



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT  
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

⑪ CH 672 095 A5

⑤① Int. Cl.⁴: B 32 B 15/20  
B 32 B 7/02  
C 23 C 14/38

**Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein**  
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑫ PATENTSCHRIFT A5

⑳ Gesuchsnummer: 168/87

⑦③ Inhaber:  
Glyco-Metall-Werke Daelen & Loos GmbH,  
Wiesbaden (DE)

㉒ Anmeldungsdatum: 19.01.1987

③① Priorität(en): 20.01.1986 DE 3601438

⑦② Erfinder:  
Hodes, Erich, Dr., Rosbach v.d. Höhe (DE)  
Goerke, Klaus, Jugenheim (DE)

㉔ Patent erteilt: 31.10.1989

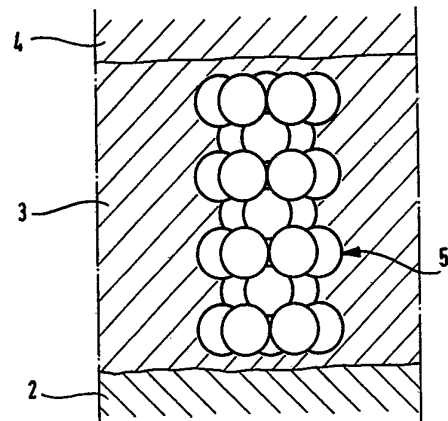
④⑤ Patentschrift  
veröffentlicht: 31.10.1989

⑦④ Vertreter:  
Ammann Patentanwälte AG Bern, Bern

⑤④ **Schichtverbundwerkstoff mit Diffusionssperrschicht, insbesondere für Gleit- und Reibelemente, sowie Verfahren zu seiner Herstellung.**

⑤⑦ Ein Schichtverbundwerkstoff, insbesondere für Gleit- und Reibelemente mit einer auf einem Substrat, beispielsweise einer Stahlschicht vorgesehenen kupferhaltigen oder zinnhaltigen Zwischenschicht und einer zinnhaltigen oder kupferhaltigen Funktionsschicht sowie zwischen beiden angebrachten Diffusionssperrschicht von ca. 0,5 bis 5 mm Dicke wird dadurch wesentlich besser gegen die Diffusion von Zinn aus der Funktionsschicht in die Zwischenschicht oder umgekehrt geschützt, dass die Diffusionssperrschicht aus einem metallischen, ein hexagonales Kristallgitter ausbildenden Werkstoff durch Kathodenerstäubung (Sputtering) unter Ausbildung einer Struktur dieses Werkstoffes zumindest in dichter Kugelpackung mit Raumerfüllung durch die Metallionen oberhalb 70 % im Vakuum gebildet ist. Bei dieser Kathodenerstäubung können Bedingungen in dem Plasmadruck und der Substrattemperatur eingestellt werden, dass zugleich mit dem Aufbau der Diffusionssperrschicht auch eine Rekristallisation in dieser auftritt, um möglichst hexagonal-dichteste Kugelpackung bis zu Raumerfüllung zu 74 % zu erreichen.

Bevorzugter Werkstoff für die Diffusionssperrschicht:  
Reines Titan.



## PATENTANSPRÜCHE

1. Schichtverbundwerkstoff, insbesondere für Gleit- und Reibelemente, bei dem auf einem Substrat eine Kupfer und/oder Zinn enthaltende Zwischenschicht und über dieser – getrennt durch eine Diffusionssperrschicht – eine Zinn und/oder Kupfer enthaltende Funktionsschicht angebracht ist, dadurch gekennzeichnet, dass die Diffusionssperrschicht (3) aus einem Werkstoff besteht, der ein hexagonales Kristallgitter ausbildet, und dass die Diffusionssperrschicht (3) durch Kathodenerstäubung unter Ausbildung einer Struktur dieses Werkstoffes zumindest in dichter Kugelpackung mit Raumerfüllung durch die Metallionen oberhalb 70% im Vakuum gebildet ist.

2. Schichtverbundwerkstoff nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Diffusionssperrschicht (3) mit praktisch leerstellenfreier, rekristallisierter Struktur des hexagonalen Kristallgitters ausgebildet ist.

3. Schichtverbundwerkstoff nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Diffusionssperrschicht (3) aus einem der Stoffe aus der Gruppe von Titan, Zirkonium, Hafnium, Thorium, Beryllium, Magnesium oder aus einer mindestens einen dieser Stoffe enthaltenden Legierung gebildet ist.

4. Schichtverbundwerkstoff nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Diffusionssperrschicht (3) aus reinem Titan gebildet ist.

5. Verfahren zum Herstellen eines Schichtverbundwerkstoffes, insbesondere für Gleit- und Reibelemente, bei dem auf einem Substrat eine Kupfer und/oder Zinn enthaltende Zwischenschicht und über dieser – getrennt durch eine Diffusionssperrschicht – eine Zinn und/oder Kupfer enthaltende Funktionsschicht angebracht ist, dadurch gekennzeichnet, dass die Diffusionssperrschicht (3) aus einem Werkstoff der ein hexagonales Kristallgitter ausbildet, durch Kathodenerstäubung unter Ausbildung einer Struktur dieses Werkstoffes zumindest in dichter Kugelpackung mit Raumerfüllung durch die Metallionen oberhalb 70% im Vakuum gebildet wird.

6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass das zuvor mit der Zwischenschicht belegte Substrat einem Reinigen bzw. Ätzen der freien Oberfläche der Zwischenschicht durch umgekehrte Kathodenerstäubung im Vakuum und unmittelbar anschliessendem Aufbringen der Diffusionssperrschicht unter Aufrechterhaltung von entsprechend der zu erzielenden Struktur der Diffusionssperrschicht aufeinander abgestimmten Bedingungen der Temperatur des Substrats und des Plasmadruckes im Rezipienten unterworfen wird.

7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass während der Bildung der Diffusionssperrschicht die Temperatur des Substrates zumindest bei Beginn der Bildung der Diffusionssperrschicht auf einen entsprechend der Zusammensetzung der Zwischenschicht maximal zulässigen Wert und der Plasmadruck im Rezipienten auf einen Wert eingestellt werden, der unter Anlegen eines gewählten elektrischen Potentials an das Target dem bei der Kathodenerstäubung aufrecht zu erhaltenden minimalen elektrischen Stromfluss in der anormalen Glimmentladung erforderlichen Plasmadruck entspricht.

8. Verfahren nach Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperatur an der zu beschichtenden Oberfläche mit zunehmendem Aufbau der Diffusionssperrschicht erhöht wird.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass während der Bildung der Diffusionssperrschicht eine negative elektrische Spannung an das Substrat angelegt wird, die um eine Grössenordnung geringer als

die an das Target angelegte negative elektrische Spannung ist.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass das Erhitzen des Substrates auf die bei der Bildung der Diffusionssperrschicht gewünschte Temperatur während der und/oder durch die umgekehrte(n) Kathodenerstäubung zum Reinigen bzw. Ätzen der freien Oberfläche der Zwischenschicht vorgenommen wird.

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass im Verlauf der Kathodenerstäubung zur Bildung der Diffusionssperrschicht das Substrat und die entstehende Diffusionssperrschicht nachbeheizt werden, beispielsweise durch Infrarot-Bestrahlung auf der zu beschichtenden Seite.

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass die Bildung der Diffusionssperrschicht durch Kathodenerstäubung im Magnetfeld vorgenommen wird.

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass die Funktionsschicht unmittelbar anschliessend an das Aufbringen der Diffusionssperrschicht auf deren freie Oberfläche durch Kathodenerstäubung aufgebracht wird, wobei das elektrische Potential, der Plasmadruck und die Plasma-Zusammensetzung auf die für die Bildung der Funktionsschicht gewünschten Bedingungen einzurichten sind.

14. Verfahren nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass bei Bildung der Funktionsschicht unter anderer Plasma-Zusammensetzung als bei Bildung der Diffusionssperrschicht zunächst eine dünne, die Diffusionssperrschicht abdeckende Schutzschicht unter Benutzung von Plasma mit im wesentlichen gleicher Zusammensetzung wie für die Bildung der Diffusionssperrschicht auf die freie Oberfläche der Diffusionssperrschicht durch Kathodenerstäubung oder Ionenplattieren aufgebracht wird, vorzugsweise aus dem für die Funktionsschicht vorgesehenen Werkstoff.

15. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass das für die Bildung der Diffusionssperrschicht durch Kathodenerstäubung zu benutzende Target bzw. der in ihm enthaltene Werkstoff einer in hohem Masse entgasenden Vorbehandlung unterworfen wird.

16. Verfahren nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, dass der in dem für die Bildung der Diffusionssperrschicht zu benutzenden Target enthaltene Werkstoff einer entgasenden Vorbehandlung durch Hochvakuum-Schmelzen und/oder Hochvakuum-Glühen und/oder Hochvakuum-Destillation unterworfen wird.

## BESCHREIBUNG

Die Erfindung betrifft Schichtverbundwerkstoffe, insbesondere für Gleit- und Reibelemente, bei welchen auf einem Substrat, beispielsweise einer Stahlschicht, eine Kupfer und/oder Zinn enthaltende Zwischenschicht und über dieser – getrennt durch eine Diffusionssperrschicht – eine Zinn und/oder Kupfer enthaltende Funktionsschicht, beispielsweise Reib- oder Gleitschicht angebracht ist. Bei bekannten Schichtverbundwerkstoffen, beispielsweise solchen gemäss DE-OS 2 853 724, sind eine Zwischenschicht, die aus Notlaufeigenschaften aufweisendem Werkstoff besteht, beispielsweise eine Zwischenschicht aus Bleibronze, und eine darüberliegende Funktionsschicht, beispielsweise Gleit- oder Reibschicht vorgesehen, wobei zwischen der Zwischenschicht und der Funktionsschicht bzw. Gleit- oder Reibschicht bevorzugt eine dünne, oxidfreie Diffusionssperrschicht angeordnet ist, um Zinn zu hindern, bei höheren

Temperaturen aus der Gleit- bzw. Reibschicht in die Zwischenschicht zu diffundieren. Hierdurch soll der Bildung von intermetallischen Sprödphasen aus Zinn und Kupfer in den der Gleit- bzw. Reibschicht benachbarten Bereichen der Zwischenschicht entgegengewirkt werden. Solche Sprödphasen würden bei dynamischer Beanspruchung eines Gleit- oder Reibelementes Anlass zur Ablösung der Gleit- bzw. Reibschicht geben. Zur Bildung der Diffusionsspererschicht wird daher in DE-OS 2 853 724 vorgeschlagen, zwischen der Zwischenschicht und der Gleit- bzw. Reibschicht eine gesputterte Diffusionsspererschicht aus NiCr<sub>20</sub> bzw. reinem Chrom vorzusehen. Wie die Erfahrungen der Praxis zeigen, ist jedoch die Nickel-Chrom-Diffusionsspererschicht und auch eine reine Chrom-Diffusionsspererschicht bei zinnhaltigen Gleit- bzw. Reibschichten (z. B. aus AlSn-Legierungen) nicht voll wirksam. Untersuchungen mit Hilfe des Rasterelektronenmikroskops und der Mikrosonde zeigen, dass Zinn offenbar über Gitterleerstellen durch eine solche durch Kathodenzerstäubung hergestellte Diffusionsspererschicht aus NiCr<sub>20</sub> bzw. reinem Chrom diffundiert und sich mit dem Kupfer der Bleibronze-Zwischenschicht zu einer intermetallischen Sprödphase, u. a. Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> vereinigt, die unter Bedingungen eines praxisnahen Betriebes zur Ablösung der Gleit- und damit zu einem Ausfall der Lagerstelle führt.

Auch die in der Praxis üblichen galvanisch aufgetragenen Diffusionsspererschichten aller in diesem Zusammenhang bekannten Werkstoffzusammensetzungen haben sich bei erhöhter Betriebstemperatur als unwirksam erwiesen, da sie offenbar eine vergleichsweise grosse Anzahl von Gitterleerstellen aufweisen und deshalb bei erhöhter Temperatur Zinn in beachtlicher Menge aus Funktionsschicht bzw. Gleit- oder Reibschicht in die Zwischenschicht diffundieren lassen.

Analog zu dem oben genannten Beispiel soll naturgemäss eine Diffusionsspererschicht auch die Diffusion von Zinn aus einer zinnhaltigen Zwischenschicht in eine kupferhaltige Funktionsschicht unterbinden. Die Unterbindung der Zindiffusion in der einen oder anderen Richtung ist insofern von zunehmender Bedeutung, als im Zuge der Leistungssteigerung von Maschinen, insbesondere Verbrennungskraftmaschinen die Maschinenbauelemente für höhere Betriebstemperatur auszulegen sind, wobei an den bisher bekannten Diffusionsspererschichten mit wesentlich erhöhter Zindurchlässigkeit gerechnet werden muss.

Es ist daher Aufgabe der Erfindung, Schichtverbundwerkstoffe der eingangs angegebenen Art dahingehend wesentlich zu verbessern, dass die Diffusion von Zinn durch die Diffusionsspererschicht praktisch unterbunden oder zumindest wesentlich herabgesetzt wird, und dies insbesondere auch bei erhöhter Temperatur.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäss dadurch gelöst, dass die Diffusionsspererschicht aus einem Werkstoff besteht, der ein hexagonales Kristallgitter ausbildet und dass die Diffusionsspererschicht durch Kathodenzerstäubung (Sputtering) unter Ausbildung einer Struktur dieses Werkstoffes zumindest in dichter Kugelpackung mit Raumerfüllung durch die Metallionen oberhalb 70% im Vakuum gebildet ist.

Durch das erfindungsgemässe Auftragen einer Diffusionsspererschicht aus im wesentlichen hexagonales Kristallgitter ausbildendem metallischem Werkstoff mit Hilfe des Verfahrens der Kathodenzerstäubung werden — wie Versuche überraschend ergeben haben — Ablösungen der Funktionsschicht von der Zwischenschicht zuverlässig vermieden, auch bei erhöhter Betriebstemperatur, beispielsweise von 200 °C und darüber.

In bevorzugter Ausführungsform der Erfindung ist die Diffusionsspererschicht mit praktisch leerstellenfreier, rekristallisierter Struktur des hexagonalen Kristallgitters ausgebildet. In diesem Fall wird eine optimale Raumerfüllung

durch die Metallionen bei etwa 74% erreicht und der Durchtritt von Zinn durch die Diffusionsspererschicht auch bei erhöhter Temperatur praktisch unmöglich gemacht.

Für die Bildung der Diffusionsspererschicht kommen besonders die Stoffe aus der Gruppe Titan, Zirkonium, Hafnium, Thorium, Beryllium, Magnesium oder aus einer mindestens einen dieser Stoffe enthaltenden Legierung in Betracht. Besonders vorteilhaft ist die Bildung der Diffusionsspererschicht aus reinem Titan, das einerseits sich als für die Ausbildung einer hochwirksamen Diffusionsspererschicht geeignet erwiesen hat und andererseits vorteilhafte Eigenschaften für die Vorbehandlung und Bildung eines für die Kathodenzerstäubung zu benutzenden Targets vorteilhafte Eigenschaften hat.

Die Funktionsschicht ist bevorzugt unmittelbar, und zwar durch anschliessende Kathodenzerstäubung im Vakuum auf der Diffusionsspererschicht aufgebracht. Es besteht dadurch in der Grenzfläche bzw. im Grenzbereich zwischen der Diffusionsspererschicht und der Funktionsschicht keinerlei Hohlräume oder Fremdstoffeinlagerungen, die die besonders dichte Kristallgitterstruktur der Diffusionsspererschicht stören könnten.

Erfindungsgemässer Schichtverbundwerkstoff lässt sich besonders vorteilhaft und günstig in dem erfindungsgemässen Verfahren herstellen, das sich dadurch kennzeichnet, dass das zuvor mit der Zwischenschicht belegte Substrat einem Reinigen bzw. Ätzen der freien Oberfläche der Zwischenschicht durch umgekehrte Kathodenzerstäubung im Vakuum und unmittelbar anschliessendem Aufbringen der Diffusionsspererschicht durch Kathodenzerstäubung unter Aufrechterhaltung von entsprechend der zu erzielenden Struktur der Diffusionsspererschicht aufeinander abgestimmten Bedingungen der Temperatur des Substrates und des Plasmadruckes im Rezipienten unterworfen wird. Dabei hat sich herausgestellt, dass bei möglichst hoher Temperatur an der zu beschichtenden Oberfläche und möglichst niedrigem Plasmadruck im Rezipienten die im Kathodenzerstäubungsverfahren an die zu beschichtende Oberfläche herangebrachten Werkstoffteilchen im wesentlichen atomare Grösse aufweisen und mit hoher kinetischer Energie an die zu beschichtende Oberfläche herangeführt werden. Nach dem Auftreffen auf die zu beschichtende Oberfläche behalten die herangeführten Teilchen bzw. Atome lässt sich gleichzeitig mit dem Aufbau der Diffusionsspererschicht ein ständiger Rekristallisationsvorgang in den bereits aufgebauten Teilen der Schicht aufrecht erhalten, so dass eine der dichtesten Kugelpackung mit 74% Raumerfüllung durch die Metallionen nahe kommende Struktur erreicht wird.

Naturgemäss ist der Temperatur an der zu beschichtenden Oberfläche durch die Zusammensetzung der Zwischenschicht eine obere Grenze gesetzt, d. h. dadurch, dass Bestandteile der Zwischenschicht, beispielsweise Blei, oberhalb einer Temperaturschwelle ausdampfen. Man kann im erfindungsgemässen Verfahren dieser Grenze dadurch begegnen, dass man die Temperatur des Substrates an der zu beschichtenden Oberfläche während des Bildens der Diffusionsspererschicht erhöht, wenn die Diffusionsspererschicht die Dicke einer oder mehrerer Atomlagen erreicht hat und dadurch dem Abdampfen von Bestandteilen der Zwischenschicht entgegenwirken kann. Die Beweglichkeit der durch die Kathoden-

zerstäubung auf die zu beschichtende Oberfläche der Zwischenschicht gebrachten Teilchen wird ferner auch dadurch auf einem hohen Wert gehalten, dass mit möglichst geringem Plasmadruck im Rezipienten gearbeitet wird, wodurch die Zahl der Zusammenstöße von Kathodenzerstäubten Teilchen bzw. Atomen mit Plasmateilchen gering gehalten wird. Andererseits wird naturgemäss bei zu starker Herabsetzung des Plasmadruckes die anormale Glimmentladung, die ja das physikalische Vehikel der Kathodenzerstäubung darstellt, so schwach, dass der elektrische Stromfluss und damit die Durchsatzleistung der Kathodenzerstäubung übermässig absinkt. Es hat sich aber herausgestellt, dass sich die physikalischen Arbeitsbedingungen für die Kathodenzerstäubung vor Erreichen dieser Grenze so einrichten und gegenseitig abstimmen lassen, dass der Aufbau der Diffusionssperrschicht noch immer in Art eines Rekristallisationsvorganges abläuft.

Eine weitere Verbesserung bezüglich der Dichte der zu bildenden Diffusionssperrschicht lässt sich erreichen, wenn man während der Bildung der Diffusionssperrschicht eine negative elektrische Spannung an das Substrat anlegt, die um eine Grössenordnung geringer als die an das Target angelegte negative elektrische Spannung ist. Dabei wäre allerdings zunächst damit zu rechnen, dass Gasteilchen und sonstige Fremdstoffteilchen in das Gefüge der Diffusionssperrschicht eingebaut werden und dort unerwünschte Leerstellen bilden könnten. Tatsächlich lässt sich dies aber durch Zusammenwirken mit der an der beschichteten Oberfläche aufrecht erhaltenen hohen Temperatur und dem relativ niedrigen Plasmadruck im Rezipienten wirksam unterbinden.

Das Erhitzen des Substrates auf die bei der Bildung der Diffusionssperrschicht gewünschte Temperatur kann während der zum Reinigen bzw. Ätzen der freien Oberfläche der Zwischenschicht benutzten umgekehrten Kathodenzerstäubung vorgenommen werden. Insbesondere kann diese umgekehrte Kathodenzerstäubung selbst zum Erzeugen der gewünschten Temperatur an dem Substrat benutzt werden, und zwar allein oder auch mit Unterstützung durch andere Energiezufuhr, beispielsweise Infrarotstrahlung oder Induktionsheizung, wobei letztere weniger in Betracht zu ziehen ist, wenn die Kathodenzerstäubung im Magnetfeld erfolgen soll. Man kann auch im Verlauf der Kathodenzerstäubung zur Bildung der Diffusionssperrschicht das Substrat und die entstehende Diffusionssperrschicht nachheizen, beispielsweise durch Infrarotstrahlung auf der zu beschichtenden Seite. Zur Erzielung eines hohen Wirkungsgrades der Kathodenzerstäubung und Erzielung hoher Auftreffgeschwindigkeit der Teilchen bzw. Atome auf die zu beschichtende Oberfläche empfiehlt es sich im Rahmen der Erfindung, die Bildung der Diffusionssperrschicht durch Kathodenzerstäubung im Magnetfeld vorzunehmen.

Das Aufbringen der Funktionsschicht auf die Diffusionssperrschicht kann ebenfalls durch Kathodenzerstäubung, und zwar unmittelbar anschliessend an das Aufbringen der Diffusionssperrschicht vorgenommen werden. Dabei ist ausser dem Übergang auf Kathodenzerstäubung von anderem Material, nämlich dem für die Funktionsschicht vorgesehenen Werkstoff, auch Übergang auf andere Betriebsbedingungen möglich, und zwar hinsichtlich des an das Target und evtl. an das Substrat anzulegenden Potentials, hinsichtlich des aufrecht zu erhaltenden Plasmadruckes und hinsichtlich der Zusammensetzung des Plasmas. Um gleichzeitig in einem Rezipienten sowohl an einem Werkstück oder Werkstücksteil die Diffusionssperrschicht als auch an einem anderen Werkstück oder anderem Werkstücksteil die Funktionsschicht aufbringen zu können, wird man dann zweckmässig innerhalb des Rezipienten Abtrennungen und Schleusen vorsehen, durch die die Werkstücke bzw. ein Werkstoffband von einem abgetrennten Bereich des Rezipienten zu ei-

nem anderen abgetrennten Bereich des Rezipienten überführt werden können.

Falls die Bildung der Funktionsschicht unter anderer Plasma-Zusammensetzung als die Bildung der Diffusionssperrschicht zu erfolgen hat und Gefahr bestehen könnte, dass ein Plasma anderer Zusammensetzung nachteilige Einwirkung auf die frisch erzeugte freie Oberfläche der Diffusionssperrschicht haben könnte, bietet sich im Rahmen des erfindungsgemässen Verfahrens die Möglichkeit, zunächst eine dünne, die Diffusionssperrschicht abdeckende Schutzschicht unter Benutzung von Plasma mit im wesentlichen gleicher Zusammensetzung wie für die Bildung der Diffusionssperrschicht auf die freie Oberfläche der Diffusionssperrschicht durch Kathodenzerstäubung oder Ionenplattieren aufzubringen, wobei diese Schutzschicht bereits aus für die Funktionsschicht vorgesehenem Werkstoff gebildet werden kann.

Für die Bildung einer von leerstellenfreien Struktur der Diffusionssperrschicht hat es sich als besonders vorteilhaft und zweckmässig erwiesen, wenn das für die Bildung der Diffusionssperrschicht durch Kathodenzerstäubung zu benutzende Target bzw. der in ihm enthaltene Werkstoff einer in hohem Masse entgasenden Vorbehandlung unterworfen wird, so dass sich die für die Bildung der Diffusionssperrschicht benutzten Targetmaterialien durch besondere Gasarmut auszeichnen. Diese besonders stark entgasende Vorbehandlung des in dem für die Bildung der Diffusionssperrschicht zu benutzenden Target enthaltenden Werkstoff bzw. Werkstoffe kann in einem Hochvakuum-Schmelzen und/oder einem Hochvakuum-Glühen und/oder einer Hochvakuum-Destillation bestehen.

Ein Ausführungsbeispiel der Erfindung wird im folgenden anhand der Zeichnung näher erläutert. Es zeigen:

Figur 1 eine aus erfindungsgemässen Schichtverbundwerkstoff gebildete Gleitlagerschale in perspektivischer Darstellung;

Figur 2 einen Teilschnitt A – B gemäss Figur 1 in vergrösserter Darstellung; und

Figur 3 den Ausschnitt C aus Figur 2 in nochmals wesentlich vergrösserter Darstellung mit eingefügter schematischer Darstellung des Kristallgitters.

Im dargestellten Beispiel ist auf einer Trägerschicht 1 aus Stahl bzw. auf einer Stahlstützschale eine Zwischenschicht 2 aus kupferhaltigem Lagerwerkstoff, beispielsweise Bleibronze in einer Schichtdicke von etwa 0,2 mm bis 0,7 mm aufgebracht. Der kupferhaltige Lagerwerkstoff der Zwischenschicht 2 weist eine Zusammensetzung innerhalb der üblichen Grenzen auf, wie sie für kupferhaltige Lagerwerkstoffe in Zwischenschichten von Mehrschichtgleitlagern üblich sind. Auf die von der Trägerschicht 1 abgewandte Oberfläche der Zwischenschicht 2 ist eine Diffusionssperrschicht 3 aufgebracht, die im dargestellten Beispiel eine Dicke von etwa 3 µm haben kann. Diese Diffusionssperrschicht besteht im dargestellten Beispiel aus einer Nickelzinnlegierung mit 20% Masseanteilen Zinngehalt. Die Diffusionssperrschicht ist durch Kathodenzerstäubung auf die freie Oberfläche der Zwischenschicht 2 aufgebracht. Auf die freie Oberfläche der Diffusionssperrschicht 3 ist die Gleitschicht 4 durch Kathodenzerstäubung im Vakuum aufgebracht. Die Gleitschicht 4 besteht aus zinnhaltiger Legierung bzw. Dispersionslegierung. Als Gleitlagerlegierung für die Gleitschicht 4 kommen beispielsweise Legierungen auf Zinnbasis, z. B. SnSb12Cu6Pb2 oder Legierungen auf Bleibasis mit merklichem Zinngehalt, z. B. PbSn10Cu2 oder PbSn10 in Betracht. Die Gleitschicht 4 kann aber auch aus Dispersionslegierung gebildet sein, insbesondere solche auf AlSn-Basis, insbesondere AlSn6, AlSn10, AlSn20 oder AlSn40.

In jedem Fall ist das in der Gleitschicht 4 enthaltene Zinn normalerweise bestrebt, in die Zwischenschicht 2 zu diffun-

dieren und sich mit dem dort vorhandenen Kupfer zu intermetallischen Phasen, insbesondere intermetallischen Sprödphasen u. a.  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  zu vereinigen, und dies in zunehmendem Mass mit Erhöhung der Betriebstemperatur des Gleitlagers. Die bekannten Diffusionssperrschichten, insbesondere galvanisch aufgebraute Diffusionssperrschichten können die Diffusion des Zinns bei niedrigen Temperaturen merklich aufhalten. Bei höheren Betriebstemperaturen, beispielsweise im Bereich von  $200^\circ\text{C}$  und darüber diffundiert das Zinn aus der Gleitschicht praktisch ungehindert durch herkömmliche Diffusionssperrschichten in die kupferhaltige Zwischenschicht. Dies erklärt sich damit, dass im Kristallgefüge der bekannten Diffusionssperrschichten Leerstellen in solchem Ausmass vorhanden sind, dass die aufgrund der erhöhten Temperatur beweglicheren Zinnatome ohne weiteres die Diffusionssperrschicht durchsetzen können.

Dagegen ist bei der gesputterten, aus einem, ein hexagonales Kristallgitter ausbildenden Werkstoff bestehenden Diffusionssperrschicht 3 eine praktisch leerstellenfreie dichte Kugelpackung mit Raumerfüllung durch die Metallionen oberhalb 70% gebildet. Diese Kristallgitterstruktur kann durch bei der Kathodenzerstäubung gleichzeitig ausführbare Rekristallisation bis an die für hexagonal-dichteste Kugelpackung optimale Raumerfüllung bei 74% herangebracht werden, wie dies in Figur 3 durch die Kristallgitter-Struktur 5 schematisch wiedergegeben ist. Durch die Ausbildung des hexagonalen Kristallgitters in dichter Kugelpackung evtl. in rekristallisierter Struktur in dichtester Kugelpackung ist die im dargestellten Beispiel aus reinem Titan gebildete Diffusionssperrschicht 3 auch bei höheren Temperaturen, beispielsweise bei  $200^\circ\text{C}$  und mehr für Zinnatome praktisch undurchlässig.

Anstelle des im vorliegenden Beispiel für die Bildung der Diffusionssperrschicht 3 benutzten reinen Titans können auch andere metallische Werkstoffe benutzt werden, die ein hexagonales Kristallgitter mit der Möglichkeit dichte oder dichtester Kugelpackung bieten. Hierzu kommen in Betracht, Zirkonium, Hafnium, Thorium, Beryllium, Magnesium oder auch Legierungen aus einem oder mehreren dieser Metalle. Jedoch bietet Titan für die Verfahrensdurchführung besondere Vorteile, die im Rahmen des folgenden Ausführungsbeispiels angesprochen werden.

#### Ausführungsbeispiel

Ein in herkömmlicher Weise mit der Zwischenschicht 2 aus kupferhaltigem Lagerwerkstoff belegter Stahlträger 1 wird auf einem metallischen Support, der ggf. in Form eines Wagens ausgebildet und innerhalb eines in Kammern unterteilt, für die Kathodenzerstäubung benutzten Rezipienten verfahrbar ist, aufgebracht. Der Support ist mit einer mit Flüssigkeit durchspülbaren Kammer ausgestattet, die an einen Kreislauf für flüssiges Heizmedium bzw. Wärmeträgermedium, beispielsweise Öl angeschlossen ist.

Nach Einbringen in den Rezipienten wird zunächst das aus der Trägerschicht 1 und der Zwischenschicht 2 gebildete Halbzeug, das mit der freien Oberfläche der Zwischenschicht 2 freiliegend in wärmeleitender Weise auf dem Support angebracht ist, mittels Einstellung der Temperatur des flüssigen Heizmedium aufgewärmt und dabei unter Evakuieren des Rezipienten entgast, bis im Rezipienten ein Druck von etwa  $10^{-5}$  mbar erreicht ist.

Anschliessend an das Entgasen des Halbzeugs wird Plasmasgas, vorzugsweise Argon, in den Rezipienten eingeführt bis zur Erreichung eines Druckes von  $5 \cdot 10^{-3}$  bis  $5 \cdot 10^{-2}$  mbar. Es erfolgt dann ein Reinigen und Aufräumen der freien Oberfläche der Zwischenschicht 2 in Form eines Ätzens durch umgekehrte Kathodenzerstäubung. Hierzu wird der Support mit dem darauf angebrachten Halbzeug als

Kathode geschaltet und eine anormale Glimmentladung erzeugt, bei der eine Ätzspannung zwischen  $400\text{ V}$  und  $1000\text{ V}$ , vorzugsweise bei  $500\text{ V}$  angelegt und ein Ätzstrom zwischen  $5\text{ A}$  und  $15\text{ A}$  bzw. eine Ätzstromdichte zwischen  $5$  und  $15\text{ mA/cm}^2$  der zu ätzenden Oberfläche aufrechterhalten wird. Während dieser umgekehrten Kathodenzerstäubung wird an dem Halbzeug eine Substrattemperatur zwischen  $120^\circ\text{C}$  und  $200^\circ\text{C}$ , vorzugsweise bei  $140^\circ\text{C}$  durch die gemeinsame Wirkung des flüssigen Heizmedium und der umgekehrten Kathodenzerstäubung eingestellt und aufrechterhalten. Die Dauer dieser Ätzbehandlung durch umgekehrte Kathodenzerstäubung ist den Anforderungen jedes einzelnen Falles entsprechend zu wählen.

Anschliessend an das Ätzen durch umgekehrte Kathodenzerstäubung erfolgt das Aufbringen der Diffusionssperrschicht durch Kathodenzerstäubung. Hierzu wird der auch weiterhin mit seiner Heiz- und Kühlkammer an den Heizmedium-Kreislauf angeschlossene Support als Anode geschaltet oder an ein negatives Potential von etwa  $30$  bis  $70\text{ V}$  angelegt. Es erfolgt dann der Aufbau der Diffusionssperrschicht durch Kathodenzerstäubung eines aus dem gewünschten Material der Diffusionssperrschicht gebildeten Target, beispielsweise einem Target aus reinem Titanblech. Solches Titanblech ist leicht verfügbar und lässt sich auch in einfacher Weise mechanisch bearbeiten. Ein Target aus Titanblech wird sich auch in einfacher Weise den erforderlichen Vorbehandlungen, nämlich Entgasung und Oberflächenreinigung durch Vorsputtern, also eine Kathodenzerstäubung auf eine dem Target gegenübergestellte Blende unterziehen.

Während des Aufbaus der Diffusionssperrschicht wird eine Potentialdifferenz zwischen  $300$  und  $700\text{ V}$  als Sputterspannung zwischen dem Target und dem Substrat, d. h. dem aus Trägerschicht 1 und Zwischenschicht 2 gebildeten Halbzeug angelegt. Der bei dem Aufbau der Diffusionssperrschicht aufrechterhaltene Sputterstrom beträgt in diesem Beispiel  $50$  bis  $150\text{ A}$  bzw.  $10$  bis  $30\text{ W/cm}^2$  der zu beschichtenden Oberfläche. Das Substrat, d. h. das zu beschichtende Halbzeug wird während des Aufbaus der Diffusionssperrschicht mittels des dem Support zugeführten flüssigen Wärmeträgermedium auf einer Temperatur zwischen  $120^\circ\text{C}$  und  $200^\circ\text{C}$ , vorzugsweise bei  $140^\circ\text{C}$  gehalten. Dies ist eine Temperatur der der kupferhaltige Werkstoff der Zwischenschicht 2 ohne Abdampfen oder Ausbluten von Legierungsbestandteilen standzuhalten vermag. Im vorliegenden Beispiel soll während des gesamten Sputterns der Diffusionssperrschicht die Temperatur möglichst konstant, d. h. innerhalb Grenzen  $\pm 5^\circ\text{C}$  gehalten werden. Während des Aufbaus der Diffusionssperrschicht 3 durch Kathodenzerstäubung wird der Plasmadruck im Rezipienten im Bereich zwischen  $1 \cdot 10^{-3}$  bis  $5 \cdot 10^{-2}$  mbar gehalten. Unter diesen Temperatur- und Druckverhältnissen tritt innerhalb der sich aufbauenden Diffusionssperrschicht 3 ein Rekristallisationsvorgang ein, durch den sich die Kugelpackung des hexagonalen Metallgitters verdichten lässt, bis hin zu hexagonal dichtester Kugelpackung und einer Raumerfüllung bis zu 74%.

Anschliessend an den Aufbau der Diffusionssperrschicht 3 erfolgt der Aufbau der Funktionsschicht bzw. Gleitschicht 4 unter praktisch gleichen Bedingungen hinsichtlich Sputterspannung, Sputterstrom, Substrattemperatur und Sputterdruck wie sie bereits beim Aufbau der Diffusionssperrschicht eingestellt werden, mit dem Unterschied, dass die Kathodenzerstäubung aus einem Target oder mehreren Targets mit Werkstoffzusammensetzung erfolgt, wie sie für die jeweilige Funktionsschicht bzw. Gleitschicht 4 gewünscht ist. Zusätzlich können bei dem Aufbau der Funktionsschicht oxidische Anteile gebildet und in Form von Feinstteilchen zur Dispersionsverfestigung in die Funktionsschicht, beispielsweise Gleitschicht sicher eingelagert werden, wie dies aus DE-

PS 2 853 724 und DE-PS 2 914 618 bekannt ist. Der dazu benötigte Sauerstoff kann in das jeweilige Target eingelagert sein oder dem Plasma zugegeben werden. Jedenfalls soll aber die Diffusionssperrschicht von Oxidanteilen freigehalten sein.

Die im obigen Ausführungsbeispiel erläuterten Verfahrensschritte können in einem einfachen Rezipienten in zeitlicher Aufeinanderfolge durchgeführt werden. Es ist aber auch möglich, einen in Kammern unterteilten, mit Schleusen zwischen den Kammern ausgestatteten Rezipienten vorzusehen, in welchem die einzelnen Verfahrensschritte durchzuführen sind, beispielsweise eine Kammer zum Entgasen des Halbzeugs, daran anschliessend eine Kammer zum Reinigen und aufräumen der zu beschichtenden Oberfläche durch umgekehrte Kathodenzerstäubung, eine anschliessende Kam-

mer zum Erzeugen der Diffusionssperrschicht 3 und eine Kammer zum Erzeugen der Funktionsschicht bzw. Gleitschicht 4. Soll der Schichtverbundwerkstoff fortlaufend in Form eines Bandes hergestellt werden, so kann das Halbzeugband durch eine Einlassschleuse in den Rezipienten fortlaufend eingeführt und das Schichtverbundwerkstoffband durch eine Auslassschleuse fortlaufend aus dem Rezipienten abgezogen werden. Sinngemäss können auch Stücke von Halbzeug aus Stahlträger 1 und Zwischenschicht 2 aufeinanderfolgend die durch eine Einlassschleuse in den Rezipienten eingeführt und die entsprechenden Schichtverbundwerkstoffstücke aufeinanderfolgend durch eine Auslassschleuse aus dem Rezipienten entnommen werden, während der Verfahrensablauf im Inneren des Rezipienten kontinuierlich aufrechterhalten wird.

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

