 Verschleißexperimente bei einer Normalkraft von 2,5 N

Die beiden folgenden Abbildungen zeigen exemplarisch Kurvenverläufe des Reibungskoeffizienten und des elektrischen Kontaktwiderstands als Funktion der Zyklenzahl. Dabei wird zwischen einer untexturierten (s. Abbildung 11.1) und einer texturierten Probe (s. Abbildung 11.2) unterschieden, an deren Beispiel die jeweils charakteristischen Merkmale beider Typen diskutiert werden.

Im Falle der untexturierten Probe stieg der Reibungskoeffizient ausgehend von einem Wert von 0,3 zunächst stark an und fluktuierte anschließend um einen Wert von ca. 0,75 (Zone I). Nach ca. 22500 Zyklen kam es zu einem rapiden Anstieg und der Ausbildung eines Plateaus auf einem Wert von ca. 1,18 (Zone II). Nach ca. 25700 Zyklen fiel der Reibungskoeffizient auf ca. 0,77 ab, wobei die Fluktuation geringer war, als vor dem Anstieg (Zone III).

Der elektrische Widerstand war zu Beginn des Experiments sehr gering ($< 10 \text{ m}\Omega$) und stieg nach ca. 7500 Zyklen merklich bis zu einem Wert von ca. 70 $\text{m}\Omega$ an (Zone I). Dieser Schwellwert wird als kritischer Widerstand (R_{krit}) definiert. Im Realfall läge bei Überschreiten dieser Schwelle eine kritische Störung der Funktionseigenschaften des elektrischen Steckverbindersystems vor. Nach ca. 12500 Zyklen wurde erneut ein sehr geringer Widerstandswert

erreicht, bevor ein kontinuierlicher Anstieg bis auf $220\text{ m}\Omega$ begann (am Ende von Zone I). Nach 22500 Zyklen brach der elektrische Kontaktwiderstand erneut auf Werte unterhalb von $10\text{ m}\Omega$ ein (Zone II). Es erfolgten drei weitere Anstiege in Zone III, ohne dass bis zum Versuchsende ein Gleichgewichtszustand erreicht wurde.

Ein eindeutiger Zusammenhang zwischen der Entwicklung des Reibungskoeffizienten und des elektrischen Widerstands war nicht über die gesamte Versuchsdauer zu beobachten. Eine Ausnahme bildet Zone II, in der ein starker Anstieg der Reibkoeffizienten mit einem rapiden Absinken des Kontaktwiderstands einherging.

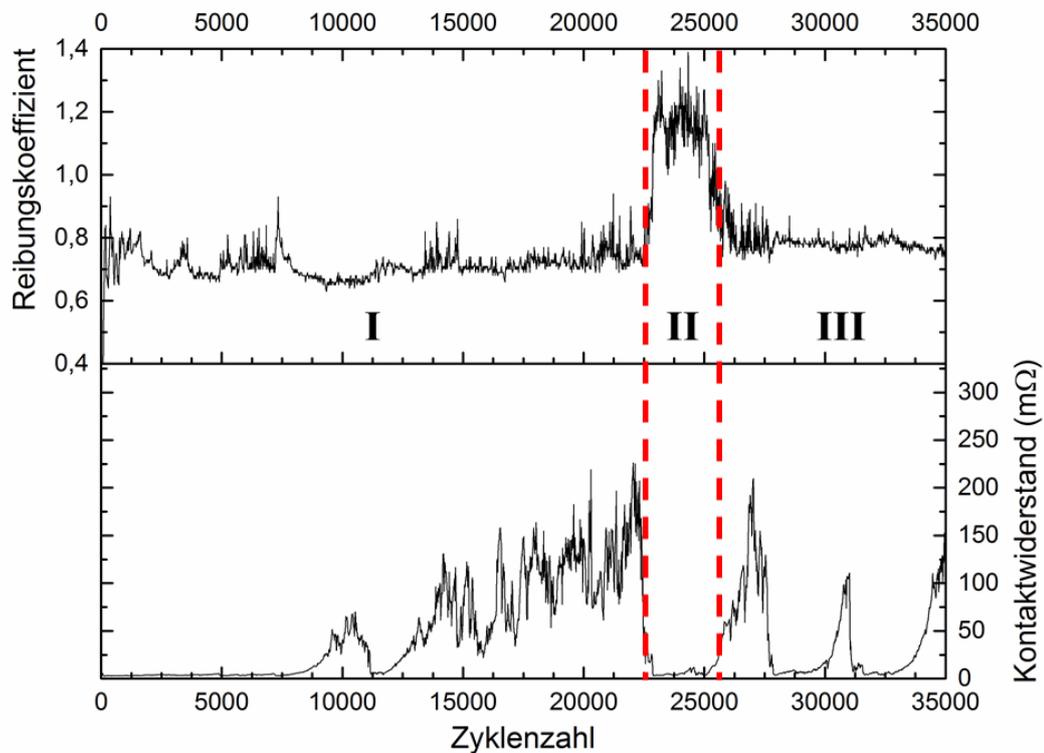


Abbildung 11.1: Ergebnisse eines Verschleißexperiments an einer untexturierten Probe bei einer Normalkraft von $2,5\text{ N}$ und einer Gesamtzyklenzahl von 35000 . Reibungskoeffizient (oben) und elektrischer Kontaktwiderstand (unten) als Funktion der Zyklenzahl. Die Kurven wurden gemäß dem vorliegenden Verschleißverhalten in drei Zonen eingeteilt.

Der Verlauf der texturierten Probe während des Verschleißexperiments ist in Abbildung 11.2 dargestellt. Der Reibungskoeffizient begann auf einem vergleichsweise niedrigeren Niveau von ca. 0,45 und durchlief dann ein lokales Maximum mit einem Höchstwert von ca. 0,7. Im weiteren Verlauf von Zone I wurden weitere lokale Maxima durchschritten (s. Pfeile in Abbildung 11.2, oben). Nach 17500 Zyklen bewegte sich der Reibungskoeffizient unter starker Fluktuation um einen Wert von ca. 0,62 (Zone II) und nahm nach ca. 25000 Zyklen erneut zu (Zone III). Ab ca. 27500 Zyklen lag der Reibungskoeffizient bei ca. 0,92, wobei ebenfalls starke Schwankungen beobachtet werden konnten.

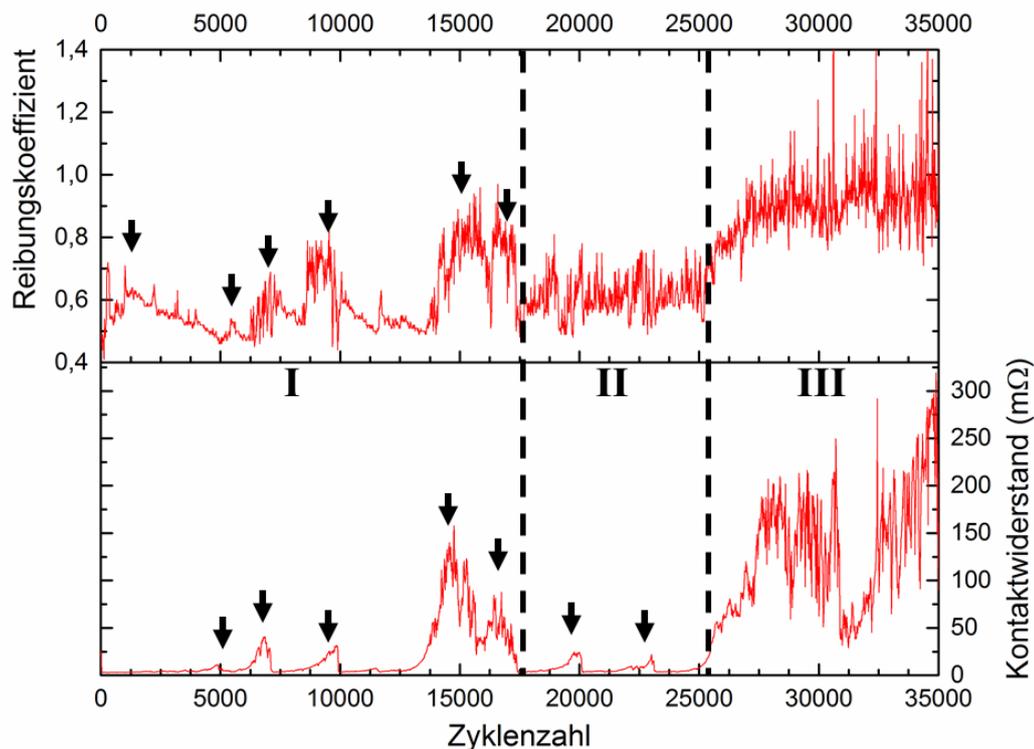


Abbildung 11.2: Ergebnisse eines Verschleißexperiments an einer texturierten Probe bei einer Normalkraft von 2,5 N und einer Gesamtzyklenzahl von 35000. Reibungskoeffizient (oben) und elektrischer Kontaktwiderstand (unten) als Funktion der Zyklenzahl. Die Kurven wurden gemäß dem vorliegenden Verschleißverhalten in drei Zonen eingeteilt. Lokale Maxima wurden mit Pfeilen markiert.

Ähnlich wie bei der untexturierten Probe, bewegte sich der elektrische Widerstand zunächst auf einem Niveau unterhalb von 10 mΩ. Im Folgenden waren mehrere Anstiege zu verzeichnen (s. Pfeile in Abbildung 11.2, unten; Zone I). Der kritische Wert von 70 mΩ wurde zum ersten Mal nach etwa 12500 Zyklen überschritten. In Zone II sank der Kontaktwiderstand erneut deutlich ab, wobei zwei kleinere Anstiege zu verzeichnen waren. Ein starkes Anwachsen des elektrischen Kontaktwiderstands trat nach 25000 Zyklen auf (Zone III). Im weiteren

Verlauf wurde kein Gleichgewichtszustand erreicht und bei Versuchsende lag ein Kontaktwiderstand von mehr als 300 m Ω vor.

Auch bei der texturierten Probe bestand keine über die gesamte Versuchsdauer während Korrelation zwischen dem Reibungskoeffizienten und dem elektrischen Kontaktwiderstand. In Zone I wurden fünf der Anstiege im Verlauf des elektrischen Kontaktwiderstands auch beim Reibungskoeffizienten verzeichnet. In Zone II ergab sich hingegen kein direkter Zusammenhang zwischen den beiden Größen. In Zone III kam es in beiden Fällen zu einem starken Anstieg des Kurvenverlaufs. Zum kurzzeitigen Absinken des elektrischen Kontaktwiderstands nach ca. 31000 Zyklen wurde jedoch kein entsprechendes Verhalten in der Kurve des Reibungskoeffizienten beobachtet.

Eine Übersicht der Oberflächen der gefrästen Proben nach charakteristischen Zyklenzahlen ist in Abbildung 11.3 dargestellt. Verglichen werden lichtmikroskopische Aufnahmen einer untexturierten und einer texturierten Probe direkt nach Versuchsbeginn (512 Zyklen) sowie am Versuchsende (35000 Zyklen). Ebenfalls abgebildet ist die Oberfläche in dem Stadium, in dem der elektrische Widerstand zum ersten Mal die Schwelle von 70 m Ω (R_{krit}) überschreitet. Da die lichtmikroskopischen Aufnahmen der Gegenkörper tendenziell gleich aussehen, wurde auf eine Darstellung verzichtet.

Zu beobachten war, dass der Flächenanteil des verschlissenen Bereichs auf beiden Probentypen mit steigender Zyklenzahl zunahm. Die absolute Größe der verschlissenen Flächen war für beide Typen vergleichbar. Nach 512 Zyklen ergab sich in der lichtmikroskopischen Abbildung ein stark unterschiedliches Erscheinungsbild beider Probentypen (s. Abbildung 11.3 a und b).

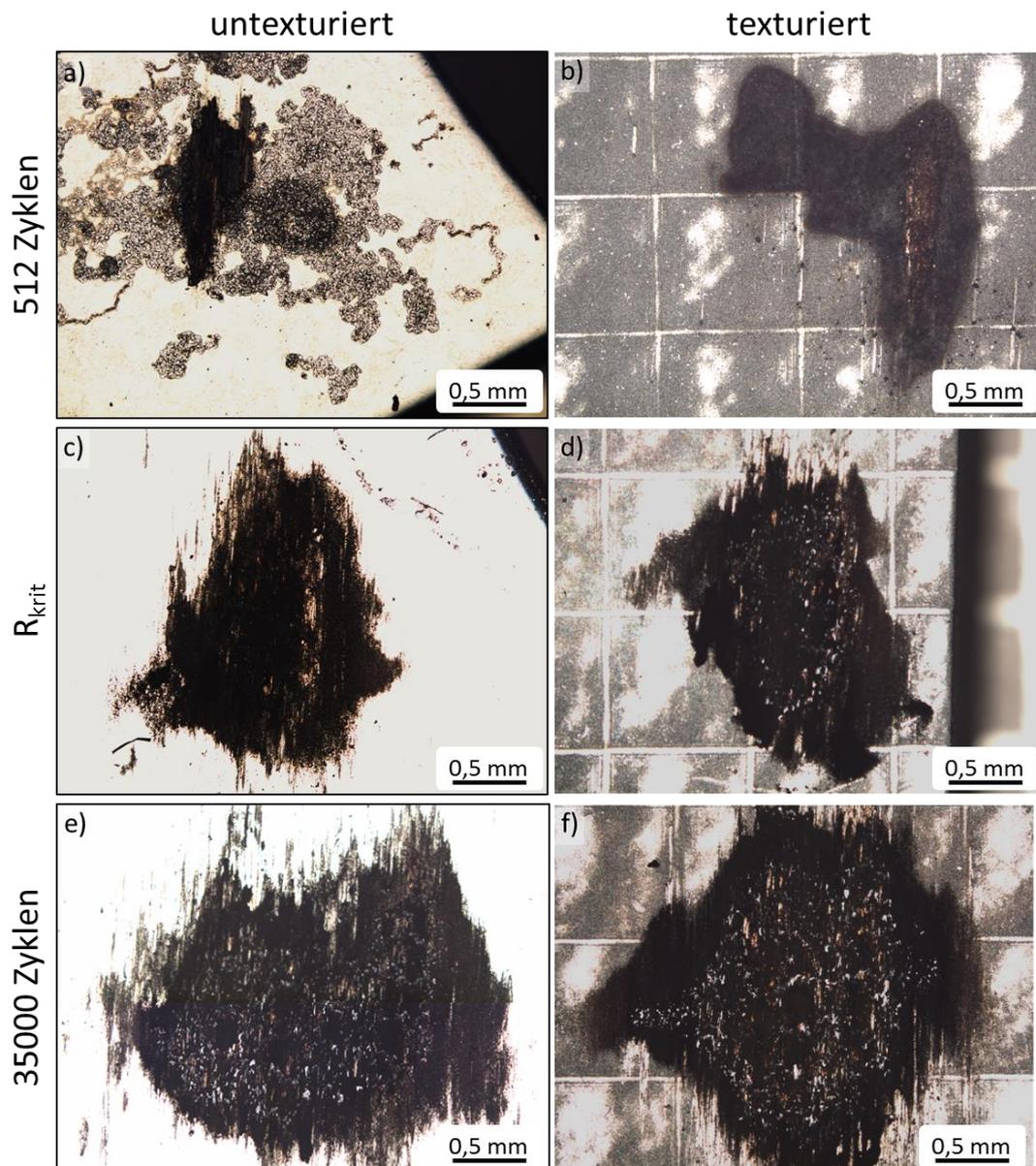


Abbildung 11.3: Lichtmikroskopische Aufnahme der Oberfläche der untexturierten (links) und texturierten (rechts) gefrästen Ringe nach Verschleißtests unter einer Normalkraft von 2,5 N. Dargestellt sind die Bereiche maximalen Verschleißes (schwarz). a)/b) 512 Zyklen, c)/d) Ringe nach Überschreiten des kritischen Widerstands R_{krit} (70 m Ω), e)/f) nach 35000 Zyklen.

Die untexturierte Probe wies eine deutliche zentrale Verschleißspur, umgeben von einem Bereich mit nur geringer Modifikation der Oberfläche, auf. Anhand von REM-Aufnahmen ist erkennbar, dass die Oberfläche innerhalb dieser Spur abrasiv verschliffen wurde und sich am Rande viele Verschleißpartikel abgelagert haben (s. Abbildung 11.4 a und c). In der Umgebung der zentralen Spur war der Verschleiß weniger stark ausgeprägt. Die Schädigung beschränkte sich auf eine Deformation der Oberfläche und die Entstehung leichter Kratzer, ohne dass es zur Bildung von Verschleißpartikeln kam (s. Abbildung 11.4 b und d).

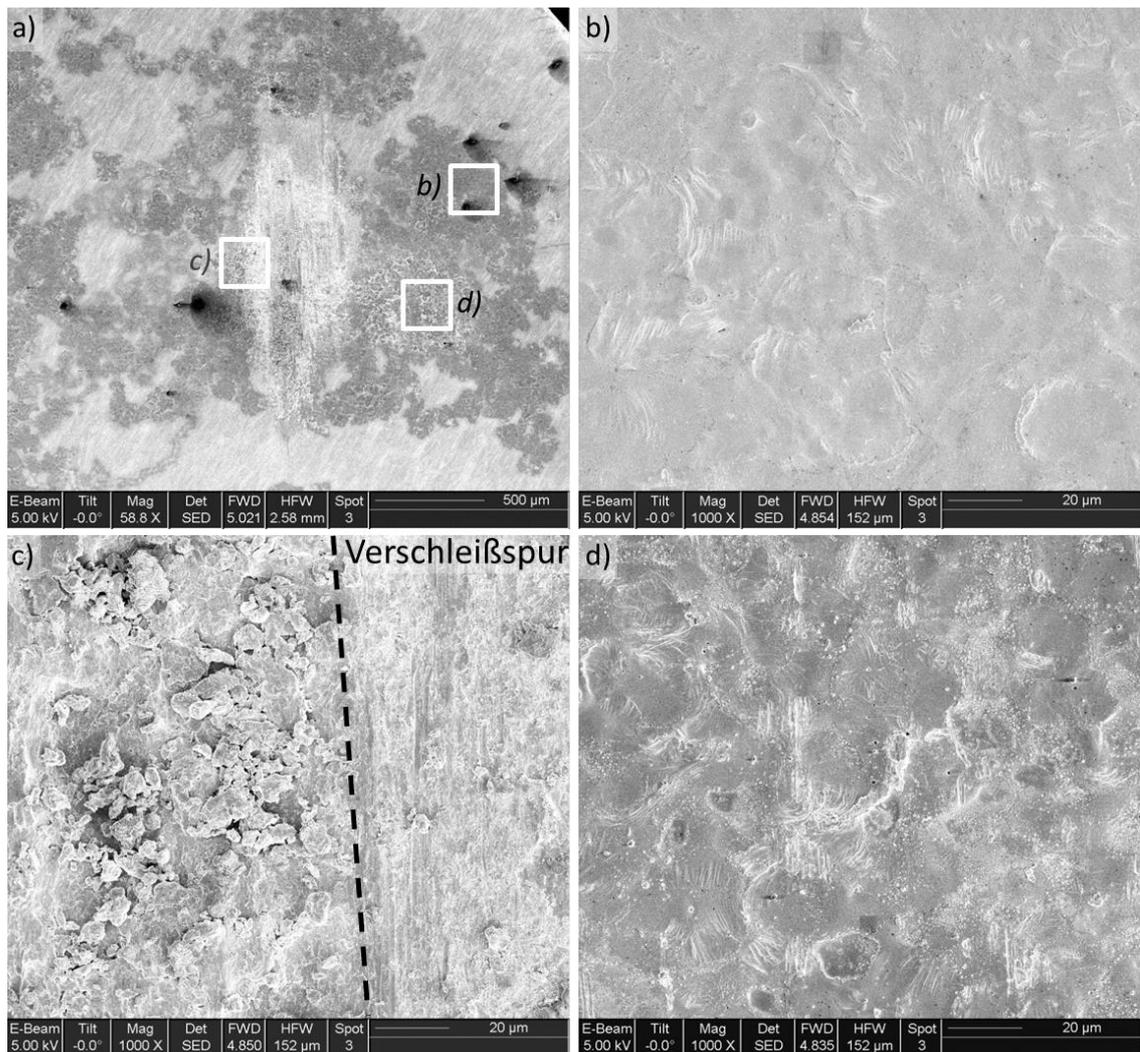


Abbildung 11.4: Untexturierte Probe nach 512 Zyklen unter einer Normalkraft von 2,5 N (REM-Aufnahmen eines gefrästen Probenrings). a) Übersichtsaufnahme, b) – d) Detailaufnahmen der in a) markierten Bereiche.

Auf der texturierten Probe entstand nach 512 Zyklen ebenfalls eine zentrale Verschleißspur. Neben abrasivem Verschleiß kam es darin zur Entstehung großer Verschleißpartikel. Die Texturierung wurde in diesem Bereich vollständig zerstört (s. Abbildung 11.5 a und c). In der unmittelbaren Umgebung fiel der Verschleiß geringer aus (s. Abbildung 11.5 b). Es lagen vorwiegend kleine, rundliche Partikel vor und das hexagonale Muster der Textur war in den Randbereichen noch erkennbar. In weiterer Entfernung zur zentralen Verschleißspur war die Textur noch deutlicher ausgeprägt (s. Abbildung 11.5 d). Auf den Topographiemaxima waren kleine, rundliche Verschleißpartikel im Frühstadium zu beobachten.

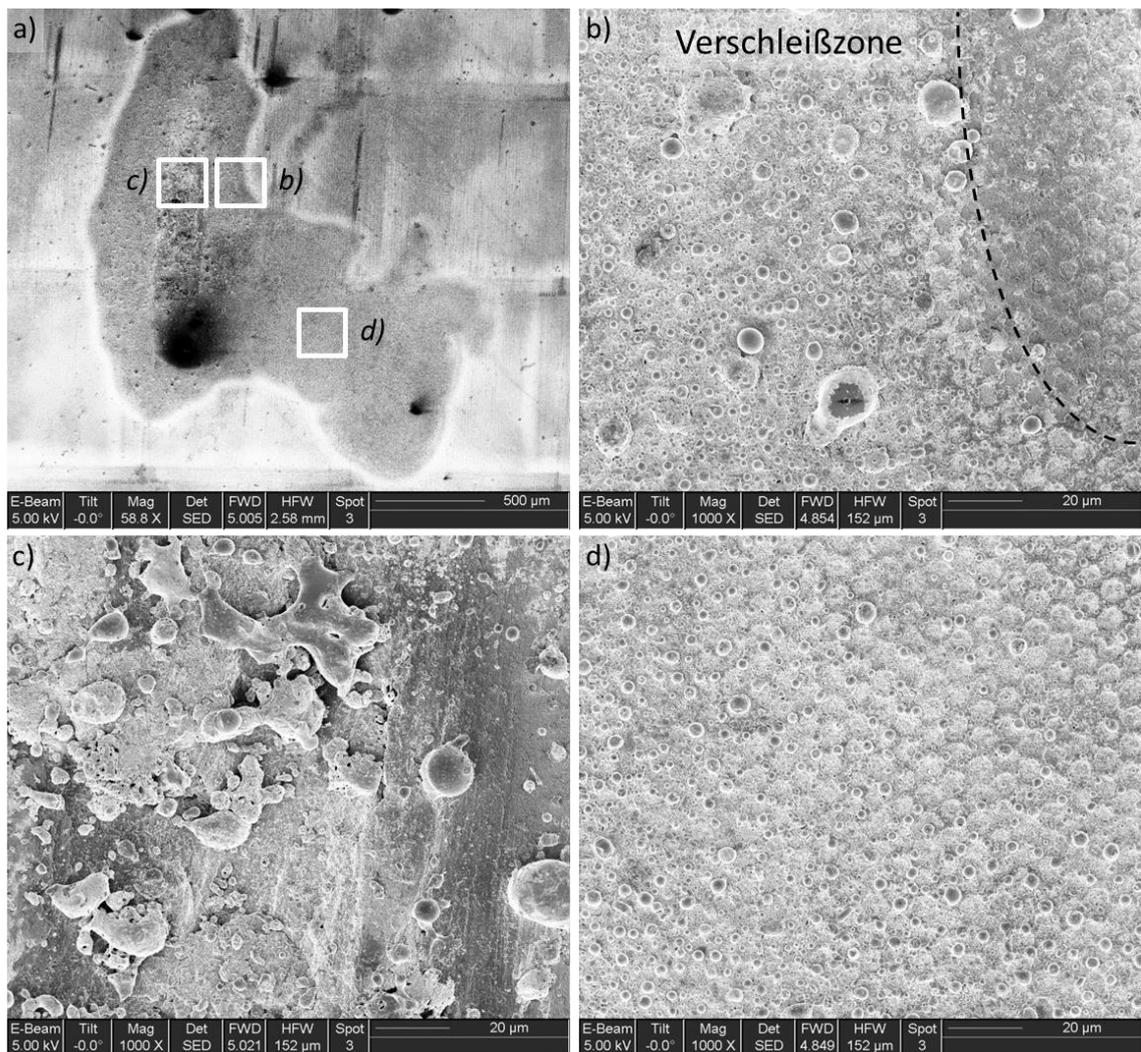


Abbildung 11.5: Texturierte Probe nach 512 Zyklen unter einer Normalkraft von 2,5 N (REM-Aufnahmen eines gefrästen Probenrings). a) Übersichtsaufnahme, b) – d) Detailaufnahmen der in a) markierten Bereiche. b) Eingezeichnet ist der Rand der Verschleißzone (---). Das hexagonale Muster ist in diesem Bereich noch erkennbar.

Die Oberfläche der untexturierten Probenringe nach Erreichen des kritischen elektrischen Widerstands wird in Abbildung 11.6 gezeigt. Die Ausprägung der zentralen Verschleißspur, die nach 512 Zyklen bereits erkennbar war (vgl. Abbildung 11.4 a), nahm weiter zu. Das Auftreten abrasiven Verschleißes kann in Abbildung 11.6 b) beobachtet werden. In einigen Bereichen der verschlissenen Areale kam es zudem zur Akkumulation von Partikeln (s. Abbildung 11.6 c und d). Dabei lassen sich zwei Arten unterscheiden: Zum einen existieren poröse Partikel die im Sekundärelektronenkontrast dunkel erscheinen und sich lose zusammenlagern (linke Seite, Typ I). Zum anderen lagen kleinere, kompaktere Partikel vor, die hell erscheinen (rechte Seite, Typ 2). Die Mikrostruktur und chemische Zusammensetzung dieser Partikeltypen wird in Abschnitt 11.2 diskutiert.

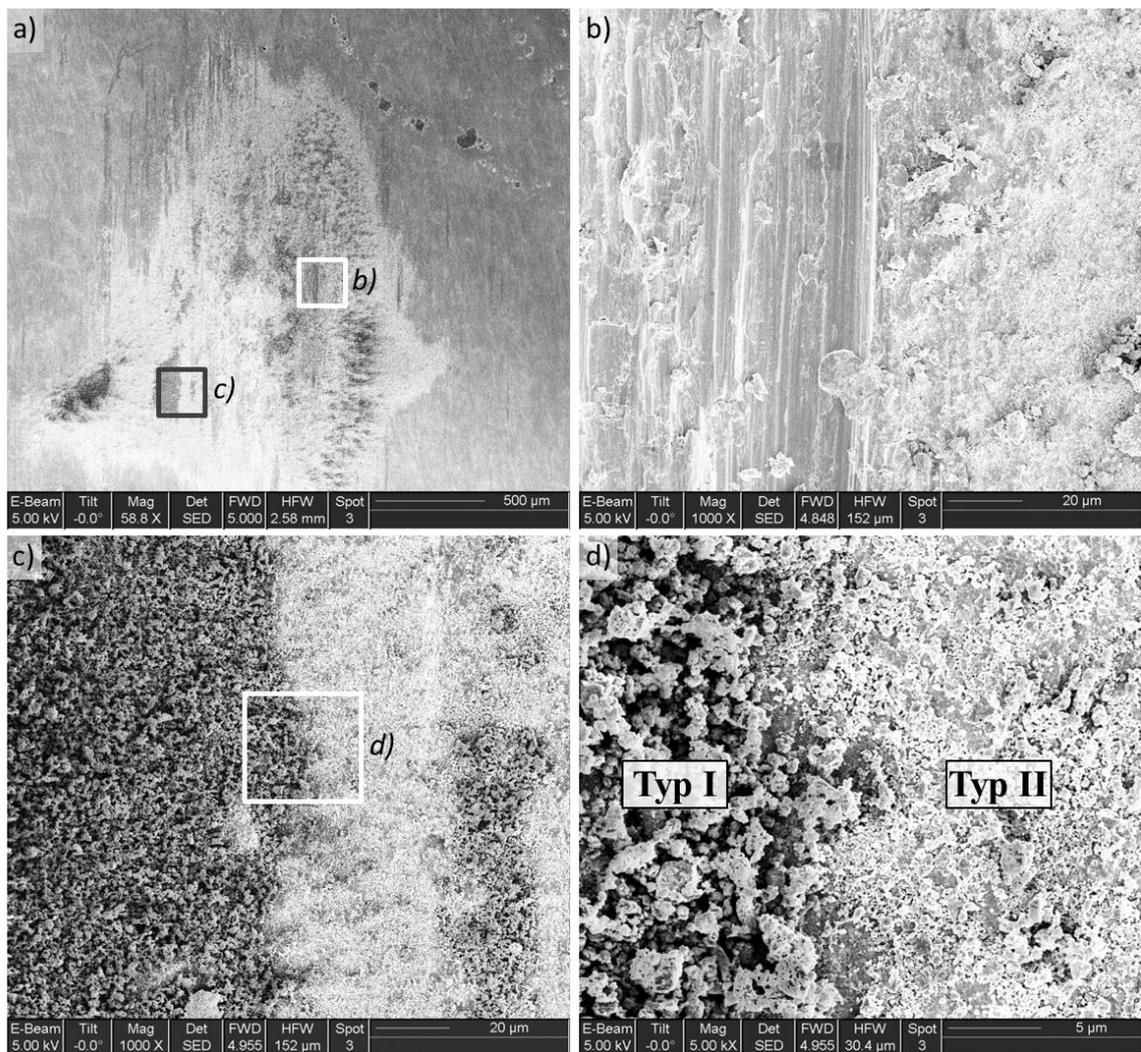


Abbildung 11.6: Untexturierte Probe nach Überschreiten des kritischen elektrischen Widerstands unter einer Normalkraft von 2,5 N (REM-Aufnahmen eines gefrästen Probenrings). a) Übersichtsaufnahme, b) – c) Detailaufnahmen der in a) markierten Bereiche. d) Detailaufnahme des in c) markierten Bereichs. Gekennzeichnet sind die Bereiche mit Partikeln des Typs I bzw. II.

Diese beiden Partikelarten waren auch auf der texturierten Probe bei Erreichen des kritischen Widerstands vorhanden (s. Abbildung 11.7). Eine zentrale Verschleißspur mit starkem abrasivem Verschleiß wurde im Gegensatz zur untexturierten Probe nicht beobachtet. Lediglich in den Randbezirken der Verschleißspur führten Partikel zu Kratzern in der Oberfläche (s. Abbildung 11.7 d).

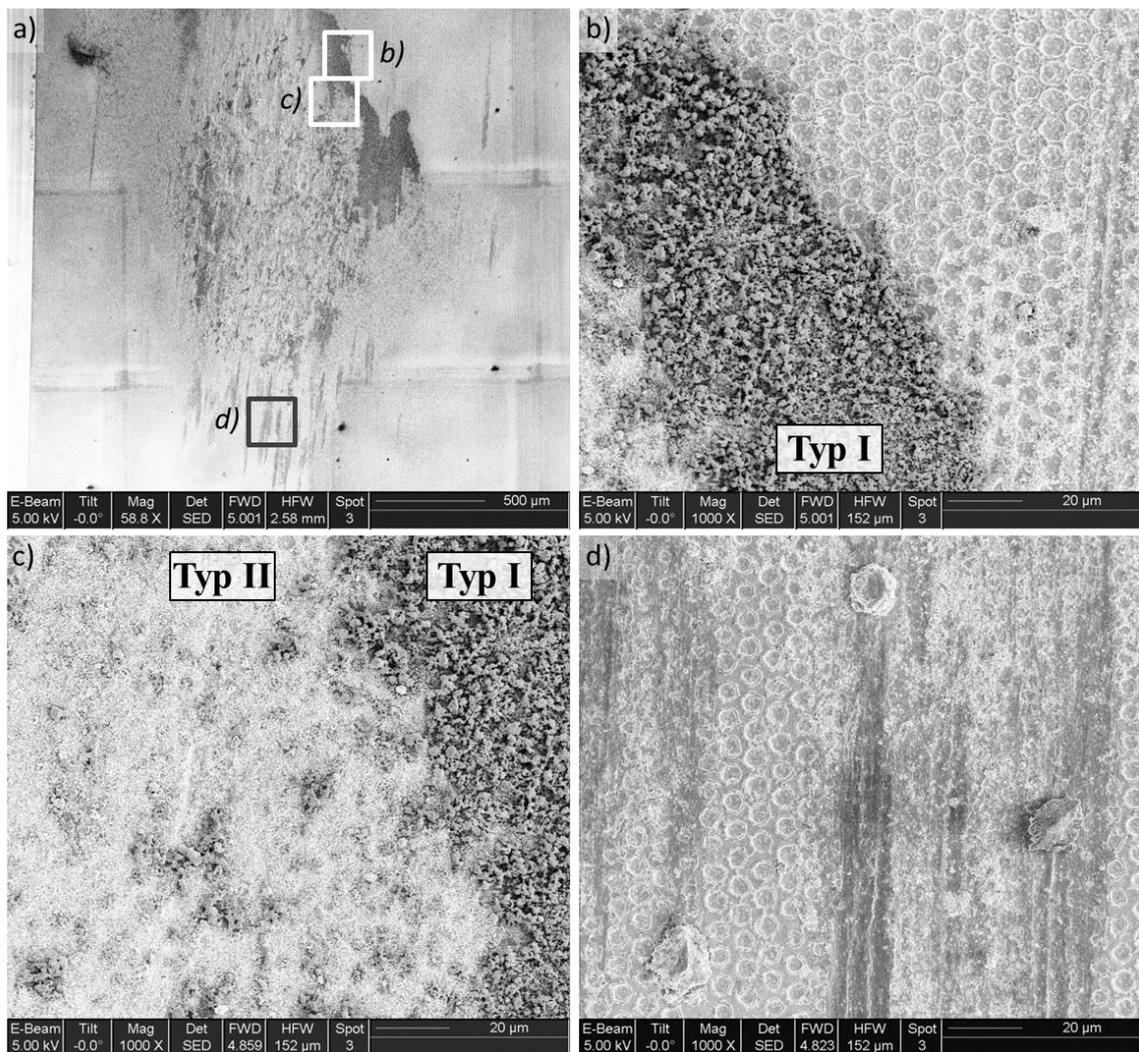


Abbildung 11.7: Texturierte Probe nach Überschreiten des kritischen elektrischen Widerstands unter einer Normalkraft von 2,5 N (REM-Aufnahmen eines gefrästen Probenrings). a) Übersichtsaufnahme, b) – d) Detailaufnahmen der in a) markierten Bereiche.

Bei Versuchsende wurde für beide Probenarten ein massiver adhäsiver Verschleiß festgestellt (s. Abbildung 11.8). Abrasiver Verschleiß trat nur in den Randbereichen der verschlissenen Areale auf (s. Abbildung 11.8 a und e). Eine zentrale Verschleißspur, welche im Falle der untexturierten Probe noch bei geringeren Zyklen sichtbar war, konnte nicht beobachtet werden (vgl. Abbildung 11.6). Die Partikelarten des Typs I und II traten großflächig verteilt auf der Probenoberfläche beider Probenarten auf, wobei die dunklen Partikel des Typs I vorwiegend im Zentrum der Verschleißspur vorlagen. Im Randbereich der texturierten Probe blieb die Textur weitgehend erhalten, wobei diese teilweise mit Partikeln des Typs I aufgefüllt wurde (s. Abbildung 11.8 g). Neben Partikeln des Typs I und II konnte eine bisher unbeobachtete Verschleißformation identifiziert werden, die im Folgenden als Typ III bezeichnet wird (s. Abbildung 11.8 d und h). Im Sekundärelektronenkontrast ist dieser als dunkelgraues,

kompaktes und abgeflachtes Gebilde erkennbar. Über die Mikrostruktur und chemische Zusammensetzung dieser Formationen wird in Abschnitt 11.2 diskutiert.

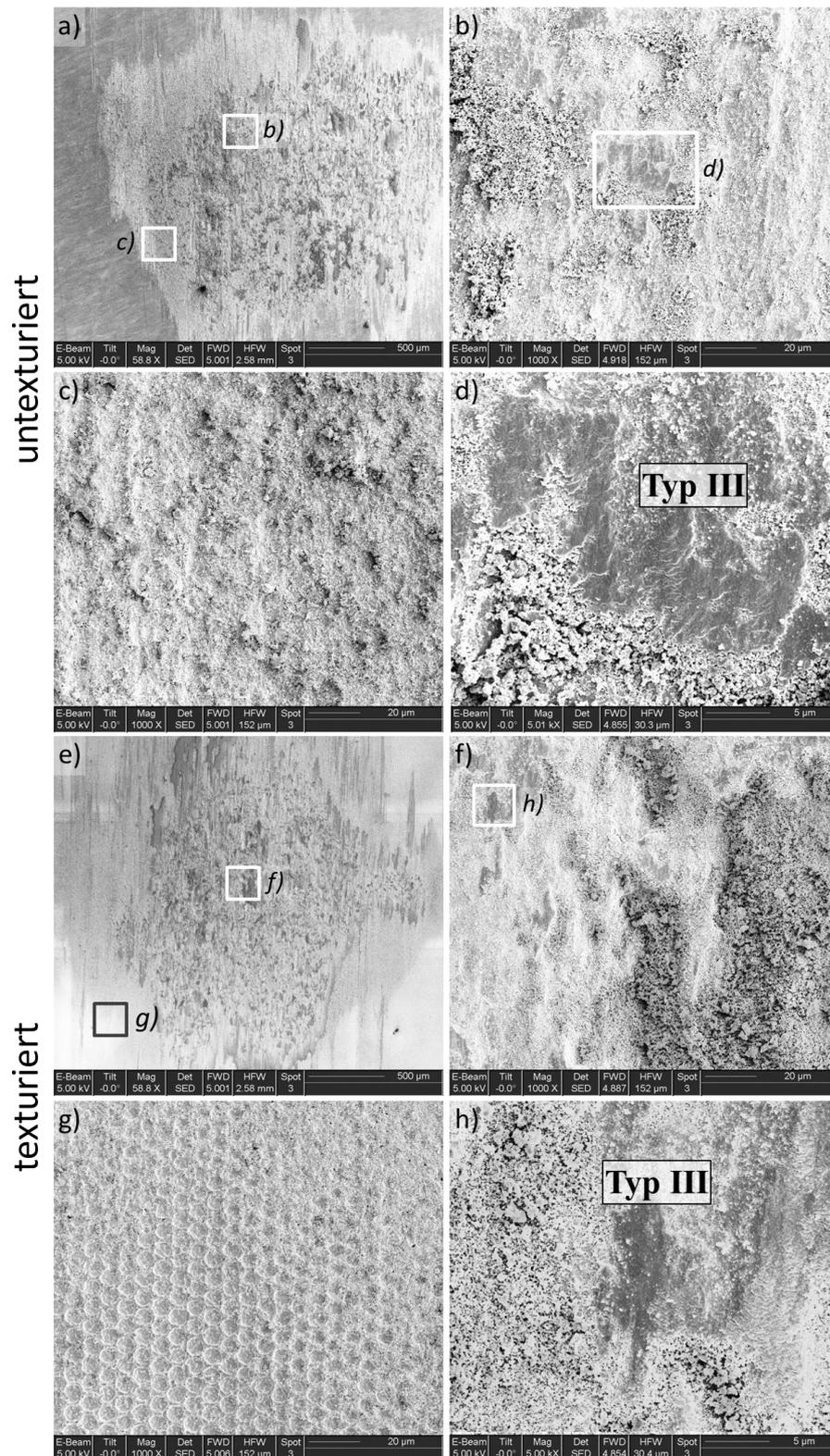


Abbildung 11.8: Untexturierte und texturierte Probe nach 35000 Zyklen unter einer Normalkraft von 2,5 N (REM-Aufnahmen gefräster Probenringe). a)/e) Übersichtsaufnahmen; b)/c)/f)/g) Detailaufnahmen der in a) bzw. d) markierten Bereiche; d)/h) Formation des Typs III: Detailaufnahme des in b) bzw. f) markierten Bereichs.

11.2 Einfluss des Verschleißes auf Mikrostruktur und chemische Zusammensetzung

Um den durch die Mikrobewegungen hervorgerufenen Verschleiß qualitativ beschreiben zu können, ist ein tieferes Verständnis der mikrostrukturellen und tribochemischen Veränderungen notwendig, die damit einhergehen. Daher wurden die in Abschnitt 11.1 beobachteten Verschleißformationen (Typ I – III) mittels FIB-Querschnitten, EDX- sowie Raman-Spektroskopie studiert.

Zunächst wurden die Partikel des Typs I und II mittels EDX untersucht. Wie in Abbildung 10.11 veranschaulicht wird, setzt sich die Beschichtung auf den Probenringen aus metallischem Zinn und intermetallischer Phase (Cu_6Sn_5) zusammen. Aufgrund der nur geringen Schichtdicke, die im Mittel 633 nm betrug, konnte Kupfer bei der verwendeten Beschleunigungsspannung von 13 kV auf der gesamten Oberfläche detektiert werden (s. Abbildung 11.9 c). Es ist jedoch erkennbar, dass das Kupfersignal in der Verschleißspur höher war, als im Bereich der intakten Beschichtung.

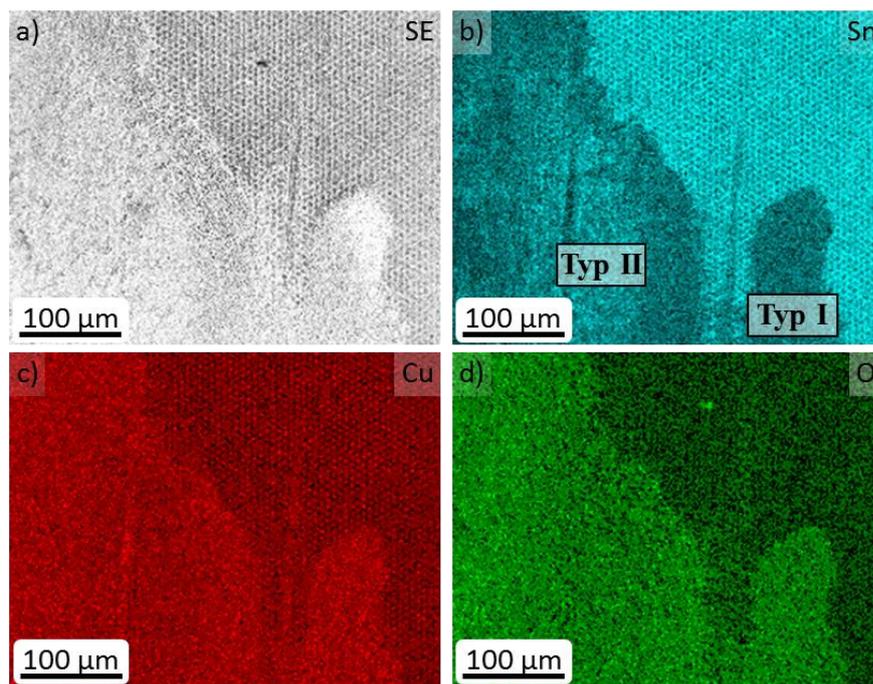


Abbildung 11.9: Elementverteilung im Oberflächenbereich einer texturierten Probe nach Überschreiten des kritischen elektrischen Widerstands unter einer Normalkraft von 2,5 N (EDX-Mapping). a) Sekundärelektronen-Kontrast, b) Zinn-Signal mit Kennzeichnung der Partikel des Typs I und II, c) Kupfer-Signal, d) Sauerstoff-Signal.

Im Bereich der Verschleißspur wurde auch eine erhöhte Intensität des Sauerstoffsignals nachgewiesen, was auf das Vorhandensein von Oxiden hindeutet (s. Abbildung 11.9 d). Das Zinnsignal, welches im Bereich der Partikel des Typs I detektiert wurde, war in Relation zu den Partikeln des Typs II sowie zum Bereich mit intakter Zinnschicht deutlich abgeschwächt (s. Abbildung 11.9 b).

Da sich die Verschleißformationen des Typs III weder in ihrer chemischen Zusammensetzung, noch in der Peakintensität von den Partikeln des Typs I unterscheiden, wurde auf die Darstellung der entsprechenden EDX-Analyse verzichtet.

Um der Frage nachzugehen, ob bzw. welche Oxide während der Verschleißexperimente entstanden sind, wurde Raman-Spektroskopie an den beobachteten Verschleißprodukten durchgeführt. Die entsprechenden Spektren sind in Abbildung 11.10 dargestellt.

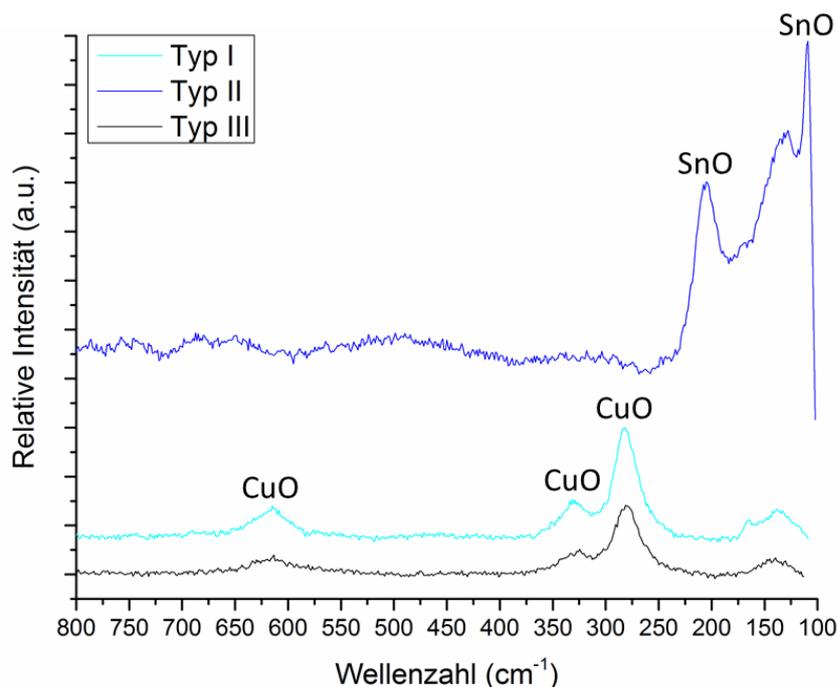


Abbildung 11.10: Raman-Spektren der Verschleißpartikel der Typen I bis III. Genutzt wurde eine Anregungswellenlänge von 532 nm. Bei Typ I und III handelt es sich um Kupfer(II)oxid und bei Typ II um Zinn(II)oxid.

Anhand von Literaturwerten konnten die Partikel des Typs I und die Verschleißformationen des Typs III als Kupfer(II)oxid (CuO) identifiziert werden [168, 169]. Bei den Partikeln des Typs II handelt es sich um Zinn(II)oxid (SnO) [170, 171]. Diese Ergebnisse decken sich mit denen der EDX-Messungen (vgl. Abbildung 11.9) sowie den Ergebnissen von Ito et al. [172]. In ihrer Studie zu Fretting-Korrosion von verzinneten Kupferkontakten untersuchten sie die entstandenen Oxidschichten mittels TEM und wiesen die Existenz von SnO nach.

Um die Schädigung der Beschichtung näher zu studieren, wurden FIB-Querschnitte innerhalb der Verschleißspuren erzeugt. Die beobachteten Verschleißarten werden exemplarisch an einer untexturierten Probe nach Überschreiten des kritischen Widerstands sowie einer untexturierten Probe bzw. eines Gegenkörpers einer texturierten Probe nach 35000 Zyklen diskutiert.

Zunächst wird die untexturierte Probe nach Überschreiten von R_{krit} betrachtet (s. Abbildung 11.11). Der Querschnitt durch die Verschleißspur zeigt, dass abrasiver Verschleiß in Kombination mit starker plastischer Deformation stattgefunden hat (s. Abbildung 11.11 a und c).

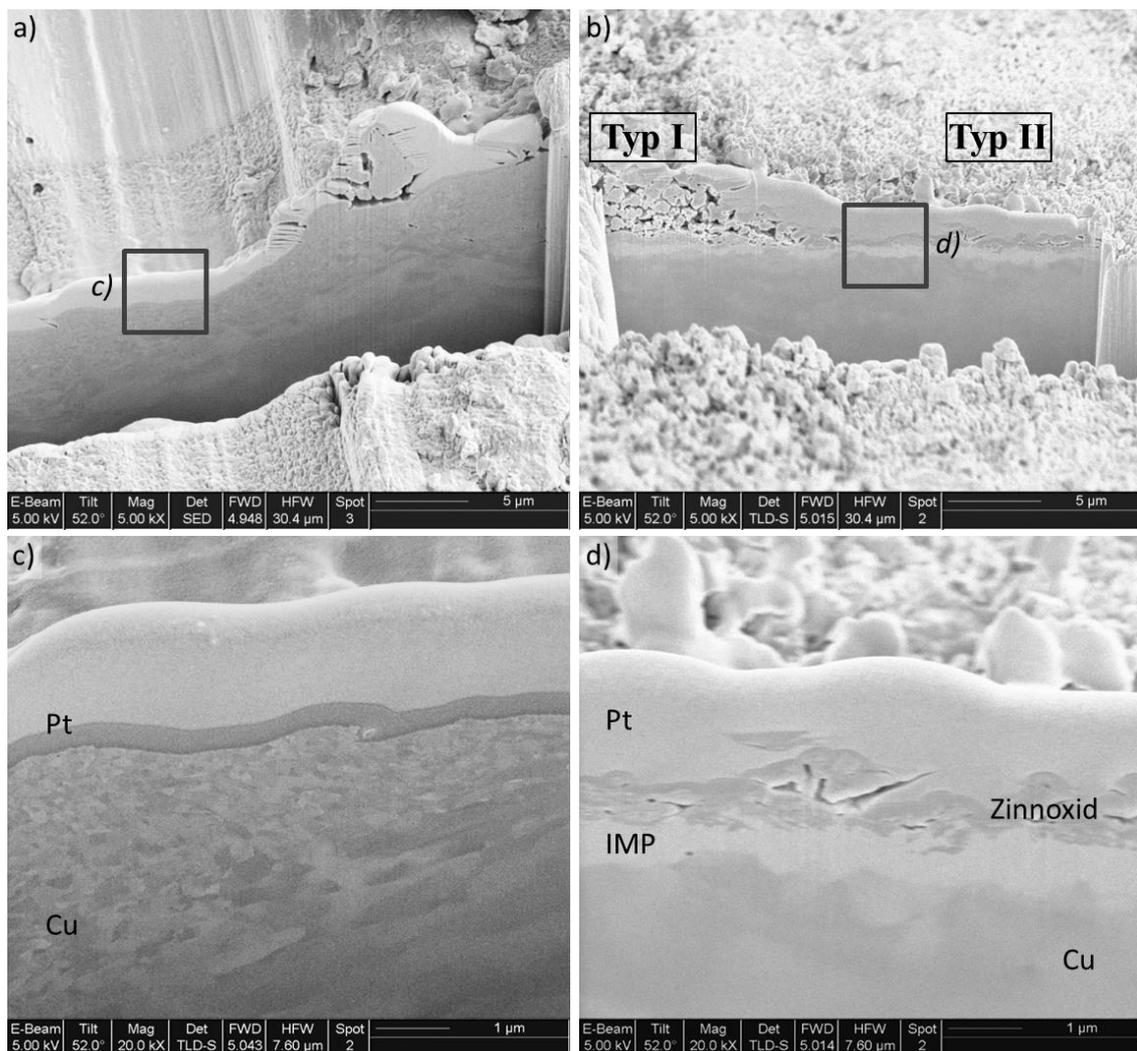


Abbildung 11.11: FIB-Querschnitt der untexturierten Probe nach Überschreiten des kritischen Widerstands (Verschleißtest mit 2,5 N Normalkraft; REM-Aufnahmen). a)/b) Querschnitt des in Abbildung 11.6 b)/d) gezeigten Bereichs. c)/d) Detailaufnahme des in a)/b) markierten Bereichs. Pt – Platin, Cu – Kupfer, IMP – intermetallische Phase.

Die Zinnschicht wurde in diesem Bereich vollständig abgetragen. Auch intermetallische Phasen sind nicht mehr vorhanden. Die Mikrostruktur innerhalb der Deformationszone weist im Vergleich zum Grundgefüge eine deutlich verminderte Korngröße auf. Die plastische Defor-

mation hat in diesem Bereich zu einer dynamischen Rekristallisation des Ausgangsgefüges geführt. Ein Querschnitt durch die Oxidpartikel des Typs I und II ist in Abbildung 11.11 b) bzw. d) dargestellt. Das Kupferoxid lag in Form kleiner Partikel vor, die lose aufeinandergehäuft waren. Eine hohe Porosität war deutlich erkennbar (s. Abbildung 11.11 b, links). Das Zinnoxid hingegen war vergleichsweise kompakt und wies eine deutlich geringere Schichtdicke auf (ca. fünfmal dünner; s. Abbildung 11.11 d). Teilweise konnte das Vorhandensein von Zinnoxid auch unterhalb der Kupferoxidschicht nachgewiesen werden. Eine mögliche Ursache hierfür ist, dass die Kupferoxidpartikel nachträglich oberhalb der Zinnoxidschicht abgelagert wurden. Weiterhin wurde die Existenz einer geschlossenen intermetallischen Schicht unterhalb der Oxide nachgewiesen, die in dieser Form nicht im Ausgangszustand beobachtet werden konnte (s. Abbildung 11.11 d, vgl. Abbildung 10.11). Im Gegensatz zur abrasiven Verschleißspur wurde dort die Beschichtung nicht bis auf das Substrat abgerieben.

Der Hypothese folgend, dass das Kupferoxid nachträglich auf der Zinnoxidschicht abgelagert wurde, muss die Frage beantwortet werden, woher das Kupferoxid auf den texturierten Proben stammt. Anders als auf den untexturierten Proben konnte keine tiefe, abrasive Verschleißspur nachgewiesen werden, die bis zum Substrat reichte (s. Abbildung 11.7). Daher wurde überprüft, ob das Kupfer vom entsprechenden untexturierten Gegenkörper stammen kann (s. Abbildung 11.12).

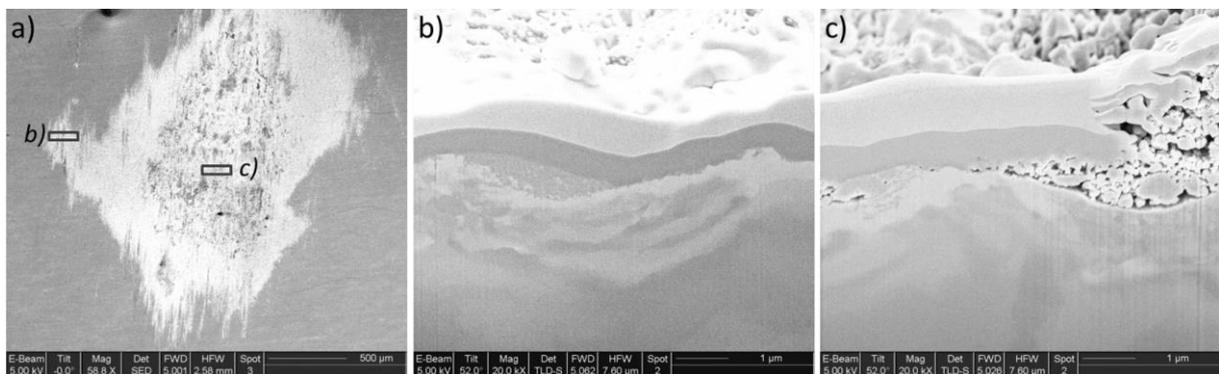


Abbildung 11.12: REM-Aufnahmen der Oberfläche und zweier FIB-Querschnitte des untexturierten Gegenkörpers zur texturierten Probe nach Überschreiten des kritischen Widerstands (Verschleißtest mit 2,5 N Normalkraft, vgl. Abbildung 11.7). a) Übersicht; b) und c) Querschnitt durch die in a) markierten Bereiche.

Die Verschleißzone bestand aus einem zentralen Bereich mit einem hohen Anteil an Kupferoxidpartikeln und einem Randbereich, der hauptsächlich von Zinnoxid bedeckt war (s. Abbildung 11.13). Im Randbereich konnten zudem vereinzelt abrasiv verschlissene Bereiche beobachtet werden. Ein Querschnitt durch eine entsprechende Verschleißspur ist in Abbildung 11.12 b) gezeigt. Das Gefüge wurde oberflächennah stark plastisch deformiert und es konnte

keine flächige Oxidschicht nachgewiesen werden. Auch im Zentrum der Verschleißzone lagen Bereiche vor, in denen plastische Deformation stattfand und deren Oberfläche nicht vollständig von Oxiden bedeckt war (s. Abbildung 11.12 c). Der Gegenkörper kommt daher als Quelle für das auf der texturierten Probe nachgewiesene Kupfer in Frage. Es kann jedoch nicht ausgeschlossen werden, dass auch auf der texturierten Probe im Verlauf des Experiments teilweise ein Materialabrieb bis zum Kupfersubstrat stattfand.

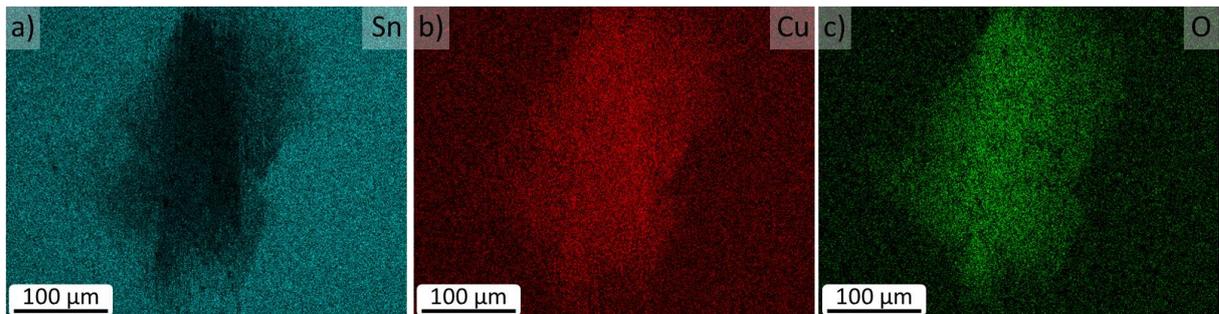


Abbildung 11.13: Elementverteilung im Oberflächenbereich der Verschleißspur des untexturierten Gegenkörpers (vgl. Abbildung 11.12 a); EDX-Mapping). a) Zinn, b) Kupfer, c) und Sauerstoff.

Eine genauere Untersuchung der Verschleißformationen des Typs III zeigte, dass das Kupferoxid nicht in Form loser Partikel sondern einer vergleichsweise kompakten Schicht vorlag. Im Querschnitt sind einige Poren erkennbar (s. Abbildung 11.14 b). Die Mikrostruktur des Kupfersubstrats zeigte eine stark verringerte Korngröße im Vergleich zum Ausgangsgefüge, was darauf schließen lässt, dass starke plastische Deformation stattfand (vgl. Abbildung 11.11 c). Eine separate Schicht aus Zinnoxid oder intermetallischer Phase wurde nicht beobachtet.

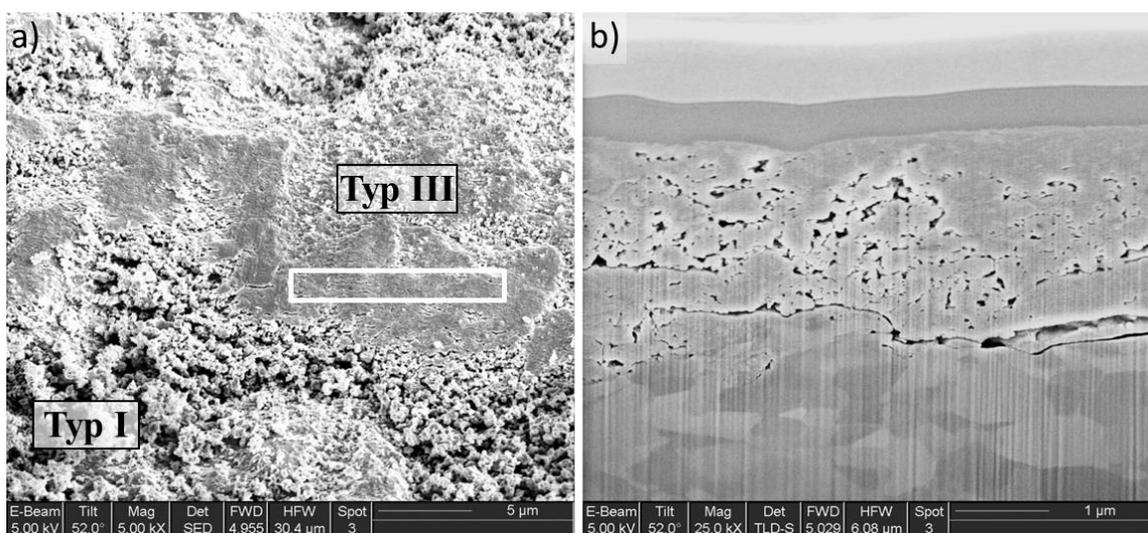


Abbildung 11.14: REM-Aufnahmen der Verschleißformation des Typs III auf einer untexturierten Probe nach 35000 Zyklen (Verschleißtest mit 2,5 N Normalkraft, vgl. Abbildung 11.8 d). a) Übersicht, b) Querschnitt des in a) markierten Bereichs.

11.3 Verschleißexperimente bei einer Normalkraft von 5,0 N

Die Kurvenverläufe des Reibungskoeffizienten und des elektrischen Kontaktwiderstands bei Fretting-Experimenten mit einer Normalkraft von 5,0 N sind exemplarisch in den beiden folgenden Abbildungen dargestellt (s. Abbildung 11.15 und Abbildung 11.16). Da sich Verläufe wesentlich stabiler entwickelten, als es bei einer Normallast von 2,5 N der Fall war, wurde die maximale Zyklenzahl um 10000 auf insgesamt 45000 erhöht. Bei der untexturierten Probe war ein steiler Anstieg des Reibungskoeffizienten zu Beginn des Experiments zu beobachten (Startwert ca. 0,4), der nach ca. 5000 Zyklen abflachte (s. Abbildung 11.15). Das Niveau von ca. 0,65 wurde bis zu Versuchsende gehalten, wobei es immer wieder zu kurzen, sprunghaften Anstiegen kam. Diese traten vermehrt ab ca. 18000 Zyklen auf.

Der elektrische Kontaktwiderstand blieb bis zu etwa der Hälfte des Experiments auf einem niedrigen Niveau um ca. 10 m Ω . Ab ca. 22500 Zyklen kam es zu einem ersten Anstieg über den kritischen Widerstand von 70 m Ω . Weitere Anstiege folgten nach 25000 und 32000 Zyklen unter starker Fluktuation. Ein Gleichgewichtszustand wurde innerhalb der Versuchslaufzeit nicht erreicht.

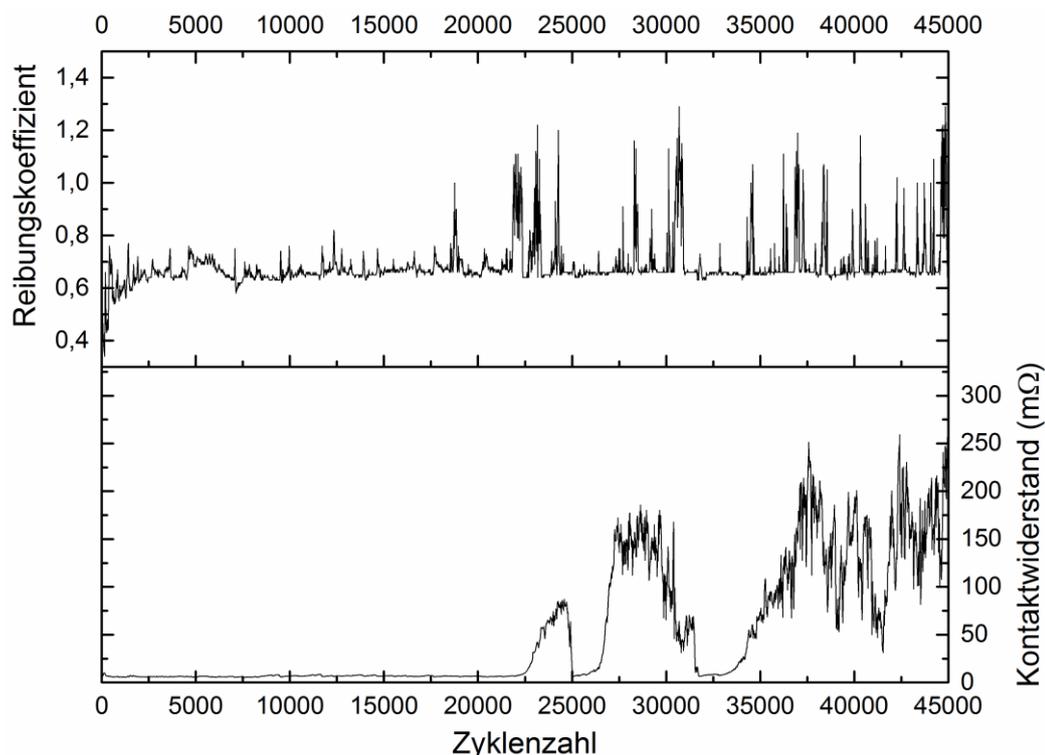


Abbildung 11.15: Ergebnisse eines Verschleißexperiments an einer untexturierten Probe bei einer Normalkraft von 5,0 N und einer Gesamtzyklenzahl von 45000. Reibungskoeffizient (oben) und elektrischer Kontaktwiderstand (unten) als Funktion der Zyklenzahl.

Ein direkter Zusammenhang zwischen der Entwicklung des Reibungskoeffizienten und des elektrischen Kontaktwiderstands konnte nicht festgestellt werden.

Auch bei der texturierten Probe stieg der Reibungskoeffizient ausgehend von einem Wert von ca. 0,4 auf ein Niveau von ca. 0,65 an (s. Abbildung 11.16). Die sprunghaften Anstiege waren jedoch deutlicher ausgeprägt als bei der untexturierten Probe und hielten zum Teil mehrere 1000 Zyklen an.

Der elektrische Kontaktwiderstand blieb die ersten 18250 Zyklen unterhalb von 10 m Ω . Im Anschluss folgten einige Spitzen, wobei der kritische Kontaktwiderstand zum ersten Mal nach 27000 Zyklen überschritten wurde. Es folgten weitere Anstiege bei 28500, 32500, 37000 und 43250 Zyklen, die immer wieder von Bereichen mit sehr niedrigem Kontaktwiderstand und geringen Fluktuationen unterbrochen wurden.

Ein Vergleich beider Kurven zeigt, dass jedem Peak im Kontaktwiderstands-Verlauf auch einem Anstieg im Reibungskoeffizienten zugeordnet werden kann. Umgekehrt ist dies jedoch nicht ausnahmslos der Fall (insbesondere nicht beim Anstieg des Reibungskoeffizienten nach ca. 17000 Zyklen).

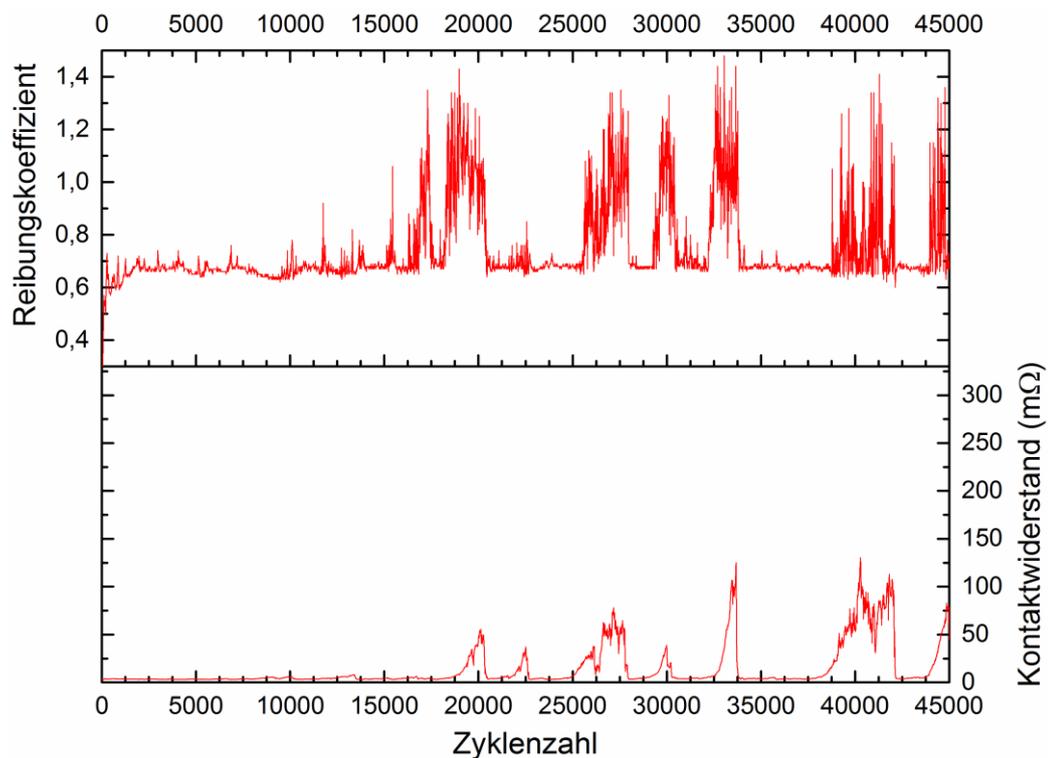


Abbildung 11.16: Ergebnisse eines Verschleißexperimentes an einer texturierten Probe bei einer Normalkraft von 5,0 N und einer Gesamtzyklenzahl von 45000. Reibungskoeffizient (oben) und elektrischer Kontaktwiderstand (unten) als Funktion der Zyklenzahl.

Lichtmikroskopische Aufnahmen der untexturierten und texturierten gefrästen Proben nach 512 Zyklen, sowie nach Überschreiten des kritischen Widerstands und am Ende des Experiments sind in Abbildung 11.17 gezeigt. Auf die Darstellung der Gegenflächen wurde aufgrund der großen Ähnlichkeit der lichtmikroskopischen Aufnahmen verzichtet.

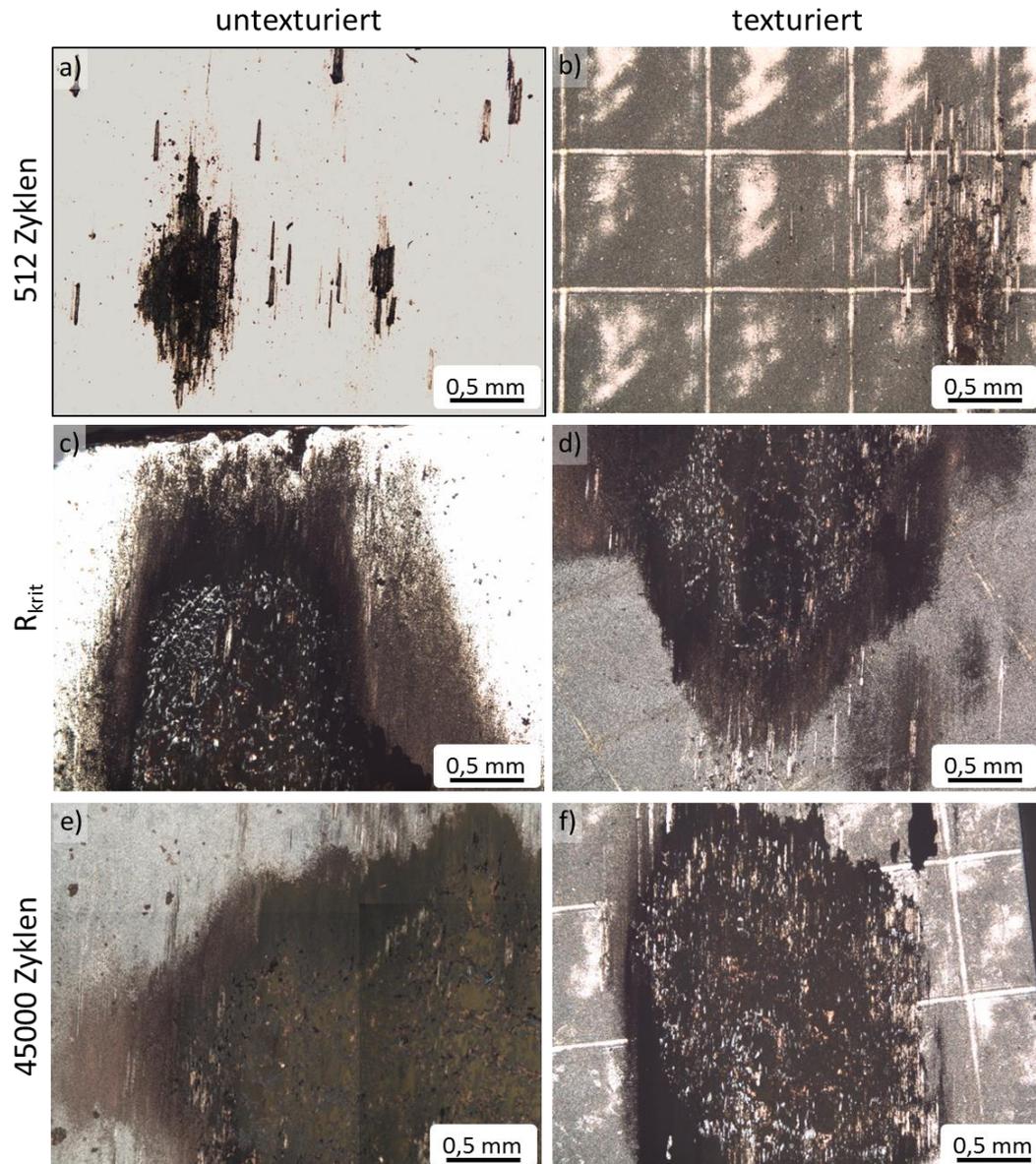


Abbildung 11.17: Lichtmikroskopische Aufnahme der Oberfläche der untexturierten (links) und texturierten (rechts) gefrästen Ringe nach Verschleißtests unter einer Normalkraft von 5,0 N. Dargestellt sind die Bereiche maximalen Verschleißes (schwarz). a)/b) 512 Zyklen, c)/d) Ringe nach Überschreiten des kritischen Widerstands R_{krit} (70 m Ω), e)/f) nach 45000 Zyklen.

Der Flächenanteil des verschlissenen Bereichs vergrößerte sich auf beiden Probenotypen mit steigender Zyklenzahl. Nach 512 Zyklen war die Oberfläche vor allem durch abrasiven Verschleiß gekennzeichnet, wie auch anhand der REM-Aufnahmen erkennbar ist (s. Abbildung

11.18 und Abbildung 11.19). Dabei kam es zum Abtrag oberflächennaher Schichten, die sich in Form von Verschleißpartikeln an der Oberfläche sammelten (s. Abbildung 11.18 c und d). Diese Effekte wurden vor allem in den Randbereichen beobachtet, deren Oberfläche hauptsächlich von Zinnoxid (Typ II) bedeckt war. Im Zentrum der Verschleißzone traten erneut verstärkt Kupferoxidpartikel (Typ I) auf, welche zuvor schon in den Experimenten mit einer Normalkraft von 2.5 N beobachtet wurden (s. Abbildung 11.18 b, vgl. Abbildung 11.6).

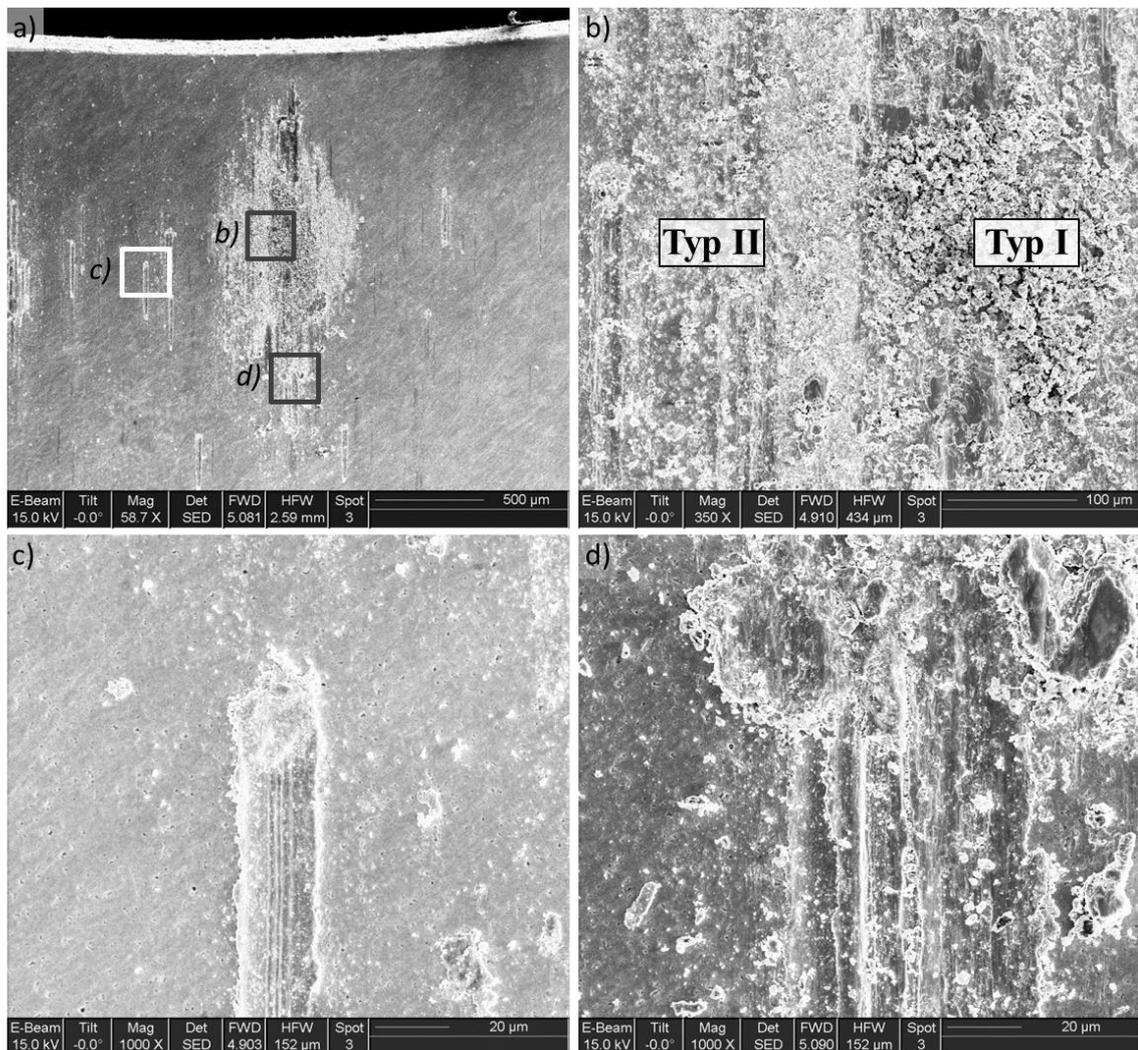


Abbildung 11.18: Untexturierte Probe nach 512 Zyklen unter einer Normalkraft von 5,0 N (REM-Aufnahmen eines gefrästen Probenrings). a) Übersichtsaufnahme, b) – d) Detailaufnahmen der in a) markierten Bereiche. In b) sind die Partikel des Typs I bzw. II markiert.

Auf den texturierten Proben ergab sich ein ähnliches Bild. Die Textur wurde in den Randbereichen teilweise durch abrasiven Verschleiß zerstört (s. Abbildung 11.19 b). Auch im Zentrum der Verschleißzone war die Textur nicht mehr sichtbar. Stattdessen häuften sich dort Kupfer- und Zinnoxidpartikel an (s. Abbildung 11.19 c, rechts). Am Rand der zentralen Ver-

schleißspur war die Textur noch erhalten, wobei sich lose Verschleißpartikel darauf angesammelt hatten (s. Abbildung 11.19 c, links).

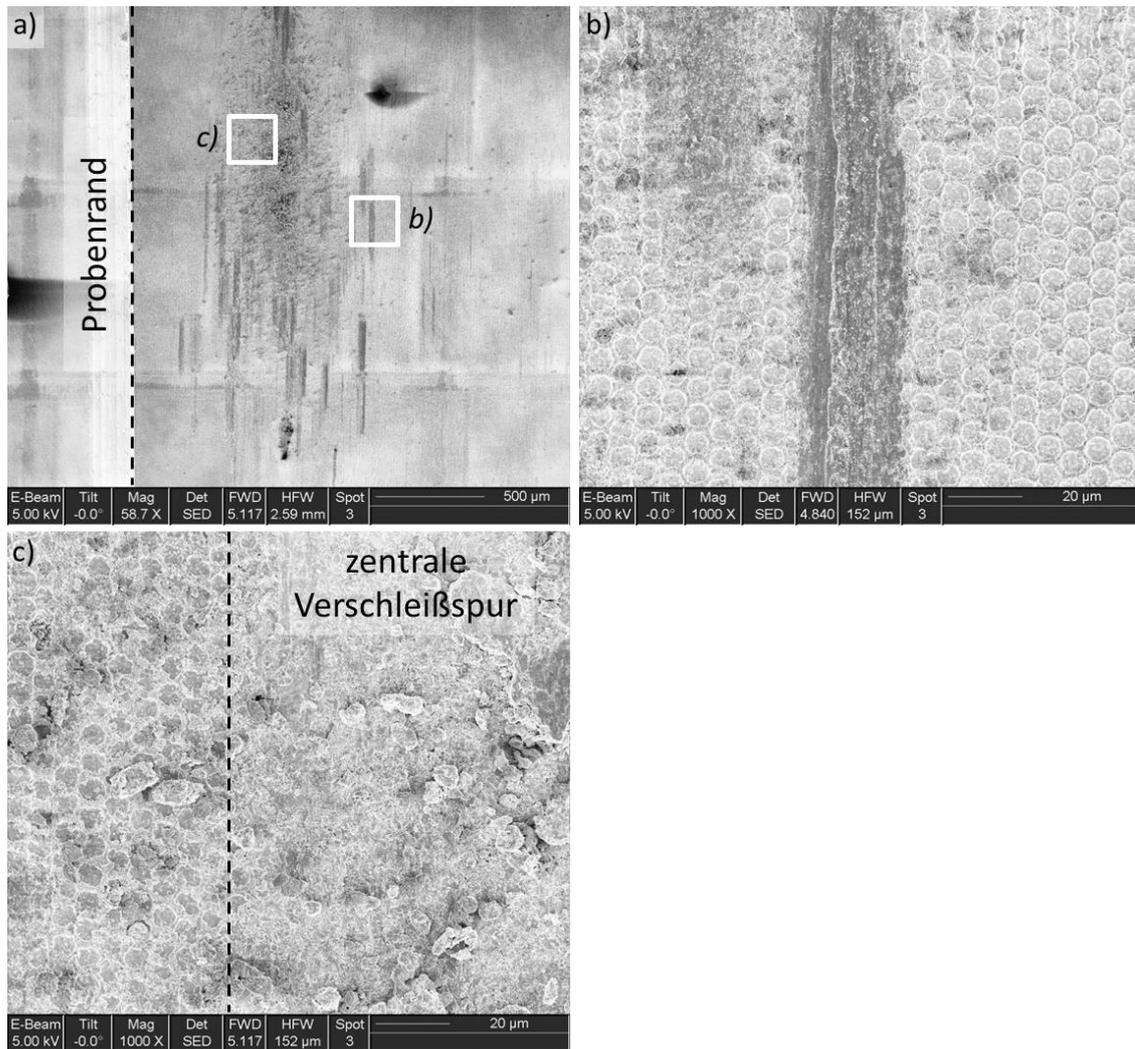


Abbildung 11.19: Texturierte Probe nach 512 Zyklen unter einer Normalkraft von 5,0 N (REM-Aufnahmen eines gefrästen Probenrings). a) Übersichtsaufnahme, b) und c) Detailaufnahmen der in a) markierten Bereiche. c) Eingezeichnet ist die Grenze zwischen zentraler Verschleißspur und Randbereich.

Nach Überschreiten des kritischen Widerstands von 70 mΩ zeigten sich auf der untexturierten und der texturierten Probe ähnliche Verschleißbilder (s. Abbildung 11.20 a und d). Innerhalb der gesamten Verschleißzone befanden sich Oxidpartikel, wobei die Randbereiche erneut von Zinnoxid und die Kernbereiche aus einer Mischung von Kupfer- und Zinnoxid bedeckt waren. Dabei kam es zur Entstehung großer, zusammenhängender Agglomerate aus Kupferoxid. Anders als nach 512 Zyklen wurden keine durch abrasiven Verschleiß verursachten Riefen beobachtet. Allerdings wurde die Bildung von Kupferoxid des Typs III nachgewiesen (s. Abbildung 11.20 b). Im Randbereich der texturierten Probe war erneut das Auffüllen der topographischen Minima mit Oxidpartikeln zu beobachten (s. Abbildung 11.20 e).

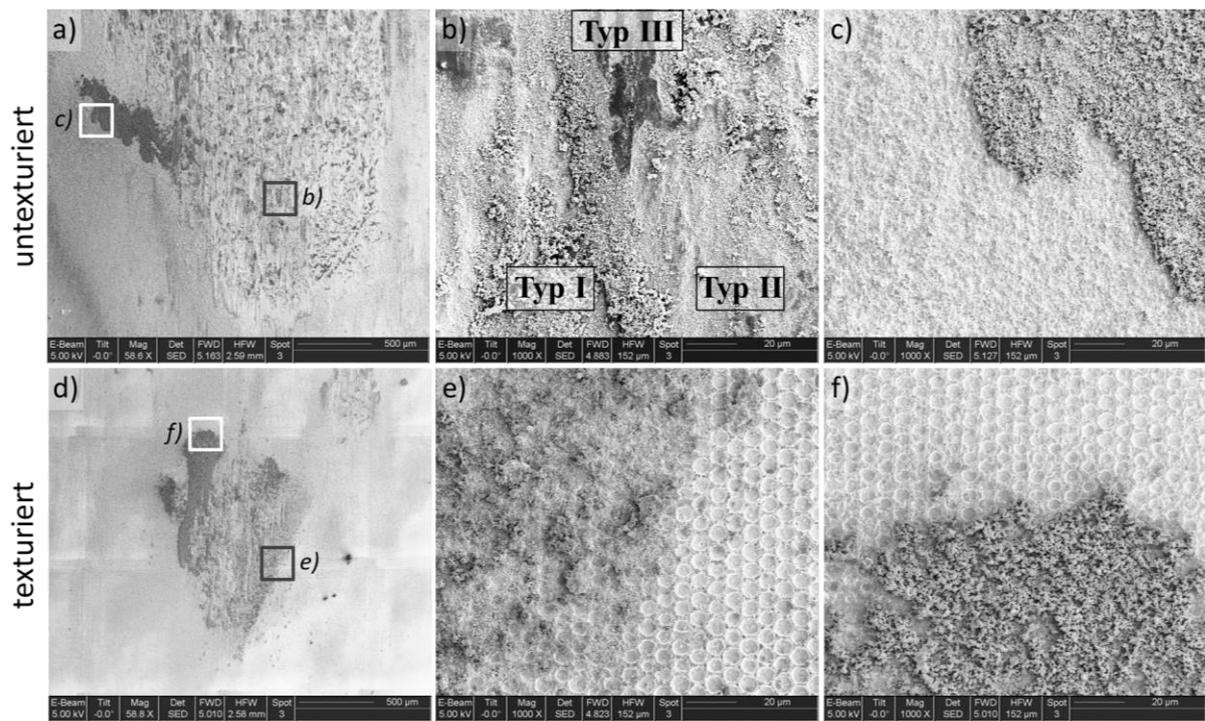


Abbildung 11.20: Proben nach Überschreiten des kritischen elektrischen Widerstands unter einer Normalkraft von 5,0 N (REM-Aufnahmen gefräster Probenringe). Dargestellt sind eine untexturierte Probe (oben) und eine texturierte Probe (unten). a) und d) Übersichtsaufnahmen. b) und c) Detailaufnahmen der in a) markierten Bereiche. In b) sind Kupferoxidpartikel (Typ I und III) und Zinnoxidpartikel (Typ II) gekennzeichnet. e) und f) Detailaufnahmen der in d) markierten Bereiche.

Nach 45000 Zyklen lag eine stark vergrößerte Verschleißzone bei beiden Probentypen vor (s. Abbildung 11.21). Auf der untexturierten Probe nahm vor allem der Flächenanteil der Kupferoxidschichten des Typs III stark zu (s. Abbildung 11.21 a). Bei den Verschleißprodukten auf der texturierten Probe handelte es sich in erster Linie um Kupfer- und Zinnoxid (Typ I bzw. II). Die Formationen des Typs III traten ebenfalls auf, wenn auch mit einem geringeren Flächenanteil verglichen mit der untexturierten Oberfläche (vgl. Abbildung 11.21 a und d). In den Randbereichen der Verschleißzone war die Textur noch erhalten, wobei diese teils mit Zinnoxidpartikeln aufgefüllt war (s. Abbildung 11.21 e).

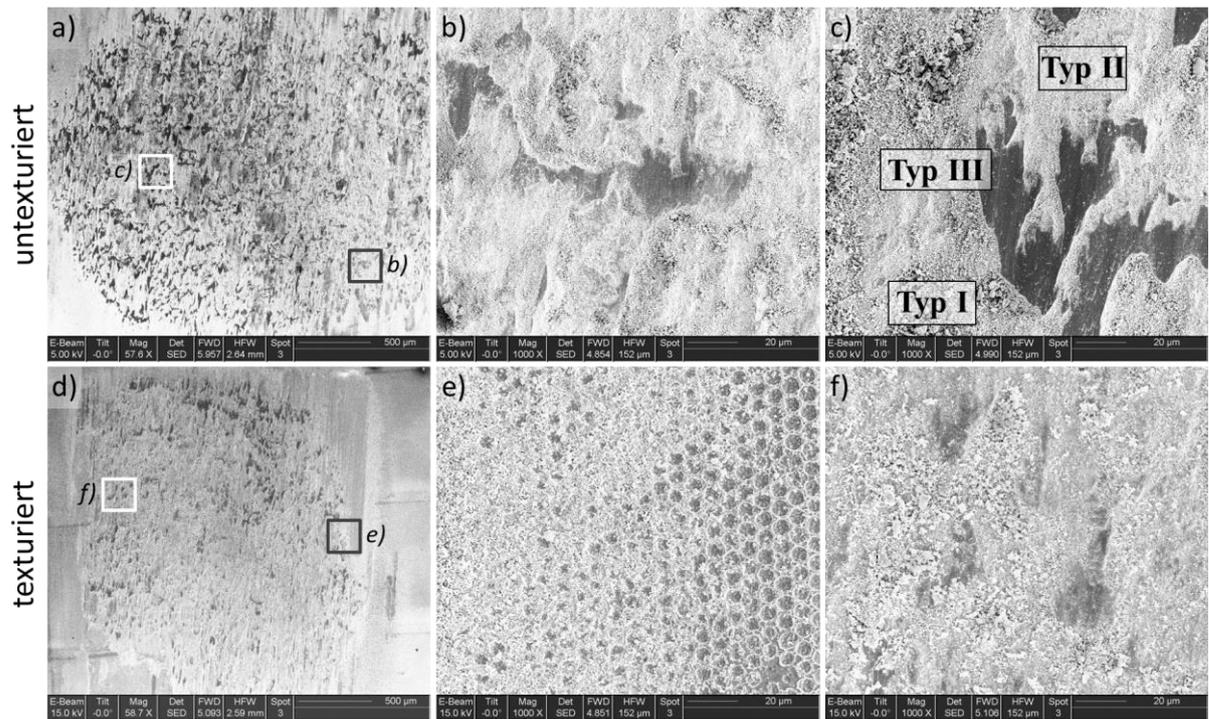


Abbildung 11.21: Proben nach 45000 Zyklen unter einer Normalkraft von 5,0 N (REM-Aufnahmen gefräster Probenringe). Dargestellt sind eine untexturierte Probe (oben) und eine texturierte Probe (unten). a) und d) Übersichtsaufnahmen. b) und c) Detailaufnahmen der in a) markierten Bereiche. e) und f) Detailaufnahmen der in d) markierten Bereiche. In c) sind die Formationen des Typs III gekennzeichnet.

11.4 Vergleich der Verschleißexperimente in Abhängigkeit von der Normalkraft und dem Einfluss der Lasertexturierung

Nach der qualitativen Beschreibung der verschleißbedingten Änderungen der Topographie, Mikrostruktur und chemischen Zusammensetzung der verzinneten Ringe werden in diesem Abschnitt die damit verbundenen Auswirkungen auf das elektrische und das Verschleißverhalten quantifiziert. Berücksichtigt werden dabei insbesondere die Variation der Normalkraft sowie der Einfluss der Lasertexturierung.

Der mittlere Reibungskoeffizient als Funktion des Probentyps und der Normalkraft wird in Abbildung 11.22 gezeigt.

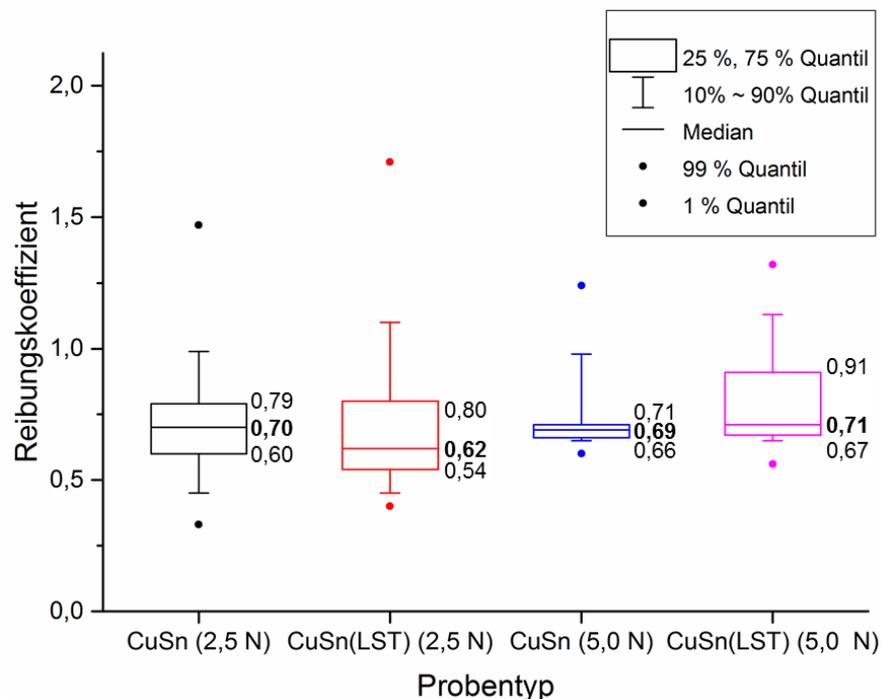


Abbildung 11.22: Vergleich des Reibungskoeffizienten von untexturierten und texturierten Proben unter Normalkräften von 2,5 N (linke Seite) und 5,0 N (rechte Seite). Darstellung als Box-Whisker-Diagramm. Innerhalb der Box liegen die mittleren 50 % der Daten, wobei der Median als durchgezogener Strich dargestellt ist. Das 10 %- bzw. 90 %-Quantil wird durch den unteren bzw. oberen Whisker, das 1 %- bzw. 99 %-Quantil wird durch den unteren bzw. oberen Punkt dargestellt.

Eine Betrachtung der Kraftabhängigkeit zeigt, dass eine höhere Last bei der untexturierten Probe nur eine geringfügige Auswirkung auf den Median des Reibungskoeffizienten hatte. Allerdings wurde die Streuung der Ergebnisse deutlich geringer. Verglichen mit dem Referenzzustand nahm die Streuung bedingt durch die Lasertexturierung in beiden Fällen deutlich

zu. Um dennoch eine belastbare Aussage darüber treffen zu können, ob ein Unterschied zwischen den einzelnen Gruppen an Messergebnissen vorliegt, wurde an den Daten eine Varianzanalyse durchgeführt (einfaktorielle ANOVA, Holm-Sidak-Methode, Signifikanzniveau 5 %; s. Abschnitt 9.4). Trotz der großen Streuung wurden signifikante Unterschiede im Mittelwert der Reibungskoeffizienten zwischen den einzelnen Probenotypen festgestellt. Der Vergleich der lasertexturierten Proben untereinander zeigt, dass der Reibungskoeffizient bei dem mit 5,0 N belasteten Probenotyp größer war als bei dem mit 2,5 N belasteten. Verglichen mit dem jeweiligen Referenzzustand wurde unter einer Last von 2,5 N eine Absenkung des Reibungskoeffizienten durch die Lasertexturierung beobachtet. Bei der höheren Normalkraft von 5,0 N hingegen kam es zu einem geringfügigen Anstieg.

Eine weitere entscheidende Kenngröße stellt der elektrische Kontaktwiderstand dar (s. Abbildung 11.23). Sowohl im Referenzzustand als auch bei den texturierten Proben führte eine Krafterhöhung zu einem Absinken des Kontaktwiderstands. Auch die Streuung der Messwerte nahm ab. Die texturierten Proben wiesen für beide Lasten einen geringeren Kontaktwiderstand auf als die untexturierten (Abnahme um ca. 42 % bei 2,5 N und um ca. 71 % bei 5,0 N; bezogen auf den Median). Zudem hatte die Texturierung eine starke Reduzierung der Streuung zur Folge.

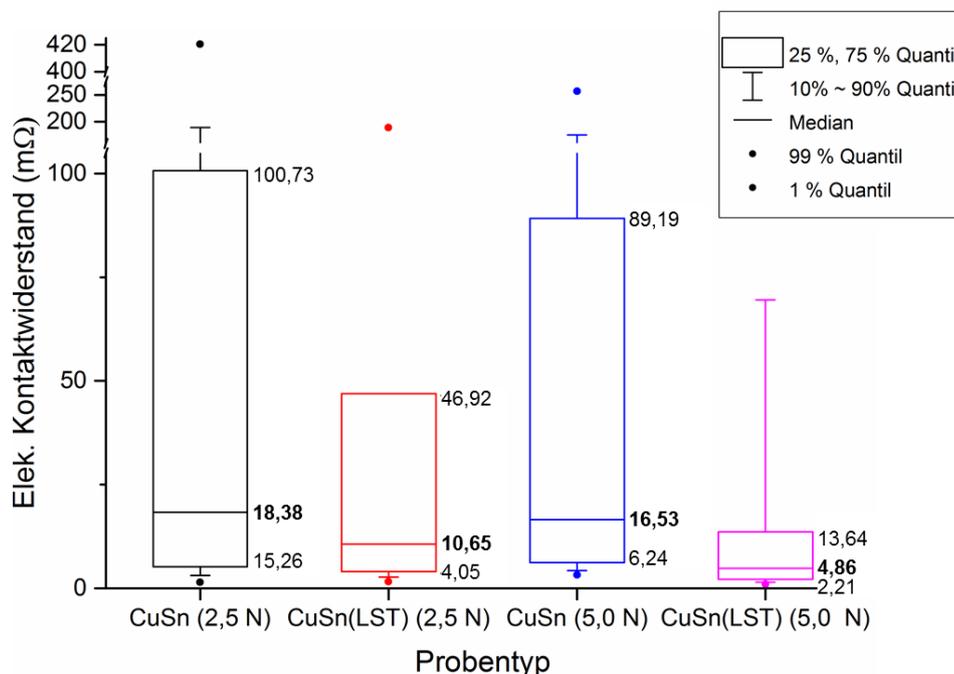


Abbildung 11.23: Vergleich des elektrischen Kontaktwiderstands von untexturierten mit texturierten Proben unter Normalkräften von 2,5 und 5,0 N. Darstellung als Box-Whisker-Diagramm.

Als Versagenskriterium für die Funktionsfähigkeit des elektrischen Systems wurde ein kritischer Kontaktwiderstand von $70 \text{ m}\Omega$ definiert und die Anzahl der Zyklen bis zum ersten Überschreiten dieses Wertes bestimmt (s. Abbildung 11.24). In allen Fällen führte eine Krafterhöhung zur Steigerung dieser kritischen Zyklenzahl. Der Einfluss der Lasertexturierung ist überdies deutlich erkennbar. Unter einer Normallast von $2,5 \text{ N}$ wurde ausgehend vom Median eine Steigerung um ca. 36 %, unter einer Last von $5,0 \text{ N}$ von ca. 19 % festgestellt. Durch die Texturierung wurde allerdings die Streuung der Messwerte erhöht.

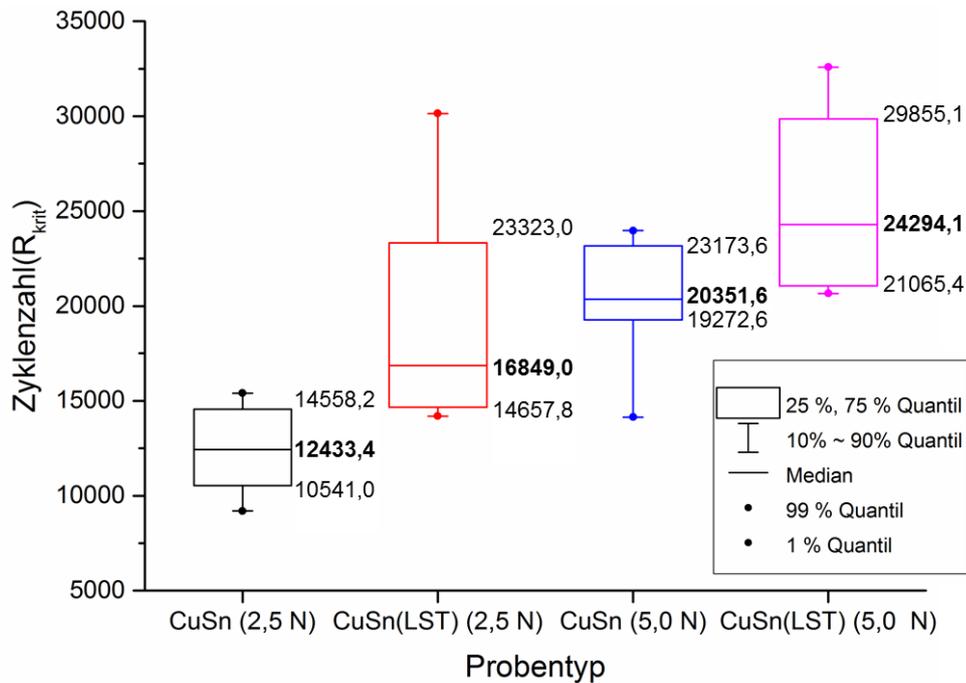


Abbildung 11.24: Vergleich der Zyklenzahl bis zum Überschreiten des kritischen Kontaktwiderstands R_{krit} ($70 \text{ m}\Omega$). Verglichen werden untexturierte mit texturierten Proben unter Normalkräften von $2,5$ und $5,0 \text{ N}$. Darstellung als Box-Whisker-Diagramm.

Aufgrund der häufig auftretenden Peaks in den Kontaktwiderstand-Zyklenzahl-Kurven muss geprüft werden, ob die kritische Zyklenzahl ein geeignetes Versagenskriterium darstellt. Als weitere Kenngröße für die Güte des elektrischen Kontaktes wurde daher die Fläche unter der Kurve gewählt, welche oberhalb des kritischen Widerstandswertes von $70 \text{ m}\Omega$ lag (in Relation zur Gesamtfläche). Je größer diese Fläche ist, umso höher ist die Verlustleistung und desto schlechter sind die elektrischen Eigenschaften des Probenstyps. Die Ergebnisse dieser Auswertung sind in Abbildung 11.25 dargestellt.

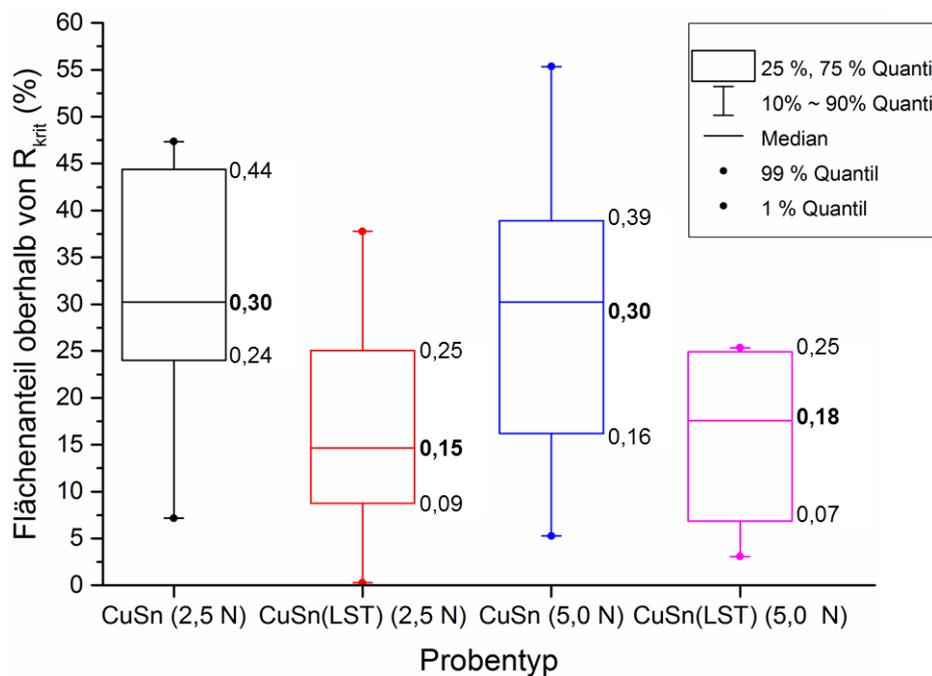


Abbildung 11.25: Der betrachtete Flächenanteil ist definiert als die Fläche unter der Kontaktwiderstand-Zyklenzahl-Kurve oberhalb von R_{krit} in Relation zur Gesamtfläche unter der Kurve. Verglichen werden untexturierte mit texturierten Proben unter Normalkräften von 2,5 und 5,0 N. Darstellung als Box-Whisker-Diagramm.

Die generellen Trends entsprechen denen der kritischen Zyklenzahl und bestätigen damit die Aussagekraft dieses Versagenskriteriums. Eine Zunahme der Normallast führte zu einer Verkleinerung des Flächenanteils unter der R_K - N_z -Kurve oberhalb von R_{krit} (Reduktion um 50 % bei 2,5 N und um 40 % bei 5,0 N bezogen auf den Median). Die Streuung wurde infolge der Lasertexturierung leicht reduziert.

Um einen Vergleich zum stationären Kontakt ziehen zu können, wurde der elektrische Widerstand zudem wie folgt normiert:

$$R_K^{norm} = \frac{\int R_K dN_z}{N_z^{ges} R_c^{stat}}, \quad \text{Gl. 11.1}$$

mit R_K^{norm} – normierter elektrischer Kontaktwiderstand (dimensionslos),
 N_z – Zyklenzahl,
 N_z^{ges} – Gesamtzyklenzahl,
 R_K^{stat} – elektrischer Kontaktwiderstand unter stationären Bedingungen.

Da der elektrische Strom während der Experimente konstant gehalten wurde, stellt das Integral $\int R_K dN_z$ (Fläche unter der Kurve des Kontaktwiderstands) ein direktes Maß für die umgesetzte elektrische Energie dar. Mittels R_K^{norm} kann somit eine Aussage darüber getroffen wer-

den, wie stark die Probe im Zuge des Experiments verschlissen wurde. Je höher der Wert, umso stärker hat der Fretting-Verschleiß die elektrischen Eigenschaften der Kontaktfläche verschlechtert. Hierbei zeigte sich, dass eine Erhöhung der Normalkraft zu einem Absenken des normierten Kontaktwiderstands führte (s. Abbildung 11.26). Durch die Lasertexturierung konnte zudem der Energieverlust durch Reibung verringert werden. Bezogen auf den Median kam es bei einer Normalkraft von 2,5 N zu einer Reduktion um ca. 33 %, bei einer Kraft von 5,0 N um ca. 46 %. Ein Einfluss der Texturierung auf die Streuung der Ergebnisse konnte nur im Falle geringer Normalkräfte festgestellt werden (Verringerung der Streuung).

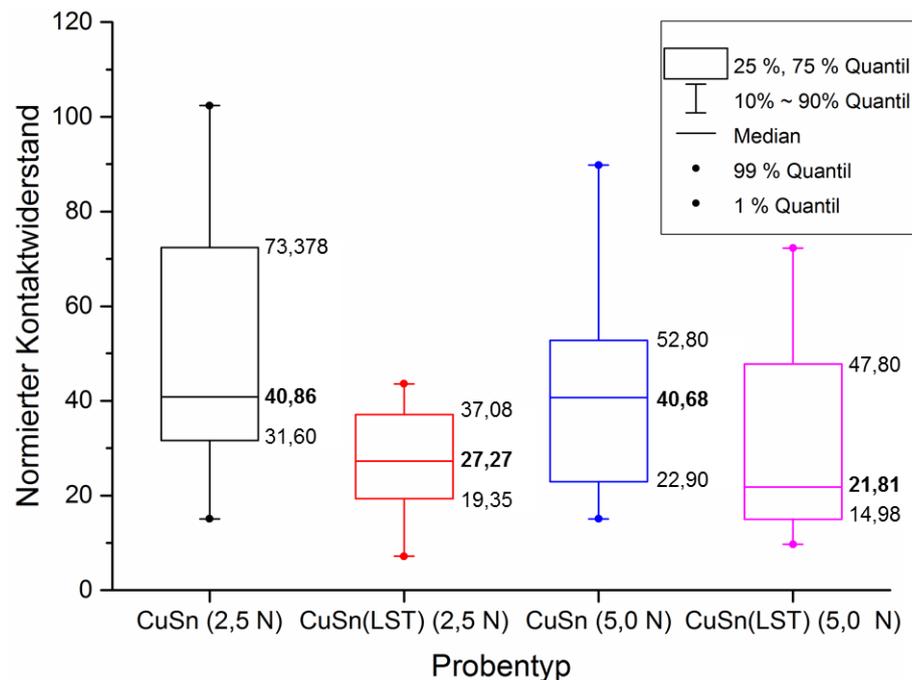


Abbildung 11.26: Vergleich des normierten elektrischen Kontaktwiderstands R_k^{norm} von untexturierten mit texturierten Proben unter Normalkräften von 2,5 und 5,0 N. R_k^{norm} ist definiert als die Fläche unterhalb der Kurve des elektrischen Kontaktwiderstands, normiert auf die Anzahl an Zyklen und den minimalen Kontaktwiderstand unter stationären Bedingungen. R_k^{norm} ist daher dimensionslos. Darstellung als Box-Whisker-Diagramm.

11.5 Diskussion der Verschleißexperimente: Entwicklung eines Verschleißmodells

Anhand der gemachten Beobachtungen wird ein Modell abgeleitet, das die Entwicklung des Reibungskoeffizienten und die auftretenden Verschleißarten beschreibt. Als Basis dafür dienen in erster Linie die Arbeiten von Blau zur Kategorisierung des Einlaufverhaltens in Reibkontakten [173, 174]. Er identifizierte anhand von Literaturdaten acht typische Einlaufkurven, deren Verlauf durch chemische oder morphologische Mechanismen bzw. deren Kombination bestimmt wird. Dies ist exemplarisch in Abbildung 11.27 veranschaulicht.

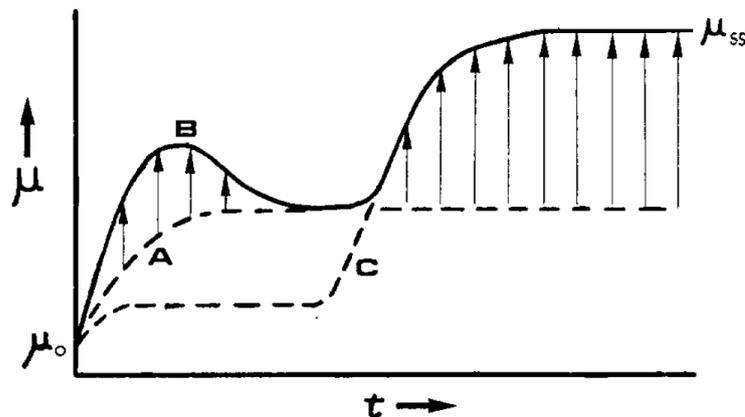


Abbildung 11.27: Mögliches Szenario für das Einlaufverhalten bei trockener Reibung: A – Entfernung von Oberflächenoxid; B – plastische Deformation von oberflächennahem Material, C – Beitrag durch Abriebpartikel (Transfer zwischen den metallischen Körpern oder Verschleiß durch Partikel). μ_0 – Reibungskoeffizient bei Beginn des Experiments, μ_{ss} – Gleichgewichts-Reibungskoeffizient (entnommen aus [173]).

Den steilen Anstieg zu Beginn der Reibkurve schrieb Blau unter anderem der Entfernung von auf der Oberfläche vorliegenden Oxidschichten zu (A). Zwischen gleichartigen Metalloberflächen (wie es auch in dieser Arbeit der Fall ist) kann dies zu einer starken Zunahme der Adhäsionskräfte und damit auch zum Anstieg des Reibungskoeffizienten führen. Weiterhin können auch die anfänglich auf der Oberfläche vorliegenden Asperiten für eine Erhöhung verantwortlich sein.

Das Absinken der Kurve des Reibungskoeffizienten, wie es in idealisierter Form in Abbildung 11.27 (B) dargestellt ist, erklärte Blau durch das Einebnen der Oberfläche. Die höchsten Asperiten erfahren eine hohe Flächenpressung und werden daher schnell abgetragen. Dieser Prozess wird fortgeführt, bis eine Konformität auf der Mikroskala zwischen den in Kontakt stehenden Oberflächen erreicht ist. Dadurch wird wiederum ein Absinken des Reibungskoeff-

fizienten erreicht. Weiterhin kann die Entstehung eines dünnen Films aus Verschleißpartikeln ebenfalls für eine Reduktion des Reibungskoeffizienten verantwortlich sein oder dazu beitragen [174]. Eine solche Schmierwirkung durch Verschleißpartikel wurde auch von Varenberg et al. beobachtet, die denselben experimentellen Aufbau wie in dieser Arbeit verwendeten (s. Abschnitt 9.4, [95]). In ihren Experimenten trat der Schmiereffekt unter Fretting-Bedingungen zwischen gleichartigen Metalloberflächen auf, wenn der Verschleiß primär durch Adhäsion bestimmt wurde. In diesem Fall minderte das Vorhandensein eines dünnen Partikelfilms die Adhäsionskräfte und reduzierte somit den Reibungskoeffizienten.

Die von Blau beschriebenen Kurvenverläufe wurden auch zu Beginn der in diesem Kapitel beschriebenen Verschleißexperimente beobachtet. Der Kurvenverlauf des Typs B ist charakteristisch für die Proben, die bei einer Normallast von 2,5 N geprüft wurden, während der höheren Normalkraft von 5,0 N überwiegend Typ A zugeordnet werden kann (s. Abbildung 11.28).

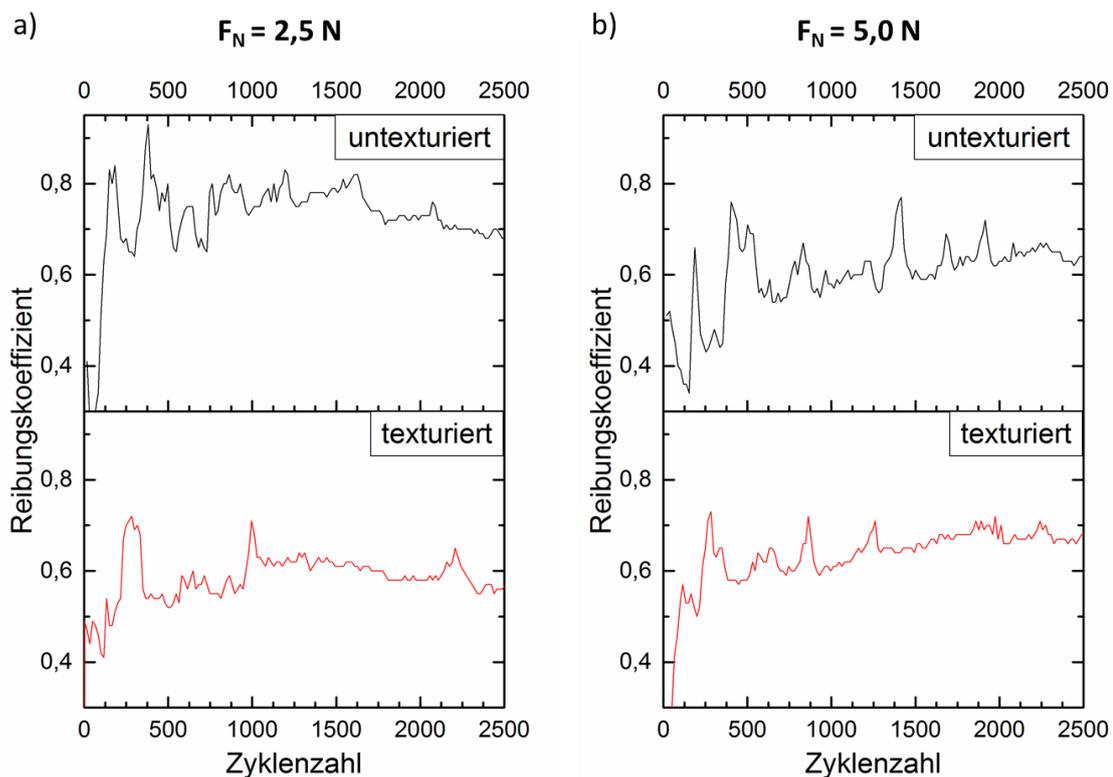


Abbildung 11.28: Vergleich des Einlaufverhaltens von untexturierten (oben) und texturierten (unten) Proben. Reibungskoeffizient als Funktion der Zyklenzahl. Verschleißexperiment unter Normalkräften von a) 2,5 N; b) 5,0 N.

Da im Falle der weichen Zinnschicht bei beiden Normallasten von einer Entfernung der nativen Oxidschicht sowie der Einebnung der Asperiten auszugehen ist, liegt dieser Unterschied wahrscheinlich in der Schmierwirkung der Verschleißpartikel begründet. Ein Vergleich der

Oberflächen nach 512 Zyklen zeigt, dass der Anteil an abrasivem Verschleiß durch eine Normalkrafterhöhung von 2,5 N auf 5,0 N zugenommen hat (vgl. Abbildung 11.3 und Abbildung 11.17). Die Verschleißpartikel haben bei größeren Normalkräften zu einem Mikropflügen geführt, wie am Beispiel der untexturierten Probe erkennbar ist (s. Abbildung 11.18 c und d). Von einer Schmierwirkung des Partikelfilms ist bei einer Normallast von 5,0 N daher nicht auszugehen.

Aufgrund von Änderungen der Mikrostruktur sowie der chemischen Zusammensetzung der Oberflächen oder der beteiligten Verschleißpartikel kann es laut Blau erneut zu einem Anstieg in der Reibkurve kommen (s. Abbildung 11.27, C, [174]). In den in dieser Arbeit durchgeführten Experimenten kam es zur Oxidation und Akkumulation der Abriebpartikel innerhalb der Verschleißzone. Diese Partikel sind eine typische Folge des in Abschnitt 5.2.2 beschriebenen korrosiven Schwingungsverschleißes (Fretting-Korrosion, s. Abbildung 5.3). Durch eine oszillatorische Relativbewegung zwischen den verzinneten Oberflächen entstehen metallische Verschleißpartikel, die bei Kontakt mit dem Sauerstoff der umgebenden Luft oxidieren. Die Härte des Zinnoxids übersteigt die der Zinnschicht um eine Größenordnung (s. Tabelle 3.1). Die während der Schwingungsbewegung erzeugten Oxidpartikel können sich daher leicht in die weiche, metallische Zinnschicht eingraben. Dieses Mikropflügen führt zu einer Erhöhung des Reibungskoeffizienten. Eine weitere Ursache für einen Anstieg, welcher in Kurve C aus Abbildung 11.27 dargestellt ist, kann ein erhöhter Materialtransfer zwischen den Kontaktpartnern sein. Der Fretting-Verschleiß durch die Zinnoxidpartikel führte an einigen Stellen der Oberfläche zum Durchdringen der Beschichtung, sodass schließlich auch das Substratmaterial mit der Atmosphäre in Kontakt kam. Dies wurde vor allem auf den untexturierten Kontaktpartnern festgestellt (s. Abbildung 11.11 c und Abbildung 11.12 b). Die entstandenen Kupferoxidpartikel tragen selbst auch zum Fretting-Verschleiß bei. Da diese Partikel stets auf beiden Kontaktpartnern zu finden waren, ist von einem Materialtransfer zwischen den gefrästen und den Vollringen auszugehen.

Die Schädigung der Oberfläche durch die entstandenen Oxidpartikel hatte weitere chemische und mikrostrukturelle Änderungen zur Folge, die zur Bildung einer geschlossenen intermetallischen Schicht führten. Im Ausgangszustand lag die intermetallische Phase in Form von Partikeln innerhalb der Zinnschicht vor (s. Abbildung 10.11). Die Entstehung der IMP-Schicht kann qualitativ auf zwei Effekte zurückgeführt werden: Erstens kam es zu hoher plastischer Deformation und starker Durchmischung oberflächennaher Schichten, innerhalb derer Kupfer und Zinn vorlagen (s. bspw. Abbildung 11.12 b). Zweitens führte die Reibung zu einer Erhöhung der Temperatur innerhalb der Verschleißzone. Beide Prozesse begünstigen die Bildung intermetallischer Phasen.

Noch offen ist die Frage, wie die unterschiedlichen Morphologien der drei Arten von Oxidschichten zustande kamen. Während das Zinnoxid als kompakte Schicht auf der Oberfläche vorlag, bildete sich das Kupferoxid des Typs I in Form loser Partikel. Letzteres ist in erster Linie auf die stark unterschiedlichen Dichten von Kupfer und Kupfer(II)oxid zurückzuführen. Während zwischen Zinn und Zinn(II)oxid nur ein Dichteunterschied von 11,5 % besteht, beträgt dieser bei Kupfer und seinem Oxid 40,0 % (s. Tabelle 3.1). Der mit der Umwandlung verbundene Volumensprung zwischen Kupfer und Kupfer(II)oxid ist wahrscheinlich die Ursache für die Entstehung loser Verschleißpartikel. In späteren Stadien des Verschleißexperimentes kam es zur Entstehung eines dritten Typs von Oberflächenoxid. Bei Typ III handelte es sich chemisch ebenfalls um CuO. Die Morphologie unterscheidet sich jedoch von Typ I dadurch, dass eine zusammenhängende Schicht vorlag, die teils von Poren durchzogen war. Unterhalb der Schicht wurde ein stark deformiertes Kupfer-Gefüge beobachtet (s. Abbildung 11.14). Die beobachtete Morphologie lässt darauf schließen, dass es sich bei Typ III um eine kompaktere Version des Typs I handelt. Diese ist im Verlauf des Experiments aufgrund der äußeren Last in Kombination mit der Relativbewegung zwischen den Probenoberflächen durch Komprimierung der losen CuO-Partikel des Typs I entstanden.

Welchen Einfluss die beschriebenen tribochemischen Entwicklungen auf den Verlauf des elektrischen Kontaktwiderstands haben, wird im Folgenden diskutiert. Im Zuge dessen wird auf Basis der in Abschnitt 5.2.2 vorgestellten Mechanismen ein auf das vorliegende Materialsystem abgestimmtes Fretting-Modell entwickelt.

Die Entfernung von Oxidschichten hat prinzipiell eine Erhöhung der metallischen Kontaktfläche und damit eine Erniedrigung des elektrischen Kontaktwiderstands zur Folge [75]. Dies gilt ebenso für die Einebnung von Asperiten. Abbildung 11.29 zeigt, dass weniger als 100 Zyklen notwendig sind, um einen stabilen metallischen Kontakt aufzubauen. Die Höhe des initialen Peaks schwankt sehr stark von Probe zu Probe. Ein signifikanter Unterschied zwischen untexturierten und texturierten Proben konnte nicht festgestellt werden.

Das Einlaufverhalten des elektrischen Kontaktwiderstands weicht stark von dem des Reibungskoeffizienten ab, der sich erst nach einigen Tausend Zyklen (temporär) stabilisiert (vgl. Abbildung 11.1 und Abbildung 11.15). Blau berichtete davon, dass sich die Zeit bis zum Erreichen einer stabilen Verschleißrate stark von derjenigen bis zum Erreichen eines Gleichgewichts-Reibungskoeffizienten unterscheiden kann [174]. Der Zusammenhang zwischen Reibung und Verschleiß lässt sich jedoch nicht generalisieren, sondern hängt davon ab, wie die kinetische Energie im jeweiligen Tribosystem dissipiert wird. Im hier betrachteten Fall ist die schnelle Erniedrigung des elektrischen Kontaktwiderstands leicht erklärbar, wenn die geringe

Schichtdicke des nativen Zinnoxids auf der Oberfläche (< 10 nm) und die deutlich höhere Härte des Zinnoxids im Vergleich zum darunter liegenden metallischen Zinn in Betracht gezogen werden.

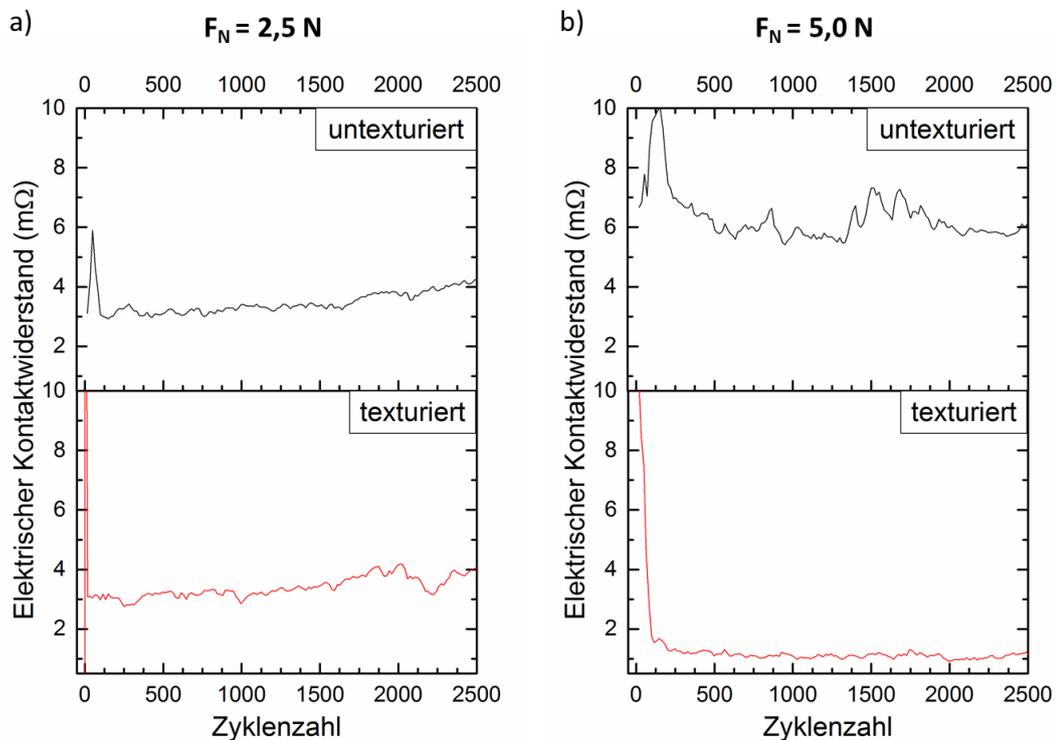


Abbildung 11.29: Vergleich des Einlaufverhaltens von untexturierter (oben) und texturierter (unten) Probe. Elektrischer Kontaktwiderstand als Funktion der Zyklenzahl. Verschleißexperiment unter einer Normalkraft von a) 2,5 N; b) 5,0 N.

Wilson beschrieb in seiner Studie zum Kontaktwiderstand von Oberflächenfilmen auf Metallen, dass die zum Durchbrechen einer Oxidschicht aufzubringende Flächenpressung beim Kontakt zwischen gleichartigen Metallen in erster Linie vom Härteunterschied zwischen Schicht und Substrat abhängt [75]. Im hier gegebenen Schichtsystem übersteigt die Härte des Zinnoxids die des darunter liegenden Zinns um eine Größenordnung (s. Tabelle 3.1). Durch die hohen Flächenpressungen im Bereich der höchsten Asperiten kann die Oxidschicht dort schnell entfernt werden und ein metallischer Kontakt kommt zustande (s. Abbildung 11.30, Stufe 1). Die fortschreitende Einebnung der Asperiten mit steigender Zyklenzahl (> 100) beeinflusst zwar den Reibungskoeffizienten stark, hat aber auf die Entwicklung des elektrischen Kontaktwiderstands kaum eine Auswirkung. Bei Erhöhung der realen metallischen Kontaktfläche nimmt die a-Spot-Dichte stetig zu, was jedoch nicht in einer direkt proportionalen Steigerung der elektrischen Leitfähigkeit resultiert. Diese läuft in eine Sättigung, da sich die einzelnen Spots innerhalb der sich bildenden Cluster gegenseitig beeinflussen, was den elektrischen Widerstand erhöht [35].

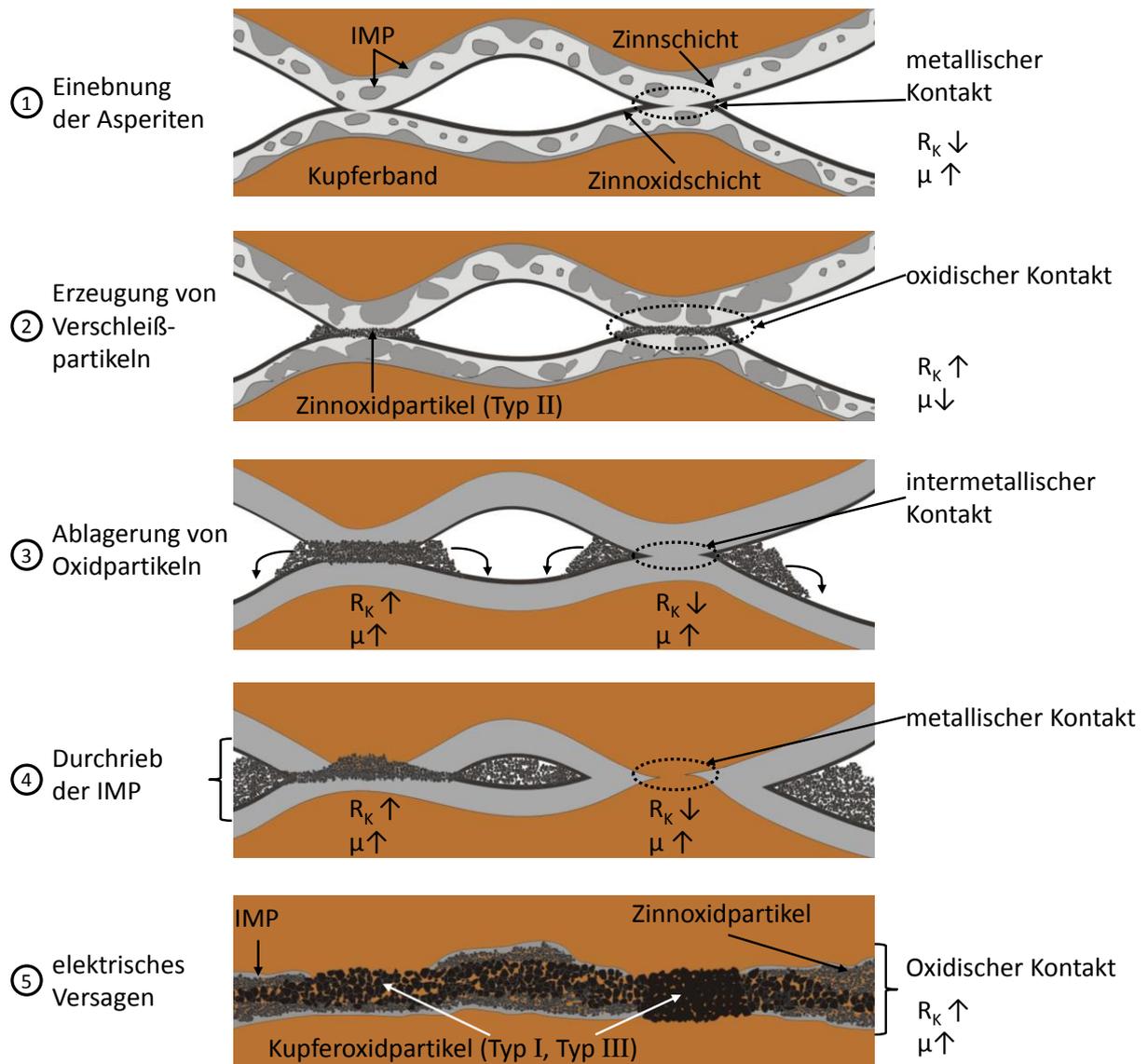


Abbildung 11.30: Fretting-Modell für das Materialsystem Kupfer-intermetallische Phase-Zinn-Zinnoxid (s. Stufe 1). Schematische Darstellung einer untexturierten Oberfläche ausgehend von zwei in Kontakt stehenden Asperiten. IMP – intermetallische Phase, R_K – elektrischer Kontaktwiderstand, μ – Reibungskoeffizient. Basierend auf [175].

Sobald es zur Entstehung von Zinnoxidpartikeln durch Fretting-Korrosion kommt, führt dies zu einer Verringerung der metallisch leitenden Kontaktfläche und damit zu einer Erhöhung des elektrischen Widerstands (s. Abbildung 11.30, Stufe 2). Wie zuvor beschrieben, graben sich die Zinnoxidpartikel in die weiche Zinnschicht ein und tragen diese ab. Durch die starke plastische Deformation sowie eine reibinduzierte Temperaturerhöhung wird weiterhin das Wachstum der intermetallischen Phase gefördert, welche schließlich eine geschlossene Schicht bildet (s. Abbildung 11.30, Stufe 3). Während immer neue Oxidpartikel generiert

werden, findet durch die andauernden Relativbewegungen ein Materialtransport aus dem Bereich der Asperiten in die umliegenden Hohlräume statt. Dies kann dazu führen, dass zeitweise wieder ein metallischer oder intermetallischer Kontakt entsteht, bevor erneut Oxidpartikel in der Kontaktzone gebildet werden (s. Abbildung 11.30, Stufe 3, rechts). Da die spezifische elektrische Leitfähigkeit der intermetallischen Phase Cu_6Sn_5 in derselben Größenordnung wie die des metallischen Zinns liegt, führt eine oxidfreie Kontaktfläche in beiden Fällen zu einem niedrigen elektrischen Kontaktwiderstand (s. Tabelle 3.1). Die alternierende Entstehung und Zerstörung dieser a-Spots erklärt die Schwankungen des Kontaktwiderstands im Verlauf des Experiments (s. bspw. Abbildung 11.1). Der Fretting-Verschleiß führt schließlich zum Durchrieb der intermetallischen Phase auf einem oder beiden Kontaktpartnern. Auf diese Weise können Grenzflächen mit hoher elektrischer Leitfähigkeit zwischen intermetallischer Phase und Kupfer oder beidseitig vorhandenem Kupfer entstehen (s. Abbildung 11.30, 4, rechts). Sind die Grenzflächen hingegen mit Oxidpartikeln belegt, so sinkt die Leitfähigkeit (s. Abbildung 11.30, Stufe 4, links). Kommt das Substratmaterial mit atmosphärischem Sauerstoff in Berührung, so wird erneut Fretting-Korrosion initiiert und die Bildung von Kupferoxidpartikeln setzt ein (s. Abbildung 11.30, Stufe 5). Wie beschrieben sind die Kupferoxidschichten sehr porös, was zu einer starken Erhöhung des elektrischen Kontaktwiderstands führt. Teilweise wird das Kupferoxid im Verlauf des Experiments unter der äußeren Last komprimiert. Der Flächenanteil der Oxidpartikel nimmt mit steigender Zyklenzahl zu, sodass schließlich eine elektrisch isolierende Grenzfläche, bestehend aus Kupferoxid (Typ I und III) sowie Zinnoxid (Typ II) entsteht.

Anhand des Modells von Blau zum Einlaufverhalten und des hier entwickelten Fretting-Modells lassen sich die in den Kontaktflächen auftretenden Phänomene prinzipiell erklären. Da diese Effekte auf einer realen Probenoberfläche zum Teil jedoch simultan ablaufen können, kann es im Experiment zu Abweichungen von diesen Modellen kommen. Eine Korrelation zwischen der Entwicklung des Reibungskoeffizienten und dem Verlauf des elektrischen Kontaktwiderstands war beispielsweise nicht für alle Proben bzw. nur abschnittsweise möglich. Um dies zu verstehen, muss die Kontaktgeometrie in Betracht gezogen werden. Während ein Kontaktpartner aus einem flachen Ring bestand, wurde die Kontaktfläche auf dem Gegenkörper aus drei Stegen gebildet, die über Fräsen hergestellt wurden (s. Abbildung 9.1). Diese Geometrie wurde gewählt, da ein reiner flach-flach-Kontakt leicht zum Verkanten führen kann. Die drei Kontaktpunkte sollten in Kombination mit dem sich selbstausrichtenden Lager für eine gleichmäßige Druckverteilung auf den Kontaktflächen sorgen (s. Abbildung 9.5, 2). Während der Experimente zeigte sich jedoch, dass dies nicht immer der Fall war. Gründe

hierfür sind eine nicht vollkommen zentrisch aufgebrachte Normalkraft sowie eine nicht perfekt eben präparierte Oberfläche. Folglich kam es zu einer ungleichmäßigen Ausbildung der Kontaktfläche auf den drei Stegen. Es ist daher wahrscheinlich, dass sich die Orte der größten Stromtragfähigkeit nicht während der gesamten Versuchsdauer mit den Bereichen deckten, die auch die größte mechanische Last trugen.

Weiterhin wurde beobachtet, dass bei der maximalen Zyklenzahl von 35000 bzw. 45000 nicht die komplette zur Verfügung stehende Kontaktfläche durch Verschleiß angegriffen wurde (s. Abbildung 11.3 und Abbildung 11.17). Auch hierbei spielte die Probenpräparation, mit der sich keine perfekt ebenen Oberflächen erzeugen ließen, eine Rolle. Die Erweiterung der Kontaktzone konnte so im Verlauf des Experimentes dazu führen, dass in den Randbereichen stets nicht verschlissene Areale der Zinnschicht eingebracht wurden. Die in Abbildung 11.30 gezeigten Verschleißstadien konnten somit simultan in unterschiedlichen Bereichen der Verschleißzone auftreten. Daher ist es möglich, dass die Normallast im Zentrum der Verschleißspur von den oxidierten Bereichen aufgenommen wurde, der Stromfluss jedoch in den Randbereichen am größten war.

Dies erklärt nicht nur die unterschiedliche Entwicklung von Reibungskoeffizient und Kontaktwiderstand, sondern auch, weshalb sich im untersuchten Zyklusintervall kein Gleichgewichtszustand für diese beiden Kenngrößen erreichen ließ. Ein weiterer Einflussfaktor, der ein Gleichgewicht verhinderte, stellte der ständige Wechsel aus Abtransport und Neubildung von Oxidpartikeln aus der Kontaktzone dar (s. Abbildung 11.30, Stufe 3). Auch das komplexe Schichtsystem, bestehend aus nativem Zinnoxid, metallischem Zinn, intermetallischer Phase und Kupfersubstrat, behinderte ein schnelles Erreichen des Gleichgewichtszustands, da die einzelnen Schichten aufgrund variierender Schichtdicke sowie der ungleichmäßigen Druckverteilung nicht überall gleich schnell degradierten (s. Abbildung 11.30, Stufen 4 und 5).

Neben den durch Störgrößen in das System eingebrachten Einflüssen auf das tribologische Verhalten, müssen auch die Folgen der Normallastvariation sowie die Wirkung der Lasertexturierung auf Reibung und Verschleiß diskutiert werden.

Im Zentrum der Verschleißzone konnte bereits nach 512 Zyklen keine Textur mehr nachgewiesen werden. Aufgrund der geringen Härte von Zinn wurde die Textur in Bereichen hoher Flächenpressungen zerstört, sodass sich die Oberfläche in dieser Region am Ende der Experimente auf Stufe 5 des Verschleißmodells befand (s. Abbildung 11.30, Stufe 5). Eine Verdoppelung der Normallast von 2,5 N auf 5,0 N beschleunigte den Degradationsprozess der Textur, was zu einer Vergrößerung der zentralen Verschleißzone in Relation zur Randzone führte (vgl. Abbildung 11.8 e und Abbildung 11.21 d).

Während bei hohen Lasten aufgrund der verstärkten Degradation der Textur ein Anstieg im Reibungskoeffizienten um 2,8 % beobachtet wurde, führte die Texturierung bei geringen Lasten zu dessen Verringerung um 11,4 % (s. Abbildung 11.22). Da die Textur bei einer Normalkraft von 2,5 N im Randbereich der Verschleißzone großflächig erhalten blieb, konnten die topographischen Minima als Speicher für die schlecht leitenden Oxidpartikel fungieren (s. Abbildung 11.31) [127]. Ähnlich wie bei den im Fretting-Modell beschriebenen Hohlräumen zwischen benachbarten Asperiten, können in der Kontaktfläche erzeugte Oxidpartikel abtransportiert und in den Topographieminima eingelagert werden (vgl. Abbildung 11.30). Das Speichervolumen ist jedoch im Vergleich zu den rauheitsbedingten Unebenheiten um mehrere Größenordnungen erhöht.

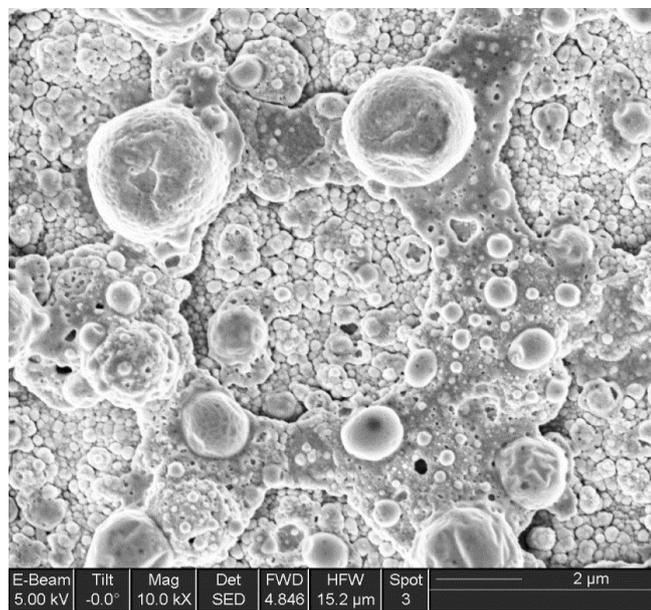


Abbildung 11.31: REM-Aufnahme des Randbereichs einer texturierten Probe nach 512 Zyklen unter einer Normallast von 2,5 N. Zu sehen sind große, kugelförmige Verschleißpartikel auf den Topographiemaxima sowie in den Minima eingelagerte, kleinere Verschleißpartikel.

Die Ursache für die höhere Streuung der Ergebnisse der lasertexturierten Proben im Vergleich zum Referenzzustand konnte nicht eindeutig geklärt werden. Rosenkranz et al. stellten in ihrer Arbeit zu trockener Reibung laserinterferenztexturierter Stahl-Stahl-Paarungen fest, dass das erzeugte Linienmuster eine Verminderung der Varianz der Ergebnisse zur Folge hatte [176]. Dies schrieben sie ebenfalls der Einlagerung von Verschleißpartikeln in den Tälern der Textur zu. Eine mögliche Ursache für das Ausbleiben dieser stabilisierenden Wirkung im hier betrachteten Materialsystem ist die geringe Tragfähigkeit der texturierten Zinnoberfläche im Vergleich zu entsprechenden Stahloberflächen. Insbesondere bei fortgeschrittener Zyklenzahl, wenn die Textur in großen Teilen der Verschleißzone bereits zerstört war, wurden starke

Fluktuationen und ein genereller Anstieg des Reibungskoeffizienten beobachtet (s. Abbildung 11.2 und Abbildung 11.16).

Wesentlich größeren Einfluss als auf den Reibungskoeffizienten haben Normallast und Texturierung auf den elektrischen Kontaktwiderstand. Die Belastung mit höheren Normalkräften führte zu einer Verminderung des elektrischen Kontaktwiderstands, einer Laufzeitverlängerung, einer geringeren Verlustleistung sowie einer insgesamt höheren Beständigkeit gegen die Auswirkungen des Fretting-Verschleißes (s. Abbildung 11.23 bis Abbildung 11.26). Ein analoges Verhalten in Bezug auf eine Erhöhung der Normallast wurde von Antler in seiner Studie zur Fretting-Korrosion von verzinnnten Kontakten beobachtet [177]. Er erklärte dies damit, dass sich die Korrosionsprodukte (Oxide) bei höheren Kräften leichter durchdringen lassen und somit ein stabilerer elektrischer Kontakt entsteht [8]. Der Effekt der Normallast auf den Kontaktwiderstand unter Fretting-Bedingungen wurde auch von Braunovic untersucht [178]. Er führte die verbesserten elektrischen Eigenschaften darauf zurück, dass die aus der zerstörten Oxidschicht stammenden Partikel unter der hohen Flächenpressung in die weiche Zinnschicht eingebettet werden und darüber hinaus die metallischen Asperiten in den Zwischenräumen kaltverschweißen. Die hochverdichteten Oxide schirmen das darunterliegende Material von der Atmosphäre ab und vermindern so das Fortschreiten der Fretting-Korrosion in diesen Bereichen. Somit können bei höheren Normalkräften mehr metallische Kontaktpunkte entstehen. Tatsächlich hatte eine Erhöhung der Normallast bei den hier gemachten Experimenten eine verstärkte Bildung stark komprimierter Oxidformationen zur Folge (Kupferoxid des Typs III, s. Abbildung 11.14). Die beschriebenen Mechanismen können die Fretting-Korrosion allerdings nur verzögern, nicht vollständig unterdrücken. Eine Erhöhung der Normallast führt in Steckverbindern zudem zu einem verstärkten Gleitverschleiß und macht höhere Steck- und Ziehkräfte notwendig, was eine Verbesserung der Kontakteigenschaften begrenzt.

Die positiven Effekte der Normalkrafterhöhung auf die elektrischen Eigenschaften wurden durch die Lasertexturierung allerdings verstärkt. So sank beispielsweise der elektrische Kontaktwiderstand bei Erhöhung der Last im untexturierten Fall um ca. 11 %, während die Verringerung bei den texturierten Proben ca. 54 % betrug (s. Abbildung 11.23). Dieser Effekt wurde auch von Varenberg et al. in ihren Fretting-Experimenten mit Stahl-Stahl bzw. Stahl-Bronze-Paarungen beobachtet [95]. Sie führten das unterschiedliche lastabhängige Verhalten von untexturierten und texturierten Proben darauf zurück, dass in der Kontaktfläche der texturierten Probe dünnere Oxidfilme generiert wurden oder deren Entstehung sogar gänzlich ausblieb. Die Diskussion um die unterschiedliche Entwicklung von Reibungskoeffizient und

elektrischem Kontaktwiderstand in diesem Abschnitt zeigt, dass die Strompfade nicht zwangsläufig in den Bereichen der höchsten Flächenpressung liegen müssen, selbst wenn die reale Kontaktfläche dort am größten ist. Bei beiden Probentypen liegt im Zentrum der Kontaktzone eine Schicht aus schlecht-leitenden Oxidpartikeln vor. Der elektrische Widerstand ist in dieser Region sehr hoch, da nur ein Bruchteil der Kontaktfläche metallisch leitfähig ist. Wie gezeigt wurde, werden die elektrisch isolierenden Partikel in den Randbereichen der texturierten Proben jedoch in die topographischen Minima eingelagert (s. Abbildung 11.31). Auf diese Weise können sich dort a-Spots zwischen den metallischen Zinnoberflächen ausbilden und der Kontaktwiderstand kann im Vergleich zu den untexturierten Proben abgesenkt werden (s. Abbildung 11.32).

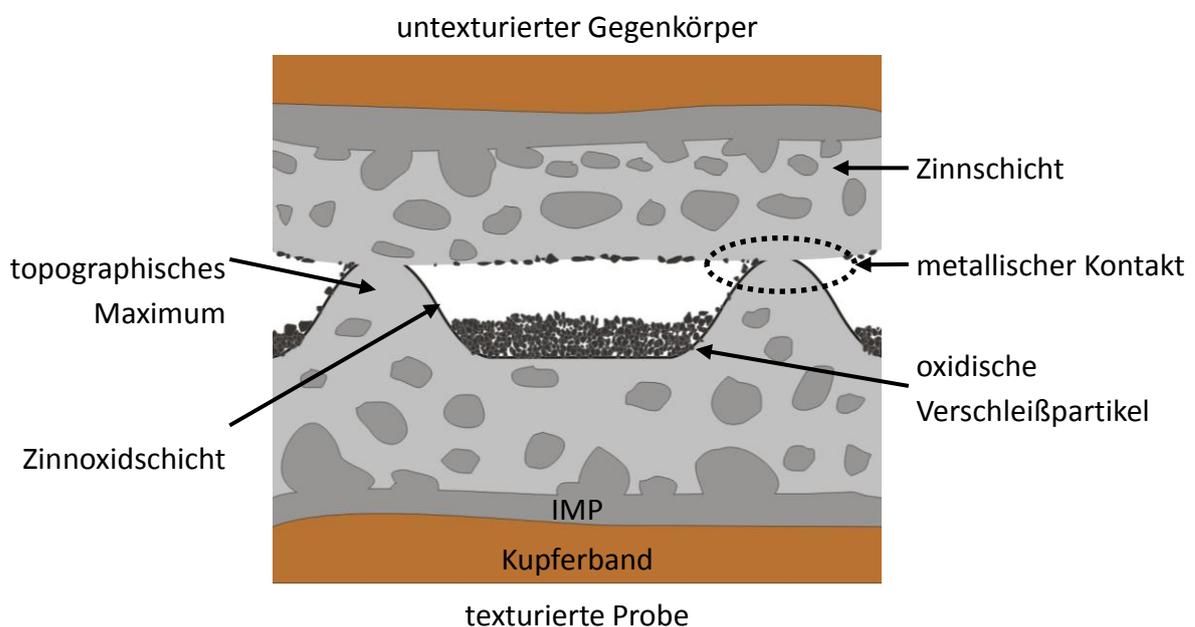


Abbildung 11.32: Fretting-Modell für den Randbereich der Verschleißzone zwischen einer texturierten Probe und einem untexturierten Gegenkörper. Schematische Darstellung der Oberfläche ausgehend von zwei in Kontakt stehenden topographischen Maxima. IMP – intermetallische Phase.

Die Ergebnisse zeigen, dass dieser Effekt insbesondere bei den hohen Normalkräften wirksam ist, obwohl es in diesem Fall zu einer stärkeren Degradation der Textur kommt (s. Abbildung 11.23). Absolut gesehen führt die Erhöhung der Normalkraft zu einer Vergrößerung der metallisch leitenden Kontaktfläche im Randbereich, obwohl deren Flächenanteil im Vergleich zur zentralen Verschleißzone abnimmt.

12 Kontaktwiderstandsmessungen

Wie im vorigen Kapitel gezeigt wurde, führt die Lasertexturierung zu verbesserten elektrischen Eigenschaften unter Fretting-Bedingungen. Eine sich ständig ändernde Oberflächengeometrie sowie chemische Veränderungen oberflächennaher Schichten erschweren es jedoch, die für diese Verbesserungen verantwortlichen Effekte separat voneinander zu betrachten. Daher wird in diesem Kapitel die Entwicklung des elektrischen Kontaktwiderstands in Abhängigkeit von der äußeren Last unter stationären Bedingungen im Detail untersucht.

Dabei werden zunächst die prinzipiellen Kurvenverläufe des Kontaktwiderstands untexturierter und texturierter Proben während eines einzelnen Be- und Entlastungszyklus beschrieben. Im Anschluss wird der Einfluss der Lasertexturierung auf das Deformationsverhalten während der Messung zunächst dargestellt und schließlich diskutiert. Unter Zuhilfenahme kontaktphysikalischer Simulationen wird ein entsprechendes Deformationsmodell, das die beobachteten Unterschiede zwischen beiden Probentypen erklärt, entwickelt. Um die Nachhaltigkeit der durch die Texturierung induzierten Änderungen zu überprüfen, wurden zudem Versuche mit mehrfachen Be- und Entlastungszyklen durchgeführt, die ebenfalls präsentiert und abschließend diskutiert werden.

12.1 Beschreibung des Ausgangszustands und Vergleich mit texturierten Oberflächen

Der elektrische Kontaktwiderstand wurde jeweils zwischen einer Probe und einer vergoldeten Sonde gemessen (vgl. Abschn. 9.3). Die Oberfläche einer solchen Sonde vor der Kontaktwiderstandsmessung ist exemplarisch in Abbildung 12.1 dargestellt. Um die Topographie besser sichtbar zu machen, wurde von der sphärischen Oberfläche mathematisch eine Kugel gleichen Radius subtrahiert (Abbildung 12.1 b). Anhand der WLI-Messungen ist deutlich erkennbar, dass keine perfekt sphärische Form der Sonden vorlag. Die beobachtete Inhomogenität wurde während des Herstellungsprozesses verursacht.

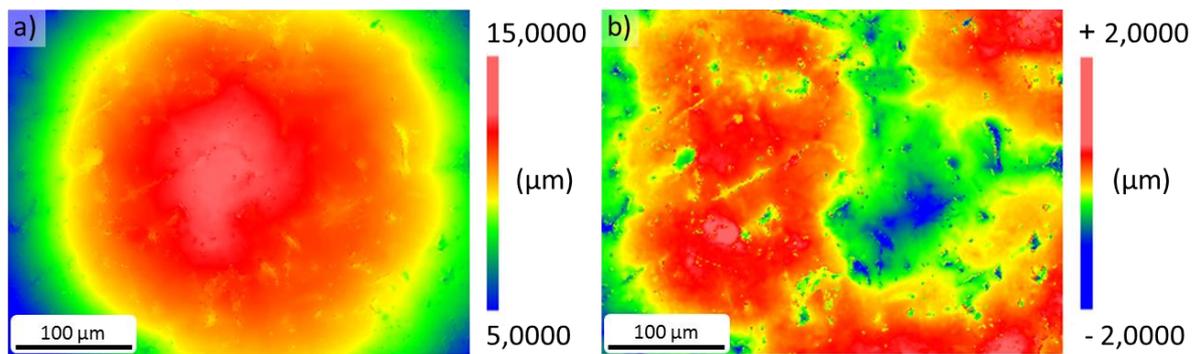


Abbildung 12.1: WLI-Abbildungen der vergoldeten Sonde. a) reale Geometrie, b) Darstellung der äquivalenten Ebene derselben Sonde. Die Oberfläche ist herstellungsbedingt nicht perfekt sphärisch und weist eine mittlere Rauheit R_a von $266,6 \pm 49,9$ nm auf [17].

Die mittlere Rauheit der Sonde liegt in derselben Größenordnung wie die der texturierten Proben, jedoch eine Größenordnung über den Proben im Ausgangszustand (s Tabelle 12.1).

Tabelle 12.1: Mittlere Rauheit R_a der Sonde und der untersuchten Probentypen.

Oberflächentyp	R_a (nm)
Sonde	$266,6 \pm 49,9$
Untexturierte Probe	$10,2 \pm 1,4$
Texturierte Probe (hexagonal, Periode $7,5 \mu\text{m}$)	505 ± 43

Das prinzipielle Verhalten des elektrischen Kontaktwiderstands als Funktion der Normalkraft wird anhand des untexturierten Ausgangszustands erklärt (s. Abbildung 12.2, doppeltlogarithmische Darstellung, einmaliger Be- und Entlastungszyklus). Der Kontaktwiderstand nimmt bei Belastung mit steigender Normalkraft ab und bei Entlastung wieder zu. Die Fehlerbalken sind ungefähr eine Größenordnung kleiner nach Entlastung, verglichen mit den entsprechenden Werten bei Belastung. Auffällig ist auch die Differenz im Mittelwert des Kontaktwiderstands korrespondierender Widerstandswerte vor und nach Belastung, insbesondere zu niedrigen Lasten hin. Es liegt eine deutliche Hysterese zwischen Be- und Entlastung vor, wobei der Kontaktwiderstand in letzterem Fall niedriger ist.

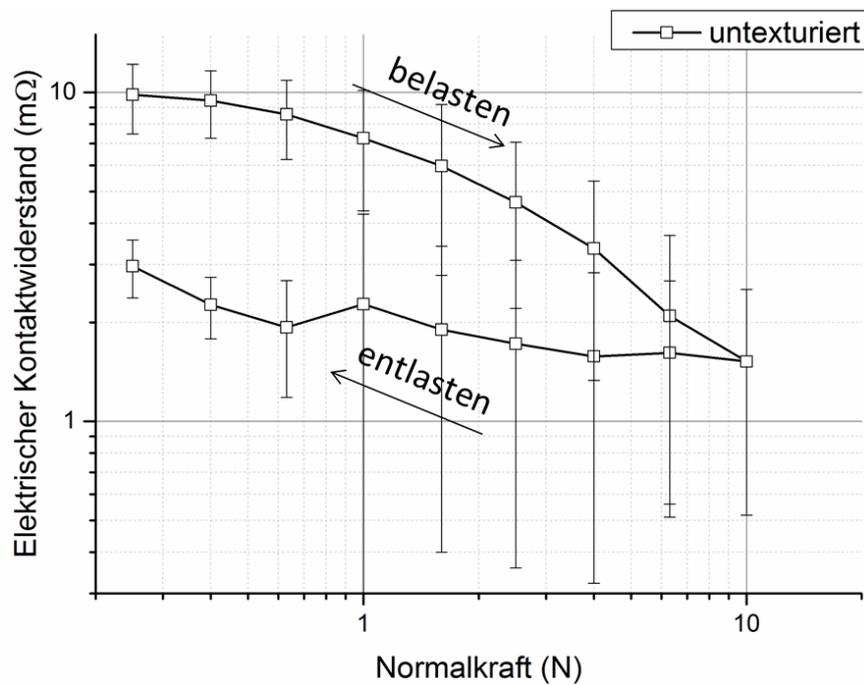


Abbildung 12.2: Elektrischer Kontaktwiderstand als Funktion der Normalkraft. Doppeltlogarithmische Darstellung des untexturierten Zustands. Der obere Ast der Kurve stellt den Belastungsfall dar, der untere den Entlastungsfall. Die Normalkräfte liegen im Bereich von 0,25 bis 10 N.

Im Folgenden wird der untexturierte Ausgangszustand mit einer texturierten Probe am Beispiel eines hexagonalen Punktmusters mit einer Periode von 7,5 μm verglichen. Auch im texturierten Zustand folgt der Kontaktwiderstand prinzipiell dem zuvor beschriebenen Verhalten, was den Kurvenverlauf in Abhängigkeit von der Normalkraft betrifft (s. Abbildung 12.13)

Dennoch sind einige signifikante Unterschiede festzustellen. Die Streuung der Ergebnisse ist bei den texturierten Proben deutlich geringer, als bei den untexturierten, was sich in um eine Größenordnung kleineren Fehlerbalken äußert. Zudem fällt die Hysterese zwischen Be- und Entlastung im texturierten Zustand deutlich kleiner aus. Der maximale Hysterese-Unterschied bei einer Normalkraft von 0,25 N betrug für die untexturierten Proben 6,15 mΩ, während sich bei den texturierten Proben eine Differenz von 0,61 mΩ ergab.

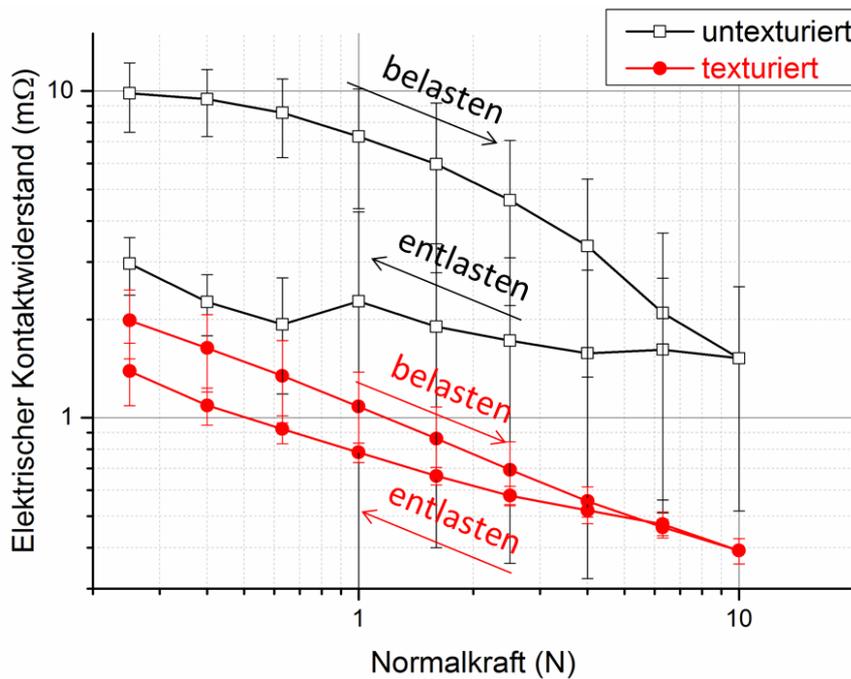


Abbildung 12.3: Elektrischer Kontaktwiderstand als Funktion der Normalkraft. Doppeltlogarithmische Darstellung des untexturierten und des texturierten Zustands (hexagonales Punktmuster, Periode 7,5 μm) [17].

Der elektrische Kontaktwiderstand der texturierten Proben ist über den gesamten beobachteten Lastbereich geringer, als es bei den nicht texturierten Proben der Fall ist. Bei einer Normalkraft von 10 N fand eine Reduzierung des Kontaktwiderstands durch die Texturierung um den Faktor 3,9 statt. Der Unterschied im elektrischen Kontaktwiderstand zwischen lasertexturierter Probe und dem Referenzzustand fällt im Allgemeinen bei Belastung größer aus, als bei Entlastung (Belastung: Faktor 4,5 – 6,9; Entlastung: Faktor 2,1 – 3,4).

12.2 Einfluss der Texturierung auf das Deformationsverhalten

Plastische Deformation trat bei beiden Probentypen bereits ab Kräften von 0,25 N auf. Als Ursache hierfür wird im Falle der nicht texturierten Probe vor allem die inhomogene Sonden-geometrie gesehen, die während der Indentation auf der Probenoberfläche zu lokal hohen Flächenpressungen führte. Wie anhand von Abbildung 12.4 a) und c) erkennbar ist, wurde die Topographie der Sonde direkt auf die untexturierten Probenoberfläche aufgeprägt, was in inhomogenen Eindrücken resultierte. Weiterhin fand ein Auftürmen von Material rund um die Eindrücke statt. Dieser sogenannte Pile-up weist eine leichte Asymmetrie auf, die durch eine von 90° verschiedene Ausrichtung zwischen Indenter und Probenoberfläche verursacht wird. Diese Fehlausrichtung ist auch für die Riefen am Rande des Indents verantwortlich.

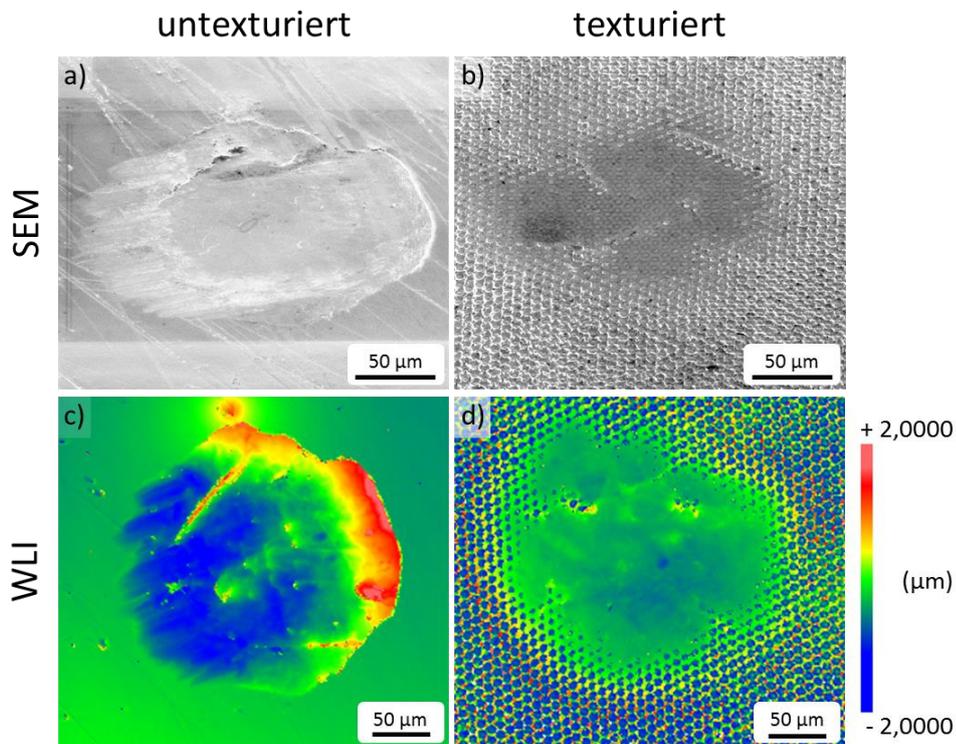


Abbildung 12.4: REM- und WLI-Aufnahmen einer untexturierten und einer hexagonal texturierten Probenoberfläche nach Indentation mit einer Normalkraft von 10 N. a), c) Die Topographie der Sonde wurde während des Experiments auf die nicht-texturierte Probe geprägt. Am Rande des Indents kam es einseitig zum Auftürmen von Material (Pile-up) sowie zur Riefenbildung auf der gegenüberliegenden Seite. b), d) Auf der hexagonal texturierten Probe ist der Präge-Effekt sehr schwach ausgebildet. Ein merklicher Pile-up sowie Riefenbildung wurden nicht beobachtet.

Kein merklicher Pile-up von Material wurde auf der texturierten Probe beobachtet (s. Abbildung 12.4, b und d). Weiterhin führte die Indentation nur zu einem geringen Aufprägen der Sondentopographie auf die Probenoberfläche.

Auf der texturierten Probe führte plastische Deformation zu einem Materialfluss von den topographischen Maxima in die Minima, sodass im Zentrum des Indents keine Textur mehr vorhanden war. Die hexagonalen Umrisse der Textur sind im REM-Bild noch erkennbar (s. Abbildung 12.5). Die starke plastische Deformation ist anhand von unterschiedlich kontrastierten Linien in den REM-Aufnahmen sichtbar, die vor allem an der ehemaligen Grenze zwischen Minima und Maxima auftreten. Ein Querschnitt durch einen Bereich nahe einem Topographieminimum zeigt, dass die plastische Deformation zu Rissbildung unterhalb der Oberfläche führen kann (s. Abbildung 12.5 b).

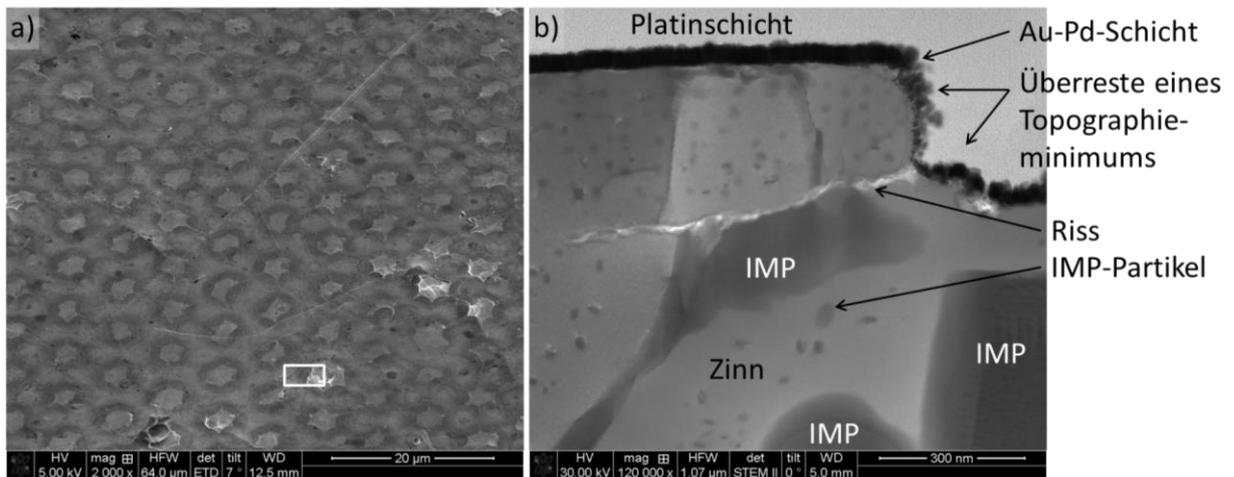


Abbildung 12.5: Probenoberfläche einer texturierten Probe nach Indentation mit einer Normalkraft von 10 N. a) REM-Aufnahme unter einem Beobachtungswinkel von 52°. Vergrößerung von Abbildung 12.4 (rechts oben). Zu sehen ist das Zentrum des Indents mit abgeflachter Topographie. Die Überreste der ursprünglichen Textur sind anhand von Ringen in hexagonaler Anordnung erkennbar. b) STEM-Aufnahme (Hellfeld) eines Querschnitts, der aus dem in a) markierten Bereich stammt. Die Zinnschicht ist durchsetzt mit einzelnen intermetallischen Partikeln und größeren Körnern aus intermetallischer Phase (IMP). Zu sehen ist ein Riss, der ausgehend von der Oberfläche durch die Zinnkörner bzw. entlang der Phasengrenze Zinn-IMP verläuft. Ebenfalls abgebildet ist die leitfähige Beschichtung (Au-Pd) sowie die Schutzschicht aus Platin.

EBSD-Untersuchungen zeigen deutlich die Evolution der Mikrostruktur der untexturierten Probenoberfläche unter Einfluss plastischer Deformation. Dargestellt ist die inverse Polfigur, überlagert mit der sogenannten Image Quality, die ein Maß für die Güte des registrierten EBSD-Signals ist (s. Abbildung 12.6). Deutlich sichtbar ist das Ausgangsgefüge, gekennzeichnet durch langgestreckte Körner, die beim Herstellungsprozess entstanden sind. Allerdings war eine hohe Anzahl an Subkorn Grenzen im Ausgangsgefüge vorhanden. Auf der untexturierten Probe trat bereits bei Kräften von 0,25 N eine minimale plastische Deformation auf. Mit steigender Normalkraft nahm der Grad an plastischer Deformation zu. Ab 0,63 N konnte eine Kornneubildung im Zentrum der Indents beobachtet werden. Dieser Prozess der dynamischen Rekristallisation weitete sich mit steigender Normalkraft über den gesamten plastisch verformten Bereich aus.

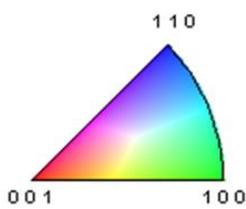
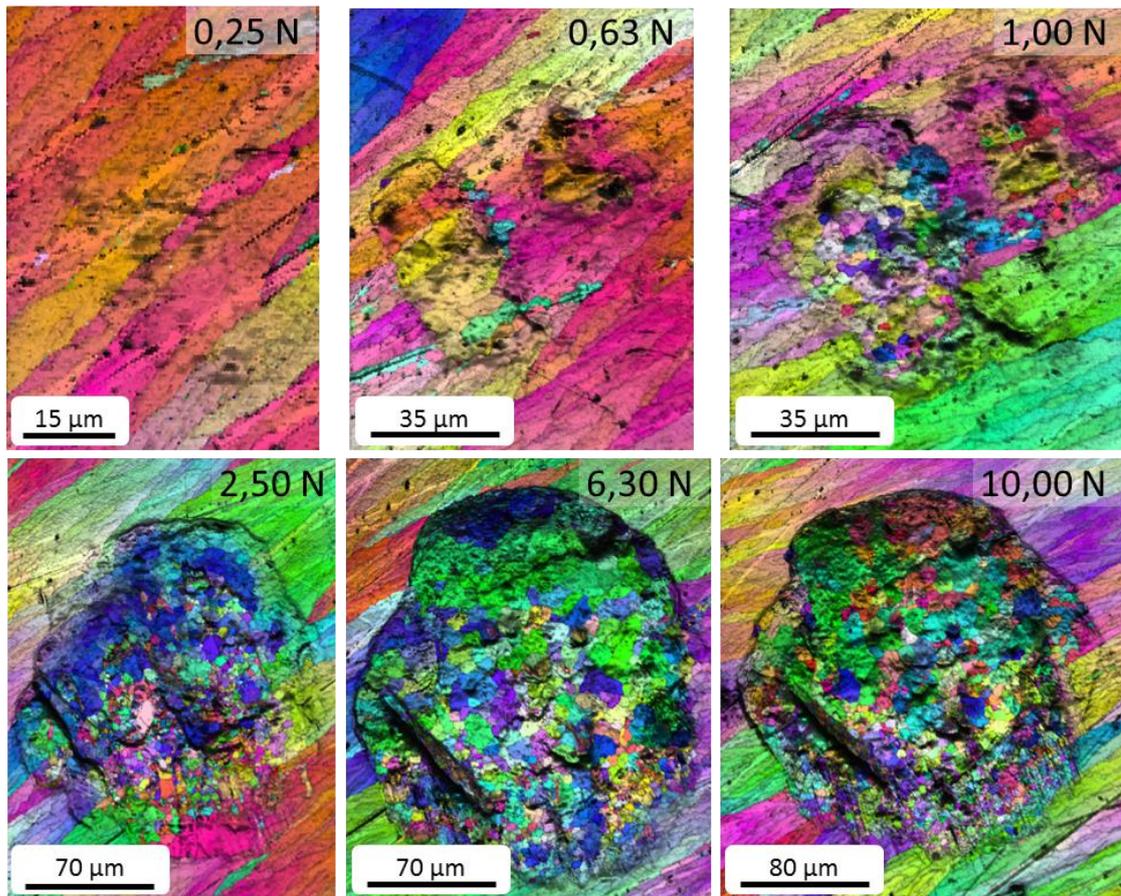


Abbildung 12.6: EBSD-Maps einer untexturierten Probe nach Messung des elektrischen Kontaktwiderstands mit unterschiedlichen Normalkräften (von 0,25 bis 10 N). Darstellung der inversen Polfigur (IPF, farbig) überlagert mit der Image Quality (Graustufen). Anhand der Farbkodierung der IPF lässt sich auf die Orientierung der jeweiligen Körner schließen.

Anhand von EBSD-Daten wurde der Korndurchmesser im rekristallisierten Bereich bestimmt, sofern eine Mindestanzahl von 200 Körnern zur Auswertung zur Verfügung stand (s. Abbildung 12.7). Der Durchmesser der rekristallisierten Körner bewegte sich dabei zwischen 2,0 und 2,7 μm , ohne dass sich ein bestimmter Trend in Abhängigkeit von der Normalkraft ergab.

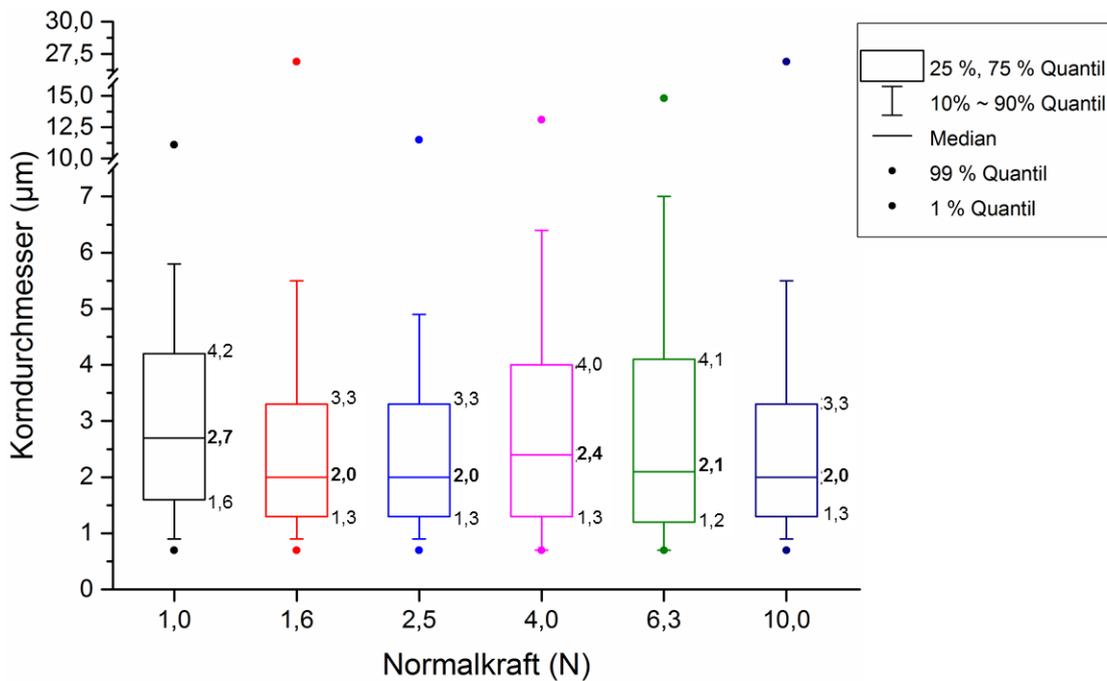


Abbildung 12.7: Durchmesser der rekristallisierten Körner als Funktion der Normalkraft; kalkuliert anhand von EBSD-Daten. Darstellung als Box-Whisker-Diagramm. Innerhalb der Box liegen die mittleren 50 % der Daten, wobei der Median als durchgezogener Strich dargestellt ist. Das 10 %- bzw. 90 %-Quantil wird durch den unteren bzw. oberen Whisker, das 1 %- bzw. 99%-Quantil wird durch den unteren bzw. oberen Punkt dargestellt. Zur besseren Übersichtlichkeit wurde die Y-Achse (Korndurchmesser) an zwei Stellen unterbrochen.

Die Rekristallisation führte neben einem kleineren Korndurchmesser auch zu einem Abbau von Subkorn Grenzen innerhalb der neu gebildeten Körner. Um dies zu visualisieren, wurde anhand der EBSD-Messungen die Fehlorientierung innerhalb der Körner berechnet. Diese sogenannte Grain Reference Orientation Deviation (GROD) ist in Abbildung 12.8 dargestellt. Bei der Berechnung der GROD wird die Orientierung eines jeden Punkts innerhalb eines Korns mit der mittleren Orientierung des Gesamtkorns verglichen. Mit steigender Normalkraft nimmt die Anzahl rekristallisierter Körner zu und der Grad der Fehlorientierung nimmt im Mittel ab.

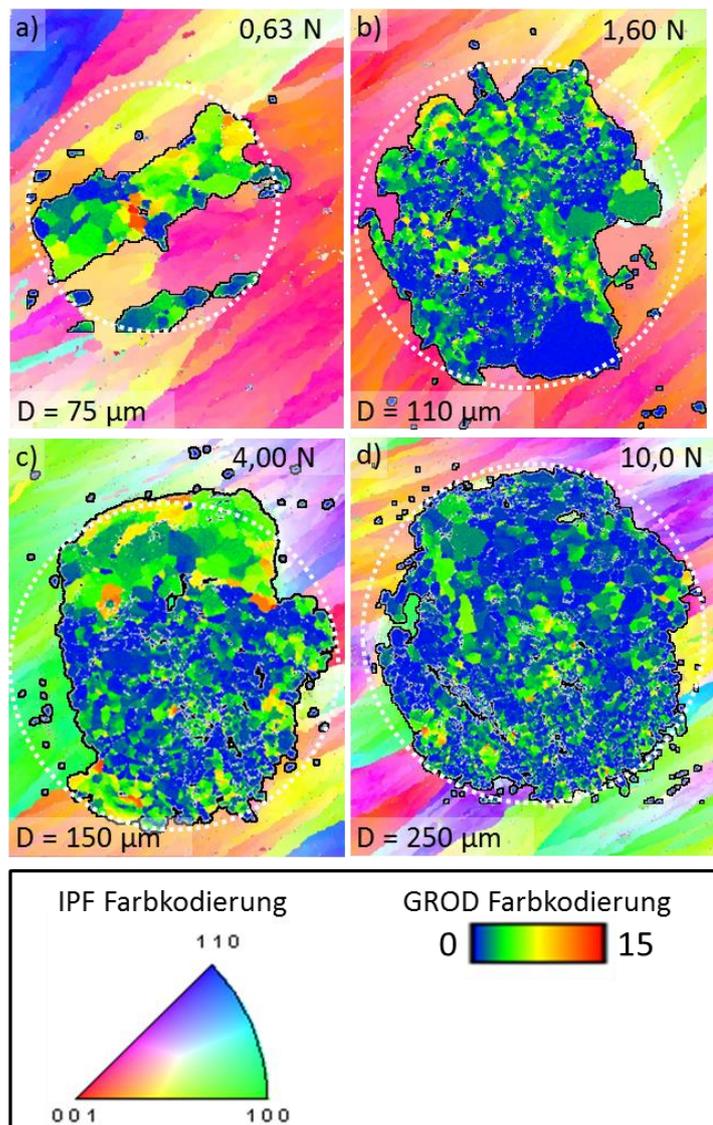


Abbildung 12.8: EBSD-Maps einer untexturierten Probe nach Messung des elektrischen Kontaktwiderstands mit unterschiedlichen Kräften. Darstellung der inversen Polfigur überlagert mit der Grain Reference Orientation Deviation (GROD; schwarz umrandet) der rekristallisierten Körner, die innerhalb der gestrichelten Kreislinie liegen. Die GROD ist farbkodiert, wobei blau die minimale und rot die maximale Fehlorientierung darstellt. Angegeben ist zudem der jeweilige Kreisdurchmesser, der ein Maß für den Indentdurchmesser darstellt.

An den texturierten Proben konnten nicht für alle Normalkräfte EBSD-Messungen durchgeführt werden. Die durch die Texturierung hervorgerufene Topographie führte zu starker Abschattung des Rückstreusignals, sodass nur die Maxima erfasst werden konnten. Dies führte dazu, dass jedes Maximum von der Analysesoftware stets als einzelnes Korn wahrgenommen wurde, was eine sinnvolle Auswertung der Daten im niedrigen Lastbereich nicht zuließ. Die Abflachung der Textur bei Messung des Kontaktwiderstands mit einer Normalkraft von 10 N genügte, um die Abschattung im Zentrum des Indents zu vermindern. Den Vergleich der un-

texturierten mit der texturierten Probe zeigt Abbildung 12.9. Im Falle der texturierten Probe ist lediglich ein Ausschnitt des Indents gezeigt, in dem die Image Quality genügte, um eine verlässliche Indizierung der Körner durchzuführen.

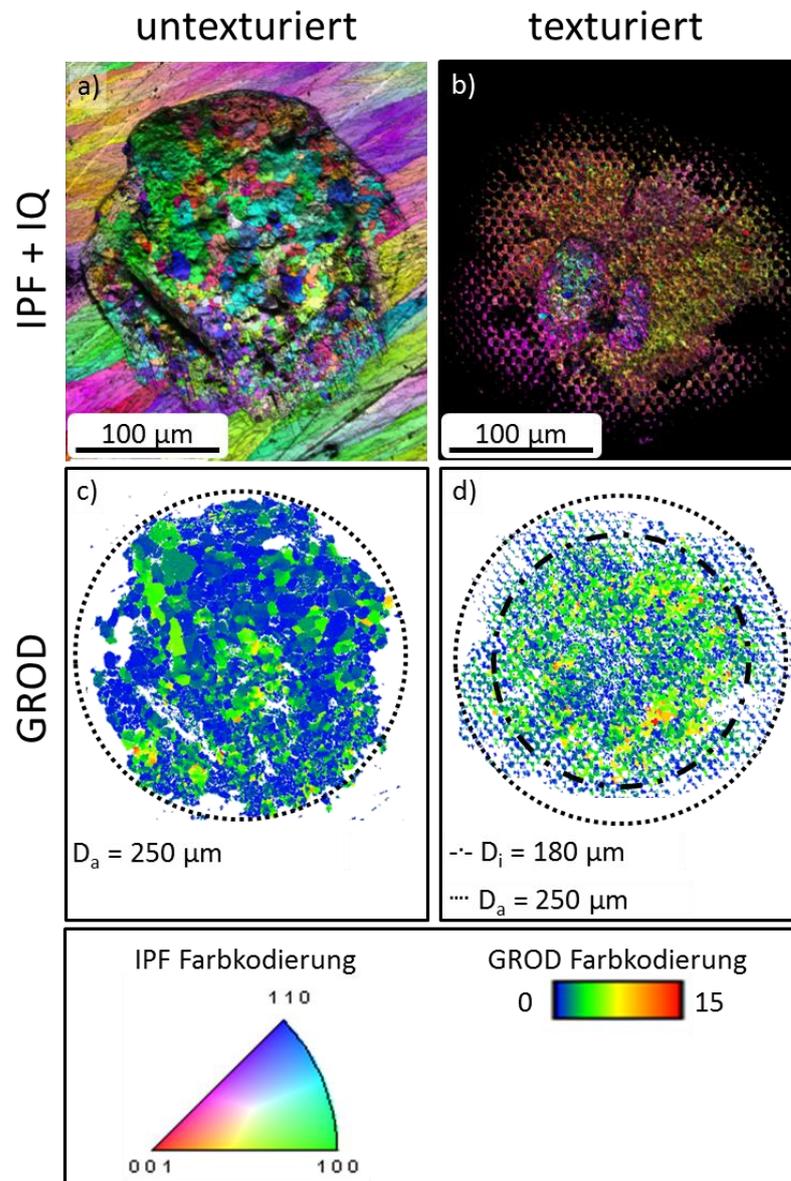


Abbildung 12.9: Vergleich der EBSD-Ergebnisse einer untexturierten mit einer hexagonal texturierten Probe nach Belastung mit einer Normalkraft von 10 N. a), b) Darstellung der inversen Polfigur überlagert mit der Image Quality. Auf der texturierten Probe (b) wurde außerhalb des abgeflachten Indents kein EBSD-Signal empfangen (schwarzer Bereich). c), d) Darstellung der GROD der rekristallisierten Körner, die innerhalb der gestrichelten Kreislinie mit dem Durchmesser D_a liegen. Bei der texturierten Probe wurde ein innerer Bereich mit dem Radius D_i gekennzeichnet, innerhalb dessen die Fehlorientierung korrekt bestimmt werden konnte. Aufgrund der geringen Abflachung der Textur im Bereich $D_i < D < D_a$ wurden die Topographiemaxima als einzelne Körner registriert, was fälschlicherweise zur Berechnung einer zu geringen Fehlorientierung führte.

Aufgrund der beschriebenen Komplikationen konnte zwar keine mittlere Korngröße berechnet werden, jedoch zeigt Abbildung 12.9 b), dass die Rekristallisation im Fall der texturierten Probe, verglichen mit der untexturierten Probe, geringer ausfällt. Lediglich im Zentrum des Indents konnte die Neubildung von Körnern nachgewiesen werden. Dies bestätigt auch die GROD-Map, die ebenfalls im Zentrum eine geringe Fehlorientierung, umgeben von einem Ring an Körnern mit höherer Fehlorientierung, nachweist (Bereich im inneren Kreis mit dem Durchmesser D_i , s. Abbildung 12.9 d)). Zu beachten ist allerdings, dass die Topographiemaxima im Randbereich des Indents (zwischen D_i und D_a) fälschlicherweise als einzelne Körner indiziert wurden. Daher wurde dort ein geringerer Grad an Fehlorientierung gemessen, als es tatsächlich der Fall war.

Weiterhin wurde festgestellt, dass die rekristallisierten Körner der beiden Proben typen eine unterschiedliche Vorzugsorientierung aufweisen (s. Abbildung 12.10). Die Körner der Referenzprobe lagen überwiegend mit der (100)-Ebene parallel zur Probenoberfläche, während bei den laserbehandelten Proben nach der Indentation die (523)-Ebene bevorzugt auftrat.

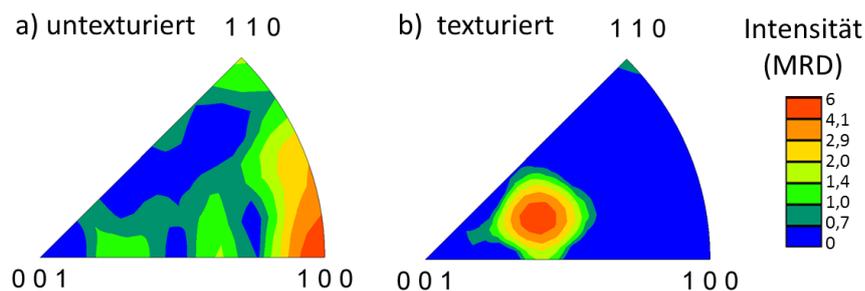


Abbildung 12.10: Darstellung der inversen Polfigur der in Abbildung 12.9 dargestellten untexturierten (a) und texturierten Probe (b) nach der Messung des elektrischen Kontaktwiderstands mit einer maximalen Normalkraft von 10 N. Berücksichtigt wurden nur die rekristallisierten Körner. Die Intensität ist ein Maß für die Ausprägung der jeweiligen (kristallographischen) Textur und ist farbkodiert dargestellt. Die minimale Intensität ist dabei blau, die maximale rot; MRD. – multiples of random density (Vielfache der Poldichte einer Probe ohne Vorzugsorientierung).

Im Indent wurde neben EBSD-Messungen auch SIMS durchgeführt (s. Abbildung 12.11). Während des Sputterprozesses wurde zunächst die Zinnoxidschicht abgetragen. Aufgrund der durch die Indentation verursachten plastischen Deformation der Oberfläche sind auf der untexturierten Probe Riefen entstanden (vgl. WLI-Aufnahmen, Abbildung 12.4), die während des Sputterprozesses der SIMS-Messung sichtbar wurden. Auch die abgeplattete hexagonale Struktur der texturierten Probe ist deutlich erkennbar (s. Kennzeichnung in Abbildung 12.11,

texturiert, Ebene 4). Anders als im Ausgangszustand vor Indentierung wurde bei beiden Probenotypen in allen beobachteten Schnittebenen Sauerstoff registriert (vgl. Abbildung 10.15). Das Sauerstoffsignal war jedoch in allen Fällen auf der texturierten Probe höher als auf der untexturierten. Im Unterschied zum nicht-indentierten Ausgangszustand nahm das Sauerstoffsignal auf den topographischen Maxima jedoch schneller ab als auf den Minima, wie an den Intensitätsänderungen erkennbar ist (vgl. Ebene 5 der texturierten Probe in Abbildung 10.15 und Abbildung 12.11).

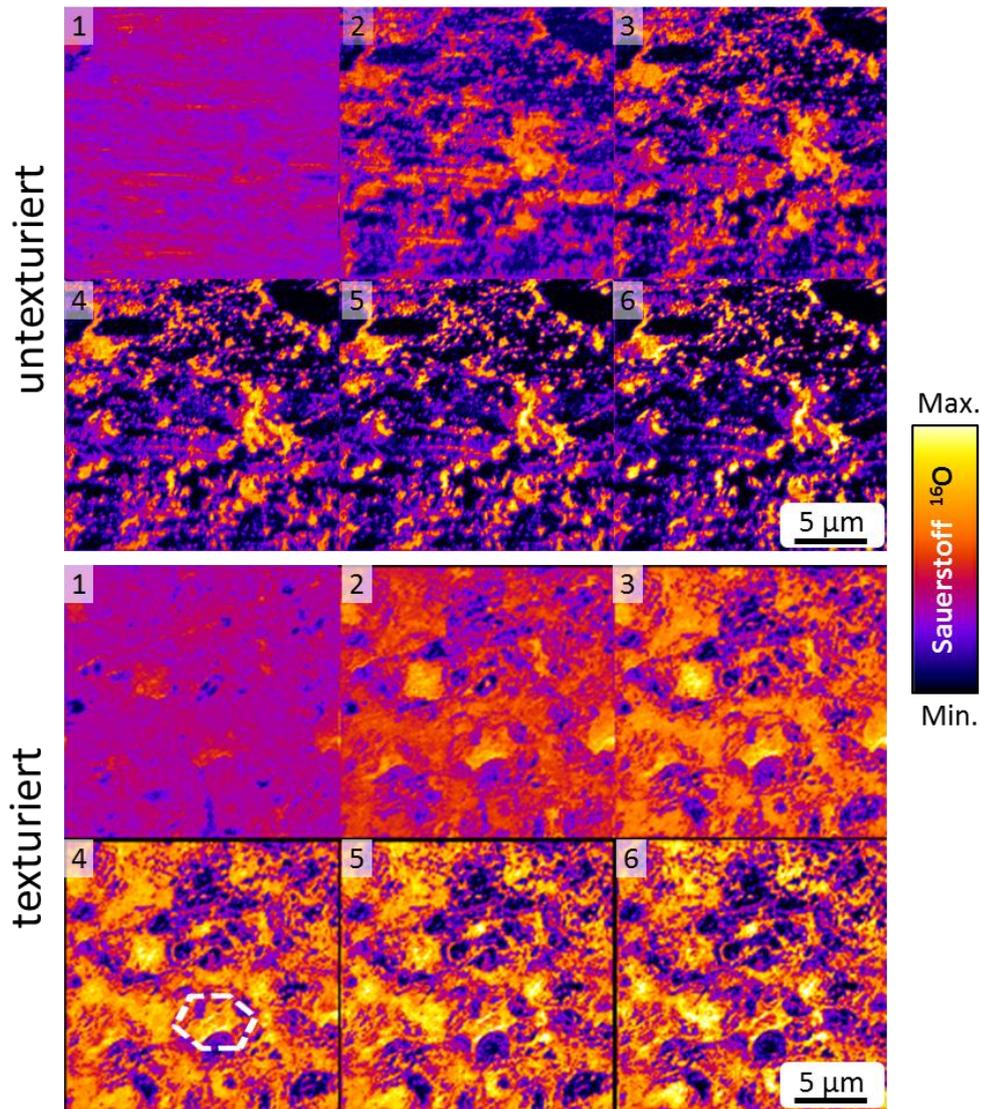


Abbildung 12.11: SIMS-Maps des Sauerstoff(^{16}O)-Signals für sechs Ebenen einer untexturierten und einer hexagonal texturierten Probe nach Indentation infolge der Kontaktwiderstandsmessung. 1. Ebene jeweils links oben, 6. Ebene jeweils rechts unten. In Ebene 4 der texturierten Probe wurden die Umrisse eines ehemaligen Topographiemaximums eingezeichnet. Abgetragen wurden ca. 10 nm.

Ursache und Wirkung der hier gezeigten mikrostrukturellen und chemischen Modifikationen werden in Abschnitt 12.4 diskutiert.

12.3 Simulation des elektrischen Kontakts

Um den Einfluss der Lasertexturierung auf die kraftabhängige Entwicklung des elektrischen Kontaktwiderstands zu verstehen, werden die experimentell ermittelten Daten mit Simulationsergebnissen verglichen. Die Simulation erlaubt eine differenzierte Betrachtung von scheinbarer, realer und metallisch leitfähiger Oberfläche (s. Abbildung 2.4). Dazu werden zunächst die nach dem Hertz-Modell berechnete scheinbare Kontaktfläche mit den simulativ berechneten realen Kontaktflächen der untexturierten und texturierten Proben verglichen (s. Abbildung 12.12).

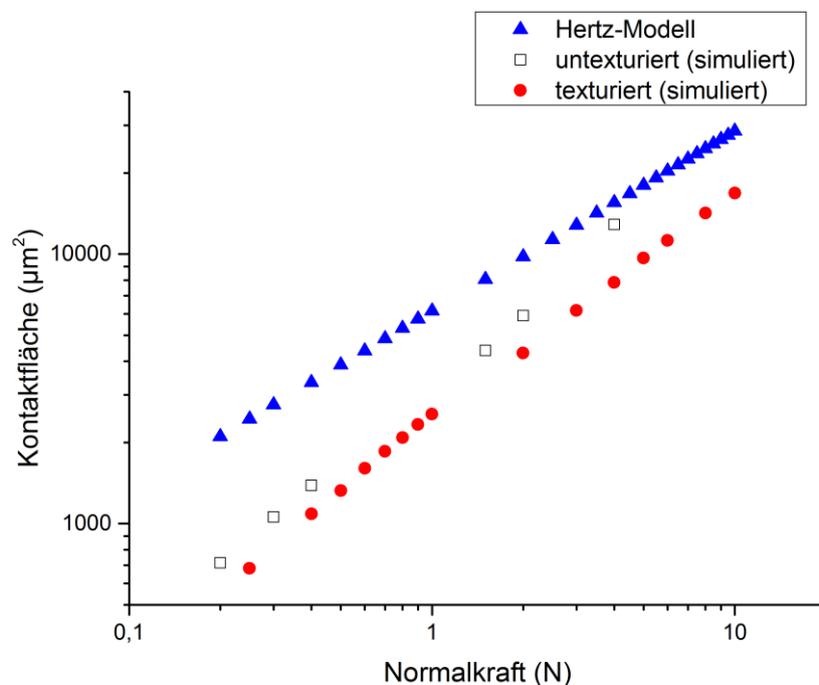


Abbildung 12.12: Kontaktfläche als Funktion der Normalkraft. Verglichen werden die simulierten Daten mit dem Hertz-Modell (s. Gl. 2.2). Die scheinbare Kontaktfläche nach Hertz ist deutlich kleiner als die realen der untexturierten und texturierten Proben [179].

Es ist ersichtlich, dass die reale Kontaktfläche nur ein Bruchteil der scheinbaren Kontaktfläche beträgt. Zudem zeigen die Simulationsdaten, dass die Lasertexturierung im gesamten betrachteten Kraftregime zu einer Reduzierung der realen Kontaktfläche führte. Die Kontaktfläche und die darin vorliegenden lokalen Flächenpressungen sind in Abbildung 12.13 veranschaulicht.

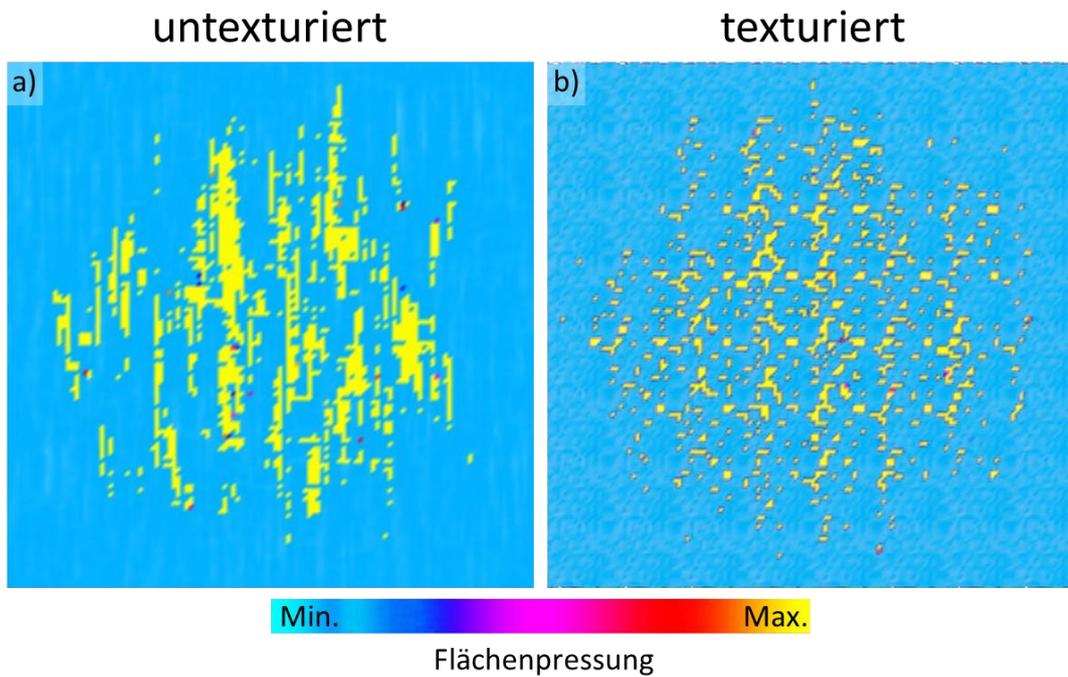


Abbildung 12.13: Darstellung der Flächenpressung in der x-y-Ebene (senkrecht zur Belastungsrichtung) der untexturierten (links) und texturierten Probe (rechts). Die gelben Flächen kennzeichnen die Kontaktpunkte. Zur Berechnung dieser Darstellung wurden gemessene Oberflächendaten verwendet [179].

Die Orte hoher Flächenpressung kennzeichnen die Kontaktpunkte zwischen der sphärischen Sonde (hier nicht dargestellt) und der Probenoberfläche. Die Topographie der Oberflächen wurde anhand gemessener 3D-Daten realer Proben generiert. Bei der untexturierten Probe sind gerichtete Walzspuren zu erkennen, die während der Herstellung erzeugt wurden (s. Abbildung 12.13 a). Bedingt durch das Aufbringen eines periodischen Musters auf der texturierten Probe, ging dieser Liniencharakter jedoch verloren. Stattdessen sind im Zentrum des Indents die Umrisse der Textur erkennbar (s. Abbildung 12.13 b). Nicht alle mechanisch belastete Kontaktpunkte trugen zur elektrischen Leitfähigkeit bei. Um die auf den Zinnschichten vorliegende native Oxidschicht zu durchbrechen und somit einen leitfähigen Kontakt herzustellen, ist eine minimale mittlere Flächenpressung notwendig. Die Simulationsergebnisse zeigten, dass bei einer mittleren Flächenpressung von beispielsweise 2 GPa auf der untexturierten Probe 2040 Kontaktpunkte existieren, auf der texturierten lediglich 1226. Anhand der Simulationsdaten wurde jedoch ermittelt, dass sich die minimale Flächenpressung zum Durchbrechen der Oxidschicht durch die Texturierung um 20 % verringerte. Somit lagen bei der mittleren Flächenpressung von 2 GPa auf der untexturierten Probe 211 a-Spots vor, während es auf der texturierten 420 a-Spots waren. Die Texturierung führte bei dieser Flächenpressung zu einer 40-prozentigen Reduzierung der Kontaktpunkt-Anzahl, jedoch gleichzeitig zu einer Verdopplung der Anzahl an metallisch leitenden a-Spots. Dies erklärt den experimen-

tell bestimmten, geringeren elektrischen Kontaktwiderstand der texturierten Probe im Vergleich zur untexturierten. Die simulierten Werte zeigen eine gute Übereinstimmung mit den Messergebnissen (s. Abbildung 12.14).

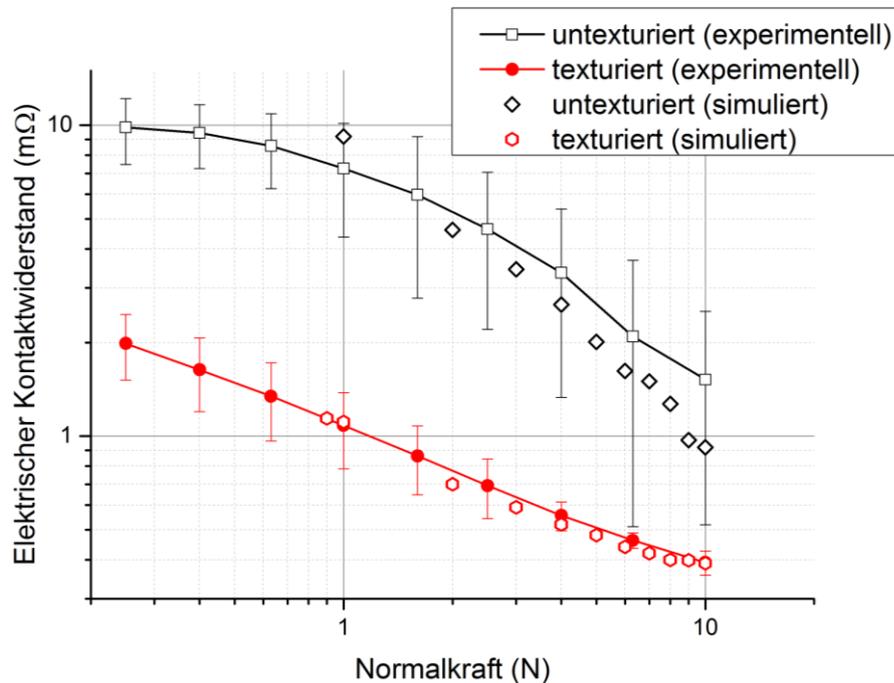


Abbildung 12.14: Elektrischer Kontaktwiderstand als Funktion der Normalkraft bei Belastung. Doppeltlogarithmische Darstellung des untexturierten und des texturierten Zustands (hexagonales Punktmuster, Periode 7,5 μm). Vergleich der experimentellen mit den simulierten Daten [179].

12.4 Diskussion: Entwicklung des Kontaktwiderstands nach einmaliger Be- und Entlastung

Der Vergleich des kraftabhängigen Kontaktwiderstandverhaltens lasertexturierter Proben mit dem Ausgangszustand zeigte zwei wesentliche Unterschiede:

1. größere Hysterese bei der untexturierten Probe,
2. niedrigerer Kontaktwiderstand bei der texturierten Probe.

Diese Effekte lassen sich nicht separat voneinander behandeln, sondern stehen in direktem Zusammenhang zueinander. Zunächst wird der elektrische Kontaktwiderstand als Funktion der Normallast bei Belastung diskutiert (s. Abbildung 12.15).

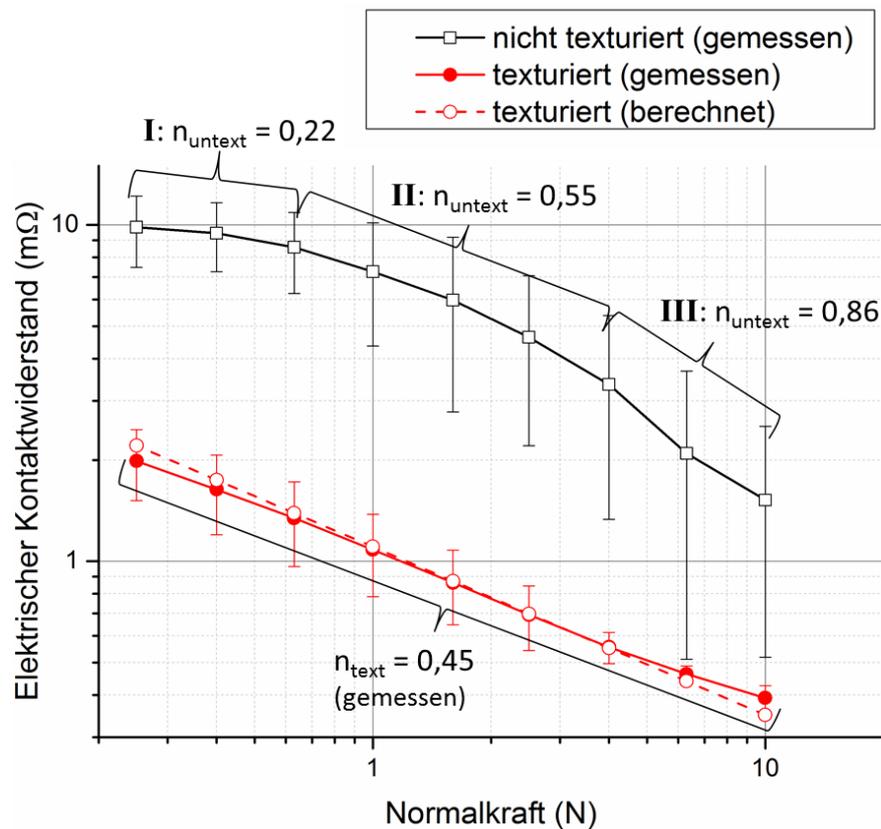


Abbildung 12.15: Elektrischer Kontaktwiderstand als Funktion der Normalkraft (doppeltlogarithmische Darstellung): untexturiert (\square), texturiert (\bullet) und berechnet für den texturierten Fall (nach Holm, Gl. 2.25) (\circ).

Wie in Abschnitt 2.2 beschrieben, tragen zum elektrischen Kontaktwiderstand neben dem intrinsischen Materialwiderstand auch der Engwiderstand und der Fremdschichtwiderstand bei. Je nachdem welcher Beitrag dominiert und ob elastische oder plastische Deformation vorliegt, ändert sich der Exponent n , der die Kraftabhängigkeit des Kontaktwiderstands gemäß [37, 38]:

$$R_K \sim F_N^{-n} , \quad \text{Gl. 12.1}$$

beschreibt. Wenn der Kontaktwiderstand hauptsächlich durch den Engwiderstand bestimmt wird, gilt:

$$n = \begin{cases} 1/3, & \text{bei elastischer Deformation,} \\ 1/2, & \text{bei plastischer Deformation,} \end{cases} \quad \text{Gl. 12.2}$$

wenn der Fremdschichtwiderstand dominiert, gilt hingegen:

$$n = \begin{cases} 2/3, & \text{bei elastischer Deformation,} \\ 1, & \text{bei plastischer Deformation.} \end{cases} \quad \text{Gl. 12.3}$$

Im rein elastischen Fall hängt die kraftabhängige Entwicklung des Kontaktwiderstands beim Kontakt zweier oxidfreier Oberflächen nur vom Engewiderstand ab ($n = 1/3$). Hierbei verhält sich der elektrische Kontaktwiderstand bei Erhöhung der Normallast exakt so, wie bei Reduzierung der Last. Ein Hystereseverhalten tritt daher nicht auf. Da das von Holm entwickelte Modell auf dem Hertzschen Kontaktmodell basiert, werden Veränderungen der Oberflächentopographie durch plastische Deformation nicht berücksichtigt. Sofern plastische Deformation stattfindet, kann das Modell daher nur auf den Belastungsfall der Kurvenverläufe angewandt werden, wie er in Abbildung 12.15 dargestellt ist. Der Exponent n aus Gleichung Gl. 12.1 entspricht dabei der Steigung der jeweiligen Widerstand-Kraft-Kurve. Wie anhand der Abbildung zu sehen ist, variiert dieser Exponent im Falle der untexturierten Kurve in einem breiten Intervall von 0,22 bis 0,86, wohingegen dieser bei der texturierten Probe über den gesamten Lastbereich 0,45 beträgt. Für die untexturierte Probe konnte kein einzelner Mechanismus identifiziert werden, der das Verhalten des elektrischen Kontaktwiderstands über die komplette Belastungsspanne dominiert. Der zunächst niedrige n -Wert in Segment I deutet auf eine überwiegend elastische Deformation der Probenoberfläche hin, wobei der Engewiderstand ausschlaggebend für die Entwicklung des Gesamtwiderstands ist. Im mittleren Segment ($n = 0,55$) dominiert plastische Deformation und der Kurvenverlauf entwickelt sich ähnlich wie im texturierten Zustand. In Segment III wird ein Exponent n von 0,87 erreicht; ein Indiz für das gleichzeitige Auftreten von elastischer und plastischer Deformation der Oxidschicht.

Um die geringeren Absolutwerte des elektrischen Kontaktwiderstands texturierter Proben erklären zu können, müssen die in Abschnitt 12.2 beschriebenen chemischen und mikrostrukturellen Änderungen diskutiert werden, die durch die Lasertexturierung hervorgerufen werden.

Wie anhand der Ergebnisse der EBSD-Messungen ersichtlich ist, fand innerhalb der indentierten Fläche eine Kornneubildung statt. Diese ist auf die sogenannte dynamische Rekristallisation zurückzuführen. Während dieses Prozesses, der durch Deformation des Materials verursacht wird, führt die Neubildung spannungsfreier Körner zum Abbau von Versetzungen [180]. Die treibende Kraft ist dabei die in den Versetzungen gespeicherte Verformungsenergie [181]. Durch die Kornneubildung kann die Versetzungsdichte in Metallen um bis zu sechs Größenordnungen reduziert werden (von 10^{16} m^{-2} auf 10^{10} m^{-2}). Voraussetzung dafür ist, dass die Deformation bei einer Temperatur von mehr als der halben Schmelztemperatur (in Kelvin)

stattfindet [181]. Im Falle von Zinn ist diese Bedingung bei Raumtemperatur erfüllt ($0,5 T_m(\text{Sn}) = 253 \text{ K} = -20 \text{ °C}$).

Der Abbau von Versetzung und die Bildung neuer Körner beeinflusst auch den elektrischen Kontaktwiderstand. Der spezifische elektrische Widerstand von Metallen setzt sich gemäß der Matthiessen-Regel wie folgt zusammen:

$$\rho = \rho_{th} + \rho_{imp} + \rho_{def} \quad , \quad \text{Gl. 12.4}$$

mit ρ_{th} – thermischer Beitrag,

ρ_{imp} – Beitrag durch Verunreinigungen,

ρ_{def} – Beitrag durch Defekte.

Der Beitrag durch Defekte kann dabei durch dynamische Rekristallisation beeinflusst werden. Es ist bekannt, dass eine hohe Korngrenzendichte zur Erhöhung des elektrischen Widerstands führen kann. Dies gilt jedoch nur, wenn der Korndurchmesser in der Größenordnung der mittleren freien Weglänge der Elektronen liegt [182]. Diese mittlere freie Weglänge beträgt bei Zinn 8,3 nm (bei einer Temperatur von 300 K), liegt also drei Größenordnungen unterhalb des Durchmessers der rekristallisierten Körner (s. Abbildung 12.7). Der Beitrag der Korngrenzen zum gesamten spezifischen elektrischen Widerstand ist damit vernachlässigbar. Der Einfluss der Versetzungsdichte auf den Widerstand von Zinn wurde nach bestem Wissen des Autors bis dato weder theoretisch noch experimentell bestimmt. Rein qualitativ ist anhand von Abbildung 12.9 erkennbar, dass die Fehlorientierung durch die dynamische Rekristallisation bei der untexturierten Probe stärker abgebaut wurde, als bei der texturierten. Aus Studien anderer Metalle, wie beispielsweise Kupfer [183, 184], Eisen [185] sowie Aluminium und Nickel [186], ist bekannt, dass durch starke Deformation und der damit verbundenen Steigerung der Versetzungsdichte, eine Widerstandsänderung im einstelligen Prozentbereich verursacht werden kann. Daher ist es unwahrscheinlich, dass der Unterschied im elektrischen Kontaktwiderstand zwischen untexturierter und texturierter Probe, der eine Größenordnung beträgt, durch ein unterschiedliches Verhalten im Abbau der Versetzungsdichte während der dynamischen Rekristallisation begründet liegt.

Ebenfalls zeigen die EBSD-Ergebnisse, dass die dynamisch rekristallisierten Körner eine Vorzugsorientierung aufweisen (s. Abbildung 12.10). Da β -Zinn eine tetragonale Struktur besitzt, liegt eine starke Anisotropie der elektrischen Eigenschaften vor. Das Verhältnis des spezifischen elektrischen Widerstands parallel und senkrecht zur tetragonalen Achse beträgt ca. 1,54 (bei einer Temperatur von 0°C , [187]). Dies bedeutet, dass der Strom bei der untexturierten Probe entlang einer günstigen Richtung, senkrecht zur tetragonalen Achse fließt (hier

[010]). Da der gemessene Kontaktwiderstand der untexturierten Probe jedoch deutlich oberhalb dem der texturierten liegt, kann der Effekt der kristallographischen Orientierung ebenfalls vernachlässigt werden.

Neben dem Einfluss auf die Mikrostruktur der Zinnschicht wurde in Abschnitt 10.4 gezeigt, dass die Lasertexturierung das Wachstum der harten, schlecht leitenden Zinnoxidschichten auf der Probenoberfläche fördert (s. Abbildung 10.14). Weiterhin wird durch die Topographieänderung die reale Kontaktfläche verringert, die sich bei Berührung mit der Sonde während der Messung ausbildet (s. Abbildung 12.12). Beide Effekte tragen prinzipiell zu einer Erhöhung des elektrischen Kontaktwiderstands bei und dennoch zeigen die Experimente ein gegenteiliges Ergebnis. Dieser scheinbare Widerspruch kann erklärt werden, wenn das durch die Texturierung geänderte plastische Deformationsverhalten berücksichtigt wird.

Die Kurve der texturierten Probe liegt sehr nahe an dem Verlauf, den Holm für den Fall des Engewiderstands bei plastischer Deformation vorhersagte (Abweichung $< 10\%$, s. Abbildung 12.15). Der Vergleich mit der anhand von Literaturwerten gemäß Gleichung Gl. 2.25 berechneten theoretischen Kurve zeigt, dass die plastische Deformation der Zinnschicht im Falle der texturierten Probe der dominierende Mechanismus ist, der den elektrischen Kontaktwiderstand beeinflusst. Als Maß für die Verformbarkeit einer Materialoberfläche wurde in Abschnitt 2.1 der Plastizitätsindex eingeführt. Da mit dem Weißlichtinterferometer sowohl die quadratische Mittenrauheit, als auch die mittlere Krümmung der höchsten Asperiten gemessen werden kann, lässt sich unter Verwendung des gemessenen E-Moduls und der Härte der Plastizitätsindex nach Rosén et al. berechnen (s. Gl. 2.15, [29]). Nach Greenwood und Williamson liegt bei einem Plastizitätsindex $< 0,6$ elastische Deformation und bei Werten > 1 plastische Deformation vor, wobei in der Realität Werte zwischen 0,1 und 100 zu erwarten sind [21]. Für die untexturierten Proben ergab sich ein Wert von $0,20 \pm 0,05$ und für die texturierten Proben von $43,54 \pm 10,12$. Die durchgeführten Experimente zeigen allerdings, dass auch bei der untexturierten Probe bereits bei geringen Kräften plastische Deformation auftritt (s. Abbildung 12.6). Eine mögliche Ursache für diesen Widerspruch ist, dass steile Kanten, Poren und Kratzer auf der Probenoberfläche die Messung der für die Berechnung des Plastizitätsindex relevanten topographischen Kenngrößen und somit auch die berechneten Absolutwerte stark beeinflussen können. Nichts desto trotz zeigt der zwei Größenordnungen betragende Unterschied im Plastizitätsindex beider Probentypen, dass die Lasertexturierung zu einem stark plastischen Deformationsverhalten der Oberfläche führt. Neben dem Plastizitätsindex wurde als weiteres Kriterium zur Beschreibung der Verformbarkeit der Probenoberfläche auch die Fließspannung herangezogen. Anhand von Simulationsdaten wurde die Flächen-

pression für den Referenzzustand sowie die texturierte Probe berechnet und mit dem Hertz-Modell verglichen (s. Abbildung 12.16). Es kann beobachtet werden, dass die Flächenpression für beide Proben typen höher ist, als vom Hertz-Modell vorausgesagt, was auf den Unterschied zwischen scheinbarer und realer Kontaktfläche zurückzuführen ist. Der Vergleich der Flächenpression mit der Fließspannung von Zinn zeigt, dass diese bereits ab der initialen Last von 0,25 N überschritten wird und plastische Deformation auftreten kann. Weiterhin zeigt Abbildung 12.16, dass die Flächenpression bei der texturierten Probe höher ist, als im Referenzzustand. Dies hat unmittelbare Konsequenzen für den elektrischen Kontaktwiderstand. Trotz einer kleineren realen Kontaktfläche, kann die bis zu fünfmal dickere Oxidschicht auf den texturierten Proben aufgrund der höheren Flächenpression leichter durchbrochen werden als auf den Referenzproben (s. Abbildung 12.12 und Abbildung 10.14).

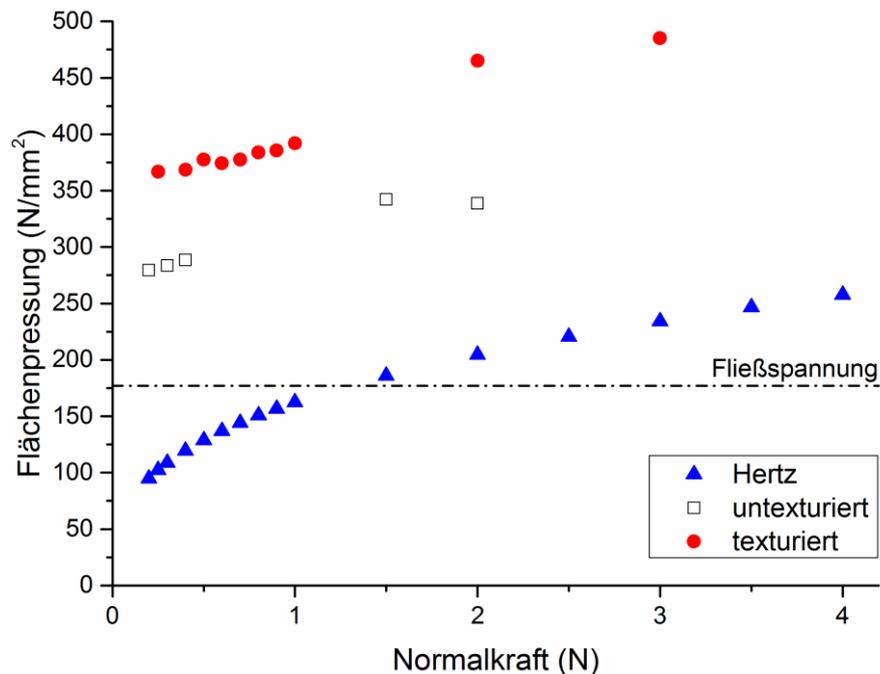


Abbildung 12.16: Mittlere Flächenpression als Funktion der Normalkraft. Vergleich der anhand der Simulationsergebnisse berechneten Werte mit dem Modell von Hertz. Die Fließspannung wurde mit Gleichung Gl. 2.18 anhand der Ergebnisse der Härtemessung berechnet.

Anhand der bisherigen Erkenntnisse wird ein Modell entwickelt, das die während der Kontaktwiderstandsmessung auf der texturierten Probe ablaufenden Mechanismen erklärt (s. Abbildung 12.17). Bei Kontakt zwischen Sonde und Probenoberfläche wirkt eine Normalkraft auf die topographischen Maxima (s. Abbildung 12.17, Stufe 1, links). Diese Maxima bestehen aus wiedererstarteten Schmelzkugeln, die auf den Eckpunkten der hexagonalen Textur sitzen, und Stegen, die diese Kugeln miteinander verbinden (Stufe 1, rechts).

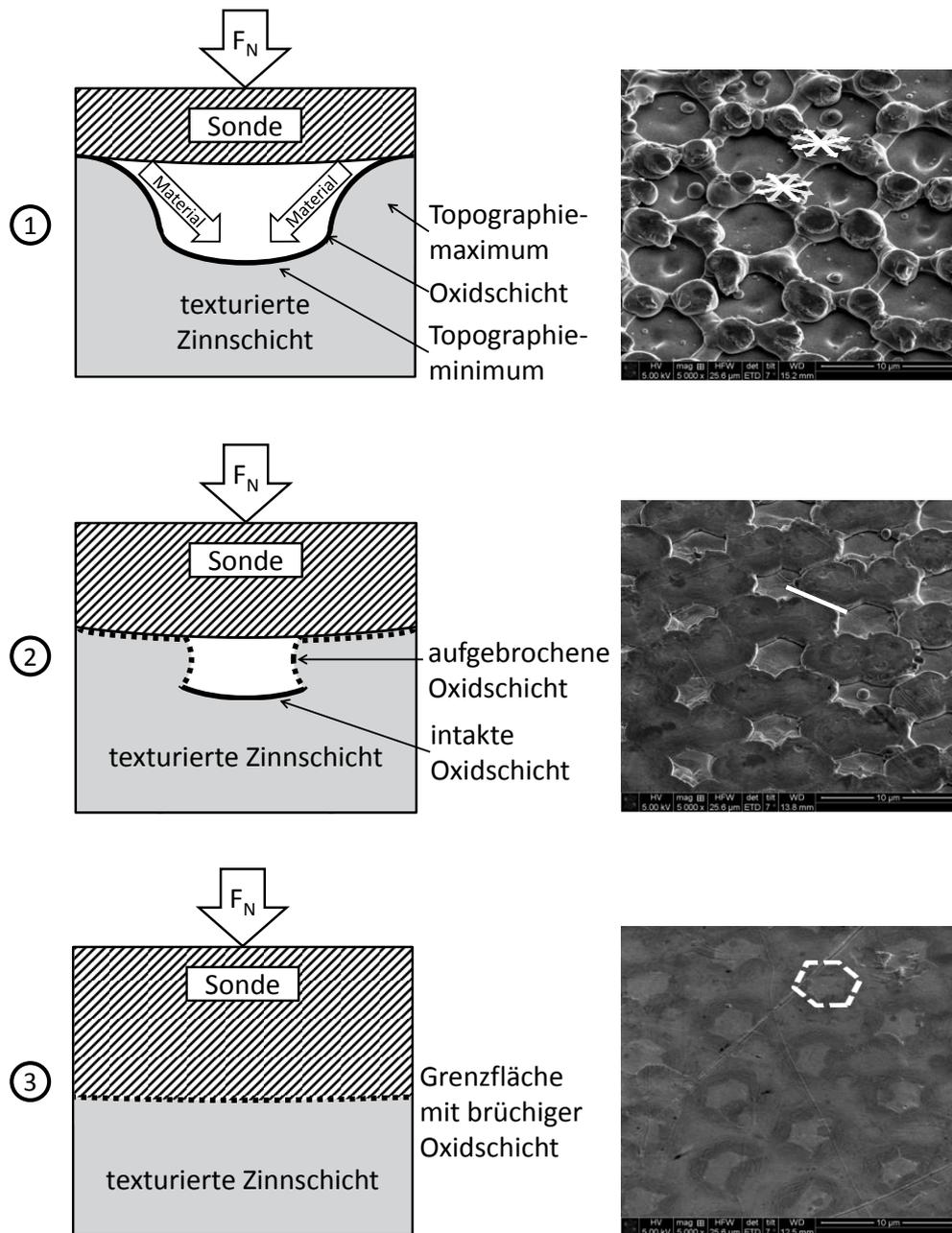


Abbildung 12.17: Deformation der lasertexturierten Probe unter Einwirken der Prüfsonde. Links: Schematische Darstellung (im Querschnitt); rechts: REM-Aufnahmen der Oberfläche des entsprechenden Zustands (Beobachtungswinkel 52°). (1) Erstkontakt zwischen Sonde und Topographiemaxima mit noch intakter Oxidschicht. Unter der anliegenden Normallast findet ein radial verlaufender Materialfluss weg von den Maxima statt. In den REM-Aufnahmen ist ein leichtes Abflachen der Maxima erkennbar. Der Materialfluss wird symbolisch durch weiße Pfeile gekennzeichnet. (2) Weitere Abflachung der Maxima. Dort, wo das Material zusammentrifft, bilden sich Grenzflächen (weiße Linie im REM-Bild). Zudem wird Material in die Minima gedrückt. Während dieses Prozesses wird die Oxidschicht mechanisch aufgebrochen. (3) Die Minima wurden unter der äußeren Last vollständig mit Material aufgefüllt. Die Grenzfläche zwischen Sonde und Probe besteht aus einem zerstörten Oxidfilm, durch den ein metallischer Kontakt möglich ist. Die REM-Aufnahmen zeigen Spuren des ursprünglichen hexagonalen Musters.

Bei weiterer Indentation durch die Sonde gibt die weiche Zinnschicht unter der äußeren Last nach und die Schmelzkugeln werden flach gedrückt (Stufe 2). Während dieses plastischen Deformationsprozesses wird die harte, spröde Oxidschicht aufgebrochen. Das Material der sich abflachenden Maxima bewegt sich dabei radial vom Mittelpunkt weg, bis es zum Zusammentreffen in der Mitte der Stege der hexagonalen Textur kommt. Die sich bildende Grenzfläche ist in den REM-Aufnahmen teilweise noch erkennbar (Stufe 2, rechts). Im Anschluss an die Grenzflächenbildung wird das weiche Zinn bei weiterer Belastung verstärkt in die Minima gedrückt. Mit fortschreitender Deformation werden die Minima schließlich vollkommen aufgefüllt, wobei die ursprüngliche Textur noch erkennbar ist (Stufe 3). Zwischen Sonde und Zinnoberfläche entsteht eine Grenzfläche, bestehend aus aufgebrochenem Zinnoxid und metallischem Zinn. Die leichte Verformbarkeit der texturierten Oberfläche ermöglicht so die experimentell beobachtete hohe elektrische Leitfähigkeit im Vergleich zur untexturierten.

Dass es zum Aufbrechen der Oxidschicht insbesondere im Bereich der Maxima kam, ist auch anhand der SIMS-Ergebnisse der texturierten Proben nachweisbar (vgl. Abbildung 10.15 und Abbildung 12.11). Das tiefenabhängige Sauerstoffsignal zeigt, dass die Oxidschichten nach Deformation auf den ehemaligen Maxima dünner sind, als in den Minima. Im Ausgangszustand lagen hingegen umgekehrte Verhältnisse vor.

Das hier entwickelte Modell deckt sich mit den experimentellen und Simulationsergebnissen von Leidner et al. [16]. Über Prägeprozesse stellten sie eine sinusförmige Steckverbinderoberfläche mit einer Wellenlänge von 350 μm her. Über Simulationen wurde gezeigt, dass es im Kontakt mit einem sphärischen Gegenkörper (Radius 1,5 mm) zu einer Erhöhung der lokalen Flächenpressung kommt. Leidner et al. folgerten daraus, dass sich die nativen Oxidschichten leichter aufbrechen lassen, was eine Verminderung des elektrischen Kontaktwiderstands zur Folge hat. Als optimale Wellenlänge für die Praxis gaben Leidner et al. eine Spanne zwischen 200 und 500 μm an. Die Simulationen zeigten zwar, dass die Verminderung des Kontaktwiderstands mit kleiner werdender Wellenlänge stärker ausfällt, doch über Prägen und nachträgliches Verzinnen sind diese technologisch nur schwer zu erreichen.

Der zuvor beschriebene Deformationsmechanismus ist auch verantwortlich für das unterschiedliche Hystereseverhalten von Referenz- und lasertexturierter Probe (s. Abbildung 12.3). Die Hysterese in der Widerstand-Kraft-Kurve ist generell die Folge der plastischen Deformation der Oberfläche während der Kontaktwiderstandsmessung. Läge nur elastische Deformation vor, so würde sich der Kontaktwiderstand zwischen Be- und Entlastung nicht unterscheiden. Nach Holm besteht bei rein elastisch deformierten Oberflächen der Zusammenhang

$R_K \sim F_N^{-1/3}$ (s. Gl. 2.23). Plastische Deformation führt jedoch zur Abflachung von Asperiten, was wiederum eine Erhöhung der realen Kontaktfläche zur Folge hat. Daher ist der elektrische Kontaktwiderstand in diesem Fall bei Rücknahme der Kraft geringer, als während des Aufbringens der Kraft [33]. Kadin et al. entwickelten ein statistisches Modell zur Beschreibung der Entlastung eines Kontaktes zwischen einer starren, ebenen Oberfläche und einer elastisch-plastischen, rauen Oberfläche (s. Abbildung 12.18, [31]).

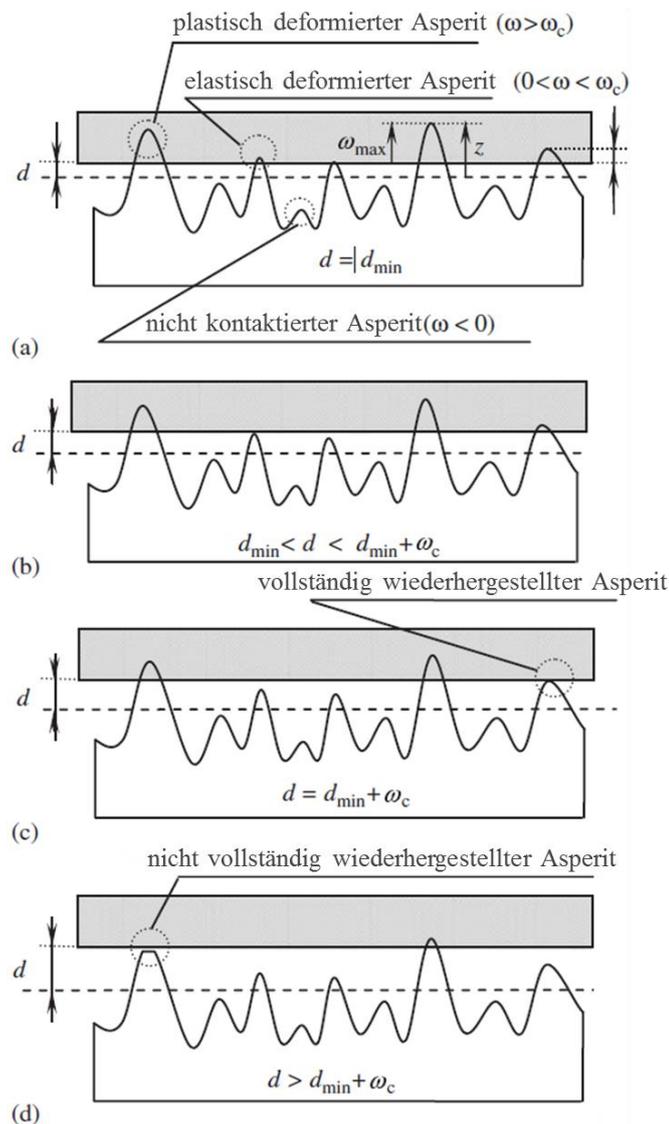


Abbildung 12.18: Vier Stadien eines Belastungs-Entlastungs-Zyklus. a) Endstadium der Belastung; b) Entlastung: alle plastisch und einige elastisch deformierte Asperiten sind in Kontakt; c) nur die plastisch deformierten Asperiten sind noch in Kontakt während Entlastung; d) nur wenige plastisch deformierten Asperiten sind noch in Kontakt während Entlastung. ω – Überschneidung, d – Asperitenhöhe. Abbildung entnommen aus [31].

Bei Belastung verteilt sich die Flächenpressung zunächst auf einige wenige Asperiten, die sich anfangs elastisch verformen. Bei weiterer Annäherung der Kontaktpartner kommen mehr Asperiten mit dem flachen Gegenkörper in Berührung. Ab einem kritischen Wert (kritische Überschneidung ω_c) findet eine plastische Deformation der höchsten Asperiten statt, während andere, niedrigere Asperiten überhaupt nicht in Kontakt stehen oder nur elastisch deformiert werden (s. Abbildung 12.18 a). Wird der Abstand zwischen den Kontaktpartnern bei Entlastung wieder erhöht, so wird die Form der zuvor elastisch deformierten Asperiten wiederhergestellt. Die niedrigen Asperiten verlieren schließlich den Kontakt zum Gegenkörper (s. Abbildung 12.18 b). Dieser Prozess wird mit weiterer Abstandserhöhung fortgeführt, bis nur noch die plastisch deformierten Asperiten in Kontakt stehen (s. Abbildung 12.18 c). Deren elastisch deformierter Anteil bildet sich bei weiterer Vergrößerung des Abstands zurück, bis auch diese den Kontakt verlieren (s. Abbildung 12.18 d). Nach vollständiger Entlastung liegt auf der Oberfläche eine geänderte Höhenverteilung der Asperiten aufgrund der durch plastische Deformation verursachten Abflachung vor. Die Kalkulation von Kadin et al. zeigte, dass es auf diese Weise zu einer Vergrößerung der realen Kontaktfläche kam, die umso stärker ausfiel, je höher der Plastizitätsindex der Oberfläche war. Im Hinblick auf die Messung des elektrischen Kontaktwiderstands bedeutet dies, dass die reale Kontaktfläche bei Entlastung größer ist, als bei der entsprechenden Normalkraft bei Belastung. Die größere Kontaktfläche führt zu einem niedrigeren elektrischen Kontaktwiderstand.

Das Modell von Kadin et al. berücksichtigt jedoch nicht den Pile-up von Material, wie er in den hier getätigten Experimenten auftrat (s. Abbildung 12.16). Im Falle der untexturierten Probe kam es zum einen zum Auftürmen von Material im Zentrum des Indents aufgrund der Inhomogenität der Sondenoberfläche (s. Abbildung 12.19 c, vgl. Abbildung 12.1). Zum anderen wurde ein asymmetrischer Pile-up am Rand der Kontaktzone beobachtet. Die Asymmetrie liegt dabei in einer von 90° verschiedenen Ausrichtung zwischen Sonde und Probenoberfläche begründet. Beide beobachteten Effekte führen zum großflächigen Aufbrechen der Oxidschicht und damit zur Entstehung eines metallischen Kontaktes. Ein ähnliches Verhalten wurde auch von Tamai et al. berichtet, die einen Pile-up-Effekt auf massivem Zinn beobachteten, der durch Indentation mit einer sphärischen Sonde während Kontaktwiderstandsmessungen auftrat [39]. Der Pile-up führte zum Aufbrechen der nativen Oxidschicht in der betroffenen Zone, was wiederum ein rapides Absenken des elektrischen Widerstands zur Folge hatte. Bei der texturierten Probe konnte hingegen ein Sink-in-Effekt beobachtet werden. Die durch die Indentation hervorgerufene plastische Deformation resultierte im Auffüllen der Minima und dem Einebnen der Maxima (vgl. Abbildung 12.4 b und d).

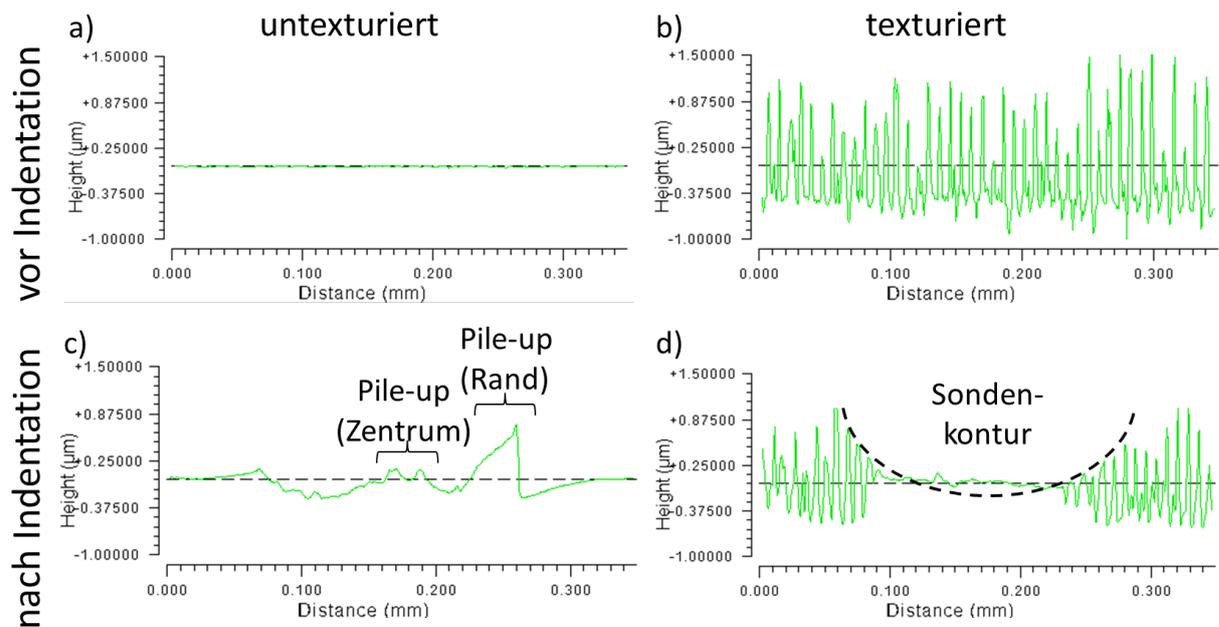


Abbildung 12.19: Mittels WLI gemessene Oberflächenprofile vor (oben) und nach Indentation (unten). Verglichen werden untexturierte (links) mit texturierten Proben (rechts). In c) ist der durch die Sonde verursachte Pile-up von Material eingezeichnet. In d) ist schematisch die Kontur der Sonde eingezeichnet (gestrichelte Linie).

Wie zuvor beschrieben, führt auch dies zu einem Aufbrechen der Oxidschicht und damit zu einem Absinken des elektrischen Kontaktwiderstands. Sowohl die Abflachung der Asperiten, als auch der Pile-up- bzw. Sink-in-Effekt, verursachen die in Abbildung 12.3 beobachtete Hysterese.

Die Frage, weshalb die Hysterese bei der texturierten Probe wesentlich geringer ausfällt, als bei der Referenzprobe, kann mit Hilfe des in Abbildung 12.17 beschriebenen Modells beantwortet werden. Wie bereits festgestellt, ist die plastische Deformation der Zinnschicht der dominante Mechanismus, der das Kontaktwiderstand-Kraft-Verhältnis beeinflusst. Da die plastische Deformation über den gesamten Lastbereich wirksam ist, wird die Oxidschicht bereits bei einer Normalkraft von 0,25 N aufgebrochen und sorgt von Versuchsbeginn an für einen geringen elektrischen Widerstand. Bei Belastung der untexturierten Probe setzt das großflächige Aufbrechen der Oxidschicht hingegen erst bei höheren Lasten ein, wie im Zuge der Diskussion von Abbildung 12.15 erläutert wurde. Auch die Simulationsergebnisse zeigen, dass zum Durchbrechen der Oxidschicht auf der untexturierten Probe eine höhere Flächenpressung notwendig ist, als auf der texturierten (s. Abschnitt 12.3). Während die Oxidschicht der untexturierten Probe bei Belastung im Bereich niedriger Normalkräfte noch weitgehend intakt ist, liegt bei Entlastung im entsprechenden Kraftbereich ein metallischer Kontakt vor. Somit ergibt sich ein deutlicher Unterschied im elektrischen Kontaktwiderstand zwischen Be- und Entlastung, was die im Vergleich zum texturierten Zustand größere Hysterese bedingt.

Zusammenfassend lässt sich festhalten, dass die durch die Lasertexturierung erzeugte Topographie eine Herabsetzung der Indentationshärte der Zinnoberfläche zur Folge hat. Dies erleichtert das Aufbrechen der Oxidschicht im Vergleich zur untexturierten Probe und führt zur Verminderung des elektrischen Kontaktwiderstands. Der hier beschriebene Mechanismus setzt bereits bei geringsten Lasten ein, weshalb das Widerstand-Kraft-Verhalten der texturierten Probe über den gesamten untersuchten Lastbereich von plastischer Deformation der Zinnschicht bestimmt ist. Infolgedessen fällt der Unterschied im Kontaktwiderstand zwischen Be- und Entlastung geringer aus, was die im Vergleich zum Referenzzustand kleinere Hysterese verursacht.

12.5 Verhalten des elektrischen Kontaktwiderstands bei zyklischer Be- und Entlastung

Das zyklische Verhalten des elektrischen Kontaktwiderstands als Funktion der Normalkraft wird in Abbildung 12.20 gezeigt. Zwecks besserer Übersichtlichkeit sind nur jeweils fünf der insgesamt durchgeführten 15 Zyklen dargestellt. Ein Vergleich der Ergebnisse zeigt, dass der elektrische Kontaktwiderstand der lasertexturierten Probe über die gesamte Versuchsreihe hinweg unterhalb der Werte des Referenzzustands lag. Der erste Zyklus verlief für beide Proben typen wie beim zuvor beschriebenen Einzelzyklus-Experiment (vgl. Abschnitt 12.1). Der Kontaktwiderstand sank in beiden Fällen bei Belastung und stieg bei Entlastung erneut an, ohne erneut das Niveau des Anfangswerts zu erreichen. In den Folgezyklen nahm die von der Normalkraft abhängige Variation des Kontaktwiderstands ab. Im Falle der untexturierten Probe lag die Differenz des Kontaktwiderstands zwischen der Minimallast von 1,6 N und dem Maximum von 10,0 N im ersten Zyklus bei 1,44 m Ω . Nach 15 Zyklen betrug diese Differenz nur noch 0,03 m Ω . Bei der texturierten Probe wurden ein Unterschied von 0,22 m Ω nach dem ersten Zyklus und kein nachweisbarer Unterschied nach 15 Zyklen festgestellt.

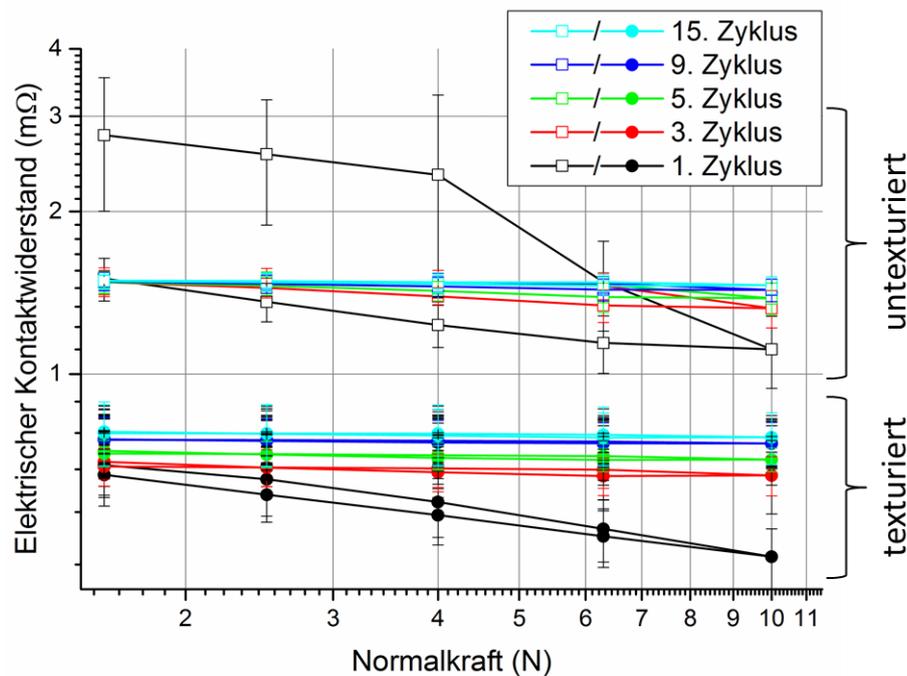


Abbildung 12.20: Elektrischer Kontaktwiderstand als Funktion der Normalkraft für 15 vollständige Be- und Entlastungszyklen. Doppeltlogarithmische Darstellung des untexturierten und des hexagonal texturierten Zustands. Zur besseren Übersichtlichkeit wurden nur ausgewählte Zyklen dargestellt (1., 3., 5., 9. und 15. Zyklus) [179].

Der in Abschnitt 12.1 festgestellte Unterschied im Hystereseverhalten der beiden Probenarten wurde bei zyklischer Belastung nur zu Beginn des Experiments nachgewiesen. In den Folgezyklen glich sich das Verhalten beider Probenarten an. Bei der untexturierten Probe ergab sich im ersten Zyklus eine Differenz von 1,01 mΩ bei der initialen Normalkraft von 1,6 N. Nach 15 Zyklen wurde keine messbare Hysterese registriert. Für die texturierte Probe ergaben sich im ersten Zyklus ein Unterschied von 0,3 mΩ bei 1,6 N und kein messbarer Unterschied am Ende des Experiments.

Weiterhin konnte ein genereller Anstieg des Kontaktwiderstandsniveaus mit steigender Zyklenzahl, ausgehend vom Endwert des jeweils vorangegangenen Zyklus, beobachtet werden. Allerdings wurde dieser Anstieg mit fortschreitender Zyklenzahl geringer. Die Entwicklung des Verlaufs des elektrischen Kontaktwiderstands in Abhängigkeit der Zyklenzahl wird am Beispiel einer Normalkraft von 10 N in Abbildung 12.21 präsentiert.

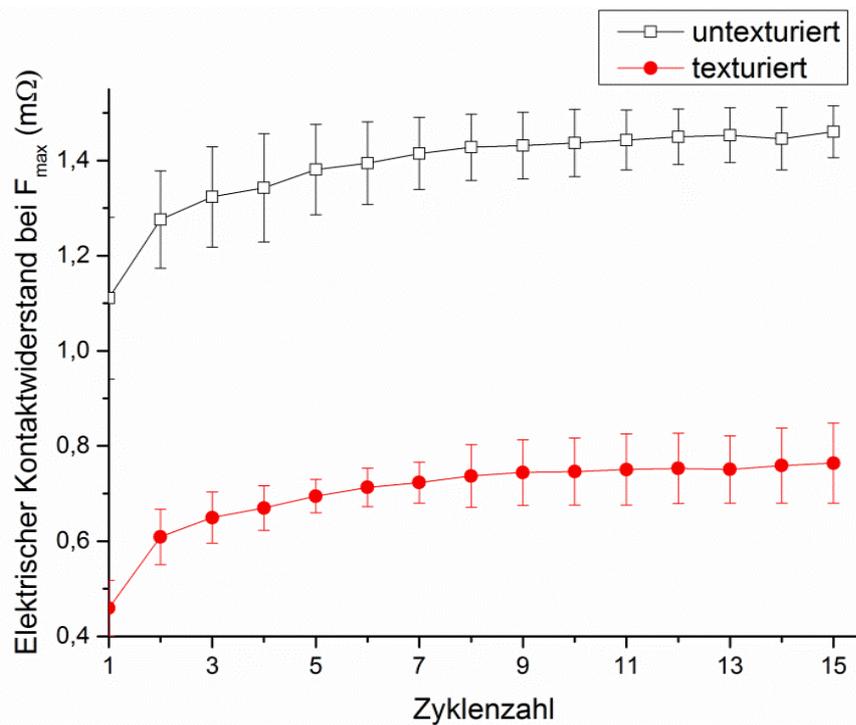


Abbildung 12.21: Entwicklung des elektrischen Kontaktwiderstands bei der maximalen Normalkraft von 10 N als Funktion der Zyklenzahl. Verglichen wird der untexturierte mit dem texturierten Zustand [179].

Generell ist ein starker Anstieg des Kontaktwiderstands in den ersten Zyklen erkennbar. Die Kurven flachen jedoch mit steigender Zyklenzahl immer weiter ab. Der elektrische Kontaktwiderstand der texturierten Proben lag signifikant unterhalb des Niveaus der untexturierten Probe. Nach dem ersten Zyklus war der mittlere Kontaktwiderstand der Referenzprobe 2,4-mal höher als der Widerstand der texturierten Probe. Dieses Verhältnis verringerte sich im Verlauf des Experiments (nach 15 Zyklen: 1,9).

Die Oberflächen nach Versuchsende werden in Abbildung 12.22 gezeigt. In Form und Durchmesser entsprechen die Indents im Wesentlichen den vorigen Beobachtungen nach Einfachzyklen (vgl. Abbildung 12.4). Allerdings hat die Oberfläche ein glatteres Aussehen, was vor allem bei der untexturierten Probe auffällt. Dort sind beispielsweise keine Riefen mehr erkennbar, welche nach dem ersten Zyklus noch vorhanden waren.

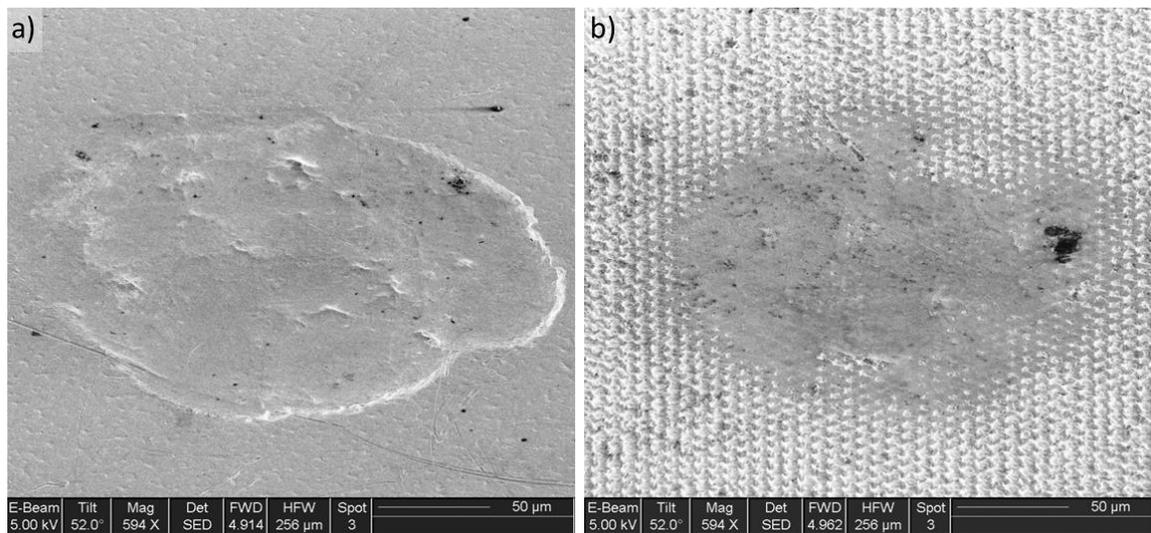


Abbildung 12.22: REM-Aufnahmen von Indents nach Kontaktwiderstandsmessung mit 15 Zyklen unter einem Beobachtungswinkel von 52° . a) untexturierte Probe, b) texturierte Probe.

12.6 Diskussion: Entwicklung des Kontaktwiderstands nach zyklischer Belastung

Im vorangegangenen Abschnitt wurde demonstriert, dass eine zyklische Beanspruchung die Entwicklung des elektrischen Kontaktwiderstands als Funktion der Kraft in mehreren Punkten beeinflusst. Mit steigender Zyklenzahl ergaben sich für beide Proben typen folgende Änderungen:

1. abnehmende Kraftabhängigkeit,
2. verringerte Hysterese,
3. ansteigender elektrischer Kontaktwiderstand.

Im ersten Zyklus war die Entwicklung des elektrischen Kontaktwiderstands zu großen Teilen von plastischer Deformation bestimmt, insbesondere bei der texturierten Probe (s. Abschnitt 12.4). Mit zunehmender Normalkraft verkleinerte sich der Kontaktwiderstand signifikant. Diese Kraftabhängigkeit nahm bei Mehrfachbelastung jedoch ab und ging schließlich gänzlich verloren (s. Abbildung 12.20). Dies lässt darauf schließen, dass die Vergrößerung der realen Kontaktfläche in eine Sättigung läuft. Im ersten Zyklus findet eine starke Abflachung der Asperiten statt, wie anhand des Modells von Kadin et al. in Abschnitt 12.4 erläutert wurde (s. Abbildung 12.18, [31]). In den Folgezyklen wird die Oberfläche zwar weiter eingeebnet, der Effekt fällt jedoch geringer aus, sobald eine Konformität zwischen Sonde und Probe erreicht wurde und sich die reale Kontaktfläche bei Be- und Entlastung nicht mehr unterscheidet. Die Zunahme der Konformität ist durch einen Vergleich der Oberflächen nach dem ersten

Zyklus mit dem Zustand am Ende des Experiments deutlich erkennbar (vgl. Abbildung 12.4 und Abbildung 12.22). Weiterhin behindert das Substratmaterial bzw. die intermetallische Schicht die weitere Vergrößerung der Kontaktfläche. Ein solches Verhalten wurde experimentell auch von Tamai et al. beobachtet [38]. Sie untersuchten den Kontaktwiderstand von reinem Zinn im Vergleich zu einer Zinnschicht mit Bronze-Substrat und fanden heraus, dass ein hartes Substrat die Deformation der Zinnbeschichtung einschränkte. Daraus ergab sich eine geringere Hysterese im Vergleich zum reinen Zinn. Die Zunahme der Konformität zwischen Probe und Sonde sowie die Einschränkung durch das Substrat bzw. die intermetallische Phase sind daher nicht nur die Ursache für die Abschwächung der Kraftabhängigkeit des Kontaktwiderstands, sondern auch für den Abbau der Hysterese zwischen Be- und Entlastung.

Weiterhin wurde ein Anstieg des Kontaktwiderstands von Zyklus zu Zyklus beobachtet. Dieses Verhalten resultierte wahrscheinlich aus der nicht perfekt rechtwinkligen Ausrichtung zwischen Indenter und Probenoberfläche. Eine leichte relative Verschiebung führte dazu, dass die Sonde nicht im exakt selben Punkt auf die Oberfläche traf und es daher im Randbereich zu einer Verminderung der Konformität kam. Dies wiederum hatte eine Verkleinerung der realen Kontaktfläche zur Folge. Mit steigender Zyklenzahl nahm dieser Anstieg jedoch ab, da die Fläche am Rande des Indents letztendlich abgeplattet wurde (s. Abbildung 12.22 und Abbildung 12.21). Allerdings konnte aufgrund dieser Fehlausrichtung keine geringere Kraft als 1,6 N verwendet werden, um die Experimente mit Mehrfachbelastung durchzuführen. Bei noch kleineren Lasten waren drastische Anstiege des Kontaktwiderstands die Folge, die alle anderen Effekte überlagerten und ein Studium der eigentlichen Mechanismen unmöglich machten.

Auch bei zyklischer Indentation blieb der Unterschied zwischen dem Referenzzustand und den lasertexturierten Proben bestehen. Den Grund hierfür liefert die Minimallast von 1,6 N. Da die Sonde sich stets im Kontakt mit der Probenoberfläche befand, wurde kein neues Oxid gebildet. Auch nach Verlust der Textur durch plastische Deformation blieb der nach dem ersten Zyklus erreichte Vorteil somit erhalten. Die hier beschriebenen Experimente sind für die Praxis relevant, da die Federkraft auch im realen Bauteil unter stationären Bedingungen schwanken kann, der Kontakt dabei jedoch nicht vollends verloren geht.

III. Schlussfolgerungen und Ausblick

13 Schlussfolgerung und Ausblick

Bei der Entwicklung der nächsten Generation an elektrischen Steckverbindern sind vor allem drei Forderungen zu erfüllen:

1. die Erhöhung der Verschleißbeständigkeit gegen Fretting-Korrosion,
2. die Verringerung der Steck- und Ziehkräfte,
3. die Absenkung und Stabilisierung des elektrischen Kontaktwiderstands.

Diese Ziele sind unter gleichzeitig verschärften Randbedingungen, wie beispielsweise höheren Einsatztemperaturen und dem Verzicht auf Edelmetallbeschichtungen, zu erreichen. Dies erfordert, neben konstruktiven und legierungstechnischen Lösungen, auch die Optimierung der Oberflächenbeschaffenheit, die entscheidend ist für das elektrische und tribologische Verhalten von Steckverbindern. Im Rahmen dieser Dissertation wurde daher das Verfahren der Laserinterferenztexturierung als innovativer Ansatz zur Oberflächenmodifikation verzinneter Steckverbinderwerkstoffe auf Kupfer-Basis studiert.

Laserinterferenztexturierung

- Es wurde demonstriert, dass die Laserinterferenztexturierung ein geeignetes Werkzeug zur Topographieerzeugung auf verzinneten Oberflächen ist. Über Variation der Energiedichte wurden optimale Parameter zur Erzeugung von Linien- und Punktmustern ermittelt. Die über das Laserinterferenzverfahren erzeugten Texturen sind um eine Größenordnung kleiner als jene, die über konventionelles Prägen und nachträgliches Verzinnen hergestellt werden.
- Eine detaillierte Analyse der durch die Texturierung hervorgerufenen chemischen und mikrostrukturellen Änderungen deckte auf, dass die thermische Laserbehandlung zum Wachstum der Oberflächenoxide führt. Dennoch wurde eine Verminderung der Indentationshärte des Materials nachgewiesen. Diese lässt sich über kontaktphysikalische Simulationen auf eine Erhöhung der lokalen Flächenpressung aufgrund der reduzierten realen Kontaktfläche zurückführen.
- Mit Hilfe von thermischen Simulationen wurde gezeigt, dass es bei hohen Energiedichten des Lasers zum Aufschmelzen der Zinnschicht kommt, was die Erzeugung einer periodischen Oberflächentopographie überhaupt erst ermöglicht. Die Simulations-

ergebnisse liefern dabei eine gute Übereinstimmung mit den experimentell ermittelten Energiedichten. Mit wachsender Periode nehmen die simulierten Maximaltemperaturen zunächst stark zu und laufen dann ab einer Periode von 8 μm in eine Sättigung. Die Simulationen zeigen zudem, dass bei den experimentell verwendeten Energiedichten ein Aufschmelzen des Kupfersubstrats nicht möglich ist. Unter Berücksichtigung des engen Phasengebiets und der komplexen kristallographischen Struktur der intermetallischen Kupfer-Zinn-Phasen konnte so aufgeklärt werden, weshalb im untersuchten Materialsystem durch die Lasertexturierung keine lokal-periodische Phasenbildung induziert wurde.

- Um die Homogenität der erzeugten Texturen zu erhöhen, muss die Strahlformung des Lasers künftig weiter optimiert werden, beispielsweise durch individuelle Leistungsanpassung der Teilstrahlen. Alternativ könnte die Interferenztexturierung auch mit einem Ultrakurzpulslaser mit homogenerem Strahlprofil durchgeführt werden. Da in diesem Fall keine thermische Laser-Material-Wechselwirkung stattfindet, entstünden keine mit der Schmelzphase verbundenen Inhomogenitäten. Ob sich mit dieser Methode vergleichbare Effekte auf Verschleiß und Kontaktwiderstand erzielen ließen, könnte Gegenstand künftiger Forschungsprojekte sein.

Verschleißexperimente

- In tribologischen Untersuchungen wurde die Verschleißbeständigkeit der texturierten Proben gegen Fretting-Korrosion überprüft und mit der des Referenzzustands verglichen. Anhand der erlangten Erkenntnisse und des Vergleiches mit der Literatur wurde ein auf das vorhandene Schichtsystem abgestimmtes Schädigungsmodell entwickelt.
- Im Anfangsstadium der Experimente wurde vor allem abrasiver und adhäsiver Verschleiß beobachtet. In späteren Phasen dominierte der tribochemische Verschleiß über die Fretting-Korrosion. Die Korrosionsprodukte wurden mittels chemischer Analyse als Zinn(II)oxid und Kupfer(II)oxid identifiziert. Weiterhin wurde die lokale Entstehung geschlossener, intermetallischer Schichten nachgewiesen, die als Folge der reibinduzierten Temperaturerhöhung und Durchmischung oberflächennaher Schichten aufgrund plastischer Deformation entstanden.
- Es wurde demonstriert, dass die Lasertexturierung unter Fretting-Bedingungen die Verminderung des elektrischen Kontaktwiderstands bei gleichzeitig verlängerter Laufzeit zur Folge hat. Der Kontaktwiderstand wurde um ca. 42 % bei der Last von 2,5 N

und um ca. 71 % bei 5,0 N reduziert. Die Laufzeit verlängerte sich um 36 % bei 2,5 N und um 19 % bei 5,0 N. Während bei höheren Lasten kein positiver Einfluss auf den Reibungskoeffizient auftrat, konnte dieser bei niedrigen Lasten durch die Texturierung vermindert werden (- 11,4 %). Als Ursache für die beobachteten Eigenschaftsverbesserungen wurde die Fähigkeit der Texturierung identifiziert, den Abtransport von Verschleißpartikeln aus den Randbereichen der Verschleißzone zu erleichtern. Die topographischen Minima wirken dabei als Mikrohohlräume zur Einlagerung der elektrisch isolierenden Oxidpartikel, die durch Fretting-Korrosion erzeugt werden. Auf diese Weise wird die Ausbildung einer isolierenden Oxidschicht verzögert und die Laufzeit der texturierten Oberflächen im Vergleich zum Referenzzustand erhöht.

- Die lastabhängige Untersuchung des Verschleißverhaltens zeigte, dass eine Lasterhöhung zu einer Erniedrigung des elektrischen Kontaktwiderstands und einer Erhöhung der Lebensdauer führt. Unter größeren Lasten steigt die reale Kontaktfläche an und Oxidfilme können leichter durchbrochen werden, was die Entstehung metallischer Kontaktpunkte erleichtert. Zudem führt eine stärkere Verdichtung von Oberflächenoxiden zu einer effektiven Abschirmung des darunterliegenden Materials vor atmosphärischem Sauerstoff, was die Fretting-Korrosion verlangsamt. Insbesondere auf den elektrischen Kontaktwiderstand der lasertexturierten Proben wirkte sich eine Lasterhöhung positiv aus. Die Kombination aus erhöhter Last und der Einlagerung der Verschleißpartikel in die Topographieminima führte zu einer Reduzierung des Kontaktwiderstands um 54 % (im Vergleich zu 11 % im untexturierten Zustand).
- Um das Verschleißverhalten zinnbeschichteter Werkstoffe weiter zu verbessern, sollte in Zukunft der Einsatz von (leitfähigen) Schmiermitteln in Kombination mit der Lasertexturierung näher untersucht werden. Die potentielle Wirkung von Texturen als Reservoir für Schmierstoffe und als hydrodynamisches Lager ist bekannt und könnte bei geeigneter Schmierstoffwahl zu einer Verbesserung der elektrischen und tribologischen Eigenschaften von Steckverbindern führen [10, 127, 188]. In diesem Zusammenhang sollte neben der Fretting-Korrosion auch die Beständigkeit gegen Gleitverschleiß, wie er beim Stecken und Ziehen von Steckverbindern auftritt, untersucht werden.

Mittelfristig ist auch ein Einsatz der Lasertexturierung zur Verbesserung triboelektrischer Eigenschaften von beweglichen Kontakten, wie beispielsweise Schleifringen, denkbar.

Kontaktwiderstandsmessung

- Um den Einfluss der laserinduzierten chemischen und mikrostrukturellen Modifikationen auf das Deformationsverhalten und die elektrischen Eigenschaften des Materials zu studieren, wurde weiterhin der elektrische Kontaktwiderstand unter stationären Bedingungen untersucht. Zu diesem Zweck wurde ein Prüfstand entwickelt, mit dessen Hilfe der Kontaktwiderstand als Funktion der Normallast gemessen werden kann. Die damit durchgeführten Experimente umfassten die Betrachtung des einmaligen Be- und Entlastens sowie von Mehrfachzyklen.
- Die kraftabhängige Entwicklung des Kontaktwiderstands wurde bei Belastung im Falle der texturierten Probe über den gesamten betrachteten Lastbereich von der plastischen Deformation der Zinnschicht bestimmt. Zwischen Kontaktwiderstand und Normalkraft ergab sich eine Abhängigkeit gemäß $R_K \sim F_N^{-0,45}$. Im Referenzzustand hingegen wurden drei unterschiedliche Segmente beobachtet, wobei der Kontaktwiderstand im niedrigen Lastbereich durch elastische und im mittleren Lastbereich durch plastische Deformation der Probenoberfläche bestimmt wurde. Die Entwicklung bei hohen Normallasten konnte als Resultat der elastischen und plastischen Deformation der nativen Oxidschicht auf der Zinnoberfläche identifiziert werden.
- Die Lasertexturierung führte im gesamten Lastbereich zu einer Reduzierung des elektrischen Kontaktwiderstands im Vergleich zum Referenzzustand. Bei Belastung wurde der Kontaktwiderstand der untexturierten Probe je nach Last um 78 bis 86 % reduziert, bei Entlastung um 52 bis 71 %.
- Den gemessenen Ergebnissen wurden kontaktphysikalische Simulationen gegenübergestellt. Anhand der hierdurch erlangten Erkenntnisse wurde ein Modell abgeleitet, das die Reduzierung des elektrischen Kontaktwiderstands auf das geänderte Deformationsverhalten der texturierten Oberfläche zurückführt. Die Simulationsergebnisse zeigen, dass die laserinduzierte Topographiebildung eine Verkleinerung der realen Kontaktfläche zur Folge hat. Bei Kontakt mit der sphärischen Prüfsonde resultiert daraus eine Erhöhung der lokalen Flächenpressung auf den Maxima, was die plastische Deformation der weichen Zinnschicht und damit das Aufbrechen des oxidischen Oberflächenfilms erleichtert. Trotz kleinerer realer Kontaktfläche ermöglicht die Texturierung die Entstehung einer größeren Anzahl an leitfähigen Kontaktpunkten, wie durch Simu-

lationsergebnisse belegt wurde. Die Vergrößerung des leitenden Querschnitts hat unmittelbar eine Verminderung des Kontaktwiderstands zur Folge.

- Überdies wurde eine Hysterese des Kontaktwiderstands zwischen dem Belastungs- und Entlastungsfall beobachtet, die bei der untexturierten Probe stärker ausfällt, als bei der lastertexturierten. Ursache für das Auftreten dieser Hysterese ist die plastische Deformation der Oberfläche während der Belastung, die zu einer Vergrößerung der realen Kontaktfläche führt. Dies geschieht zum einen mikroskopisch durch das Abflachen von Rauheitsspitzen, zum anderen makroskopisch aufgrund der Materialverdrängung durch die Prüfsonde. Auf der untexturierten Probe drang die Sonde in die Zinnschicht ein und führte zum Material-Pile-up. Bei der texturierten Probe kam es zu einem Sink-in-Effekt, bei dem die Sonde in die Oberfläche einsank und die Textur abflachte. Dabei wurde das Material der topographischen Maxima in die Vertiefungen der Minima gepresst und füllte diese auf. All diese plastischen Deformationsprozesse führen neben der Vergrößerung der realen Kontaktfläche auch zum Durchbrechen der Oberflächenoxide und damit zu einer Absenkung des elektrischen Kontaktwiderstands, verglichen mit dem Ausgangszustand vor der Deformation. Da das Aufbrechen der Oxidschicht durch plastische Deformation im Falle der texturierten Probe schon bei kleinsten Lasten wirksam ist, fällt der Unterschied zwischen Be- und Entlastung gering aus, was die im Vergleich zur untexturierten Probe kleinere Hysteresebreite erklärt.
- Durch Experimente unter zyklischer Belastung im Kraftregime zwischen 1,6 N und 10,0 N wurde die nachhaltige Wirkung der Lasertexturierung auf die Reduzierung des Kontaktwiderstands nachgewiesen. Die elektrische Leitfähigkeit der texturierten Proben war auch nach 15 Zyklen noch doppelt so hoch wie die der untexturierten.
- Die Ergebnisse dieser Dissertation lassen sich prinzipiell auch auf Anwendungsfelder außerhalb der Automobilindustrie übertragen. Die Lasertexturierung kann überall dort wirksam als Werkzeug zur Verbesserung der elektrischen Eigenschaften eingesetzt werden, wo Kontaktwerkstoffe mit Neigung zur Bildung schlecht-leitender Filme Verwendung finden. Insbesondere unter stationären Bedingungen ist eine starke Verringerung des elektrischen Kontaktwiderstands zu erwarten.

Für künftige Arbeiten wäre zudem eine parametrische Studie mittels kontaktphysikalischer Simulationen von Interesse, um eine für den jeweiligen Anwendungsfall optimale Textur zu berechnen und so die Eigenschaftsverbesserung weiter zu erhöhen.

Fazit

Die innerhalb dieser Dissertation gewonnen Erkenntnisse zeigen, dass durch die Laserinterferenztexturierung eine Erhöhung der Verschleißbeständigkeit gegen Fretting-Korrosion erreicht werden kann. Darüber hinaus wurde demonstriert, dass die Texturierung das Aufbrechen von schlecht leitenden Oxidschichten auf der Zinnoberfläche erleichtert und damit der elektrische Kontaktwiderstand herabgesetzt wird. Diese Technologie birgt damit das Potential in sich, die Normalkraft in Steckverbindern um mehr als 95 % zu reduzieren, was eine signifikante Verringerung der Steck- und Ziehkräfte zur Folge hätte (s. Abbildung 13.1).

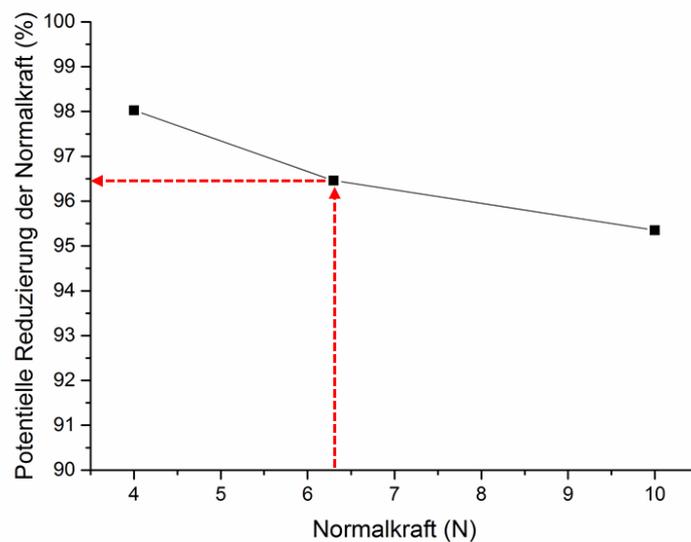


Abbildung 13.1: Mögliche Reduzierung der Normalkraft bei texturierten Proben zur Erzielung eines äquivalenten elektrischen Kontaktwiderstands im Vergleich zu untexturierten Proben. Darstellung des Lastbereichs zwischen 4 und 10 N. Um einen Kontaktwiderstand zu erzielen, der dem einer untexturierten Probe unter einer Last von bspw. 6,3 N entspricht, kann die Normalkraft auf der texturierten Probe um ca. 96,5 % auf 0,22 N reduziert werden.

IV. Anhänge

Literaturverzeichnis

- [1] A. Sommerfeld, "Zur Elektronentheorie der Metalle", *Naturwissenschaften*, vol. 15, pp. 825-832, 1927.
- [2] A. Visser. World Connector Industry: The Road Ahead. Presented at Idea Executive Conference. Milan, 2012, .
- [3] K. Reif, "Lichttechnik", in *Automobilelektronik - Eine Einführung für Ingenieure*, 5.Auflage, Wiesbaden, Springer, 2014, pp. 383-416.
- [4] Y. W. Park, T. Sankara Narayanan and K. Y. Lee, "Fretting corrosion of tin-plated contacts: Evaluation of surface characteristics", *Tribol. Int.*, vol. 40, pp. 548-559, 2007.
- [5] J. McBride, "Developments in fretting studies applied to electrical contacts," in *Proceedings of the Fifty-Second IEEE Holm Conference on Electrical Contacts*, 2006, pp. 170-180.
- [6] I. Buresch, A. Möck and F. Bubeck, "Traditionelle Steckverbinderwerkstoffe – hochfest und gut umformbar", *VDE-Fachbericht-Kontaktverhalten Und Schalten*, 2007.
- [7] Y. W. Park, T. Narayanan and K. Y. Lee, "Effect of temperature on the fretting corrosion of tin plated copper alloy contacts", *Wear*, vol. 262, pp. 320-330, 2007.
- [8] M. Antler, "Electrical effects of fretting connector contact materials: a review", *Wear*, vol. 106, pp. 5-33, 1985.
- [9] R. S. Mroczkowski, "Contact Finishes", in *Electronic connector handbook: theory and applications*, McGraw-Hill, 1998, pp. 3.1-3.49.
- [10] M. Braunovic, V. V. Konchits and N. K. Myshkin, "Reliability Issues in Electrical Contacts", in *Electrical contacts: fundamentals, applications and technology*, CRC Press, 2006, pp. 205-259.
- [11] M. Antler and P. G. Slade, "Tribology of electronic connectors: Contact Sliding Wear, Fretting, and Lubrication", in *Electrical Contacts - Principles and Applications*, pp. 309-401.
- [12] H. Wallentowitz and K. Reif, "*Handbuch Kraftfahrzeugelektronik: Grundlagen-Komponenten-Systeme-Anwendungen*", Springer, 2010.
- [13] R. Holm and E. Holm, "*Electric contacts handbook*", Springer, 1958.
- [14] H. Wallentowitz, "*Handbuch Kraftfahrzeugelektronik: Grundlagen, Komponenten, Systeme, Anwendungen*", Springer, 2006.
- [15] I. Buresch, "Möglichkeiten der Eigenschaftsoptimierung von Zinnoberflächen für Steckkontakte", *VDE-Fachbericht-Kontaktverhalten Und Schalten*, 2013.
- [16] M. Leidner, M. Myers, H. Schmidt, S. Sachs and S. Thoss, "Enhancing the contact interface by matching the surface pressure and current density distribution," in *ICEC 2014; Proceedings of the 27th International Conference on Electrical Contacts*, Dresden, 2014, pp. 1-6.
- [17] K. E. Trinh, F. Muecklich and E. Ramos-Moore, "The role of microstructure and surface topography in the electrical behavior of Sn-coated Cu contacts," in *Proceedings of the 27th International Conference on Electrical Contacts*, Dresden, 2014, pp. 243-248.

- [18] H. Hertz, "Ueber die Berührung fester elastischer Körper.", *Journal Für Die Reine Und Angewandte Mathematik*, vol. 92, pp. 156-171, 1882.
- [19] E. Dintwa, E. Tijssens and H. Ramon, "On the accuracy of the Hertz model to describe the normal contact of soft elastic spheres", *Granular Matter*, vol. 10, pp. 209-221, 2008.
- [20] V. L. Popov, "5. Rigorous Treatment of Contact Problems - Hertzian Contact", in *Contact Mechanics and Friction: Physical Principles and Applications*, 1.Auflage, Springer, 2010, pp. 55-70.
- [21] J. Greenwood and J. Williamson, "Contact of nominally flat surfaces", *Proceedings of the Royal Society of London, Series A, Mathematical and Physical Sciences*, vol. 295, pp. 300-319, 1966.
- [22] V. L. Popov, "7. Contact between Rough Surfaces", in *Contact Mechanics and Friction: Physical Principles and Applications*, 1.Auflage, Springer, 2010, pp. 81-104.
- [23] V. L. Popov, "*Contact Mechanics and Friction: Physical Principles and Applications*", 1.Auflage, Springer, 2010.
- [24] L. Kogut and I. Etsion, "A finite element based elastic-plastic model for the contact of rough surfaces", *Tribol. Trans.*, vol. 46, pp. 383-390, 2003.
- [25] J. I. McCool, "Comparison of models for the contact of rough surfaces", *Wear*, vol. 107, pp. 37-60, 1986.
- [26] P. R. Nayak, "Random process model of rough surfaces", *Journal of Lubrication Technology*, vol. 93, pp. 398, 1971.
- [27] J. Greenwood, "A simplified elliptic model of rough surface contact", *Wear*, vol. 261, pp. 191-200, 2006.
- [28] B. Mikić, "Thermal contact conductance; theoretical considerations", *Int. J. Heat Mass Transfer*, vol. 17, pp. 205-214, 1974.
- [29] B. Rosén and T. Thomas, "Relationship of the plasticity index to machining parameters", *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, vol. 41, pp. 2061-2069, 2001.
- [30] R. Holm and E. Holm, "Electric contacts handbook, §2", in Springer, 1958, pp. 2-8.
- [31] Y. Kadin, Y. Kligerman and I. Etsion, "Unloading an elastic-plastic contact of rough surfaces", *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 54, pp. 2652-2674, 2006.
- [32] D. Tabor, "The physical meaning of indentation and scratch hardness", *British Journal of Applied Physics*, vol. 7, pp. 159, 1956.
- [33] R. S. Timsit, "Electrical contact resistance: Properties of stationary interfaces", *IEEE Trans. Compon. Packag. Technol.*, vol. 22, pp. 85-98, 1999.
- [34] R. Holm and E. Holm, "Electric contacts handbook, §4", in Springer, 1958, pp. 13-20.
- [35] J. Greenwood, "Constriction resistance and the real area of contact", *British Journal of Applied Physics*, vol. 17, pp. 1621, 1966.

- [36] M. Leidner. "Kontaktphysikalische Simulation von Schichtsystemen", Dissertation, Darmstadt, 2009,.
- [37] R. Holm and E. Holm, "Electric contacts handbook, §9", in Springer, 1958, pp. 46-47.
- [38] T. Tamai, Y. Saitoh, S. Sawada and Y. Hattori, "Peculiarities Characteristics Between Contact Trace and Contact Resistance of Tin Plated Contacts," in *Proceedings of the 54th IEEE Holm Conference on, Electrical Contacts*, 2008, pp. 337-343.
- [39] T. Tamai, Y. Ito, K. Hotta, Y. Saitoh, K. Iida and Y. Hattori, "Singularity of tin contacts in relationship between contact resistance and contact load", *Proc.ICEC*, 2008.
- [40] M. Leidner, H. Schmidt, M. Myers and H. Schlaak, "A new simulation approach to characterizing the mechanical and electrical qualities of a connector contact", *The European Physical Journal Applied Physics*, vol. 49, pp. 22909, 2010.
- [41] W. E. Wilson, S. V. Angadi and R. L. Jackson, "Electrical contact resistance considering multi-scale roughness," in *Proceedings of the 54th IEEE Holm Conference on Electrical Contacts*, 2008, pp. 190-197.
- [42] J. Greenwood and J. Tripp, "The contact of two nominally flat rough surfaces", *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers*, vol. 185, pp. 625-633, 1970.
- [43] L. Kogut and K. Komvopoulos, "Electrical contact resistance theory for conductive rough surfaces separated by a thin insulating film", *J. Appl. Phys.*, vol. 95, pp. 576-585, 2003.
- [44] W. E. Wilson, S. V. Angadi and R. L. Jackson, "Surface separation and contact resistance considering sinusoidal elastic-plastic multi-scale rough surface contact", *Wear*, vol. 268, pp. 190-201, 2010.
- [45] M. Leidner, H. Schmidt and M. Myers, "Simulation of the current density distribution within electrical contacts," in *56th IEEE Holm Conference on Electrical Contacts*, Charleston, SC, 2010, pp. 505-513.
- [46] M. Myers, M. Leidner, H. Schmidt, S. Sachs and A. Baeumer, "Contact resistance reduction by matching current and mechanical load carrying asperity junctions," in *Electrical Contacts (Holm), 2012 IEEE 58th Holm Conference On*, 2012, pp. 1-8.
- [47] C. A. Harper, "*Electronic packaging and interconnection handbook*", McGraw-Hill, 2005.
- [48] R. S. Mroczkowski, "Connector Overview", in *Electronic connector handbook: theory and applications*, McGraw-Hill, 1998, pp. 1.1-1.24.
- [49] M. Braunovic, V. V. Konchits and N. K. Myshkin, "Contact Materials", in *Electrical contacts: fundamentals, applications and technology*, CRC Press, 2006, pp. 71-148.
- [50] R. S. Mroczkowski, *Connector Design/Materials and Connector Reliability*. 1993.
- [51] Y. V. Murty, "Electrical and Electronic Connectors: Materials and Technology", in *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, Oxford, Elsevier, 2001, pp. 2483-2494.
- [52] K. H. Schröder, "*Werkstoffe für elektrische Kontakte und ihre Anwendungen*", Expert-Verl, 1997.

- [53] P. van Dijk, "Critical aspects of electrical connector contacts", *Proc.21st ICEC*, pp. 161-168, 2002.
- [54] Niklas Gunnarsson Sarius. "Surface Technology for Optical and Electrical Connectors", PhD, Linköping University Electronic Press, 2010,.
- [55] A. I. Committee, ASM Handbook, Volume 02 - Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials.
- [56] M. M. Schwartz, "*Encyclopedia of materials, parts, and finishes*", CRC Press, 2002.
- [57] J. L. Corkill, A. Garca and M. L. Cohen, "Theoretical study of high-pressure phases of tin", *Phys. Rev. B*, vol. 43, pp. 9251, 04/15, 1991.
- [58] I. Karakaya and W. Thompson, The Ag-Sn (Silver-Tin) system. *Journal of Phase Equilibria* vol. 8, (4), pp. 340-347. 1987.
- [59] W. Plumbridge, "Tin pest issues in lead-free electronic solders", in *Lead-Free Electronic Solders*, Springer, 2007, pp. 307-318.
- [60] K. J. Puttlitz and G. T. Galyon, "Impact of the ROHS directive on high-performance electronic systems", *J. Mater. Sci. : Mater. Electron.*, vol. 18, pp. 347-365, 2007.
- [61] J. Glazer, "Metallurgy of low temperature Pb-free solders for electronic assembly", *International Materials Reviews*, vol. 40, pp. 65-93, 1995.
- [62] Y. Nabeta, Y. Saitoh, S. Sawada, Y. Hattori and T. Tamai, "Growth Law of the Oxide Film Formed on the Tin Plated Contact Surface and Its Contact Resistance Characteristic," in *Proceedings of the 55th IEEE Holm Conference on Electrical Contacts*, 2009, pp. 176-181.
- [63] S. Han, M. Osterman and M. G. Pecht, "Electrical Shorting Propensity of Tin Whiskers", *Electronics Packaging Manufacturing, IEEE Transactions on DOI - 10. 1109/TEPM. 2010. 2053377*, vol. 33, pp. 205-211, 2010.
- [64] P. Jiri, C. Martin, U. Jan and D. Karel, "Evaluation of tin whisker growth," in *Electronics Technology (ISSE), 2010 33rd International Spring Seminar On*, 2010, pp. 179-182.
- [65] M. Braunovic, V. V. Konchits and N. K. Myshkin, "Electronic Connections", in *Electrical contacts: fundamentals, applications and technology*, CRC Press, 2006, pp. 309-367.
- [66] I. Buresch, "Zinn ist nicht gleich Zinn - Einfluss der Zwischenschichten auf die Schichteigenschaften bei Zinnoberflächen," in Würzburg, 2010, .
- [67] N. Saunders and A. Miodownik, The Cu-Sn (Copper-Tin) system. *Journal of Phase Equilibria* vol. 11, (3), pp. 278-287. 1990.
- [68] Z. Mei, A. Sunwoo and J. Morris, "Analysis of low-temperature intermetallic growth in copper-tin diffusion couples", *Metallurgical Transactions A*, vol. 23, pp. 857-864, 1992.
- [69] I. Buresch and M. Hack, "Eigenschaften von Zinnschichten für elektromechanische Bauelemente–Einflussfaktoren und ihre Auswirkungen", *VDE-Fachbericht-Kontaktverhalten Und Schalten*, 2009.
- [70] R. C. Weast, M. J. Astle and W. H. Beyer, "*CRC handbook of chemistry and physics*", CRC press Boca Raton, FL, 1988.

- [71] X. Deng, N. Chawla, K. Chawla and M. Koopman, "Deformation behavior of (Cu, Ag)-Sn intermetallics by nanoindentation", *Acta Materialia*, vol. 52, pp. 4291-4303, 2004.
- [72] H. P. R. Frederikse, R. J. Fields and A. Feldman, "Thermal and electrical properties of copper-tin and nickel-tin intermetallics", *Journal of Applied Physics* 72 (7), Pp. 2879-2882, 1992.
- [73] G. Samsonov, "The Oxide Handbook, 1973", *Institute of Problems in Materials Science and Academy of Science of Ukrainian, SSR, Kiev, USSR*, vol. 260, .
- [74] R. D. Malucci, "Possible mechanism for observed dynamic resistance", *Components and Packaging Technologies, IEEE Transactions On*, vol. 24, pp. 408-415, 2001.
- [75] R. Wilson, "The contact resistance and mechanical properties of surface films on metals," in 1955, pp. 625.
- [76] H. Li and R. C. Bradt, "Knoop Microhardness Anisotropy of Single-Crystal Cassiterite (SnO₂)", *J Am Ceram Soc*, vol. 74, pp. 1053-1060, 1991.
- [77] E. Tan, Y. Zhu, T. Yu, L. Dai, C. Sow, V. Tan and C. Lim, "Crystallinity and surface effects on Young's modulus of CuO nanowires", *Appl. Phys. Lett.*, vol. 90, pp. 163112, 2007.
- [78] H. Czichos and K. Habig, "Reibung", in *Tribologie-Handbuch: Tribometrie, Tribomaterialien, Tribotechnik*, Springer DE, 2010, pp. 81-112.
- [79] V. Popov, "1. Einführung", in *Kontaktmechanik und Reibung*, 1.Auflage, Springer, 2009, pp. 1-7.
- [80] P. J. Blau, "Introduction", in *Friction science and technology: from concepts to applications*, CRC press, 2010, pp. 1-16.
- [81] M. Braunovic, V. V. Konchits and N. K. Myshkin, "Tribology", in *Electrical contacts: fundamentals, applications and technology*, CRC Press, 2006, pp. 35-69.
- [82] P. J. Blau, Ed., *Friction, Lubrication, and Wear Technology*, 1992, .
- [83] F. Bowden and D. Tabor, "Mechanism of metallic friction", *Nature*, vol. 150, pp. 197-199, 1942.
- [84] M. Nosonovsky and B. Bhushan, "Mechanisms of Dry Friction, Their Scaling and Linear Properties", in *Multiscale Dissipative Mechanisms and Hierarchical Surfaces*, Springer Berlin Heidelberg, 2008, pp. 27-45.
- [85] N. P. Suh and H. - Sin, "The genesis of friction", *Wear*, vol. 69, pp. 91-114, 6/1, 1981.
- [86] V. Popov, "17. Verschleiß", in *Kontaktmechanik und Reibung*, 1.Auflage, Springer, 2009, pp. 263-276.
- [87] P. J. Blau, "Embedding wear models into friction models", *Tribology Letters*, vol. 34, pp. 75-79, 2009.
- [88] H. Czichos and K. Habig, "Verschleiß", in *Tribologie-Handbuch: Tribometrie, Tribomaterialien, Tribotechnik*, Springer DE, 2010, pp. 113-162.

- [89] M. Antler, "Sliding Wear of Metallic Contacts", *Components, Hybrids, and Manufacturing Technology, IEEE Transactions on DOI - 10. 1109/TCHMT. 1981. 1135784*, vol. 4, pp. 15-29, 1981.
- [90] R. S. Mroczkowski, "Separable Connections", in *Electronic connector handbook: theory and applications*, McGraw-Hill, 1998, pp. 6.1-6.32.
- [91] F. Fink, "Review of Fretting Corrosion Theory", *SAE Technical Paper 540032*, 1954.
- [92] Y. W. Park, J. P. Jung and K. Y. Lee, "Overview of fretting corrosion in electrical connectors", *International Journal of Automotive Technology*, vol. 7, pp. 75-82, 2006.
- [93] L. Li, I. Etsion and F. E. Talke, "The effect of frequency on fretting in a micro-spherical contact", *Wear*, vol. 270, pp. 857-865, 2011.
- [94] S. Hannel, S. Fouvry, P. Kapsa and L. Vincent, "The fretting sliding transition as a criterion for electrical contact performance", *Wear*, vol. 249, pp. 761-770, 2001.
- [95] M. Varenberg, G. Halperin and I. Etsion, "Different aspects of the role of wear debris in fretting wear", *Wear*, vol. 252, pp. 902-910, 2002.
- [96] A. Lee, A. Mao and M. S. Mamrick, "Fretting corrosion of tin at elevated temperatures," in *Proceedings of the Thirty Fourth Meeting of the IEEE Holm Conference on Electrical Contacts*, 1988, pp. 87-91.
- [97] K. F. Renk, "Introduction", in *Basics of Laser Physics: For Students of Science and Engineering*, Springer, 2012, pp. 3-15.
- [98] H. Haken, "Introduction", in *Laser Theory*, Springer, 1983, pp. 1-9.
- [99] F. Klocke and W. König, "Lasermaterialbearbeitung", in *Fertigungsverfahren 3-Abtragen, Generieren und Lasermaterialbearbeitung*, Berlin, Springer-Verlag, 2007, pp. 201-304.
- [100] W. M. Steen and J. Mazumder, "Background to Laser Design and General Applications", in *Laser Material Processing*, Springer London, 2010, pp. 11-78.
- [101] N. B. Dahotre and S. P. Harimkar, "Basics of Lasers", in *Laser Fabrication and Machining of Materials*, Springer US, 2008, pp. 3-33.
- [102] H. Eichler and J. Eichler, "Licht, Atome, Moleküle, Festkörper", in *Laser: bauformen, strahlführung, anwendungen*, Springer, 2010, pp. 1-27.
- [103] H. Eichler and J. Eichler, "*Laser: bauformen, strahlführung, anwendungen*", Springer, 2010.
- [104] C. Gerthsen, D. Meschede and H. Vogel, "Wellenoptik", in *Physik*, 23.Auflage, Berlin: Springer, 2006, pp. 519-568.
- [105] David Bergström, Alexander Kaplan and J. Powell. "Mathematical modelling of laser absorption mechanisms in metals: A review", PhD, 2003, The Absorption of Laser Light by Rough Metal Surfaces,.
- [106] C. Gerthsen, D. Meschede and H. Vogel, "Laserphysik", in *Physik*, 23.Auflage, Berlin: Springer, 2006, pp. 823-846.

- [107] N. B. Dahotre and S. P. Harimkar, "Laser Materials Interactions", in *Laser Fabrication and Machining of Materials*, Springer US, 2008, pp. 34-65.
- [108] D. Bergström, A. Kaplan and J. Powell. "Laser absorption measurements in opaque solids", PhD, 2005, *The Absorption of Laser Light by Rough Metal Surfaces*,.
- [109] W. M. Steen and J. Mazumder, "Basic Laser Optics", in *Laser Material Processing*, Springer London, 2010, pp. 79-130.
- [110] R. Poprawe, "Das Verhalten von elektromagnetischer Strahlung an Grenzflächen", in Springer Verlag, 2005, pp. 5-12.
- [111] A. Lasagni. "Advanced design of periodical structures by laser interference metallurgy in the micro/nanoscale on macroscopic areas", PhD, 2006, *Saarbrücker Reihe Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*,.
- [112] D. Bäuerle, "Introduction", in *Laser Processing and Chemistry*, Springer Berlin Heidelberg, 2011, pp. 3-12.
- [113] D. Bäuerle, "Nanosecond-Laser Ablation", in *Laser Processing and Chemistry*, Springer Berlin Heidelberg, 2011, pp. 237-278.
- [114] P. G. Engleman, N. B. Dahotre, A. Kurella, A. Samant and C. A. Blue, "The application of laser-induced multi-scale surface texturing", *JOM Journal of the Minerals, Metals and Materials Society*, vol. 57, pp. 46-50, 2005.
- [115] A. Lasagni and F. Muecklich, "Analysis of periodical structures produced by laser interference structuring using energy dispersive x-ray spectrometry", *Praktische Metallographie*, vol. 43, pp. 16-29, 2006.
- [116] R. F. Haglund, "The Properties of Light", in *Springer Handbook of Lasers and Optics*, Springer Berlin Heidelberg, 2012, pp. 3-33.
- [117] C. Daniel, F. Muecklich and Z. Liu, "Periodical micro-nano-structuring of metallic surfaces by interfering laser beams", *Appl. Surf. Sci.*, vol. 208, pp. 317-321, 2003.
- [118] M. Bieda, C. Schmädicke, A. Wetzig and A. Lasagni, "Direct laser interference patterning of planar and non-planar steels and their microstructural characterization", *Metals and Materials International*, vol. 19, pp. 81-86, 2013.
- [119] T. Kondo, S. Matsuo, S. Juodkazis and H. Misawa, "Femtosecond laser interference technique with diffractive beam splitter for fabrication of three-dimensional photonic crystals", *Appl. Phys. Lett.*, vol. 79, pp. 725-727, 2001.
- [120] N. B. Dahotre and S. P. Harimkar, "Laser Interference Processing", in *Laser Fabrication and Machining of Materials*, Springer US, 2008, pp. 451-476.
- [121] C. Daniel and N. B. Dahotre, "Phase-Modulated Hierarchical Surface Structures by Interfering Laser Beams", *Advanced Engineering Materials*, vol. 8, pp. 925-932, 2006.
- [122] A. F. Lasagni, "Advanced design of periodical structures by laser interference metallurgy in the micro/nano scale on macroscopic areas", Shaker, 2006.

- [123] A. F. Lasagni, T. Rocha, D. Langheinrich, M. Bieda and A. Wetzig, "Large area direct fabrication of periodic arrays using interference patterning", *Physics Procedia*, vol. 12, pp. 214-220, 2011.
- [124] C. Draper and C. Ewing, "Laser surface alloying: a bibliography", *J. Mater. Sci.*, vol. 19, pp. 3815-3825, 1984.
- [125] C. J. Evans and J. B. Bryan, "'Structured', 'textured' or 'engineered' surfaces", *CIRP Annals-Manufacturing Technology*, vol. 48, pp. 541-556, 1999.
- [126] S. Schreck and K. - Zum Gahr, "Laser-assisted structuring of ceramic and steel surfaces for improving tribological properties", *Appl. Surf. Sci.*, vol. 247, pp. 616-622, 7/15, 2005.
- [127] I. Etsion, "State of the art in laser surface texturing", *Transactions of the ASME-F-Journal of Tribology*, vol. 127, pp. 248, 2005.
- [128] C. Gachot, A. Rosenkranz, L. Reinert, E. Ramos-Moore, N. Souza, M. H. Müser and F. Muecklich, "Dry friction between laser-patterned surfaces: role of alignment, structural wavelength and surface chemistry", *Tribology Letters*, vol. 49, pp. 193-202, 2013.
- [129] M. Duarte, A. Lasagni, R. Giovanelli, J. Narciso, E. Louis and F. Muecklich, "Increasing Lubricant Film Lifetime by Grooving Periodical Patterns Using Laser Interference Metallurgy", *Advanced Engineering Materials*, vol. 10, pp. 554-558, 2008.
- [130] D. Kim, K. Cha, I. Sung and J. Bryan, "Design of surface micro-structures for friction control in micro-systems applications", *CIRP Annals-Manufacturing Technology*, vol. 51, pp. 495-498, 2002.
- [131] A. F. Lasagni, D. Benke, T. Kunze, M. Bieda, S. Eckhardt, T. Roch, D. Langheinrich and J. Berger, "Bringing the Direct Laser Interference Patterning Method to Industry: a One Tool-Complete Solution for Surface Functionalization," in *Proceedings of LPM2014 - the 15th International Symposium on Laser Precision Microfabrication*, Vilnius, Lithuania, 2014, .
- [132] N. P. Suh, M. Mosleh and P. S. Howard, "Control of friction", *Wear*, vol. 175, pp. 151-158, 1994.
- [133] N. Saka, M. J. Liou and N. P. Suh, "The role of tribology in electrical contact phenomena", *Wear*, vol. 100, pp. 77-105, 1984.
- [134] A. Volchok, G. Halperin and I. Etsion, "The effect of surface regular microtopography on fretting fatigue life", *Wear*, vol. 253, pp. 509-515, 2002.
- [135] B. Raillard, C. Gachot, M. Hans, P. Leibenguth and F. Muecklich, "Microstructural characterization of laser-irradiated bulk copper under dry sliding conditions", *Proc. Inst. Mech. Eng. Part J*, vol. 226, pp. 541-551, 2012.
- [136] N. Prodanov, C. Gachot, A. Rosenkranz, F. Muecklich and M. H. Müser, "Contact Mechanics of Laser-Textured Surfaces", *Tribology Letters*, pp. 1-8, 2013.
- [137] M. Leidner, H. Schmidt and M. Myers, "Reduzierung des Engewiderstandes durch nicht Hertzische Kontaktpaare", *VDE-Fachbericht-Kontaktverhalten Und Schalten*, 2013.
- [138] C. Daniel and F. Muecklich, "Electrical behavior of periodically microstructured Sn/CuSn4 contact models under fretting conditions", *Wear*, vol. 257, pp. 266-270, 2004.

- [139] F. Mücklich, A. Lasagni and C. Daniel, "Laser Interference Metallurgy—using interference as a tool for micro/nano structuring", *Zeitschrift Für Metallkunde*, vol. 97, pp. 1337-1344, 2006.
- [140] J. H. Lienhard, "*A heat transfer textbook*", Phlogiston Press, 2003.
- [141] A. Lasagni, M. D'Alessandria, R. Giovanelli and F. Muecklich, "Advanced design of periodical architectures in bulk metals by means of Laser Interference Metallurgy", *Appl. Surf. Sci.*, vol. 254, pp. 930-936, 2007.
- [142] B. Yilbas, A. Arif and B. Aleem, "Laser cutting of holes in thick sheet metals: Development of stress field", *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 47, pp. 909-916, 2009.
- [143] C. Demuth, M. Bieda, A. F. Lasagni, A. Mahrle, A. Wetzig and E. Beyer, "Thermal simulation of pulsed direct laser interference patterning of metallic substrates using the smoothed particle hydrodynamics approach", *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 212, pp. 689-699, 2012.
- [144] "*Low Level Measurements Handbook - Precision DC Current, Voltage, and Resistance Measurements*", 6th Edition Auflage, Keithley, 2004.
- [145] L. Fahrmeir, R. Künstler, I. Pigeot and G. Tutz, "13. Varianzanalyse", in *Statistik - Der Weg zur Datenanalyse*, 6. Auflage, Springer, Berlin, 2007, pp. 517-547.
- [146] M. Myers, M. Leidner, H. Schmidt and H. Schlaak, "Extension and Experimental Verification of a New First Contact Method to Model Performance of Multilayer Contact Interfaces," in *Electrical Contacts, 2008. Proceedings of the 54th IEEE Holm Conference On*, 2008, pp. 66-73.
- [147] C. Daniel and F. Muecklich, "Quantification of periodic surface structures by white-light interferometry", *Prakt Metallogr*, vol. 41, pp. 277-285, 2004.
- [148] L. Reimer, "Scanning electron microscopy: physics of image formation and microanalysis", *Measurement Science and Technology*, vol. 11, pp. 1826, 2000.
- [149] L. A. Giannuzzi and F. A. Stevie, "*Introduction to focused ion beams: instrumentation, theory, techniques and practice*", Springer, 2005.
- [150] *TI 900 TriboIndenter Product Sheet*. Available: www.hysitron.com.
- [151] *Product information: Vacuum-capable nanoindenter UNAT-SEM2*. Available: www.asme.com.
- [152] L. Spieß, R. Schwarzer, H. Behnken and G. Teichert, "3. Beugung von Röntgenstrahlung", in *Moderne Röntgenbeugung*, Springer, 2005, pp. 41-94.
- [153] K. Kopitzki and P. Herzog, "1. Der kristalline Zustand", in *Einführung in die Festkörperphysik*, Springer, 2007, pp. 13-77.
- [154] L. Spieß, R. Schwarzer, H. Behnken and G. Teichert, "6. Phasenanalyse", in *Moderne Röntgenbeugung*, Springer, 2005, pp. 217-256.
- [155] E. V. Efremov, F. Ariese and C. Gooijer, "Achievements in resonance Raman spectroscopy: review of a technique with a distinct analytical chemistry potential", *Anal. Chim. Acta*, vol. 606, pp. 119-134, 2008.
- [156] C. Gerthsen, D. Meschede and H. Vogel, "Festkörperphysik", in *Physik*, 23. Auflage, Berlin: Springer, 2006, pp. 678-731.

- [157] *The Theory of Raman Spectroscopy*. Available: www.horiba.com.
- [158] G. R. Chatwal, "*Spectroscopy*", Himalaya Publishing House, 2009.
- [159] C. Galloway, E. Le Ru and P. Etchegoin, "An iterative algorithm for background removal in spectroscopy by wavelet transforms", *Appl. Spectrosc.*, vol. 63, pp. 1370-1376, 2009.
- [160] P. van der Heide, "*Secondary Ion Mass Spectrometry: An Introduction to Principles and Practices*", John Wiley & Sons, 2014.
- [161] *Cameca - Science & Metrology Solutions*. Available: www.cameca.com.
- [162] A. Lasagni, C. Holzapfel, T. Weirich and F. Muecklich, "Laser interference metallurgy: A new method for periodic surface microstructure design on multilayered metallic thin films", *Appl. Surf. Sci.*, vol. 253, pp. 8070-8074, 2007.
- [163] E. Detemple, P. Leibenguth, C. Gachot and F. Muecklich, "Large-area patterned formation of intermetallic phases on Ti/Al multilayer systems by laser interference metallurgy", *Thin Solid Films*, 2010.
- [164] D. Turnbull, "Metastable structures in metallurgy", *Metallurgical Transactions B*, vol. 12, pp. 217-230, 1981.
- [165] F. Spaepen, "The art and science of microstructural control", *Science*, vol. 235, pp. 1010-1014, Feb 27, 1987.
- [166] P. Villars and Pearson's Handbook Desk Edition, Crystallographic, "Data for Intermetallic Phases, 1997", *ASM, Materials Park, OH*, .
- [167] A. Greer, "Diffusion and reactions in thin films", *Appl. Surf. Sci.*, vol. 86, pp. 329-337, 1995.
- [168] S. Rackauskas, A. G. Nasibulin, H. Jiang, Y. Tian, V. I. Kleshch, J. Sainio, E. D. Obraztsova, S. N. Bokova, A. N. Obraztsov and E. I. Kauppinen, "A novel method for metal oxide nanowire synthesis", *Nanotechnology*, vol. 20, pp. 165603, 2009.
- [169] W. Wang, Q. Zhou, X. Fei, Y. He, P. Zhang, G. Zhang, L. Peng and W. Xie, "Synthesis of CuO nano- and micro-structures and their Raman spectroscopic studies", *CrystEngComm*, vol. 12, pp. 2232-2237, 2010.
- [170] X. W. Guo, X. P. Fang, Y. Sun, L. Y. Shen, Z. X. Wang and L. Q. Chen, "Lithium storage in carbon-coated SnO₂ by conversion reaction", *J. Power Sources*, vol. 226, pp. 75-81, 3/15, 2013.
- [171] L. Sangaletti, L. E. Depero, B. Allieri, F. Pioselli, E. Comini, G. Sberveglieri and M. Zocchi, "Oxidation of Sn thin films to SnO₂. Micro-Raman mapping and x-ray diffraction studies", *J. Mater. Res.*, vol. 13, pp. 2457-2460, 1998.
- [172] T. Ito, S. Sawada, Y. Hattori, Y. Saitoh, T. Tamai and K. Iida, "Microscopy study of fretting corrosion caused by the tin plating thickness," in *Electrical Contacts, 2008. Proceedings of the 54th IEEE Holm Conference On*, 2008, pp. 294-300.
- [173] P. J. Blau, "Interpretations of the friction and wear break-in behavior of metals in sliding contact", *Wear*, vol. 71, pp. 29-43, 1981.
- [174] P. J. Blau, "On the nature of running-in", *Tribol. Int.*, vol. 38, pp. 1007-1012, 2006.

- [175] I. Feng and B. Rightmire, "The mechanism of fretting", *Lubr.Eng*, vol. 9, pp. 134-136, 1953.
- [176] A. Rosenkranz, L. Reinert, C. Gachot and F. Muecklich, "Alignment and wear debris effects between laser-patterned steel surfaces under dry sliding conditions", *Wear*, vol. 318, pp. 49-61, 2014.
- [177] M. Antler, "Fretting corrosion of solder-coated electrical contacts", *Components, Hybrids, and Manufacturing Technology, IEEE Transactions On*, vol. 7, pp. 129-138, 1984.
- [178] M. Braunovic, "Effect of Contact Load on the Contact Resistance Behaviour of Different Conductor and Contact Materials under Fretting Conditions," in *Proceedings of the 19th International Conference on Electric Contact Phenomena*, Nuremberg, Germany, 1998, pp. 283-287.
- [179] K. E. Trinh, M. Leidner, H. Schmidt and F. Muecklich, "Der Einfluss von Lasertexturierung auf die Mikrostruktur und das elektrische Verhalten von verzinnnten Kupferkontakten." in Lemgo, 2015 (in press), .
- [180] F. Thijssen, "Effect of strain on microstructural evolution during dynamic recrystallization: Experiments on tin", *Report.Utrecht University, the Netherlands*, 2004.
- [181] G. Gottstein, "7. Erholung, Rekstallisation, Kornvergrößerung", in *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*, 3.Auflage, Springer-Verlag, 2007, pp. 303-358.
- [182] A. Kumar, G. Chandra and O. Katyal, "The effect of grain boundary scattering on the electrical resistivity of polycrystalline lead, tin, and tin-lead alloy films", *Physica Status Solidi (a)*, vol. 100, pp. 169-175, 1987.
- [183] L. Glarebrough, M. Hargreaves and G. West, "The density of dislocations in compressed copper", *Acta Metallurgica*, vol. 5, pp. 738-740, 1957.
- [184] K. Han, R. P. Walsh, A. Ishmaku, V. Toplosky, L. Brandao and J. D. Embury, "High strength and high electrical conductivity bulk Cu", *Philosophical Magazine*, vol. 84, pp. 3705-3716, 2004.
- [185] L. Cuddy, "Recovery of point defects in iron after low-temperature deformation", *Acta Metallurgica*, vol. 16, pp. 23-28, 1968.
- [186] M. Martin and K. Welton, "The change in electrical resistivity with plastic deformation of aluminum and nickel", *Acta Metallurgica*, vol. 15, pp. 571-573, 1967.
- [187] F. Burekbuchler and C. Reynolds, "Anisotropy of the Residual Resistivity of Tin with Sb, In, Zn, and Cd Impurities, and the Ideal Resistivities and Deviations from Matthiessen's Rule at 77 and 273° K", *Physical Review*, vol. 175, pp. 550, 1968.
- [188] C. Gachot, "Laser interference metallurgy of metallic surfaces for tribological applications", 2012.
- [189] R. E. Hummel, "The Optical Constants", in Springer New York, 2011, pp. 215-227.
- [190] A. M. Prokhorov, V. Konov, I. Ursu and I. N. Mihailescu, "Optical Properties of Metals", in *Laser heating of metals*, Adam Hilger, 1990, pp. 1-38.
- [191] H. Hügel and T. Graf, "3 Grundlagen der Wechselwirkung Laserstrahl/Werkstück", in *Laser in der Fertigung*, Springer, 2009, pp. 114-173.

- [192] R. E. Hummel, "Atomistic Theory of the Optical Properties", in *Electronic Properties of Materials*, Springer New York, 2011, pp. 227-246.
- [193] G. Grosso, "Optical and transport properties in metals", in *Solid State Physics*, London, GBR, Academic Press, 2000, pp. 389-424.
- [194] E. Carpena, D. Hueche and P. Schaaf, "Fundamentals of Laser-Material Interactions", in *Laser Processing of Materials*, Springer Berlin Heidelberg, 2010, pp. 21-47.
- [195] M. Von Allmen and A. Blatter, "Absorption of Laser Light", in *Laser-beam Interaction with Metal*, Springer, 1995, pp. 5-40.
- [196] R. Poprawe, "Absorption von Laserstrahlung", in *Lasertechnik für die Fertigung, Grundlagen, Perspektiven und Beispiele für den innovativen Ingenieur*, Springer Verlag, 2005, pp. 13-40.
- [197] M. V. Allmen, "Laser-beam interactions with materials", 1987.
- [198] J. Solyom, "Optical Properties of Solids", in *Fundamentals of the Physics of Solids*, Springer Berlin Heidelberg, 2009, pp. 411-447.
- [199] W. Cai and V. Shalaev, "Optical Properties of Metal-Dielectric Composites", in *Optical Metamaterials*, Springer New York, 2010, pp. 11-37.
- [200] L. Ang, Y. Lau, R. Gilgenbach and H. Spindler, "Analysis of laser absorption on a rough metal surface", *Appl. Phys. Lett.*, vol. 70, pp. 696-698, 1997.
- [201] J. J. Quinn, "Free Electron Theory of Metals", in *Solid State Physics*, Springer, 2009, pp. 79-107.
- [202] K. Takeuchi and S. Adachi, "Optical properties of β -Sn films", *J. Appl. Phys.*, vol. 105, pp. 073520, 2009.

Anlage A: Absorption in Metallen

A1) Der komplexe Brechungsindex

In absorbierenden Medien muss im Brechungsindex ein Absorptionsindex eingeführt werden. Der komplexe Brechungsindex N berechnet sich dann zu [110]:

$$N = n + i\kappa, \quad \text{Gl. A 1}$$

mit n – realer Brechungsindex,
 κ – Absorptionsindex (komplex).

Über die Maxwell-Gleichungen lassen sich die optischen Eigenschaften zudem mit den Materialeigenschaften des Mediums verknüpfen, in dem sich die elektromagnetische Welle ausbreitet. So gelten zwischen dem komplexen Brechungsindex und der komplexen Dielektrizitätszahl ε folgende Beziehungen [189, 190]:

$$N^2 = \varepsilon = \varepsilon_1 + i\varepsilon_2, \quad \text{Gl. A 2}$$

$$\varepsilon_1 = n^2 - \kappa^2, \quad \text{Gl. A 3}$$

$$\varepsilon_2 = 2n\kappa, \quad \text{Gl. A 4}$$

$$n^2 = \frac{|\varepsilon| + \varepsilon_1}{2} = \frac{\sqrt{\varepsilon_1^2 + \varepsilon_2^2} + \varepsilon_1}{2}, \quad \text{Gl. A 5}$$

$$\kappa^2 = \frac{|\varepsilon| - \varepsilon_1}{2} = \frac{\sqrt{\varepsilon_1^2 + \varepsilon_2^2} - \varepsilon_1}{2}, \quad \text{Gl. A 6}$$

$$\alpha = \frac{2\omega n\kappa}{c}, \quad \text{Gl. A 7}$$

mit $\varepsilon_{1/2}$ – Real- bzw. Imaginärteil der Dielektrizitätszahl,
 α – Absorptionskoeffizient,
 $\omega = 2\pi f$ – Kreisfrequenz der elektromagnetischen Strahlung,
 c – Lichtgeschwindigkeit im Medium.

A2) Abhängigkeit von Polarisation und Einfallswinkel

Der Grad der Absorption hängt von den Eigenschaften des Laserstrahls selbst ab, genauer gesagt von dessen Polarisation und Einfallswinkel. Wenn die Polarisationsebene senkrecht zur Einfallsebene liegt, handelt es sich um senkrechte Polarisation (s polarisiert). Liegen beide Ebenen parallel, so ist der Strahl parallel (p) polarisiert [109].

Für die Abhängigkeit der Reflektivität vom Einfallswinkel ergibt sich je nach Polarisation des einfallenden Strahls [109]:

$$R_p = \frac{(n - 1/\cos(\delta))^2 + \kappa^2}{(n + 1/\cos(\delta))^2 + \kappa^2}, \quad \text{Gl. A 8}$$

$$R_s = \frac{(n - \cos(\delta))^2 + \kappa^2}{(n + \cos(\delta))^2 + \kappa^2}, \quad \text{Gl. A 9}$$

mit δ – Einfallswinkel.

Dies gilt unter der Annahme, dass $\delta < 90^\circ$ und $n^2 + \kappa^2 \gg 1$ (also Wellenlängen oberhalb von etwa 500 nm, [105]). Für $\delta = 0$ (senkrechter Einfall) spielt die Polarisation keine Rolle und es folgt [110]:

$$R = \left| \frac{N - 1}{N + 1} \right|^2 = \frac{(n - 1)^2 + \kappa^2}{(n + 1)^2 + \kappa^2}, \quad \text{Gl. A 10}$$

und damit

$$A = 1 - R = \frac{4n}{(n + 1)^2 + \kappa^2}. \quad \text{Gl. A 11}$$

Die winkelabhängige Reflektivität ist exemplarisch für Stahl in folgender Abbildung dargestellt (s. Abb. A 1). Andere Metalle Verhalten sich ähnlich, wobei sich die Kurvenverläufe mit höherem Absorptionsindex zu höheren Werten hin verschieben [191].

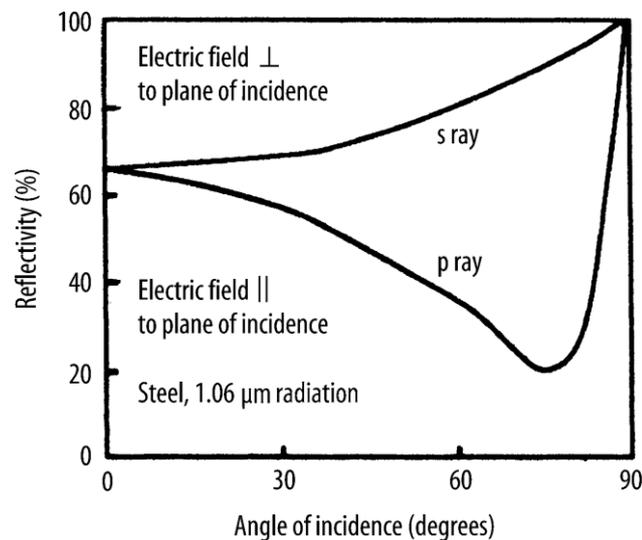


Abb. A 1: Abhängigkeit der Reflektivität vom Einfallswinkel für senkrecht und parallel polarisiertes Licht am Beispiel von Stahl. Entnommen aus [109].

A3) Abhängigkeit von der Frequenz

Die Frequenzabhängigkeit der optischen Eigenschaften von Metallen kann ausgehend vom Drude-Modell beschrieben werden, mit dessen Hilfe sich auch der Zusammenhang zwischen der elektrischen und der thermischen Leitfähigkeit erklären lässt. Die optische Antwort eines Metalls auf elektromagnetische Strahlung wird in erste Linie von den Leitungselektronen bestimmt. Wir gehen von einem freien Elektronengas aus, das sich um die Atomrümpfe im Kristallgitter bewegt. Die freien Elektronen können durch ein äußeres Feld beschleunigt werden und auch wieder Energie durch Stöße mit Phononen und Störstellen im Gitter abgeben [192-194].

Wird ein Metall einer elektromagnetischen Welle (beispielsweise Laserlicht) ausgesetzt, so führen die freien Elektronen im daraus resultierenden alternierenden elektrischen Feld periodische Bewegungen aus. Ausgehend von einem isotropen Material und unter Berücksichtigung, dass auf freie Elektronen keine Rückstellkräfte wirken (Eigenfrequenz ist gleich null), ergibt sich die Dielektrizitätszahl zu [190, 193-196]:

$$\varepsilon = \varepsilon_1 + i\varepsilon_2 = 1 + \omega_p^2 \frac{-\tau^2 + i\frac{\tau}{\omega}}{1 + \omega^2\tau^2}, \quad \text{Gl. A 12}$$

mit ω_p - Plasmafrequenz
 τ - Kollisionszeit,

wobei

$$\varepsilon_1 = 1 - \frac{\omega_p^2\tau^2}{1 + \omega^2\tau^2}, \quad \text{Gl. A 13}$$

$$\varepsilon_2 = \frac{\omega_p^2\tau}{\omega(1 + \omega^2\tau^2)}, \quad \text{Gl. A 14}$$

$$\omega_p = \sqrt{\frac{e^2 n_e}{m_e \varepsilon_0}}, \quad \text{Gl. A 15}$$

mit e - Ladung eines Elektrons,
 n_e - Dichte freier Elektronen,
 m_e - Elektronenmasse,
 ε_0 - elektrische Feldkonstante (8,85 e-12 As/Vm).

Die Plasmafrequenz liegt für Metalle bei Raumtemperatur in der Größenordnung von 10^{16} rad/s [190]. Über die Drude-Formel ist ω_p mit der elektrischen Leitfähigkeit verknüpft [195]:

$$\sigma_{el} = \frac{e^2 n_e \tau}{m_e} = \omega_p^2 \tau \epsilon_0. \quad \text{Gl. A 16}$$

Im Bereich $\omega\tau \ll 1 \ll \omega_p\tau$ finden keine Relaxationsprozesse statt. Dieser Frequenzbereich entspricht dem fernen Infrarot (Wellenlänge $> 30 \mu\text{m}$), in dem die atomistische Struktur der Metalle vernachlässigt werden kann. Die Drude-Theorie kommt daher nicht zur Anwendung. Es ergibt sich somit für den Real- und Imaginärteil der Dielektrizitätszahl [189, 193, 195]:

$$\epsilon_1 \approx -\omega_p^2 \tau^2, \quad \text{Gl. A 17}$$

$$\epsilon_2 \approx \frac{\omega_p^2 \tau}{\omega}. \quad \text{Gl. A 18}$$

Aus Gl. A 5 und Gl. A 6 folgt mit $|\epsilon_2| \gg |\epsilon_1|$:

$$n \approx \kappa \approx \sqrt{\frac{\epsilon_2}{2}} = \sqrt{\frac{\omega_p^2 \tau}{2\omega}}. \quad \text{Gl. A 19}$$

Daraus ergibt sich für die Reflektivität und den Absorptionskoeffizienten mit den Gleichungen Gl. A 11, Gl. A 7, Gl. A 16 und Gl. A 19 [189, 193, 196, 197]:

$$R = 1 - 2 \sqrt{\frac{2\omega\epsilon_0}{\sigma}}, \quad \text{Gl. A 20}$$

$$\alpha = \sqrt{\frac{2\omega\sigma}{\epsilon_0 c^2}}. \quad \text{Gl. A 21}$$

Gleichung Gl. A 20 ist die im fernen Infrarot-Bereich gültige Hagen-Rubens-Relation. Für Metalle liegt die Reflektivität in diesem Frequenzbereich zwischen 90 und 99 %. Für $\omega \rightarrow 0$ geht die Reflektivität gegen 1. Die Absorptionslänge $1/\alpha$ liegt in der Größenordnung von 10 nm [194].

Im Frequenzbereich von $1 \ll \omega\tau \ll \omega_p\tau$, der vom nahen Infrarot bis zum sichtbaren Spektrum reicht, fällt die Reflektivität von Metallen schneller ab, als es durch die Hagen-Rubens-Relation vorhergesagt wird (s. Abb. A 2). Diese Abweichung erklärt sich durch die Drude-Theorie des klassischen freien Elektronengases und hängt mit den Stoßprozessen der Elektronen mit Phononen und Gitterfehlern zusammen [192].

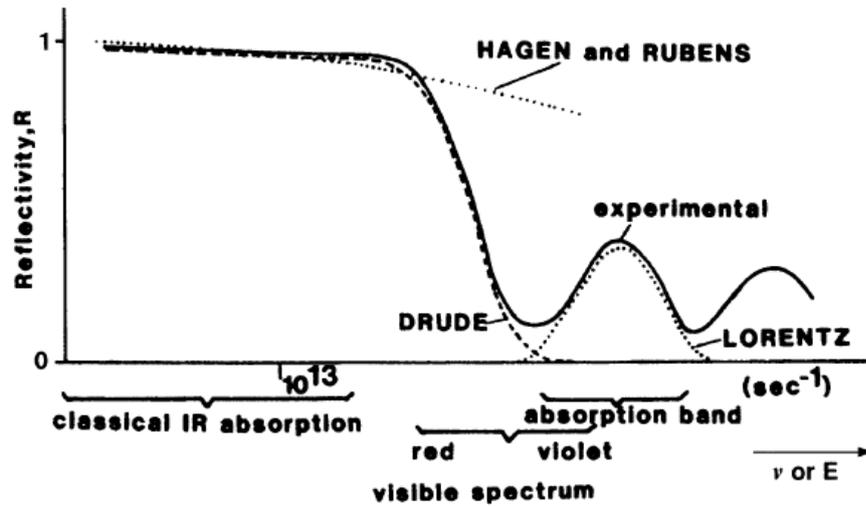


Abb. A 2: Frequenzabhängigkeit der Reflektivität von Metallen (schematisch). Vergleich experimenteller Daten (durchgezogene Linie) mit den Modellen von Hagen und Rubens, Drude sowie Lorentz (entnommen aus [192]).

Unter der Voraussetzung, dass $\omega\tau \gg 1$ folgt mittel Reihenentwicklung aus den Gleichungen Gl. A 13 und Gl. A 14:

$$\varepsilon_1 \approx -\frac{\omega_p^2}{\omega^2}, \quad \text{Gl. A 22}$$

$$\varepsilon_2 \approx \frac{\omega_p^3}{\omega^3\tau}. \quad \text{Gl. A 23}$$

Mit $|\varepsilon_1| \gg |\varepsilon_2|$ und $\varepsilon_1 < 0$ folgt daraus unter Zuhilfenahme der Gleichungen Gl. A 3 und Gl. A 4 aus Gl. A 5 und Gl. A 6:

$$\kappa \approx \sqrt{-\varepsilon_1} = \frac{\omega_p}{\omega}, \quad \text{Gl. A 24}$$

$$n \approx \frac{1}{2} \frac{\varepsilon_2}{\sqrt{-\varepsilon_1}} = \frac{1}{2} \frac{\omega_p}{\omega^2\tau}. \quad \text{Gl. A 25}$$

mit $k \gg n \gg 1$.

Daraus folgt für die Reflektivität und den Absorptionskoeffizienten [197]:

$$R = 1 - \frac{2\omega_p\varepsilon_0}{\sigma}, \quad \text{Gl. A 26}$$

$$\alpha = \frac{2\omega_p}{c}. \quad \text{Gl. A 27}$$

Im ultravioletten Bereich ($\omega\tau \geq \omega_p\tau \gg 1$) ergeben sich mit den Gleichungen Gl. A 13 und Gl. A 14:

$$\epsilon_1 \approx 1 - \frac{\omega_p^2}{\omega^2} , \quad \text{Gl. A 28}$$

$$\epsilon_2 \approx \frac{\omega_p^3}{\omega^3 \tau} \approx 0 . \quad \text{Gl. A 29}$$

Unter Verwendung der Gleichungen Gl. A 5 und Gl. A 6 lassen sich dadurch n und k bestimmen.

Wenn ω größer als die Plasmafrequenz wird, gilt:

$$n \rightarrow 1 , \quad \text{Gl. 13.1}$$

$$\kappa \rightarrow 0 . \quad \text{Gl. 13.2}$$

Somit gehen auch die Reflektivität und der Absorptionskoeffizient gegen Null. Das Metall wird gemäß dem Drude-Modell transparent für höherfrequente Strahlung.

In der folgenden Abbildung wird das frequenzabhängige Verhalten der optischen Konstanten dargestellt.

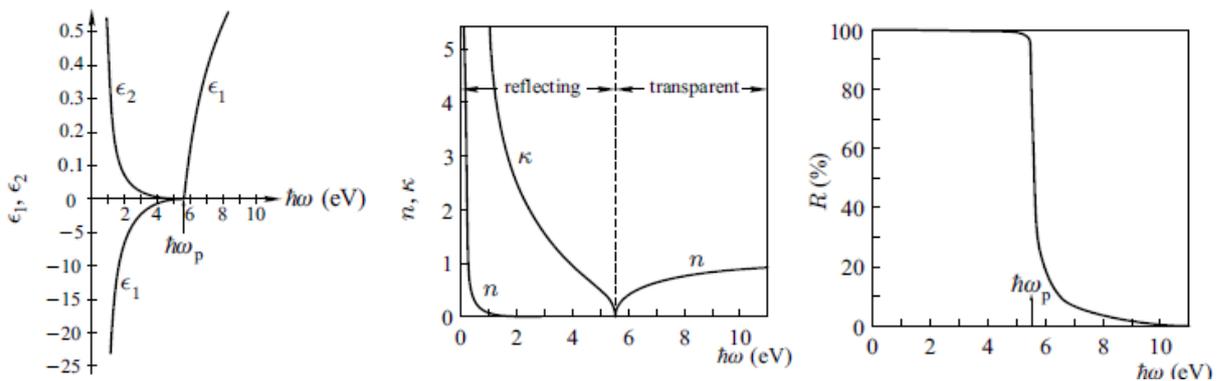


Abb. A 3: Frequenzabhängigkeit der Dielektrizitätszahl ϵ , des Brechungsindex n , des Absorptionsindex κ und der Reflektivität eines freien Elektronengases; mit $\hbar = h/2\pi$ (reduziertes Plancksches Wirkungsquantum). Abbildung entnommen aus [198].

Die wellenlängenabhängige Reflektivität einiger Metalle ist in folgender Abbildung zu sehen [101].

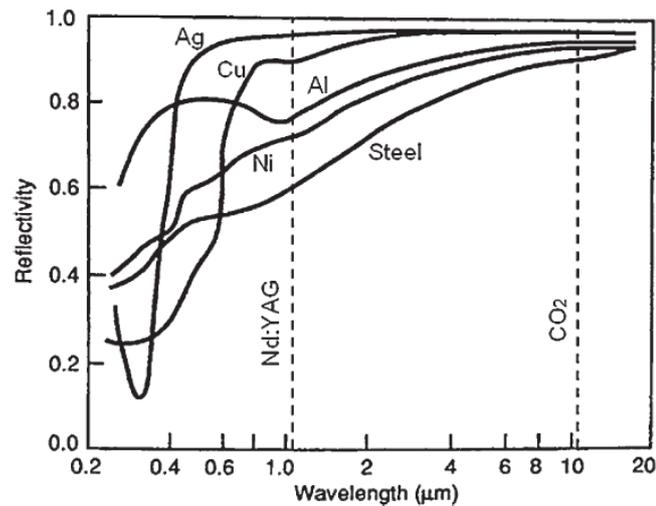


Abb. A 4: Abhängigkeit der Reflektivität von der Wellenlänge für einige Metalle. Die typische Fundamentalwellenlänge zweier Lasertypen sind eingezeichnet (gestrichelt) (entnommen aus [101]).

Wie Abbildung Abb. A 3 zeigt, stimmen die experimentellen Ergebnisse nicht für alle Frequenzbereiche mit der Drude-Theorie überein. Mit zunehmender Frequenz kann ein Metall die transparenten Eigenschaften verlieren und wird wieder opak, wobei die Reflektivität nicht den Wert 1 erreicht. Ein Teil der Strahlung wird folglich absorbiert. Lorentz entwickelte ein Modell, das nicht auf einem freien Elektronengas, sondern auf an den Kern gebundenen Elektronen beruht, um diese Absorptionsbanden zu erklären. In einem äußeren elektrischen Feld können sich der positiv geladene Kern und die negativ geladene Elektronenwolke gegeneinander verschieben. Eine elektrostatische Kraft versucht der äußeren Kraft entgegen zu wirken. Das System lässt sich als harmonischer Oszillator beschreiben, der die Energie maximal absorbiert, wenn dieser im Bereich der Resonanzfrequenz angeregt wird. Ein typisches Metall, das dieses Phänomen im sichtbaren Spektrum aufweist, ist Gold, dessen Resonanzfrequenz bei 450 nm liegt [156, 192, 199]. Grün- und Blauanteile werden folglich absorbiert, sodass hauptsächlich Gelbanteile reflektiert werden, was die charakteristische Färbung von Gold hervorruft. Lorentz fand heraus, dass dafür Interbandübergänge zwischen den Energiebändern verantwortlich sind. So können in Gold beispielsweise Elektronen aus dem 5d-Band in das 6sp-Band übergehen, wenn diese durch Licht angeregt werden [199].

A4) Abhängigkeit von der Oberflächenrauheit

Die Reflektivität bzw. Absorptivität einer metallischen Oberfläche hängt in mehrfacher Hinsicht von der Rauheit ab. Zum einen können bei makroskopisch senkrechtem Lichteinfall auf einer Oberfläche mikroskopische Unebenheiten dazu führen, dass der lokale Einfallswinkel

ungleich 90° ist, was wiederum die Reflektivität beeinflusst (s. Anlage A2). Zum anderen können Risse, Furchen und weitere topographische Erscheinungsformen dazu führen, dass das Licht an Kanten mehrfachreflektiert wird [105].

Ob die Rauheit der Oberfläche einen Einfluss auf das Reflexionsverhalten hat, hängt in erster Linie davon ab, wie groß diese im Verhältnis zur eingestrahnten Wellenlänge ist. In der Regel wird dazu die sogenannte quadratische Höhe (R_{rms} , engl. root mean square (Wurzel des Mittelquadrates)) als Rauheitsparameter herangezogen [196]. Für die Reflektivität einer rauhen Oberfläche R_r gilt dabei [190]:

$$R_r \cong R_i \exp \left[- \left(\frac{4\pi R_{rms}}{\lambda} \right)^2 \right], \quad \text{Gl. A 30}$$

mit R_i – Reflektivität einer ideal glatten Oberfläche gleichen Materials.

Wenn die Rauheit klein im Verhältnis zur eingestrahnten Wellenlänge ($R_{rms} \ll \lambda$) ist $R_r \cong R_i$, sodass der Einfluss der Rauheitsspitzen auf die einfallenden Lichtwellen vernachlässigbar ist.

Im zweiten Fall gilt $R_{rms} \gg \lambda$. Hierbei wird das einfallende Licht an den Rauheitsspitzen mehrfach reflektiert, was effektiv zu einer Erhöhung der Absorption führt. Ang et al. entwickelten beispielsweise ein Model zur Abschätzung des kumulativen Absorptionskoeffizienten infolge von Mehrfachreflektionen. Ihren Berechnungen zufolge kann dieser Absorptionskoeffizient um eine Größenordnung höher sein, als im Falle einer sauberen, ebenen Oberfläche des gleichen Materials [200].

A5) Abhängigkeit von Oxidschichten

Auf allen unedlen Metallen liegt unter atmosphärischen Bedingungen eine native Oxidschicht vor, die aus einer oder mehreren Atomlagen besteht. In Abhängigkeit von der Dicke und Morphologie beeinflusst diese Schicht die optische Antwort auf einfallende (Laser-)Strahlung. Ein Teil der einfallenden Strahlung wird von der Oberfläche des Oxids reflektiert, ein anderer absorbiert (s. Abb. A 5). Nach Passieren der Oxidschicht trifft der Strahl auf die metallische Oberfläche, wo dieser ebenfalls teilweise reflektiert und absorbiert wird. Der reflektierte Anteil wird nun wieder an der Grenzfläche zwischen Oxidschicht und der Atmosphäre teilreflektiert. Diese sich wiederholenden Vorgänge führen zu einer Erhöhung der effektiven Absorptivität [105].

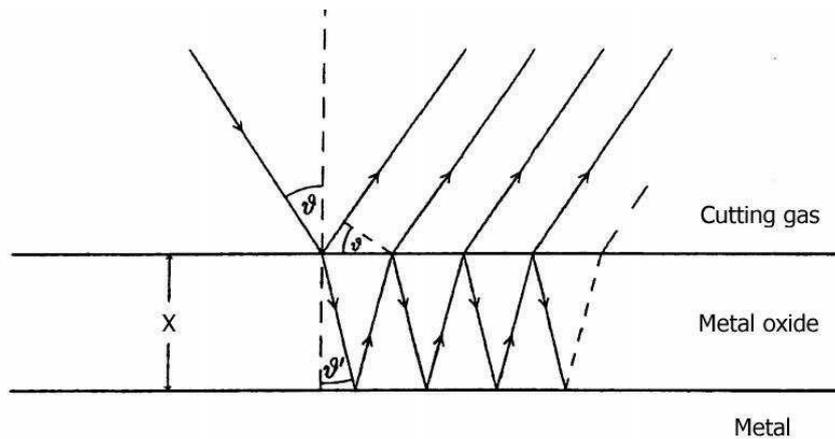


Abb. A 5: Einfluss einer Oxidschicht auf das optische Verhalten von Metallen (schematisch). Die auf der Metalloberfläche vorliegende Schicht absorbiert bzw. reflektiert das einfallende Licht teilweise (entnommen aus [105]).

Nach Arzuov et al. berechnet sich der durch die Oxidschicht hervorgerufene Anteil der Absorptivität gemäß folgender Gleichung [105]:

$$A_{ox}(x) = \frac{n_{ox}^2 A_M + 2k_{ox}(\vartheta x - \sin(\vartheta x))}{n_{ox}^2 + (1 - n_{ox}^2) \sin^2\left(\frac{\vartheta x}{2}\right)}, \quad \text{Gl. A 31}$$

mit n_{ox} – Brechungsindex der Oxidschicht,
 k_{ox} – Absorptionsindex der Oxidschicht,
 A_M – Absorptivität der (oxidfreien) Metalloberfläche,
 $\vartheta = \frac{2\omega n_{ox}}{c_0}$,
 c_0 - Lichtgeschwindigkeit.

Dicke Oxidschichten können zu einer Erhöhung der Absorptivität um eine Größenordnung führen. Der Einfluss hängt auch von der Wellenlänge der Laserstrahlung ab. Beispielsweise ist die native Oxidschicht auf Aluminium (Dicke $< 100 \text{ \AA}$) für CO_2 -Laser völlig transparent, während ihr Beitrag zur Absorptivität bei UV-Lasern höher ist, als der intrinsische Beitrag des reinen Metalls [190].

A6) Abhängigkeit von Verunreinigungen und Defekten

Neben Oxidschichten liegen auf technischen Oberflächen meist auch Verunreinigungen vor, die zu einer Erhöhung der Absorption der Laserstrahlung führen. Dies können beispielsweise Staubpartikel oder Rückstände abrasiver Partikel aus Schleif- und Polierprozessen sein. Wei-

terhin verändern auch Poren, Risse oder sonstige Defekte das Absorptionsverhalten, die diese zu Mehrfachstreuung führen.

Auch metallische Partikel, die vom Grundmaterial thermisch isoliert sind (beispielsweise während der Bearbeitung abgeplatzte/abgeriebene Metallpartikel), führen zu einer Erhöhung der Absorption. Grund hierfür ist zum einen das Überhitzen dieser Partikel aufgrund der schlechten Wärmeabfuhr und zum anderen das temperaturabhängige Verhalten der Absorptivität der Metallpartikel (vgl. Anlage A7) [105, 190].

A7) Abhängigkeit von der Temperatur

Metalle zeigen neben einem materialabhängigen Absorptionsverhalten auch eine Abhängigkeit der optischen Eigenschaften von der Temperatur. In der Regel führen höhere Temperaturen zu höherer Absorption. Dies wird im Rahmen der Drude-Theorie auf die Zunahme der Elektronen-Phononen-Kollisionsfrequenz zurückgeführt, die bei Raumtemperatur in der Größenordnung von 10^{14} s^{-1} liegt [190]. Nach Drude hängen thermische und elektrische Eigenschaften in Metallen von der Stoßfrequenz ab [195]. So erklärt sich auch die große Ähnlichkeit zwischen dem temperaturabhängigen Verhalten der Absorption und des elektrischen Widerstands (s. Abb. A 6). Aus dem Wiedemann-Franz-Gesetz,

$$\frac{\lambda_T}{\sigma} = 3 \left(\frac{k_B}{e} \right)^2 T = LT, \quad \text{Gl. A 32}$$

mit λ_T – thermische Leitfähigkeit,
 σ – elektrische Leitfähigkeit,
 k_B – Boltzmann-Konstante,
 L – Wiedemann-Franz-Konstante,

folgt dabei mit Gleichung Gl. A 16 für die Kollisionsfrequenz ν_c [196]:

$$\nu_c = \frac{1}{\tau} = \frac{e^2 n_e}{m_e \sigma} = \frac{e^2 n_e L T}{m_e \lambda}. \quad \text{Gl. A 33}$$

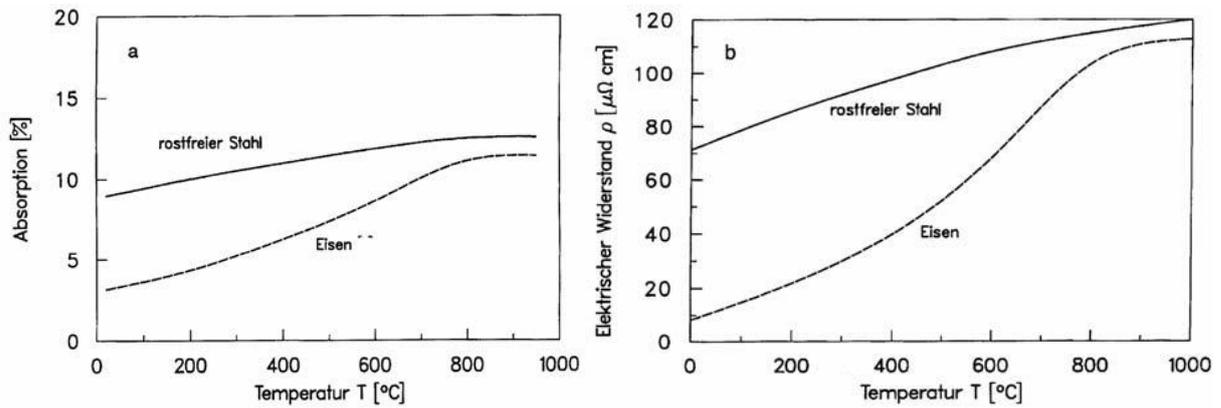


Abb. A 6: Temperaturabhängiges Verhalten der Absorption und des spezifischen elektrischen Widerstands am Beispiel von Eisen und rostfreiem Stahl (entnommen aus [196]).

Da die klassische Elektronengas-Theorie von Drude auf sehr starken Vereinfachungen beruht und damit teils starke Abweichungen von experimentellen Ergebnissen beobachtet wurden, entwickelte man sie, insb. auch unter Berücksichtigung quantenphysikalischer Überlegungen, stetig weiter. Für die Wiedemann-Franz-Konstante werden daher in verschiedenen Quellen unterschiedliche Zahlenwerte (Lorentz: $L = 2 \left(\frac{k_B}{e}\right)^2$, Sommerfeld $L = \frac{\pi^2}{3} \left(\frac{k_B}{e}\right)^2$) [1, 201].

Durch Messung der elektrischen Leitfähigkeit in Abhängigkeit von der Temperatur lassen sich Rückschlüsse auf die optischen Eigenschaften von Metallen ziehen. Für die Reflektivität besteht dabei der folgende Zusammenhang [197]:

$$\frac{1 - R(T)}{1 - R(T_0)} = \begin{cases} \sqrt{\frac{\sigma_0(T_0)}{\sigma_0(T)}}; & \text{für } \omega\tau \ll 1 \text{ (Hagen-Rubens),} \\ \frac{\sigma_0(T_0)}{\sigma_0(T)}; & \text{für } \omega\tau \gg 1 \text{ (Drude).} \end{cases} \quad \text{Gl. A 34}$$

Dies gilt allerdings nur für den Anteil der Absorption aufgrund freier Elektronen. Nicht berücksichtigt werden dabei Beiträge durch Interbandübergänge oder Modifikationen der Metalloberfläche beispielsweise durch Oxidation. Sofern die Wärmeentwicklung durch einen Laser hervorgerufen wird, können auch Deformationen der Oberfläche die Reflektivität beeinflussen.

Weiterhin kann der Laser auch eine Phasenumwandlung induzieren. Geht ein Metall vom festen in den flüssigen Zustand über, so erhöht sich die Anzahl der Leitungselektronen und die Kollisionsfrequenz steigt sprunghaft an. Dies führt zu einer schlagartigen Erhöhung der Absorptivität (bei Metallen um den Faktor 1,5 – 2). Nach dem Phasenübergang steigt die Absorptivität ähnlich wie im festen Zustand kontinuierlich mit steigender Temperatur an (s. Abb. A 7, [190]).

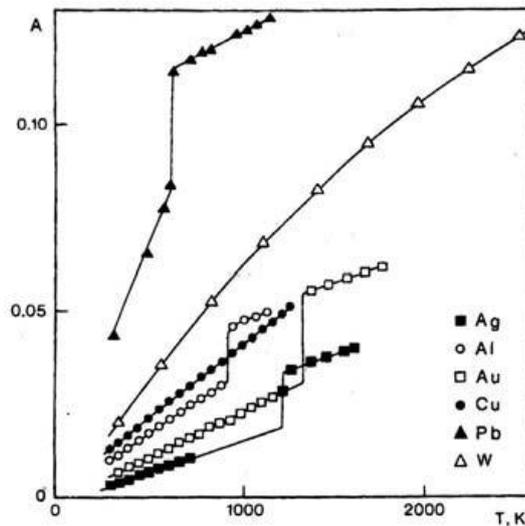


Abb. A 7: Intrinsische Absorptivität als Funktion der Temperatur unter- und oberhalb des Schmelzpunktes unterschiedlicher reiner Metalle. Alle Kurven wurden für den Fall der Nutzung eines CO₂-Lasers berechnet (entnommen aus [190]).

Bei höheren Energiedichten des Lasers kann Material aus der Oberfläche vaporisiert oder sogar ionisiert werden. Evaporation ist dabei ab Energiedichten von 10^3 W/cm^2 möglich. Unterhalb von 10^6 W/cm^2 ist der erzeugte Dampf im Wesentlichen transparent. Mit zunehmender Energiedichte übersättigt der Dampf und die kondensierenden Tröpfchen erhöhen die Absorption bzw. Streuung der einfallenden Strahlung. Zwischen 10^7 und 10^{10} W/cm^2 wird der Dampf zudem teilweise ionisiert und absorbiert die Laserenergie. Das Plasma kann – je nach betrachtetem Intensitätsregime – selbst strahlen und so Energie an die Metalloberfläche transferieren und zur Erwärmung der Oberfläche beitragen oder die Laserstrahlung von der Oberfläche abschirmen. Oberhalb von 10^9 W/cm^2 wird das Plasma transparent und das Laserlicht kann erneut direkt auf die Oberfläche treffen. In diesem Regime treten allerdings auch Ablationseffekte auf, die die intrinsischen optischen Eigenschaften des Materials verändern können [197].

Neben der Änderung dieser intrinsischen Eigenschaften bei Phasenübergängen kann aber auch eine Deformation der Oberfläche auftreten, beispielsweise hervorgerufen durch Streuung des Laserlichts an Oberflächendefekten. Aufgrund der hohen Abkühlgeschwindigkeiten erstarrt das Material so schnell, dass die durch Deformation entstandenen Muster (beispielsweise Ringe, Wellen etc.) eingefroren werden. Diese permanenten Modifikationen der Topographie beeinflussen schließlich auch das Absorptions- bzw. Reflexionsverhalten [197].

Anlage B: Materialparameter

Tab. A 1: Materialparameter einiger gängiger Kupferlegierungen [36].

Legierung	Spez. Widerstand ($\Omega\text{mm}^2\text{m}^{-1}$)	Wärmeleitfähigkeit ($\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$)	E-Modul (GPa)	Zugfestigkeit (MPa)
Cu	0,00172	390	118	250
Bronzelegierungen (+ 0,16 % P)				
CuSn4	0,098	100	120	570
CuSn5	0,118	96	120	550
CuSn6	0,1228	75	118	560
CuSn8	0,1618	67	115	630
Messinglegierungen				
CuZn0,5	0,0225	350	127	280
CuZn5	0,0312	243	127	300
CuZn10	0,0418	184	124	300
CuZn15	0,0593	159	122	350
Kupfer-Nickel-Legierungen („Neusilber“)				
CuNi12Sn24	0,356	45	125	550
CuNi18Zn27	0,356	32	135	650
CuNi18Zn20	0,5933	33	135	580
Niedrig legiertes Kupfer				
CuNiSi	0,029	260	135	400
CuFe2P	0,029	280	123	400

Tab. A 2: Materialparameter einiger gängiger Kontakt-Beschichtungsmaterialien [36].

Legierung	Spez. Widerstand ($\Omega\text{mm}^2\text{m}^{-1}$)	Wärmeleitfähigkeit ($\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$)	Schmelz- punkt (K)	E-Modul (GPa)	Zugfestigkeit (MPa)
Edle Kontaktwerkstoffe					
Au	0,022	318	1064	78	220
Pd	0,108	71,8	1554	121	325
Pt	0,1058	71,6	1772	170	200-300
Rh	0,047	150	1965	379	1380-2070
Ag	0,0163	429	961	82,7	330
Unedle Kontaktwerkstoffe					
Sn	0,126	66,8	232	46,9	14
SnPb	0,148	50,2	-	-	-
Ni	0,069	90,9	1453	199	660

Tab. A 3: Simulationsparameter [70, 202].

Laserparameter	
Strahldurchmesser (m)	8e-6
Frequenz (Hz)	10
Wellenlänge (m)	355e-9
Pulsdauer (s)	1e-8
Zeitpunkt des Laserpulses	3e-8
Materialparameter von Zinn (bei 355 nm)	
Schwächungskoeffizient (1/m)	1,06e8
Reflexionsvermögen	0,64
Schmelztemperatur (K)	505,21
Schmelzwärme (J/g)	60,65
Materialparameter von Kupfer	
Schmelztemperatur (K)	1357,8
Schmelzwärme (J/g)	206,78