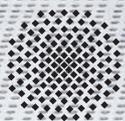
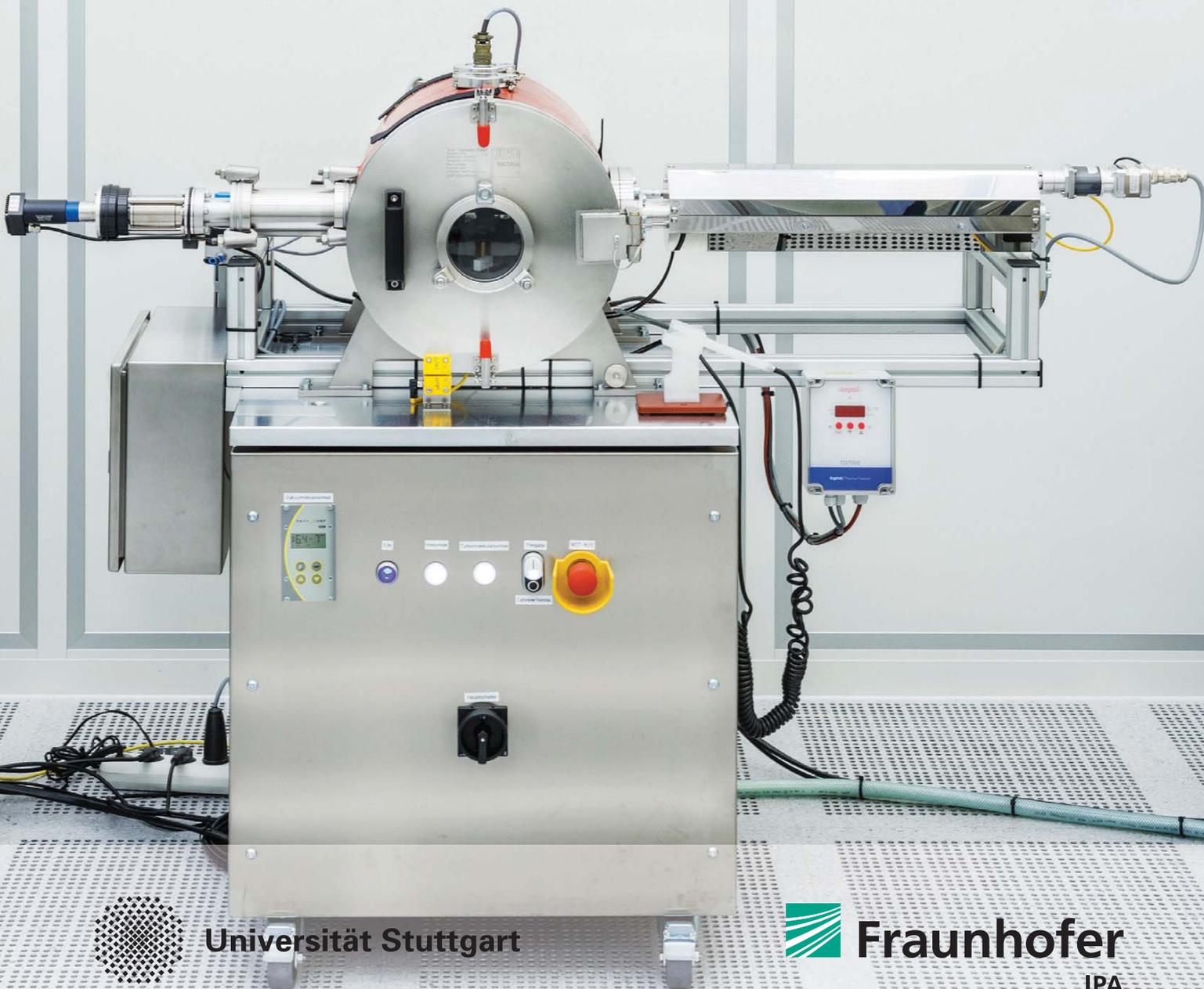


FRANK FRIEDRICH BÜRGER

# Freisetzung und Ausbreitung von Partikeln aus Tribosystemen im Hochvakuum



**STUTTGARTER BEITRÄGE ZUR PRODUKTIONSFORSCHUNG BAND 68**

**Herausgeber:**

Univ.-Prof. Dr.-Ing. Thomas Bauernhansl

Univ.-Prof. Dr.-Ing. Dr. h.c. mult. Alexander Verl

Univ.-Prof. a. D. Dr.-Ing. Prof. E.h. Dr.-Ing. E.h. Dr. h.c. mult. Engelbert Westkämper

Frank Friedrich Bürger

**Freisetzung und Ausbreitung von Partikeln aus  
Tribosystemen im Hochvakuum**

**FRAUNHOFER VERLAG**

**Kontaktadresse:**

Fraunhofer-Institut für Produktionstechnik und Automatisierung IPA, Stuttgart  
Nobelstraße 12, 70569 Stuttgart  
Telefon 07 11 9 70-00, Telefax 07 11 9 70-13 99  
info@ipa.fraunhofer.de, www.ipa.fraunhofer.de

**STUTTGARTER BEITRÄGE ZUR PRODUKTIONSFORSCHUNG****Herausgeber:**

Univ.-Prof. Dr.-Ing. Thomas Bauernhansl  
Univ.-Prof. Dr.-Ing. Dr. h.c. mult. Alexander Verl  
Univ.-Prof. a. D. Dr.-Ing. Prof. E.h. Dr.-Ing. E.h. Dr. h.c. mult. Engelbert Westkämper

Fraunhofer-Institut für Produktionstechnik und Automatisierung IPA, Stuttgart  
Institut für Industrielle Fertigung und Fabrikbetrieb (IFF) der Universität Stuttgart  
Institut für Steuerungstechnik der Werkzeugmaschinen und Fertigungseinrichtungen (ISW)  
der Universität Stuttgart

Titelbild: Fraunhofer IPA, Foto: Rainer Bez

**Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek**

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über [www.dnb.de](http://www.dnb.de) abrufbar.

ISSN: 2195-2892

ISBN (Print): 978-3-8396-1227-9

**Ma 9**

Zugl.: Magdeburg, Univ., Diss., 2017

Druck: Mediendienstleistungen des Fraunhofer-Informationszentrum Raum und Bau IRB, Stuttgart  
Für den Druck des Buches wurde chlor- und säurefreies Papier verwendet.

© by **FRAUNHOFER VERLAG**, 2017

Fraunhofer-Informationszentrum Raum und Bau IRB  
Postfach 80 04 69, 70504 Stuttgart  
Nobelstraße 12, 70569 Stuttgart  
Telefon 07 11 9 70-25 00  
Telefax 07 11 9 70-25 08  
E-Mail [verlag@fraunhofer.de](mailto:verlag@fraunhofer.de)  
URL <http://verlag.fraunhofer.de>

Alle Rechte vorbehalten

Dieses Werk ist einschließlich aller seiner Teile urheberrechtlich geschützt. Jede Verwertung, die über die engen Grenzen des Urheberrechtsgesetzes hinausgeht, ist ohne schriftliche Zustimmung des Verlages unzulässig und strafbar. Dies gilt insbesondere für Vervielfältigungen, Übersetzungen, Mikroverfilmungen sowie die Speicherung in elektronischen Systemen.

Die Wiedergabe von Warenbezeichnungen und Handelsnamen in diesem Buch berechtigt nicht zu der Annahme, dass solche Bezeichnungen im Sinne der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und deshalb von jedermann benutzt werden dürften. Soweit in diesem Werk direkt oder indirekt auf Gesetze, Vorschriften oder Richtlinien (z.B. DIN, VDI) Bezug genommen oder aus ihnen zitiert worden ist, kann der Verlag keine Gewähr für Richtigkeit, Vollständigkeit oder Aktualität übernehmen.

## GELEITWORT DER HERAUSGEBER

Produktionswissenschaftliche Forschungsfragen entstehen in der Regel im Anwendungszusammenhang, die Produktionsforschung ist also weitgehend erfahrungsbasiert. Der wissenschaftliche Anspruch der „Stuttgarter Beiträge zur Produktionsforschung“ liegt unter anderem darin, Dissertation für Dissertation ein übergreifendes ganzheitliches Theoriegebäude der Produktion zu erstellen.

Die Herausgeber dieser Dissertations-Reihe leiten gemeinsam das Fraunhofer-Institut für Produktionstechnik und Automatisierung IPA und jeweils ein Institut der Fakultät für Konstruktions-, Produktions- und Fahrzeugtechnik an der Universität Stuttgart.

Die von ihnen betreuten Dissertationen sind der marktorientierten Nachhaltigkeit verpflichtet, ihr Ansatz ist systemisch und interdisziplinär. Die Autoren bearbeiten anspruchsvolle Forschungsfragen im Spannungsfeld zwischen theoretischen Grundlagen und industrieller Anwendung.

Die „Stuttgarter Beiträge zur Produktionsforschung“ ersetzt die Reihen „IPA-IAO Forschung und Praxis“ (Hrsg. H.J. Warnecke / H.-J. Bullinger / E. Westkämper / D. Spath) bzw. ISW Forschung und Praxis (Hrsg. G. Stute / G. Pritschow / A. Verl). In den vergangenen Jahrzehnten sind darin über 800 Dissertationen erschienen.

Der Strukturwandel in den Industrien unseres Landes muss auch in der Forschung in einen globalen Zusammenhang gestellt werden. Der reine Fokus auf Erkenntnisgewinn ist zu eindimensional. Die „Stuttgarter Beiträge zur Produktionsforschung“ zielen also darauf ab, mittelfristig Lösungen für den Markt anzubieten. Daher konzentrieren sich die Stuttgarter produktionstechnischen Institute auf das Thema ganzheitliche Produktion in den Kernindustrien Deutschlands. Die leitende Forschungsfrage der Arbeiten ist: Wie können wir nachhaltig mit einem hohen Wertschöpfungsanteil in Deutschland für einen globalen Markt produzieren?

Wir wünschen den Autoren, dass ihre „Stuttgarter Beiträge zur Produktionsforschung“ in der breiten Fachwelt als substanziell wahrgenommen werden und so die Produktionsforschung weltweit voranbringen.

Alexander Verl

Thomas Bauernhansl

Engelbert Westkämper



# Freisetzung und Ausbreitung von Partikeln aus Tribosystemen im Hochvakuum

**Dissertation**

zur Erlangung des akademischen Grades

**Doktoringenieur**

**(Dr.-Ing.)**

von Dipl.-Ing. (FH) Frank Friedrich Bürger

geb. am 6. April 1977 in Dresden

genehmigt durch die Fakultät für Maschinenbau  
der Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg

Gutachter:

Professor Dr.-Ing. Ludger Deters

Professor Dr.-Ing. Dr. h.c. mult. Alexander Verl

Promotionskolloquium am 14. Februar 2017

---

## Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter und Verantwortlicher für den Bereich Qualifizierung von Betriebsmitteln und Werkstoffen für Reinheitsanforderungen in der Abteilung Reinst- und Mikroproduktion am Fraunhofer Institut für Produktionstechnik und Automatisierung IPA, Stuttgart.

Herrn Professor Dr.-Ing. Ludger Deters danke ich für die wissenschaftliche Betreuung und Förderung der Arbeit, die Übernahme des Hauptberichts sowie die eingehende Durchsicht meiner Arbeit. In gleicher Weise danke ich Herrn Professor Dr.-Ing. Dr. h.c. mult. Alexander Verl für die Übernahme des Mitberichts, die Ermöglichung und Förderung meiner Arbeit. Herrn Dr.-Ing. Udo Gommel und Herrn Dr.-Ing. Markus Rochowicz möchte ich für die wohlwollende Unterstützung und Ermöglichung der Arbeit meinen Dank aussprechen.

Eine besondere Anerkennung gebührt allen beteiligten Kolleginnen und Kollegen der Abteilung Reinst- und Mikroproduktion für die zielführenden Diskussionen und die konstruktive Kritik während der Entstehung meiner Arbeit. Explizit möchte ich Herrn Mathias Brückner, Herrn Sven Käfer, und Herrn Emanuel Engelsberger für die technische Realisierung des Prüfstands, Herrn Matthias Burgard, Herrn Mathias Brückner, Frau Helen Tanzer und Herrn Andreas Honold für die technische Umsetzung von Prüfstandssoftware, Herrn Guido Kreck für die Aufnahmen mit dem Rasterelektronenmikroskop, Herrn Matthias Baumann von der Universität Stuttgart für die Durchführungen der Messungen mit dem Weißlichtinterferometer zur Verschleißbestimmung und Frau Nicole Göldner für die Durchsicht der vorliegenden Arbeit danken. Meinem Vater danke ich für anregende Diskussionen und Hinweise zur Gestaltung der Arbeit.

Stuttgart, im Juni 2016

Frank Friedrich Bürger

---

## Kurzinhalt

Das in der vorliegenden Arbeit entwickelte Verfahren zur Bestimmung der Partikelfreisetzung und –ausbreitung aus Tribosystemen im Hochvakuum unterstützt die Auslegung und Optimierung tribotechnischer Systeme zur Erfüllung partikulärer Reinheitsanforderungen in Hochvakuumanlagen.

Im Hochvakuum unterscheiden sich die Bedingungen für tribologische Prozesse, Verschleiß, Wechselwirkungen zwischen Gasteilchen und Partikeln gegenüber solchen bei Vorliegen von atmosphärischen Bedingungen. Die Freisetzung und Ausbreitung von Partikeln an Tribosystemen im Hochvakuum sind bisher wenig erforscht.

Die Verfahrensentwicklung beinhaltet ein neues Hochvakuumtribometer mit raumbezogener Detektion freigesetzter Partikel und deren messtechnischen Erfassung sowie eine Methodik zur Bewertung der Freisetzung und Ausbreitung von Partikeln und des Verschleißes. Das Hochvakuumtribometer ermöglicht die definierte Beanspruchung unterschiedlicher Modelltribosysteme und realer Tribosysteme beim Gleiten, Stoßen, deren Kombination und Wälzen. Außerdem lassen sich die Temperatur des Gegenkörpers, der Vakuumdruck und elektrostatische Felder einstellen. Mit Hilfe eines Richtungsfilters kann die Verteilung der Partikelfreisetzungsgeschwindigkeit ermittelt werden. Die Methodik beinhaltet die effektive Planung und Durchführung von Versuchen unter Einbeziehung der statistischen Versuchsplanung (DOE) zur Ermittlung komplexer Zusammenhänge zwischen den einzustellenden Einflussgrößen am Vakuumtribometer und neu eingeführten reinheitstechnischen Zielgrößen (Bewertungsgrößen). Zielgrößen für die Freisetzung sind Gesamtanzahl, Größe, Größenverteilung, Gesamtvolumen und Freisetzungsrate der Partikel. Zielgrößen der Ausbreitung sind insbesondere Freisetzungsgeschwindigkeit, Freisetzungsrichtung, größenabhängige und räumliche Verteilung der Partikel, abstandsbezogen zum Tribosystem.

Es konnte gezeigt werden, dass sich Bewegungsarten, Werkstoffe der Tribosysteme, Beanspruchung, Fremderwärmung und Vakuumdruck erheblich auf die Zielgrößen auswirken. Die Partikelgrößen verteilen sich sehr unterschiedlich über den verfügbaren Messbereich von 100 nm bis 63 µm. Die Gesamtanzahl der in einem Versuch bei Gleitreibung freigesetzten Partikel variiert insbesondere werkstoffabhängig zwischen ca. 30 bis 30.000 und beanspruchungsabhängig im Verhältnis bis 1:20. Hervorzuheben sind die Erhöhung der Partikelanzahl bis auf das 16-fache bei Druckerhöhung von  $5 \times 10^{-5}$  auf  $5 \times 10^{-2}$  mbar und bis auf das Achtfache bei Fremderwärmung des Gegenkörpers von 22 auf 80 °C. Partikel breiten sich nahezu unabhängig von der Bewegungsrichtung in alle Richtungen vor der Reibebene aus. Die Freisetzungsgeschwindigkeiten der Partikel betragen bis zu 7 m/s und damit bis zum 60-fachen der Gleitgeschwindigkeit. Die partikelgrößenabhängige Geschwindigkeitsverteilung ist maßgeblich von den Werkstoffen abhängig. Ein besonderer Effekt ist die schaumartige Ausprägung von Partikeln der Gleitpaarung Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Fremderwärmung. Eine Korrelation zwischen Verschleiß (Reibspurbreite) und Partikelgesamtvolumen wurde festgestellt. Als wirksame Maßnahmen gegen eine Partikelausbreitung wurden Partikelfallen und Partikelblenden nachgewiesen. Abstandsbezogene Kontaminationsvermeidung ist unter den beengten Verhältnissen eines Rezipienten nur bedingt möglich.

Es werden erstmals Modellgleichungen zur Berechnung der Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung an Tribosystemen in Abhängigkeit von Beanspruchungs- und Systemgrößen ermittelt. Mit dem Verfahren und Versuchsergebnissen werden sowohl Kontaminierungsrisiken als auch Optimierungspotentiale und Empfehlungen zur Gestaltung und zum Betrieb von Tribosystemen aufgezeigt.

---

## Short Summary

The method developed in this thesis determines the emission and dispersion of particles from tribological systems in a high vacuum. The method can be implemented to improve the design and optimization of tribosystems in order to meet particulate cleanliness requirements in high vacuum systems.

In a high vacuum, the conditions for tribological processes, wear and interrelationships between gas molecules and particles are different to those taking place in a normal atmosphere.

In the past, very little research has been conducted on the emission and dispersion of particles from tribosystems in a high vacuum.

The development of the method involves a new high-vacuum tribometer with the spatial detection and quantification of emitted particles, as well as a technique for evaluating wear and the emission and dispersion of particles. The high vacuum tribometer is used to apply defined loads to various model and real tribosystems in the form of sliding movements and shocks, the combination thereof, and also rotational movements. The temperature of the counter-body, the pressure of the vacuum and electrostatic fields are also adjustable. With the aid of a directional filter, the speed at which particles are emitted can also be determined. With the method, statistical design of experiments (DOE) is used to effectively plan and conduct experiments. These allow complex interrelationships to be determined between influencing factors that can be set on the vacuum tribometer and newly-introduced cleanliness target figures (evaluation criteria). Target figures for particle emission are total quantity, size, size distribution, total volume and the rate of particle emission. The main target figures for dispersion are emission velocity, direction of emission, as well as the size-dependent and spatial distribution of particles in relation to their distance away from the tribosystem.

It was demonstrated that movements, materials used in the construction of the tribosystem, loads, applied heat and vacuum pressure all have a major influence on the target figures. Particle sizes vary significantly over the available measuring range of 100 nm to 63  $\mu\text{m}$ . The total quantity of particles emitted due to friction in an experiment fluctuates strongly between approx. 30 and 30,000 in dependence on materials as well as on loads in a ratio of 1:20. It is notable that the quantity of particles rises 16-fold when pressure is increased from  $5 \times 10^{-5}$  to  $5 \times 10^{-2}$  mbars and 8-fold when the counter-body is heated from 22 to 80  $^{\circ}\text{C}$ . The dispersion of particles in all directions is almost independent of the direction friction is applied. Particles are emitted at velocities of up to 7 m/s, which is up to 60 times faster than the speed of friction. Particle size distribution in dependence on velocity varies according to the materials concerned. A particular effect is the foam-like characteristic of particles from the frictional pairing of silicon nitride ball/stainless steel disk when heated. A correlation was ascertained between wear (frictional track width) and total particle volume. It was proven that particle traps and particle deflectors are effective against the dispersion of particles. The avoidance of contamination in relation to distance is limited due to the cramped conditions of a recipient.

For the first time, model equations are developed to calculate the emission and dispersion of particles from tribosystems in dependence on loads and system parameters. The method and results obtained identify not only contamination risks and optimization potentials, but also recommendations for designing and operating tribosystems.

---

# Inhalt

<b>Vorwort</b> .....	<b>II</b>
<b>Kurzzinhalt</b> .....	<b>III</b>
<b>Short Summary</b> .....	<b>IV</b>
<b>Abkürzungsverzeichnis</b> .....	<b>IX</b>
<b>Abbildungsverzeichnis</b> .....	<b>XII</b>
<b>1 Einleitung</b> .....	<b>1</b>
1.1 Problemstellung .....	1
1.2 Verfügbare Forschungsergebnisse .....	2
1.3 Zielstellung und Vorgehensweise .....	4
<b>2 Ausgangssituation und Aufgabenstellung</b> .....	<b>6</b>
2.1 Fachspezifische Definitionen.....	6
2.1.1 Zusammenhänge.....	6
2.1.2 Vakuumspezifische Definitionen .....	6
2.1.3 Reinheitsspezifische Definitionen .....	7
2.1.4 Tribologische Grundbegriffe .....	9
2.1.5 Zusammenfassung Definitionen.....	10
2.2 Berücksichtigung der Partikelemission bei der Auslegung von Betriebsmitteln .....	10
2.3 Anwendungen partikelarmer Vakuumtechnik .....	11
2.3.1 Schadwirkungen partikulärer Kontaminationen.....	11
2.3.2 Reinheitsanforderungen in Industrie und Forschung .....	13
2.4 Partikuläre Kontaminationen .....	13
2.4.1 Ausprägung partikulärer Kontaminationen .....	13
2.4.2 Ursachen unerwünschter Partikel in Vakuumanlagen.....	14
2.5 Zusammenfassung der Ausgangssituation und Aufgabenstellung .....	15
2.5.1 Zusammenfassung der Ausgangssituation .....	15
2.5.2 Aufgabenstellung.....	16
<b>3 Analyse der Randbedingungen und Ableitung der Anforderungen an das Verfahren</b> .....	<b>17</b>
3.1 Kontaminationskritische Partikelgrößen.....	17
3.2 Analyse relevanter Vakuumsysteme.....	18
3.2.1 Typische Vakuumsysteme und Komponenten .....	18

3.2.2	Druck in Vakuumsystemen .....	18
3.2.3	Temperaturen in Vakuumsystemen.....	19
3.2.4	Grundprinzip von automatisierten Vakuumanlagen.....	20
3.2.5	Partikelquellen in Vakuumsystemen .....	21
3.2.6	Vakuuntaugliche Werkstoffe für tribologische Beanspruchung .....	22
3.2.7	Charakterisierung technischer Tribosysteme .....	24
3.2.8	Zusammenfassung der technischen Randbedingungen .....	26
3.3	Generierung, Freisetzung und Ausbreitung von Partikeln im Vakuum.....	27
3.3.1	Grundbedingungen .....	27
3.3.2	Mechanismen der Partikelgenerierung .....	27
3.3.3	Mechanismen der Partikelfreisetzung .....	29
3.3.4	Mechanismen der Partikelausbreitung .....	31
3.3.5	Ausbreitung tribologisch generierter Partikel im Vakuum .....	32
3.3.6	Gesamtprozess.....	35
3.4	Anforderungen an das Verfahren.....	37
3.4.1	Generelle Anforderungen an das zu entwickelnde Verfahren.....	37
3.4.2	Anforderungen an das Vakuumtribometer .....	37
3.4.3	Anforderungen an die Messtechnik zur Partikeldetektion und Verschleißanalyse ....	38
3.4.4	Anforderungen an die Methodik .....	39
<b>4</b>	<b>Ausgewählte technische Lösungen für das Verfahren.....</b>	<b>40</b>
4.1	Prüfstände und Prüfstandkomponenten .....	40
4.2	Messtechnik zur Versuchsauswertung.....	41
4.2.1	Messvoraussetzungen.....	41
4.2.2	Streulichtpartikelzähler .....	41
4.2.3	Rasterelektronenmikroskopie .....	42
4.2.4	Weißlichtinterferometrie .....	42
4.2.5	Gesamteinschätzung.....	43
4.3	Verfügbare Elemente für die Entwicklung einer Methodik.....	43
<b>5</b>	<b>Konzeption und Realisierung des Prüfstands.....</b>	<b>44</b>
5.1	Konzept.....	44
5.2	Vakuumtechnik .....	45
5.3	Einrichtungen zur mechanischen Beanspruchung von Tribosystemen .....	46
5.4	Partikelerfassung.....	51
5.5	Elektrostatische Beeinflussung .....	54
5.6	Temperaturbeeinflussung Reibkörper.....	54
5.7	Reinheitstechnische Gestaltung .....	54

---

5.8	Kontaminationsarme Verknüpfung von Prüfstand, Waferscanner und REM/EDX in Aufstellunggebung Reinraum .....	54
5.9	PC-gestützte Versuchsdurchführung .....	55
5.10	Gesamtdarstellung des Prüfstands .....	55
5.11	Messsystem zur Partikelerfassung auf Detektorwafern .....	56
5.12	Untersuchungen mit dem Rasterelektronenmikroskop .....	57
5.13	Untersuchung mit dem Weißlichtinterferometer .....	57
5.14	Zusammenstellung der Messtechnik .....	57
<b>6</b>	<b>Funktionseigenschaften des Prüfstands .....</b>	<b>58</b>
6.1	Parameter des Vakuumtribometers .....	58
6.2	Funktionen und Funktionsnachweise .....	59
6.2.1	Druck (Vakuum) .....	59
6.2.2	Regelung von Normalkraft, Normalkraftbegrenzung und Stoßgeschwindigkeit .....	59
6.2.3	Bestimmung des partikulären Grundrauschens .....	60
6.2.4	Bestimmung der ortsbezogenen Reproduzierbarkeit .....	65
6.2.5	Maßnahmen zur Minimierung von Störeinflüssen und Gesamteinschätzung des Prüfstands .....	65
<b>7</b>	<b>Methodik zur Bewertung der Freisetzung und Ausbreitung von Partikeln .....</b>	<b>66</b>
7.1	Prinzip der Methodik .....	66
7.2	Systemanalytischer Ansatz .....	68
7.3	Experiment- und modellorientierte tribologische Untersuchungen .....	71
7.4	Erstellung des tribologischen Systems .....	71
7.5	Zielgrößen .....	74
7.5.1	Übersicht .....	74
7.5.2	Ermittlung und Darstellung der reinheitstechnischen Zielgrößen .....	75
7.5.3	Ermittlung tribologischer Zielgrößen .....	86
7.5.4	Verschleißmerkmale .....	89
7.6	Modelle zur Darstellung von Einflussgrößen, Zielgrößen und Zusammenhängen .....	89
7.7	Planung der Versuche .....	91
7.7.1	Allgemein .....	91
7.7.2	Aufgliederung in wesentliche und nichtwesentliche Einflussgrößen .....	91
7.7.3	Beschreibung des Experimentierraums .....	91
7.7.4	Orientierende Versuche .....	91
7.7.5	Orthogonale Versuchsplanung .....	92
7.7.6	Unvollständige orthogonale Versuchsplanung .....	93
7.8	Verifizierung der Versuchsergebnisse .....	93

7.9	Darstellung der Bewertungsmodelle.....	94
<b>8</b>	<b>Durchführung und Auswertung der Versuche.....</b>	<b>95</b>
8.1	Versuchsdurchführung.....	95
8.2	Generelle Untersuchungsmöglichkeiten .....	97
8.3	Durchgeführte Untersuchungen .....	97
8.4	Versuchsergebnisse zur Gleitreibung .....	100
8.4.1	Orientierende Versuche .....	100
8.4.2	Zweistufige orthogonale Versuchspläne .....	114
8.4.3	Mehrstufige Untersuchungen – 1 Faktor.....	134
8.4.4	Zweistufige Untersuchungen für den Faktor Druck (Vakuum) .....	141
8.5	Versuchsergebnisse zu typischen Bewegungsarten .....	143
8.5.1	Stoß Kugel gegen Scheibe.....	143
8.5.2	Stoß Plättchen gegen Waferkante.....	144
8.5.3	Stoß – Gleiten Kugel gegen Scheibe .....	146
8.5.4	Wälzen.....	150
8.6	Ergebnisse spezieller Untersuchungen zur Partikelausbreitung .....	152
8.6.1	Wirksamkeit Partikelfalle.....	152
8.6.2	Messung im Ausbreitungsschatten der Partikelquelle.....	153
8.6.3	Mindestfreisetzungsgeschwindigkeit .....	154
8.6.4	Verteilung der Freisetzungsgeschwindigkeit .....	155
8.6.5	Partikeldichteverteilung im Detektionsumfang.....	157
8.6.6	Elektrisches Feld – 1 Faktor.....	159
8.7	Zusammenfassung der Versuchsergebnisse.....	160
<b>9</b>	<b>Bewertung des Verfahrens .....</b>	<b>166</b>
9.1	Industrielle Anwendbarkeit.....	166
9.2	Erkenntnisse aus den durchgeführten Untersuchungen .....	168
9.3	Schlussfolgerungen für Auslegung und Betrieb von Tribosystemen .....	170
9.4	Ausblick zur reinheitstechnischen Optimierung von Tribosystemen .....	173
<b>10</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick .....</b>	<b>174</b>
<b>11</b>	<b>Literaturverzeichnis.....</b>	<b>180</b>
<b>12</b>	<b>Anhang .....</b>	<b>196</b>

---

## Abkürzungsverzeichnis

### Großbuchstaben

A	[m <sup>2</sup> ]	Fläche
B		Bestimmtheitsmaß der Modellgleichungen
BK		Beanspruchungskollektiv
BK		Bedingungskomplex
CVD		Beschichtungsverfahren - chemische Gasphasenabscheidung
DoE		Design of Experiments (Versuchsplanung)
Edelstahl		Konkrete Bezeichnung – 1.4301X5CrNi18-10 (verwendet für Versuche)
F <sub>G</sub>	[N]	Gewichtskraft
F <sub>N</sub>	[N]	Normalkraft
F <sub>R</sub>	[N]	Reibkraft
F <sub>M</sub>	[N]	Kraft des magnetischen Felds
F <sub>E</sub>	[N]	Kraft des elektrischen Felds
F <sub>VdW</sub>	[N]	Van-der-Waals-Kräfte
F <sub>T</sub>	[N]	Kraft durch Thermophorese
GC/MS		Gaschromatographie/Massenspektrometrie
Kn		Knudsen-Zahl
M <sub>R</sub>	[Nm]	Reibmoment
N		Anzahl der Beanspruchungswiederholungen
PEEK		Polyetheretherketon
PVD		Beschichtungsverfahren - physikalische Gasphasenabscheidung
PTFE		Polytetrafluorethylen
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>		Siliziumnitrid
Sq	[µm]	Quadratischer Mittenrauwert
T <sub>GK</sub>	[°C]	Temperatur Fremderwärmung Gegenkörper
TMP		Turbomolekularpumpe
TS		Tribosystem
U	[V]	Elektrische Spannung

## Abkürzungsverzeichnis

---

V2A/V4A		Kurzbezeichnung für austenitische Chrom-Nickel- (V2A) bzw. Chrom-Nickel-Molybdän- (V4A) Stähle
VP		Versuchsplanung
$V_{\text{Partikel}}$	[mm <sup>3</sup> ]	Volumen freigesetzter Partikel
$V_{\text{Verschleiß}}$	[mm <sup>3</sup> ]	Verschleißvolumen an Reibkörpern
X		Matrix der Einflussgrößen
Y		Matrix der Zielgrößen

### Kleinbuchstaben

a		Koeffizient/Modellparameter
b	[mm]	Breite
$b_{\text{GK}}$	[mm]	Breite der Reibspur an Grundkörper
$d_{\text{Kugel}}$	[mm]	Durchmesser der Kugel (Gegenkörper)
f	[Hz]	Frequenz
$f_{\text{St}}$	[Hz]	Frequenz der Stoßbeanspruchung (Stoßfrequenz)
g	[m/s <sup>2</sup> ]	Fallbeschleunigung
h	[mm]	Höhe
l	[mm]	Länge
n	[Hz]	Drehzahl am Prüfstand
p	[mbar]	Druck im Rezipienten
$r_{\text{Kugel}}$	[mm]	Radius der Kugel (Gegenkörper)
$r_{\text{D}}$	[mm]	Radius der Reibspur an Gegenkörper (Drehradius)
s	[m]	Weg
$s_{\text{Gl}}$	[m]	Gleitweg
$s_y$	[m]	Weg in horizontaler Richtung
$s_z$	[m]	Weg in vertikaler Richtung
$t_{\text{F}}$	[°C]	Temperatur der Fremderwärmung
v	[m/s]	Gleitgeschwindigkeit
$v_0$	[m/s]	Startgeschwindigkeit der Partikel
$v_{\text{Gl}}$	[cm/s]	Gleitschwindigkeit
$v_{\text{St}}$	[cm/s]	Stoßgeschwindigkeit (Aufschlaggeschwindigkeit bei Stoß)
vs.		versus (gegen)
w	[mm]	Wurfweite
x		unabhängige Variable (Einflussgröße der Versuchsplanung)
X		

$\underline{x}$		Vektor der Einflussgrößen (Messung)
$y$		abhängige Variable (Zielgröße der Versuchsplanung)
$\underline{y}$		Vektor der Zielgrößen (Messung/Auswertung)
$\hat{y}$		Zielgröße (geschätzt – Modell)
$\hat{\underline{y}}$		Vektor der Zielgrößen (geschätzt – Modell)

**Griechische Buchstaben**

$\varphi$	[°]	Drehwinkel
$\pi$		Mathematische Konstante mit Anfangszahlenwert 3,141
$\omega$	[1/s]	Winkelgeschwindigkeit
$\varepsilon$		Modellfehler

---

## Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1.1:	Expertenbefragungen zur Partikelproblematik in Vakuumanwendungen .....	4
Abbildung 1.2:	Schritte zur Entwicklung eines Verfahrens zur Bestimmung der Partikelfreisetzung aus Tribosystemen und der Partikelausbreitung im Hochvakuum .....	5
Abbildung 2.1:	Definition Vakuumqualitäten und Zustände, Quelle (Jousten 2010) .....	7
Abbildung 2.2:	branchenspezifische Schäden/Schadwirkungen durch partikuläre Kontaminationen, Quelle: (Bergrath, B., & Bürger, F.), (Brinkmann <i>et al.</i> 2013), (Eisenkrämer <i>et al.</i> 2013), (Esser H. <i>et al.</i> 2013), (Frank <i>et al.</i> 2014), (Gaglin <i>et al.</i> 2014), (Hensel <i>et al.</i> 2013), (Kasperczyk <i>et al.</i> 2015), (Kemps <i>et al.</i> 2013), (Lindenberg R. <i>et al.</i> 2012), (Michalke <i>et al.</i> 2014), (Mitrach <i>et al.</i> 2012), (Müller <i>et al.</i> 2014), (Pollak <i>et al.</i> 2013), (Rohr <i>et al.</i> 2013), (Schleifenbaum <i>et al.</i> 2013), (Schneider <i>et al.</i> 2013), (Schober <i>et al.</i> 2013), (Schulze <i>et al.</i> 2012), (Summer <i>et al.</i> 2012), (Trabert <i>et al.</i> 2012), (Völlinger <i>et al.</i> 2014), (Walter H. <i>et al.</i> 2012) und (Zeugin <i>et al.</i> 2014) .....	12
Abbildung 2.3:	Partikelbilanz in Vakuumsystem .....	14
Abbildung 2.4:	Schritte der Entwicklung und Optimierung reinheitstauglicher Anlagen.....	15
Abbildung 3.1:	Prognosen der Entwicklung von Halbleiterstrukturweiten, Auszug aus (ITRS 2013) .....	17
Abbildung 3.2:	Branchenspezifische kritische Partikelgrößen, Quellen: (Bergrath, B., & Bürger, F.), (Brinkmann <i>et al.</i> 2013), (Eisenkrämer <i>et al.</i> 2013), (Esser H. <i>et al.</i> 2013), (Frank <i>et al.</i> 2014), (Gaglin <i>et al.</i> 2014), (Hensel <i>et al.</i> 2013), (Kasperczyk <i>et al.</i> 2015), (Kemps <i>et al.</i> 2013), (Lindenberg R. <i>et al.</i> 2012), (Michalke <i>et al.</i> 2014), (Mitrach <i>et al.</i> 2012), (Müller <i>et al.</i> 2014), (Pollak <i>et al.</i> 2013), (Rohr <i>et al.</i> 2013), (Schleifenbaum <i>et al.</i> 2013), (Schneider <i>et al.</i> 2013), (Schober <i>et al.</i> 2013), (Schulze <i>et al.</i> 2012), (Summer <i>et al.</i> 2012), (Trabert <i>et al.</i> 2012), (Völlinger <i>et al.</i> 2014) und (Zeugin <i>et al.</i> 2014) .....	18
Abbildung 3.3:	Druckbereiche unterschiedlicher Branchen (Bergrath, B., & Bürger, F.), (Brinkmann <i>et al.</i> 2013), (Eisenkrämer <i>et al.</i> 2013), (Esser H. <i>et al.</i> 2013), (Frank <i>et al.</i> 2014), (Gaglin <i>et al.</i> 2014), (Hensel <i>et al.</i> 2013), (Jousten 2010), (Kasperczyk <i>et al.</i> 2015), (Kemps <i>et al.</i> 2013), (Lindenberg R. <i>et al.</i> 2012), (Michalke <i>et al.</i> 2014), (Mitrach <i>et al.</i> 2012), (Müller <i>et al.</i> 2014), (Pollak <i>et al.</i> 2013), (Rohr <i>et al.</i> 2013), (Schleifenbaum <i>et al.</i> 2013), (Schneider <i>et al.</i> 2013), (Schober <i>et al.</i> 2013), (Schulze <i>et al.</i> 2012), (Summer <i>et al.</i> 2012), (Trabert <i>et al.</i> 2012), (Völlinger <i>et al.</i> 2014), (Walter H. <i>et al.</i> 2012) und (Zeugin <i>et al.</i> 2014) .....	19
Abbildung 3.4:	Temperaturbereiche in Branchen, Quellen: (Eisenkrämer <i>et al.</i> 2013), (Kemps <i>et al.</i> 2013), (Lindenberg R. <i>et al.</i> 2012), (Michalke <i>et al.</i> 2014),	

	(Mitrach <i>et al.</i> 2012), (Schneider <i>et al.</i> 2013), (Summer <i>et al.</i> 2012) und (Zeugin <i>et al.</i> 2014) .....	19
Abbildung 3.5:	Schematische Darstellung einer Fertigungsanlage der Mikrochipindustrie im Schnitt.....	21
Abbildung 3.6:	Schematische Darstellung einer Fertigungsanlage der Mikrochipindustrie mit Markierung von typischen Reibstellen als Draufsicht.....	22
Abbildung 3.7:	Typische Werkstoffe der Halbleiterindustrie und Besonderheiten in ausgewählten Branchen mit Beispielen für deren Einsatz, Quellen: (Bergrath, B., & Bürger, F.), (Brinkmann <i>et al.</i> 2013), (Eisenkrämer <i>et al.</i> 2013), (Esser H. <i>et al.</i> 2013), (Frank <i>et al.</i> 2014), (Gaglin <i>et al.</i> 2014), (Hensel <i>et al.</i> 2013), (Kasperczyk <i>et al.</i> 2015), (Kemps <i>et al.</i> 2013), (Lindenberg R. <i>et al.</i> 2012), (Michalke <i>et al.</i> 2014), (Mitrach <i>et al.</i> 2012), (Müller <i>et al.</i> 2014), (Pollak <i>et al.</i> 2013), (Rohr <i>et al.</i> 2013), (Schleifenbaum <i>et al.</i> 2013), (Schneider <i>et al.</i> 2013), (Schober <i>et al.</i> 2013), (Schulze <i>et al.</i> 2012), (Summer <i>et al.</i> 2012), (Trabert <i>et al.</i> 2012), (Völlinger <i>et al.</i> 2014), (Walter H. <i>et al.</i> 2012) und (Zeugin <i>et al.</i> 2014).....	23
Abbildung 3.8:	Typische Tribosysteme der Mikrochipindustrie mit Bewegungsformen und wirkenden Kräften, Quellen der Fotos linke Seite (von oben nach unten): VAT AG, Brooks Automation Jena GmbH, Entegris AG, Brooks Automation Jena GmbH .....	24
Abbildung 3.9:	Kraftwirkungen und Pressungen an Ablageelementen von Wafern und Fotolithografiemasken .....	25
Abbildung 3.10:	Pressung an unterschiedlichen Kantenprofilen bei der Ablage und Justierung von Wafern in der Halbleiterindustrie.....	26
Abbildung 3.11:	Mechanismen der Partikelgenerierung bei Gleitreibung und Stoß an Kugel/Scheibe .....	28
Abbildung 3.12:	Schematische Darstellung, Bereiche der Generierung, Umwandlung und Depotbildung von Partikeln an Lineargleitlagern.....	29
Abbildung 3.13:	Haftwirkungen an Partikeln auf Oberflächen nach (Haas U. 2002), (Kreck. G. <i>et al.</i> 2008) und (Mortimer <i>et al.</i> 2003) .....	30
Abbildung 3.14:	Schematische Darstellung der Partikelausbreitung in atmosphärischer Verdrängungsströmung (links) und im Hochvakuum (rechts) .....	32
Abbildung 3.15:	Kraftwirkungen auf freigesetzte Partikel im Vakuum.....	33
Abbildung 3.16:	Einteilung in Vakuumbereiche nach Asbach (Asbach <i>et al.</i> 2005) und Fissan (Fissan <i>et al.</i> 2012), Erweiterung: Kennzeichnung des technisch relevanten Bereichs blau schraffiert aus den Abbildungen 3.2 und 3.3 .....	34
Abbildung 3.17:	Wirkungen bei der Ausbreitung tribologisch generierter Partikel, Quelle für externe Kräfte und Wechselwirkungen mit Gasteilchen nach Fissan (Fissan <i>et al.</i> 2012) .....	35
Abbildung 3.18:	Gesamtprozess von der Entstehung bis zur Ablagerung der Partikel im Vakuum.....	36

Abbildung 3.19:	Anforderungen an das Vakuumtribometer .....	38
Abbildung 3.20:	Anforderungen an die externe Messtechnik, Datenaufbereitung und Speicherung .....	39
Abbildung 5.1:	Schematische Darstellung des Rezipienten mit wesentlichen Komponenten des Vakuumsystems.....	46
Abbildung 5.2:	Innenraum Rezipient – mit wesentlichen Funktionseinheiten (Zeichnung) .....	46
Abbildung 5.3:	Prinzip der magnetischen Kraftübertragung an Linear- und Dreheinheit.....	47
Abbildung 5.4:	Krafteinleiteinheit mit Sensoren zur Messung von Normal- und Reibkraft.....	48
Abbildung 5.5:	Mögliche Bewegungsarten, Reibscenarien und Reibbeanspruchungen am Vakuumtribometer .....	48
Abbildung 5.6:	Verschiedene Befestigungselemente für verschiedene Reibkörper, Kombinationen.....	49
Abbildung 5.7:	Anordnung von Dreh- und Lineareinheit zum Kantenklopfen.....	50
Abbildung 5.8:	Anordnung für die Untersuchung von Radialwälzlagern .....	50
Abbildung 5.9:	Anordnung der Detektorwafer um die Reibstelle .....	51
Abbildung 5.10:	Symmetrische Anordnung der Detektorwafer um Reibstelle .....	52
Abbildung 5.11:	Innenraum Rezipient – mit wesentlichen Funktionseinheiten (Foto).....	53
Abbildung 5.12:	Partikelblende als Richtungsfilter zur Untersuchung der Partikelfreisetzung – Richtung und Geschwindigkeit (zwei verschließbare Austrittsspalten) .....	53
Abbildung 5.13:	Multifunktionaler Prüfstand - Vakuumtribometer und Waferscanner im Reinraum.....	56
Abbildung 5.14:	Übersicht der Mess- und Analysetechnik für Partikel und Verschleiß.....	57
Abbildung 6.1:	Einstellbare Parameter der tribologischen Beanspruchung am Vakuumtribometer .....	58
Abbildung 6.2:	Dauer zur Erreichung definierter Drücke (links), Konstanz der Drücke über die Zeit nach Druckstabilisierung (rechts).....	59
Abbildung 6.3:	Verläufe eingestellter Normalkräfte bei unterschiedlichen Gleitgeschwindigkeiten des Tribosystems Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl- Scheibe.....	60
Abbildung 6.4:	Verlauf eingestellter Normalkraftbegrenzung und Auftreffgeschwindigkeit beim Stoßen (links) und beim Stoß-Gleiten (rechts) für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/ Edelstahl-Scheibe .....	60
Abbildung 6.5:	Schematische Darstellung der Überlagerung von Partikeln in den Schritten der Versuchsdurchführung und Messwerterfassung als Zufallsverteilung.....	61
Abbildung 6.6:	Wiederholte Partikelmessung an einem Detektorwafer mit Streulichtpartikelzähler .....	62
Abbildung 6.7:	Relative Standardabweichung (bezogen auf den jeweiligen Mittelwert) bei der Partikeldetektion mit Streulichtpartikelzähler für vier Partikeldichten aus jeweils 100 Wiederholungsmessungen.....	63

---

Abbildung 6.8:	Zuwachs der Partikelanzahl im Größenbereich 0,1 bis 63 $\mu\text{m}$ für die acht Positionen der Detektorwafer im Vakuumtribometer für verschiedene Untersuchungsbedingungen.....	64
Abbildung 7.1:	Vorauswahl (links) und Optimierung eines geeigneten Tribosystems (rechts) .....	66
Abbildung 7.2:	Ablaufplan der Methodik.....	67
Abbildung 7.3:	Transformation von Einflussgrößen in Zielgrößen eines Tribosystems.....	69
Abbildung 7.4:	Funktionsgebirge mit mehrdimensionalen Abhängigkeiten .....	70
Abbildung 7.5:	Matrizendarstellung der Transformation von Einflussgrößenwerten eines Versuchsplans in Zielgrößenwerte eines Tribosystems.....	71
Abbildung 7.6:	Einflussgrößen und Zielgrößen eines Tribosystems im Hochvakuum .....	73
Abbildung 7.7:	Aufteilung der Partikelströme im Vakuumtribometer ausgehend von einem Tribosystem .....	76
Abbildung 7.8:	Prinzip der räumlichen Partikelverteilung ausgehend von der planaren Partikelerfassung.....	78
Abbildung 7.9:	Visualisierung der Partikelausbreitung mit Bezug (Ortsvektoren) zur Reibstelle im Zentrum (Tribosystem Edelstahl-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung).....	79
Abbildung 7.10:	Gesamtanzahl freigesetzter Partikel nach Detektorwaferpositionen .....	80
Abbildung 7.11:	Ausbreitungskennzahl (Partikelanzahl auf „Detektorwafer unten / Gesamtanzahl der freigesetzten Partikel) in Abhängigkeit der Partikelgröße .....	81
Abbildung 7.12:	Bestimmung der Partikelhäufigkeitsdichte - Feld mit variablen Abmaßen und Position (Detektorwafer unterhalb Reibstelle – Draufsicht).....	82
Abbildung 7.13:	Aufteilung der vier in der Reibebene um die Partikelquelle liegenden Detektorwafer in 24 Felder gleicher Breite und dazugehörige Partikeldichteverteilung .....	83
Abbildung 7.14:	Modell zur Bestimmung der Mindestfreisetzungsgeschwindigkeit von Partikeln bei Gleitreibung Kugel/Scheibe.....	84
Abbildung 7.15:	Modell zur Bestimmung der Startgeschwindigkeit von Partikeln an Tribosystemen auf der Basis horizontaler Wurf bei Gleitreibung Kugel/Scheibe .....	86
Abbildung 7.16:	Schritte der Verschleißbestimmung an Grundkörpern bei Gleitreibung .....	88
Abbildung 7.17:	Strategien zur systematischen Zuordnung von Zielgrößen/Merkmalprägungen .....	90
Abbildung 7.18:	Konkurrierende Tribosysteme bei minimaler und maximaler Beanspruchung.....	92
Abbildung 7.19:	Vollständige orthogonale Versuchsplanung für Gleitreibung an einem Tribosystem für drei wesentliche Einflussgrößen .....	92
Abbildung 7.20:	Unvollständige orthogonale Versuchsplanung für Gleitreibung an einem Tribosystem für vier wesentliche Einflussgrößen .....	93

Abbildung 7.21:	Transformation normierter Größen in reale Größen.....	94
Abbildung 8.1:	Abfolge der Versuchsdurchführung.....	95
Abbildung 8.2:	Quadratische Mittenrauwerte der Gegenkörper (Kugeln) vor der tribologischen Beanspruchung – Anfangsrauheit.....	96
Abbildung 8.3:	Quadratische Mittenrauwerte der Grundkörper (Scheiben) vor der tribologischen Beanspruchung - Anfangsrauheit.....	96
Abbildung 8.4:	Übersicht über durchgeführte Untersuchungen bei Gleitreibung (Modellpaarung Kugel/Scheibe).....	98
Abbildung 8.5:	Übersicht über durchgeführte spezielle Untersuchungen zu Bewegungsarten.....	99
Abbildung 8.6:	Übersicht durchgeführte Untersuchungen zu Besonderheiten der Partikelausbreitung .....	100
Abbildung 8.7:	Gesamtanzahl freigesetzter Partikel bei Gleitreibung für vier Tribosysteme unterschiedlicher Werkstoffkombinationen (Kugel/Scheibe) bei gleicher Beanspruchung.....	102
Abbildung 8.8:	Gesamtanzahl freigesetzter Partikel bei Gleitreibung für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei unterschiedlichen Bedingungskomplexen.....	102
Abbildung 8.9:	Gesamtanzahl freigesetzter Partikel bei Gleitreibung für das Tribosystem Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe bei unterschiedlichen Bedingungskomplexen.....	103
Abbildung 8.10:	Verteilung der Größenhäufigkeit freigesetzter Partikel bei Gleitreibung für vier Tribosysteme unterschiedlicher Werkstoffkombinationen (Kugel-Scheibe) bei gleicher Beanspruchung.....	103
Abbildung 8.11:	Verteilung der Größenhäufigkeit freigesetzter Partikel bei Gleitreibung für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei vier Bedingungskomplexen.....	104
Abbildung 8.12:	Verteilung der Größenhäufigkeit freigesetzter Partikel bei Gleitreibung für das Tribosystem Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe bei vier Bedingungskomplexen.....	104
Abbildung 8.13:	Verteilung der Volumenanteile freigesetzter Partikel bei Gleitreibung für vier Tribosysteme unterschiedlicher Werkstoffkombinationen (Kugel-Scheibe) bei gleicher Beanspruchung.....	105
Abbildung 8.14:	Verteilung der Volumenanteile freigesetzter Partikel bei Gleitreibung für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei vier Bedingungskomplexen.....	105
Abbildung 8.15:	Verteilung der Volumenanteile freigesetzter Partikel bei Gleitreibung für das Tribosystem Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe bei vier Bedingungskomplexen.....	106
Abbildung 8.16:	Rasterelektronenmikroskopaufnahmen – Reibstelle Gegenkörper des Tribosystems Edelstahl-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung.....	107

Abbildung 8.17:	Rasterelektronenmikroskopaufnahmen – Reibspur Grundkörper des Tribosystems Edelstahl-Kugel/Edelstahl -Scheibe bei Gleitreibung.....	108
Abbildung 8.18:	Visualisierung der räumlichen Partikelausbreitung mit Bezug zur Anordnung der acht Detektorwafer, Ortsvektoren (nicht Flugbahnen) ausgehend von Reibstelle im Zentrum, Tribosystem: Edelstahl-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung.....	110
Abbildung 8.19:	Räumliche Verteilung der Partikel (Anzahl) bei Gleitreibung mit Bezug zu den Positionen der acht Detektorwafer für vier Tribosysteme (verschiedene Werkstoffkombinationen) bei gleicher Beanspruchung .....	111
Abbildung 8.20:	Räumliche Verteilung der relativen Partikeldichte (quadratischer Abstand/Flächendichte) bei Gleitreibung mit Bezug zu den Positionen der acht Detektorwafer für vier Tribosysteme bei gleicher Beanspruchung .....	112
Abbildung 8.21:	Ausbreitungskennzahl bei Gleitreibung für zwei Tribosysteme unterschiedlicher Werkstoffkombinationen (Kugel-Scheibe) bei gleicher Beanspruchung.....	113
Abbildung 8.22:	Modellermittlung für Zielgröße Gesamtanzahl der Partikel $0,1$ bis $\geq 63 \mu\text{m}$ (Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit), Tribosystem Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe.....	115
Abbildung 8.23:	Modellgleichungen für unterschiedliche Zielgrößen ermittelt aus vollständigem, orthogonalem Versuchsplan, Tribosystem Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe.....	116
Abbildung 8.24:	Modellgleichungen für unterschiedliche Zielgrößen ermittelt aus vollständigem, orthogonalem Versuchsplan, Tribosystem Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe.....	118
Abbildung 8.25:	Modellermittlung für Zielgröße – Gesamtanzahl Partikel $0,1$ bis $\geq 63 \mu\text{m}$ (Normalkraft, Anfangsrauheit), Tribosystem Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe.....	119
Abbildung 8.26:	Rasterelektronenmikroskopaufnahmen – Reibstelle Gegenkörper des Tribosystems Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe bei Gleitreibung.....	120
Abbildung 8.27:	Rasterelektronenmikroskopaufnahmen – Reibspur Grundkörper des Tribosystems Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe bei Gleitreibung.....	121
Abbildung 8.28:	Modellgleichungen für unterschiedliche Zielgrößen ermittelt aus vollständigem, orthogonalem Versuchsplan, Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung.....	124
Abbildung 8.29:	Modellermittlung für die Zielgröße – Gesamtanzahl Partikel $0,1$ bis $\geq 63 \mu\text{m}$ (Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit, Anfangsrauheit), Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung .....	125
Abbildung 8.30:	Rasterelektronenmikroskopaufnahmen – Reibbereiche Gegenkörper des Tribosystems Silizium-Kugel/Edelstahl -Scheibe bei Gleitreibung .....	126
Abbildung 8.31:	Rasterelektronenmikroskopaufnahmen – Reibbereiche Grundkörper des Tribosystems Silizium-Kugel/Edelstahl –Scheibe bei Gleitreibung .....	127

Abbildung 8.32:	Modellgleichungen für unterschiedliche Zielgrößen ermittelt aus unvollständigem, orthogonalem Versuchsplan ( $x_4$ anstatt Wechselwirkung $a_7x_1x_2x_3$ ), Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung .....	129
Abbildung 8.33:	Modellermittlung für Zielgröße – Gesamtanzahl Partikel 0,1 bis > 63 $\mu\text{m}$ auf (Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit, Anfangsrauheit, Temperaturbeeinflussung), Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung.....	130
Abbildung 8.34:	Rasterelektronenmikroskopaufnahmen – Reibbereiche Gegenkörper bei Gleitreibung des Tribosystems Silizium-Kugel/Edelstahl -Scheibe , Temperatur der Fremderwärmung des Gegenkörpers 80°C .....	131
Abbildung 8.35:	Rasterelektronenmikroskopaufnahmen – Reibspur Grundkörper bei Gleitreibung des Tribosystems Silizium-Kugel/Edelstahl -Scheibe , Temperatur der Fremderwärmung des Gegenkörpers 80°C (Darstellung I) .....	132
Abbildung 8.36:	Rasterelektronenmikroskopaufnahmen – Reibbereiche Grundkörper bei Gleitreibung des Tribosystems Silizium-Kugel/Edelstahl -Scheibe , Temperatur der Fremderwärmung des Gegenkörpers 80°C (Darstellung II) .....	133
Abbildung 8.37:	Regressionsfunktionen für den Zusammenhang von Gesamtanzahl der Partikel und Normalkraft für verschiedene Partikelgrößenklassen für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung .....	135
Abbildung 8.38:	Regressionsfunktionen für den Zusammenhang von Gesamtanzahl der Partikel und Normalkraft für verschiedene Partikelgrößenklassen für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung .....	135
Abbildung 8.39:	Verteilung der Größenhäufigkeit freigesetzter Partikel in Abhängigkeit der Normalkraft für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung .....	136
Abbildung 8.40:	Volumenanteile für unterschiedliche Partikelgrößen in Abhängigkeit der Normalkraft für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung .....	136
Abbildung 8.41:	Räumliche Verteilung der relativen Partikeldichte mit Bezug zu den Positionen der acht Detektorwafer in Abhängigkeit der Normalkraft für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung .....	137
Abbildung 8.42:	Ausbreitungskennzahl in Abhängigkeit der Normalkraft für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung .....	138
Abbildung 8.43:	Regressionsfunktion für den Zusammenhang von Beanspruchungswiederholung und Gesamtanzahl der Partikel für unterschiedliche Größenklassen für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung.....	139
Abbildung 8.44:	Größenverteilung der Partikel in Abhängigkeit der Beanspruchungswiederholung für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung.....	139

Abbildung 8.45:	Volumenanteile für unterschiedliche Partikelgrößen in Abhängigkeit der Beanspruchungswiederholungen für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung.....	140
Abbildung 8.46:	Ausbreitungskennzahl in Abhängigkeit der Beanspruchungswiederholung für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung .....	140
Abbildung 8.47:	Gesamtanzahl der Partikel in Abhängigkeit des Drucks (Vakuum) für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung .....	141
Abbildung 8.48:	Partikelgrößenverteilung in Abhängigkeit des Drucks (Vakuum) für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung .....	142
Abbildung 8.49:	Ausbreitungskennzahl in Abhängigkeit des Drucks (Vakuum) für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung .....	142
Abbildung 8.50:	Rasterelektronenmikroskopaufnahmen - Darstellung der Stoßkontaktflächen, links Siliziumnitrid-Kugel gegen Edelstahl-Scheibe, rechts PEEK-Kugel gegen Siliziumwafer mit Fadenkreuz, aus Abbildung 8.51 .....	143
Abbildung 8.51:	Stoß Kugel gegen Scheibe, durchschnittliche Partikelgesamtanzahl auf 8 Detektorwafern für unterschiedliche Werkstoffkombinationen .....	144
Abbildung 8.52:	Gesamtanzahl der Partikel für Stoß, PEEK-Plättchen gegen Kante-Siliziumwafer im Vergleich zu PEEK-Kugel gegen Fläche-Siliziumwafer.....	145
Abbildung 8.53:	Rasterelektronenmikroskopaufnahmen - Darstellung der Stoßkontaktfläche an Kante-Siliziumwafer, Abrieb vom PEEK-Plättchen.....	145
Abbildung 8.54:	Gesamtanzahl der Partikel für die kombinierte Bewegungsart Stoß-Gleiten zweier Tribosysteme .....	147
Abbildung 8.55:	Gesamtanzahl der Partikel für die kombinierte Bewegungsart Stoß-Gleiten eines Tribosystems.....	147
Abbildung 8.56:	Partikelgrößenverteilung - in Abhängigkeit der Versuchswiederholungen für die kombinierte Bewegungsart Stoß-Gleiten eines Tribosystems .....	148
Abbildung 8.57:	Ausbreitungskennzahl in Abhängigkeit der Partikelgröße bei Gleitreibung für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Quarzglas-Scheibe.....	148
Abbildung 8.58:	Rasterelektronenmikroskopaufnahmen - Darstellung der Reibstellen bei Stoß-Gleiten für das Tribosystem Quarzglas-Scheibe/Siliziumnitrid-Kugel ....	149
Abbildung 8.59:	Gesamtanzahl der Partikel, Vergleich zweier Rillenkugellager bei gleicher Beanspruchung.....	150
Abbildung 8.60:	Größenverteilung der Partikel, Vergleich zweier Rillenkugellager bei gleicher Beanspruchung.....	151
Abbildung 8.61:	Ausbreitungskennzahl in Abhängigkeit der Partikelgröße, Vergleich zweier Rillenkugellager bei gleicher Beanspruchung .....	151
Abbildung 8.62:	Gesamtanzahl der Partikel, Vergleich mit und ohne Partikelfalle bei gleicher Beanspruchung.....	152

Abbildung 8.63:	Gesamtanzahl der Partikel, Vergleich Detektion Partikelquelle zu- und abgewandt .....	153
Abbildung 8.64:	Anteile der freigesetzten Partikel auf oberem Detektorwafer in Abhängigkeit der Mindestgeschwindigkeit, Trendbestimmung durch lineare Regression.....	154
Abbildung 8.65:	Verteilung der Freisetzungsgeschwindigkeit der Partikel für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe für verschiedene Größenklassen bei Gleitreibung.....	156
Abbildung 8.66:	Verteilung der Freisetzungsgeschwindigkeit der Partikel für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Quarzglas-Scheibe für verschiedene Größenklassen bei Gleitreibung.....	156
Abbildung 8.67:	Partikeldichteverteilung über den Detektionsumfang der Reibebene für das Tribosystem Edelstahl-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleiten, Vergleich Rechts-/Linkslauf.....	157
Abbildung 8.68:	Partikeldichteverteilung im Detektionsumfang der Reibebene für das Tribosystem Edelstahl-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung, für zwei Größenklassen.....	158
Abbildung 8.69:	Partikeldichteverteilung im Detektionsumfang der Reibebene für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Quarzglas-Scheibe bei Stoß-Gleitreibung für zwei Größenklassen .....	159
Abbildung 8.70:	Partikelanteile auf oberem Detektorwafer für zwei Werkstoffkombinationen bei Gleitreibung, Vergleich mit und ohne elektrisches Feld .....	160
Abbildung 9.1:	Zusammenfassung der wesentlichen Elemente des Verfahrens .....	167
Abbildung 9.2:	Modell zur Partikelausbreitung und Minimierung der Schadwirkung durch Partikel im Hochvakuum .....	172
Abbildung 9.3:	Vergleich experimentell – und durch Modelle ermittelte Werte für Zielgrößen.....	173
Abbildung 12.1:	Rasterelektronenmikroskopaufnahmen von Edelstahlpartikeln auf Detektorwafern ausgehend vom Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe.....	196
Abbildung 12.2:	Hertz'sche Pressung [MPa] für verschiedene Tribosysteme bei FN = 2 N .....	197
Abbildung 12.3:	Hertz'sche Pressung [MPa] für verschiedene Tribosysteme bei FN = 5 N .....	197
Abbildung 12.4:	Hertz'sche Pressung [MPa] für verschiedene Tribosysteme bei FN = 10 N .....	197
Abbildung 12.5:	Hertz'sche Pressung [MPa] für verschiedene Tribosysteme bei FN = 15 N .....	197
Abbildung 12.6:	Berechnungsbeispiel zur statistischen Versuchsplanung für die Zielgröße Gesamtpartikelanzahl aus Kapitel 8.4.2 mit drei Einflussgrößen 1/5.....	198
Abbildung 12.7:	Berechnungsbeispiel zur statistischen Versuchsplanung für die Zielgröße Gesamtpartikelanzahl aus Kapitel 8.4.2 mit drei Einflussgrößen 2/5.....	199
Abbildung 12.8:	Berechnungsbeispiel zur statistischen Versuchsplanung für die Zielgröße Gesamtpartikelanzahl aus Kapitel 8.4.2 mit drei Einflussgrößen 3/5.....	200

---

Abbildung 12.9: Berechnungsbeispiel zur statistischen Versuchsplanung für die Zielgröße Gesamtpartikelanzahl aus Kapitel 8.4.2 mit drei Einflussgrößen 4/5.....	201
Abbildung 12.10: Berechnungsbeispiel zur statistischen Versuchsplanung für die Zielgröße Gesamtpartikelanzahl aus Kapitel 8.4.2 mit drei Einflussgrößen 5/5.....	202
Abbildung 12.11: Datenbasis für Versuchsplan – 2 Faktoren (Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit).....	203
Abbildung 12.12: Datenbasis für Versuchsplan – 2 Faktoren (Normalkraft, Anfangsrauheit) .....	204
Abbildung 12.13: Datenbasis I/II für Versuchsplan – 3 Faktoren (Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit, Anfangsrauheit) .....	205
Abbildung 12.14: Datenbasis II/II für Versuchsplan – 3 Faktoren (Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit, Anfangsrauheit) .....	206
Abbildung 12.15: Datenbasis I/II für Versuchsplan – 4 Faktoren (Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit, Anfangsrauheit, Fremderwärmung).....	207
Abbildung 12.16: Datenbasis II/II für Versuchsplan – 4 Faktoren (Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit, Anfangsrauheit, Fremderwärmung).....	208
Abbildung 12.17: Zusammenstellung der Bedienoberfläche am Vakuumtribometer .....	209



---

# 1 Einleitung

## 1.1 Problemstellung

Die Beherrschung partikulärer Kontaminationen in Hochvakuumsystemen, verursacht durch tribotechnische Systeme (Tribosysteme), ist für wesentliche Hochtechnologiebereiche von zunehmender Bedeutung (Asbach *et al.* 2008), (Christof *et al.* 2007), (Dedrick *et al.* 2005a), (Eisenkrämer *et al.* 2013), (Fissan *et al.* 2012), (O’Hanlon *et al.* 1992), (Kim *et al.* 2006b), (Kohli *et al.* 2008), (Lindenberg *et al.* 2012) und (Mitrach *et al.* 2012). Das Schadenspotenzial durch partikuläre Kontamination ist beträchtlich (Brinkmann *et al.* 2013), (Eisenkrämer *et al.* 2013), (Hensel *et al.* 2013), (Kasperczyk *et al.* 2015), (Kemps *et al.* 2013), (Lindenberg *et al.* 2012), (Michalke *et al.* 2014), (Mitrach *et al.* 2012), (Müller *et al.* 2014), (Rohr *et al.* 2013), (Schleifenbaum *et al.* 2013), (Schneider *et al.* 2013), (Schober *et al.* 2013) und (Zeugin *et al.* 2014). Demgegenüber sind die komplexen Zusammenhänge zwischen tribologischen Bedingungen, tribologischer Beanspruchung, Verschleiß, Partikelgenerierung (Fissan *et al.* 2012), Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung im Hochvakuum, die in dieser Abfolge zu Schadwirkungen führen können, bisher wenig erforscht. Die wesentlichen Unterschiede im Vergleich zu atmosphärischen Bedingungen sind fehlende Feuchtigkeitsfilme auf Oberflächen, keine Neubildung von Oxidschichten und die geringe Anzahl von Restgasteilchen. Aufgrund dieser Unterschiede können bestehende Erkenntnisse und Optimierungsansätze, die für atmosphärische Bedingungen gelten, nicht auf das Hochvakuum übertragen werden.

Die Anzahl tribotechnischer Systeme innerhalb der Hochvakuumanlagen steigt mit der Anzahl der mechatronischen Systeme aufgrund der zunehmenden Verkettung und Komplexität der Hochvakuumsysteme. Den idealen reinheitstechnischen Bedingungen im Hochvakuum steht somit eine Vielzahl potenzieller Partikelquellen gegenüber, die durch die tribologischen Systeme der hochvakuumsystemischen Ausrüstung verursacht werden (Bergrath *et al.* 2012), (Brinkmann *et al.* 2013), (Eisenkrämer *et al.* 2013), (Fissan *et al.* 2012), (Hensel *et al.* 2013), (Kasperczyk *et al.* 2015), (Kemps *et al.* 2013), (Michalke *et al.* 2014), (Mitrach *et al.* 2012), (Pollak *et al.* 2013), (Rohr *et al.* 2013), (Schleifenbaum *et al.* 2013), (Schneider *et al.* 2013), (Schober *et al.* 2013), (Schulze *et al.* 2012), (Summer *et al.* 2012), (Völlinger *et al.* 2014) und (Zeugin *et al.* 2014). Außerdem interagieren Endeffektoren mechatronischer Systeme mit Produkten (Wafer, Fotomasken, Glassubstrate), wobei ebenfalls Reibvorgänge mit Partikelfreisetzung auftreten (Frank *et al.* 2014), (Gaglin *et al.* 2014), (Kemps *et al.* 2013), (Lindenberg *et al.* 2012), (Mitrach *et al.* 2012), (Schneider *et al.* 2013) und (Walter *et al.* 2012).

Die Beherrschung der Partikelquellen ist die Voraussetzung für die Effizienz (geringe Ausschussraten) und die Betriebssicherheit von Hochtechnologien, insbesondere in den Bereichen Chipherstellung (Crean *et al.* 2012), (Barth 2015), (May *et al.* 2006) und (Potter 2015), Displayfertigung, (Ouellette 1997), (Lindenberg *et al.* 2012) und (Schneider *et al.* 2013), Photovoltaik (Bürger *et al.* 2011a), (Kasperczyk *et al.* 2015), (Schneider *et al.* 2013) und (Summer *et al.* 2012), Optik (Eisenkrämer *et al.* 2013) und (Ouellette 1997), Elementarteilchenforschung (Brinkmann *et al.* 2010), (Brinkmann *et al.* 2004), (Brinkmann *et al.* 2008), (Brinkmann *et al.* 2013), (Reschke 2005), (Stephan *et al.* 2008), (Isev 2012), (Reschke 2004) und (Reschke *et al.* 2007) und Raumfahrt (Hensel *et al.* 2013), (Müller *et al.* 2014), (Rohr *et al.* 2013) und (Schleifenbaum *et al.* 2013).

Ohne die Beherrschung der Partikelquellen lassen sich beispielsweise angestrebte Integrationsdichten von Schaltkreisen und hochauflösenden Funktionsdisplays (Mobiltelefone, „Tablets“) nicht realisieren.

Die Entwicklung und Optimierung tribotechnischer Systeme für hochreine Vakuumanwendungen setzen die Kenntnis der Zusammenhänge zwischen tribologischen Bedingungen, tribologischer Beanspruchung, Verschleiß, Partikelgenerierung, Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung voraus. Die zur Ermittlung und Bewertung dieser Zusammenhänge notwendigen Technik, Verfahren und Methoden stehen dafür jedoch nicht in integrierter Form zur Verfügung.

### 1.2 Verfügbare Forschungsergebnisse

Die Partikelproblematik in Hochtechnologien mit Vakuumtechnik hat trotz ihrer hohen Bedeutung noch nicht zu einer eigenständigen Fachdisziplin geführt. In Fachbüchern der Reinigungstechnologien (Kohli *et al.* 2008), Reinraumtechnik (Gail *et al.* 2012), Vakuumtechnik (Jousten 2010), Tribologie (Czichos *et al.* 2010) wird auf die Problematik und das Schadenspotenzial durch Partikel unter unterschiedlichen Aspekten hingewiesen.

Literatur mit einer systematischen Darstellung der Zusammenhänge zwischen Vakuumtribologie, Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung ließ sich nicht ermitteln. Die Notwendigkeit einer zusammenhängenden Darstellung kommt in der Arbeit von Gommel (Gommel 2005) für atmosphärische Bedingungen zum Ausdruck. In diesen Untersuchungen wird der Zusammenhang zwischen Tribologie und Partikelfreisetzung unter Reinraumbedingungen untersucht. Mit dieser Arbeit wurden die Grundlagen für die Richtlinie VDI 2083 Blatt 17 geschaffen. Auf diese und die Richtlinie VDI 2083 Blatt 9.1 sowie die Norm DIN EN ISO 14644-14-Draft kann für Vakuumbedingungen nur bedingt zurückgegriffen werden. Für Vakuumbedingungen besteht der Bedarf, ein vergleichbares Regelwerk zu erstellen.

Untersuchungen zu Partikelfreisetzung und Erfassung im Vakuum sind in (Dowson *et al.* 1992) und (Kohli *et al.* 2008) enthalten. In (Kato 2008), (Mizumoto *et al.* 1990) und (Mizumoto *et al.* 1992) sind Untersuchungen zur Erzeugung von Partikeln im Vakuum beschrieben. Durch Kratzen mit extrem harten Nadeln (Diamant, Saphir, Siliziumcarbit, Wolframcarbit) auf Edelstahloberflächen mit erfassten Eindringtiefen werden Partikel erzeugt, auf einer Siliziumscheibe abgeschieden und mit einem Streulichtpartikelzähler untersucht. Die Ergebnisse der mit dem Streulichtpartikelzähler erfassten Partikel werden hinsichtlich Anzahl und Größenverteilung bewertet. Der Bezug zu üblichen tribologischen Beanspruchungen wird nicht hergestellt. Voraussetzungen und Betrachtungen zur Untersuchung der Partikelausbreitung sind nicht enthalten. Die Untersuchungen enthalten Anhaltspunkte zur Entwicklung eines Prüfstands gemäß Themenstellung der vorliegenden Arbeit.

(Maeba *et al.* 1990) und (Minamigawa *et al.* 1989) enthalten eine ähnliche Versuchsanordnung wie (Kato 2008) und (Mizumoto *et al.* 1992). Beansprucht werden Kugellager unterschiedlicher Werkstoffe unter Vakuumbedingungen bei vertikaler Drehachse. Freigesetzte Partikel werden ausschließlich mit Wafern unterhalb der Drehachse aufgefangen und hinsichtlich ihrer Anzahl unter Bezug zu Druck (Vakuum) und Drehzahl ausgewertet.

In (Meunier *et al.* 2005), (Watanabe *et al.* 2004) und (Xing-Dong Yuana *et al.* 2010) sind unterschiedliche Vakuumtribometer beschrieben. In (Gradt 2010) werden Ultrahochvakuumtribometer (BAM Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung, Berlin; Eeole Centrale de Lyon, Martin *et al.* 1999) für Gleitreibung vorgestellt. Diese Tribometer zeichnen sich durch integrierte Systeme bei nicht unterbrochenen Vakuumbedingungen zur Probenpräparation (z. B. Oberflächenreinigung durch Ar-Sputtern) und Probenanalyse (z. B. mittels Elektronenstreuung und Rasterkraftmikroskop) aus.

Das im Vorfeld vom Verfasser der vorliegenden Arbeit entwickelte Vakuumtribometer (Bürger *et al.* 2011c) und (Weihnacht *et al.* 2009 bis 2011) eignet sich zur Untersuchung des Partikelabgabeverhaltens von Werkstoffpaarungen bei Gleitreibung (Kugel/Scheibe). Die Erfassung freigesetzter Partikel erfolgte mit einem Detektorwafer unterhalb der Reibstelle. Die Funktionstüchtigkeit wurde anhand von Testversuchen bei definierten tribologischen Bedingungen nachgewiesen.

Zahlreiche Veröffentlichungen enthalten tribologische Untersuchungen unter Vakuumbedingungen ohne Berücksichtigung des partikulären Verhaltens, z. B. (Goto *et al.* 2002), (Miyoshi 1999), (Watanabe *et al.* 2004), (Tu *et al.* 2005) und (Xing-Dong Yuana *et al.* 2010). Beschrieben werden Untersuchungen an speziellen Werkstoffpaarungen ohne und mit Einsatz von Festschmierstoffen, unterschiedliche Art der Einlagerung von Festschmierstoffen sowie verschleißoptimierte Beschichtungen. Die Untersuchungen erfolgen in der Regel bei Gleitreibung am Modellreibsystem Kugel/Scheibe. Die Analysen beziehen sich auf Reibparameter und Verschleißgrößen. Für andere Bewegungsarten, wie Stoß, Schwingung und Kombinationen in Verbindung mit Gleiten, konnten keine Veröffentlichungen für Vakuumbedingungen gefunden werden.

Umfassende tribologische Untersuchungen wurden von der NASA durchgeführt (Buckley 1971). Dabei werden physikalischen Zusammenhänge und Werkstoffgrundlagen untersucht.

In (Czichos *et al.* 2010) werden nanotribologische Modelle beschrieben. Es ist davon auszugehen, dass deren Gültigkeit eher für Vakuumbedingungen zutrifft als für atmosphärische Bedingungen, da mehr Randbedingungen wie beispielsweise Feuchtigkeitsfilme auf Oberflächen und sich neubildende Oxidschichten zu berücksichtigen sind.

Die Ausbreitung von Partikeln im Vakuum wird in (Asbach *et al.* 2007a), (Asbach *et al.* 2006), (Asbach *et al.* 2008), (Asbach *et al.* 2007b), (Asbach *et al.* 2005), (Christof *et al.* 2007), (Dedrick *et al.* 2005a), (Fissan *et al.* 2012), (Fissan *et al.* 2005), (Kim *et al.* 2005), (Kim *et al.* 2006b), (Kim *et al.* 2006a) und (Schmidt *et al.* 1996) untersucht und beschrieben. Extern erzeugte Partikel mit definierten Größen werden gesteuert in Vakuumsysteme eingetragen.

Als Fazit aus den verfügbaren Forschungsergebnissen kann festgestellt werden, dass die Zusammenhänge zwischen der tribologischen Partikelentstehung und der Partikelausbreitung unter Vakuumbedingungen bisher nicht untersucht wurden. Demgegenüber besteht in einschlägigen Industrien und Forschungseinrichtungen das Interesse an systematischen Untersuchungen und Erkenntnissen (Bergrath *et al.* 2012), (Müller *et al.* 2014), (Summer *et al.* 2012) und (Walter *et al.* 2012).

Die konkreten Anforderungen und Randbedingungen der einzelnen Branchen wurden im Rahmen der vorliegenden Arbeit durch Expertenbefragungen ermittelt (Bergrath *et al.* 2012), (Brinkmann *et al.* 2013), (Eisenkrämer *et al.* 2013), (Esser H. *et al.* 2013), (Frank *et al.* 2014), (Gaglin *et al.* 2014), (Hensel *et al.* 2013), (Kasperczyk *et al.* 2015), (Kemps *et al.* 2013), (Lindenberg *et al.* 2012), (Michalke *et al.* 2014), (Mitrach *et al.* 2012), (Müller *et al.* 2014), (Pollak *et al.* 2013), (Rohr *et al.* 2013), (Schleifenbaum *et al.* 2013), (Schneider *et al.* 2013), (Schober *et al.* 2013), (Schulze *et al.* 2012), (Summer *et al.* 2012), (Trabert *et al.* 2012), (Völlinger *et al.* 2014), (Walter *et al.* 2012) und (Zeugin *et al.* 2014). Dabei wurde Wert darauf gelegt, Experten aus Unternehmen/Institutionen mit typischen Anwendungsbereichen einzubeziehen (Abbildung 1.1). Insbesondere wurden Partikelgrößen, die mit einer hohen Wahrscheinlichkeit zu Schadwirkungen führen, Druckbereiche (Vakuum), Temperaturbereiche und typische Werkstoffe der Tribosysteme abgefragt. Die Auswertung erfolgte branchenspezifisch. Eine systematische Analyse nach einheitlichen Kriterien konnte aufgrund unterschiedlicher Geheimhaltungsbedingungen nur eingeschränkt erfolgen. Reinheitsrelevante Angaben charakterisieren das Technologieniveau, dessen Preisgabe zu Wettbewerbsnachteilen führen kann. Die Ergebnisse der Expertenbefragungen werden für die Ermittlung der Randbedingungen verwendet (Kapitel 3).

<b>Branchen</b>	<b>Halbleiter/ Mikroelektronik</b>	<b>Flachbildschirm/ Display</b>	<b>Optik</b>	<b>Photovoltaik</b>	<b>Präzisions- werkzeuge</b>	<b>Raumfahrt</b>	<b>Elementar- teilchenphysik</b>
Anzahl der Betreiber von Vakuumanlagen	2	-	1	-	1	1	1
Anzahl Hersteller von: Anlagen Systemen und Komponenten	10	4	1	3	1	3	1

Abbildung 1.1: Expertenbefragungen zur Partikelproblematik in Vakuumanwendungen

### 1.3 Zielstellung und Vorgehensweise

Das Ziel der vorliegenden Arbeit ist die Entwicklung eines Verfahrens zur Untersuchung der Partikelfreisetzung in Zusammenhang mit der Partikelgenerierung in und der Partikelausbreitung aus Tribosystemen im Hochvakuum. Die grundsätzliche Vorgehensweise dieser Arbeit geht aus Abbildung 1.2 hervor. In ähnlicher Form hat sich diese Vorgehensweise in unterschiedlichen Arbeiten (Gommel 2006), (Konrad 2012) und (Rochowicz 2010) bewährt.

Zunächst ist die Ausgangssituation in den Hochtechnologiebereichen gemäß Abbildung 1.1 durch Voruntersuchungen zu ermitteln. Die Voruntersuchungen schließen relevante Definitionen, Expertengespräche, eigene Untersuchungen (Bürger *et al.* 2011c) und (Weihnacht *et al.* 2009 bis 2011) und betreute Arbeiten (Engelsberger 2010), (Engelsberger 2011), (Hirt 2012) und (Tanzer 2013) ein. Ausgehend von den Ergebnissen der Voruntersuchungen, wird die konkrete Aufgabenstellung abgeleitet. Durch die Bewertung verfügbarer technischer Lösungen sollen Prüftechnik, Vorgehensweisen zur Untersuchung von Partikelgenerierung in und Partikeltransport aus Tribosystemen im Hochvakuum für das zu entwickelnde Verfahren ausgewählt werden. Es ist ein Prüfstand zu entwickeln, der es gestattet, unterschiedliche tribologische Bedingungen nachzubilden und die erzeugten Partikel zu erfassen. Die Funktionseigenschaften des Prüfstandes sind zu verifizieren. Durch geeignete Messtechnik, Erfassung und Verarbeitung der Messdaten sowie Bewertungsmodelle ist eine in sich geschlossene Untersuchungs- und Bewertungsmethodik zu schaffen. Zur Bewertung von komplexen Effekten sind Tribosysteme bei unterschiedlicher Beanspruchung zu untersuchen. Das Verfahren ist hinsichtlich seiner Leistungsfähigkeit zu erproben und zu bewerten.

Auf diese Weise soll ein Beitrag zur Erforschung der Partikelgenerierung, Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung in Verbindung mit Hochvakuumtechnologie als Voraussetzung zur Optimierung von Tribosystemen geleistet werden.

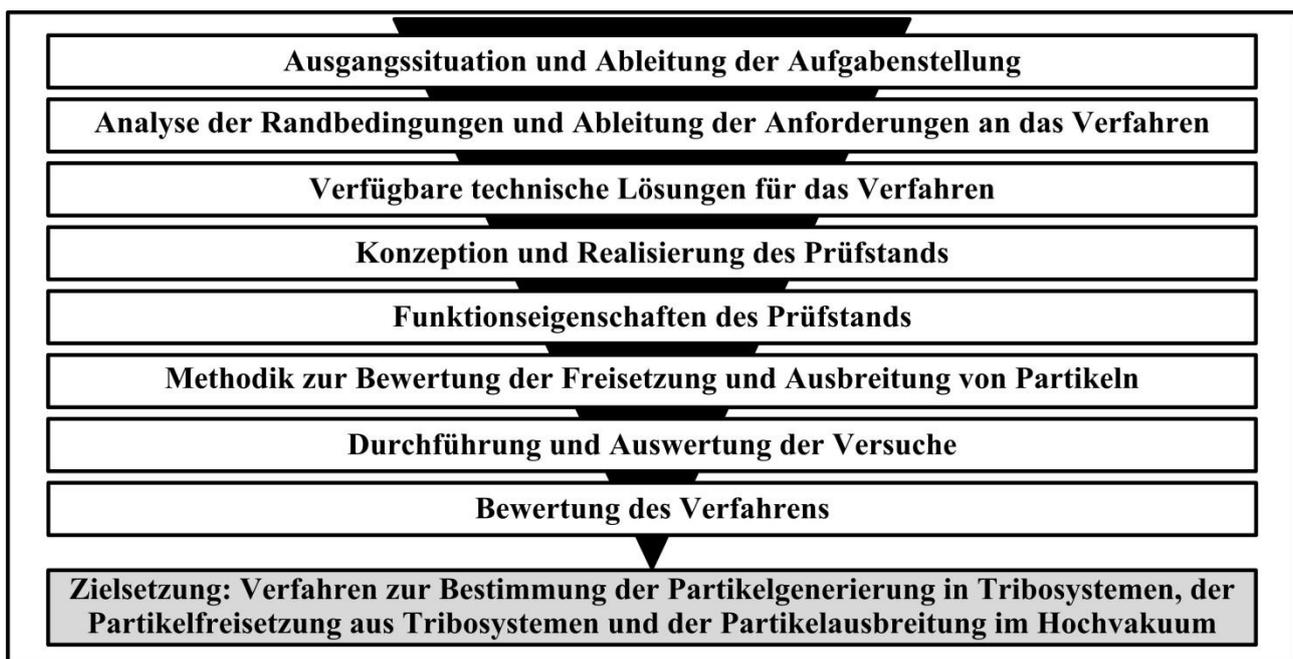


Abbildung 1.2: Schritte zur Entwicklung eines Verfahrens zur Bestimmung der Partikelfreisetzung aus Tribosystemen und der Partikelausbreitung im Hochvakuum

---

## 2 Ausgangssituation und Aufgabenstellung

### 2.1 Fachspezifische Definitionen

#### 2.1.1 Zusammenhänge

Die vorliegende Arbeit vereinigt die Fachgebiete Vakuumtribologie und Reinheitstechnik. Soweit wie möglich soll auf etablierte Definitionen aus Regelwerken und Standardwerken zurückgegriffen werden. Das Fachgebiet Tribologie ist hinsichtlich der Definitionen umfangreich erschlossen (Czichos *et al.* 2010), (Deters *et al.* 2012) und (Habig 2013). Im Fachgebiet der Reinheitstechnik existieren umfangreiche Definitionen für atmosphärische Bedingungen (Bürger 2012.), (Bürger *et al.* 2011b), (Gommel *et al.* 2011), (Gommel *et al.* 2012) und (VDI-Gesellschaft Bauen und Gebäudetechnik: 2011). Für Vakuumbedingungen existieren keine reinheitsspezifischen Definitionen, diese werden in der vorliegenden Arbeit neu eingeführt (Kennzeichnung mit \*) und zum Teil aus Definitionen für atmosphärische Bedingungen abgeleitet.

#### 2.1.2 Vakuumspezifische Definitionen

**Vakuum:** „Als Vakuum bezeichnet man üblicherweise ein verdünntes Gas oder den entsprechenden Zustand, bei dem der Druck oder die Dichte kleiner ist als bei der umgebenden Atmosphäre (ISO 3529-1:1981), (DIN 28400-1: 1990) und (Jousten 2010).

**Vakuumtechnik:** „Nach Jousten (Jousten 2010) lassen sich Anlagen, in denen sich Gase deutlich unterhalb des Umgebungsdrucks befinden, der Vakuumtechnik zuordnen“.

**Vakuumqualität:** In der Vakuumtechnik werden aneinander anschließende Druckbereiche jeweils einer Vakuumqualität zugeordnet (Abbildung 2.1). Die Abnahme des Druckes bedeutet Erhöhung der Vakuumqualität. Sehr kleine Drücke werden als Hochvakuum bezeichnet. Als höchste Vakuumqualität gilt als Ultrahochvakuum. Im Extremfall liegen nahezu keine Gasteilchen mehr vor. Vakuum kann im atmosphärischen Bereich der Erde nur in einem entsprechend abgeschlossenen Raum (Rezipient) mit Pumptechnik (d.h. mit Vakuumtechnik) realisiert werden. Vakuum liegt mit zunehmender Entfernung zur Erde außerhalb der Atmosphäre im Weltraum vor.

**Strömungsarten im Vakuum:** Je nach Vakuumqualität verbleiben Restanteile von Gasteilchen im Rezipienten. Für diese restlichen Gasteilchen liegen nach Justen (Jousten 2010) unterschiedliche Strömungsarten vor. Außerdem sind in Abbildung 2.1 den verschiedenen Vakuumqualitäten die damit verbundenen Eigenschaften Teilchenanzahldichte, mittlere freie Weglänge und Knudsenzahl aufgeführt. Die Knudsenzahl beschreibt die druckabhängige mittlere freie Weglänge von Gasmolekülen.

	Großvakuum (GV)	Feinvakuum (FV)	Hochvakuum (HV)	Ultrahochvakuum (UHV)
Druck [mbar]	$< 10^3 - 10^0$	$10^0 - 10^{-3}$	$10^{-3} - 10^{-7}$	$< 10^{-7}$
Teilchenanzahldichte [ $\text{cm}^3$ ]	$10^{19} - 10^{16}$	$10^{16} - 10^{13}$	$10^{13} - 10^9$	$< 10^9$
Mittlere freie Weglänge [m]	$10^{-7} - 10^{-4}$	$10^{-4} - 0,1$	$0,1 - 10^3$	$> 10^3$
Knudsenzahl	$< 0,01$	$0,01 - 0,5$	$> 0,5$	$\gg 0,5$
Strömungsart	Viskose Strömung	Knudsenströmung	Molekularströmung	Molekularströmung

Abbildung 2.1: Definition Vakuumqualitäten und Zustände, Quelle (Jousten 2010)

### 2.1.3 Reinheitsspezifische Definitionen

**Betriebsmittel im Vakuum (in Anlehnung an VDI 2083 Blatt 9.1 (VDI-Gesellschaft Bauen und Gebäudetechnik: 2006))** sind alle Komponenten, Baugruppen und Systeme, die sich zeitweise oder permanent im Vakuum befinden und Tribosysteme aufweisen. Beispiele dafür sind Vakuumventile, Vakuumtüren, Manipulatoren, Roboter, Positioniersysteme Endeffektoren, Transportsysteme, Transportbehälter, Ablagesysteme für Wafer und Glassubstrate.

**Reinheit** ist „der Zustand eines Produktes, Oberfläche, Gerät, Gas, Flüssigkeit auf einem definierten Niveau der Kontamination“ (DIN EN ISO 14644-4:2003). Die vorliegende Arbeit bezieht sich ausschließlich auf partikuläre Kontaminationen, die von beanspruchten Tribosystemen ausgehen.

**Kontaminante** ist „eine partikuläre, molekulare, nicht partikuläre und biologische Einheit, die sich nachteilig auf ein Produkt oder einen Prozess auswirken kann“ (DIN EN ISO 14644-4) (DIN EN ISO 14644-4:2003). VDI 2083 Blatt 17 (VDI-Gesellschaft Bauen und Gebäudetechnik 2013) beschreibt in Anlehnung an DIN EN ISO 14644-4 Verunreinigungen als „partikelförmige oder nicht partikelförmige, chemische, physikalische oder biologische Einheit, die sich auf das Produkt oder den Prozess nachteilig auswirken kann“. Bei Gleichheit der Definitionen nach DIN EN ISO 14644-4 und VDI 2083 Blatt 17 wird Kontaminante als Verunreinigung übersetzt. In der vorliegenden Arbeit werden insbesondere tribologisch generierte Partikel als Kontaminante betrachtet. Eine Kontaminante kann sich vor oder im Zustand der Kontamination befinden.

**Kontamination** ist eine Verunreinigung durch eine Kontaminante (DIN EN ISO 14644-4:2003).

**Partikel** sind „feste oder flüssige Teilchen, welche sich für Klassifizierungszwecke der Partikelreinheit der Luft in einer Summenhäufigkeitsverteilung zwischen den kritischen Partikelgrößen (untere Grenze)  $0,1 \mu\text{m}$  und  $5 \mu\text{m}$  bewegen“, (DIN EN ISO 14644-1:2014). Als Merkmal wird auch ihre Schwebefähigkeit in Flüssigkeiten oder Gasen angeführt. In der Tribologie sind Partikel feste Teilchen und ein Verschleißprodukt. Entsprechend der unterschiedlichen Mechanismen von Reibvorgängen kann sich deren Größe vom Nano- bis zum Makrobereich erstrecken.

**Partikelquellen\*** sind Tribosysteme. Partikel werden durch einen stetigen oder unstetigen Reibprozess erzeugt und freigesetzt.

**Partikelgenerierung\*** beschreibt den Prozess der Partikelerzeugung, hervorgerufen durch mechanischen Verschleiß.

**Partikelfreisetzung\*** ist das Ablösen der Partikel von Reibkörpern/Tribosystemen.

**Partikelausbreitung\*** ist die räumliche Ausbreitung der Partikel nach dem Moment der Freisetzung. Die Ausbreitung eines Partikels endet mit dem Niederschlag und Anhaftung an einem Körper.

**Partikeldepot\*** ist die Anlagerung von Partikeln an Oberflächen z. B. Reibkörpern, Partikellabyrinthen/ -fallen.

**Partikelgröße** beschreibt den „Durchmesser einer Kugel, welcher mit Hilfe einer Vorrichtung zur Bestimmung der Partikelgröße gemessen werden kann, dessen Messgröße in vergleichbarem Zusammenhang mit der Messgröße des Partikels steht“ (Äquivalentdurchmesser), (DIN EN ISO 14644-1:2014).

**Reinheitstauglichkeit\*** beurteilt die Tauglichkeit von Betriebsmitteln (VDI 2083 Blatt 9.1) und Werkstoffen (VDI 2083 Blatt 17) für reine Produktionsbereiche hinsichtlich aller relevanten Kontaminationskriterien (VDI-Gesellschaft Bauen und Gebäudetechnik: 2006) und (VDI-Gesellschaft Bauen und Gebäudetechnik 2013). Werkstoffe, die unter atmosphärischen Bedingungen reinheitstauglich sind, sind aufgrund der Unterschiede im Hochvakuum nicht zwangsläufig unter Hochvakuumbedingungen reinheitstauglich. Dem entsprechend wird eine eigene Kategorie „unter Hochvakuumbedingungen reinheitstauglich“ gebildet.

**Vakuumentauglichkeit** wird in unterschiedlichen Zusammenhängen in der Fachliteratur bzw. in Produktspezifikationen aufgeführt. Vakuumentauglichkeit drückt zunächst die Eignung von Werkstoffen bzw. Komponenten im Vakuum aus. Jousten (Jousten 2010) führt folgende Kriterien für Werkstoffe auf:

- mechanische Festigkeit
- Korrosionsbeständigkeit
- Gasdichtheit
- Eigendampfdruck
- Gehalt an Fremdgasen
- Entgasbarkeit
- Schmelz- und Siedetemperatur
- Oberflächensauberkeit
- Ausdehnungsverhalten
- Temperaturwechselbeständigkeit
- chemische Resistenz
- Ausgasung

Aufgrund von Reinheitsanforderungen im Hochvakuum erfolgt in der vorliegenden Arbeit eine Erweiterung des Begriffs Vakuumentauglichkeit mit den Kriterien Oberflächenqualität, Reinigbarkeit, Verschleiß- sowie Partikelgenerierungs- bzw. Partikelabgabeverhalten. Die Vakuumentauglichkeit von Werkstoffen in Tribosystemen hängt von der zulässigen Partikelkontamination eines Vakuumprozesses ab. Die Kriterien Partikelgenerierung/-freisetzung bzw. das Abgabeverhalten von Partikeln werden nachfolgend unter „Reinheitstauglich im Vakuum“ berücksichtigt.

**Tauglichkeit hinsichtlich Partikelabgabe\*** beurteilt das Abgabeverhalten von Partikeln an Tribosystemen bzw. Betriebsmitteln unter Vakuumbedingungen. Dabei ist außer der Anzahl auch die Größenverteilung abgegebener Partikel zu berücksichtigen.

**Vakuungeeignete kontaminationsarme Tribosysteme\*** können als solche eingestuft werden, wenn sie ohne die Verwendung von flüssigen oder pastösen Schmierstoffen eingesetzt werden können. Auf feste Schmierstoffe sollte zur Beherrschung der Kontamination verzichtet werden. Im Hochvakuum fehlen Feuchtfilme auf Oberflächen und sich nachbildende Oxidschichten. Somit verhält sich ein Tribosystem im Hochvakuum deutlich anders als unter atmosphärischen Bedingungen.

### 2.1.4 Tribologische Grundbegriffe

**Reibung** „ist ein Bewegungswiderstand. Er äußert sich als Widerstandskraft sich berührender Körper gegen die Einleitung einer Relativbewegung (Ruhreibung, statische Reibung) oder deren Aufrechterhaltung (Bewegungsreibung, dynamische Reibung).

Die Reibung eines tribologischen Systems wird durch Reibungsbegriffe beschrieben, die mittels der Stribeckkurve eingeteilt verwendet werden“ (Czichos *et al.* 2010).

„Reibung ist eine Wechselwirkung zwischen sich berührenden Stoffbereichen von Körpern. Sie wirkt einer Relativbewegung entgegen. Bei äußerer Reibung sind die sich berührenden Stoffbereiche verschiedenen Körpern, bei innerer Reibung ein und demselben Körper zugehörig“ (Deters *et al.* 2012).

Beide Definitionen heben unterschiedliche Aspekte hervor. Aufgrund der Randbedingungen hochreiner Vakuumsysteme wird in der vorliegenden Arbeit ausschließlich Festkörperreibung betrachtet.

**Ein Tribologisches System (Tribosystem)** ist ein System, dessen technische Funktion mit tribologischer Beanspruchung verbunden ist (Czichos *et al.* 2010). Die Definition ist aus verschiedenen Beschreibungen und Abbildungen abgeleitet.

„Das tribologische System beinhaltet alle an einer tribologischen Beanspruchung beteiligten stofflichen Komponenten und ihre Eigenschaften mit den sich bei ihnen ergebenden Veränderungen sowie die für die Beanspruchung charakteristischen Vorgänge und Größen. Anmerkung: Die stofflichen Komponenten werden als Systemstruktur, die Beanspruchungsgrößen (Bewegung, Belastung, Temperatur usw.) als Beanspruchungskollektiv bezeichnet“ (Deters *et al.* 2012). Diese Definition fasst die Komplexität des tribologischen Systems konzentriert zusammen.

**Tribologische Beanspruchung** „kennzeichnet die Beanspruchung der Oberfläche eines festen Körpers durch Kontakt- und Relativbewegung eines festen, flüssigen oder gasförmigen Gegenkörpers“ (Czichos *et al.* 2010).

„Die tribologische Beanspruchung ist durch Relativbewegung und Wechselwirkungen zwischen Oberflächen unter Einfluss von Kräften gekennzeichnet“ (Deters *et al.* 2012).

**Verschleiß** „ist der fortschreitende Materialverlust aus der Oberfläche eines festen Körpers (Grundkörper), hervorgerufen durch tribologische Beanspruchungen, d. h. Kontakt- und Relativbewegung eines festen, flüssigen oder gasförmigen Gegenkörpers“ (Czichos *et al.* 2010) und (Deters *et al.* 2012).

**Beanspruchungskollektiv** fasst die auf ein Reibsystem wirkenden Bewegungsarten (Gleiten, Walzen, Stoßen, Strömen mit Art, Dimension, Zeitverlauf) und operative Größen (Normalkraft, Geschwindigkeit, Temperatur, Dauer) zusammen (Czichos *et al.* 2010). Nach Deters (Deters *et al.* 2012) ist es Bestandteil des tribologischen Systems und fasst die Beanspruchungsgrößen (Bewegung, Belastung, Temperatur usw.) zusammen.

### 2.1.5 Zusammenfassung Definitionen

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass in den Bereichen Vakuum, Reinheit und Tribologie umfangreiche Definitionen vorhanden sind. Diese haben zum großen Teil Standardcharakter und sind in verschiedenen Regelwerken (ISO, DIN, VDI) enthalten. Mit Fortschreiten von Technologien und reinheitstechnischen Anforderungen sind Anpassungen von Definitionen vorzunehmen. Verfügbare Definitionen wurden im Rahmen der vorliegenden Arbeit im Kontext der Hochvakuumtribologie angepasst und ergänzt. Diese beziehen sich insbesondere auf die Reinheitstauglichkeit unter dem Aspekt der Partikelabgabe im Vakuum. Die dargestellten Definitionen sind das Grundgerüst für die nachfolgenden Beschreibungen. Im Fachgebiet der Tribologie existiert eine Vielzahl von Fachbegriffen und Definitionen, von denen in dieser Arbeit die Wesentlichen übernommen wurden.

## 2.2 Berücksichtigung der Partikelemission bei der Auslegung von Betriebsmitteln

Tribosysteme an Betriebsmitteln sind Lager unterschiedlichster Art und Berührungsstellen der Betriebsmittel mit den zu prozessierenden und handzuhabenden Werkstücken (Bürger 2008), (Bürger 2011), (Bürger *et al.* 2010), (Bürger *et al.* 2008), (Bürger *et al.* 2009), (Gail *et al.* 2009), (Gommel *et al.* 2010), (Gommel *et al.* 2008), (Gommel, U. *et al.* 2010) und (Rochowicz *et al.* 2012). Von diesen Tribosystemen werden bei der Betätigung der Betriebsmittel Partikel emittiert.

Gelangen Partikel an produkt- oder prozesskritische Stellen, verursachen sie Schäden. Mit steigendem technologischem Niveau steigt das Risiko von Schadwirkungen. Dies trifft sowohl in atmosphärischen Bereichen als auch im Vakuum zu. Allerdings unterscheiden sich die Emissionen, Ausbreitungsmechanismen sowie das Anhaften an Oberflächen erheblich voneinander. Die Entwicklungen und Lösungsansätze zur Gestaltung reiner Anlagen für atmosphärische Bedingungen sind für Vakuumanlagen nicht oder nur begrenzt übertragbar. Unter Reinraumbedingungen wird durch gerichtete Luftführung erreicht, dass Partikel gezielt von kritischen Stellen weggeführt werden. Dieses Grundprinzip ist im Vakuum nicht anwendbar.

Schmierung zur Reduzierung der Reibung und der damit verbundenen Partikelgenerierung ist zur Kontaminationsvermeidung unter Vakuumbedingungen nur begrenzt möglich. Hochvakuumtaugliche Schmierstoffe können zu zusätzlichen Kontaminationen führen (Mathia 2010) und (Mattox 2010). Unter Vakuumbedingungen sind vorzugsweise Tribosysteme mit guten Trockenlaufeigenschaften einzusetzen.

Die Entwicklung und Auslegung vakuumtauglicher Betriebsmittel mit möglichst geringer Partikelemission führt zu folgenden generellen Fragestellungen:

- Welche Werkstoffe sind geeignet?
- Welche Beanspruchungen dürfen auftreten?
- Welche Reibgeometrien sind geeignet?
- Wie sind Reibstellen zu dimensionieren?
- Wie breiten sich Partikel, ausgehend von Reibstellen, aus?
- Wie kann die Partikelausbreitung beeinflusst werden?

Zur Beantwortung dieser Fragestellungen soll in der vorliegenden Arbeit ein Verfahren entwickelt werden, es setzt sowohl physikalisch-analytische als auch experimentelle Analysen voraus. Insbesondere ist die fachübergreifende Verknüpfung von Tribologie, Vakuumtechnik, Werkstofftechnik und Mechatronik zu berücksichtigen.

### **2.3 Anwendungen partikelarmer Vakuumtechnik**

#### **2.3.1 Schädwirkungen partikulärer Kontaminationen**

Vakuumtechnik mit hohen Reinheitsanforderungen kommt vorzugsweise in Hochtechnologieindustrie, Forschung, und Raumfahrt zum Einsatz. Wesentliche Branchen, die mit Schädwirkungen durch partikuläre Kontaminationen konfrontiert sind, sind in Abbildung 2.2 dargestellt. Die technischen Schäden bzw. Schädwirkungen sind branchenspezifisch. Die Schädwirkungen führen in der Industrie zu Fertigungsausschuss, in der Elementarteilchenphysik zur Fehlinterpretationen von Experimenten und in der Raumfahrt zur Einschränkung der Funktionsfähigkeit von Antriebskomponenten und optischen Systemen. Mit zunehmender Nutzungsdauer einer Anlage kann sich die Kontaminationsproblematik verschärfen.

Branchen	Schäden/Schadwirkungen durch partikuläre Kontaminationen
Halbleiter/ Mikroelektronik	<u>Defekte Halbleiterprodukte durch:</u> unterbrochene Leiterbahnen, Kurzschlüsse von Leiterbahnen, undefinierte, elektrische Eigenschaften von Schichten, Transmissionsverluste an optischen Bauteilen, Fotolithografie: Vervielfältigung von Fehlern auf Masken
Flachbildschirm/ Display	<u>Defekte Bildschirme durch:</u> "Shunts" = kleine Kurzschlüsse in Schichten, die zu „Pixelfehlern“ führen
Optik	<u>Defekte Optiken durch:</u> Beschichtungsfehler
Photovoltaik	<u>Defekte Photovoltaikmodule durch:</u> "Shunts"= kleine Kurzschlüsse, geringere Lebensdauer und Wirkungsgrad
Präzisionswerkzeuge	<u>Defekte Werkzeuge durch:</u> undichte Schichten, Abplatzen von Schichten, Abbrechen von feinen Bohrern (Anwendung in Uhrenindustrie, Durchmesser 0,2 mm)
Raumfahrt	<u>Allgemein:</u> Störung des wartungsfreien Betriebs, Elektronikversagen durch Kurzschlüsse, Blockieren von Mechaniken <u>Satelliten:</u> ungewollte Änderung der Umlaufbahn durch Blockieren und Undichtheit von Triebwerken, undichte Triebwerkventile führen zu Treibstoffverlust, Fehlansrichtung durch blockierte Minitriebwerke (15 N Schub) <u>„Payload“:</u> Beeinflussung des Lichteinfalls an Optiken von Wettersatelliten, Spektroskopie – Streuung und Absorption an Lasersystemen <u>Expedition "ExoMars":</u> Kunststoffpartikel verfälschen GC/MS-Ergebnisse
Elementarteilchen- physik	<u>"Dunkelströme"</u> = unerwünschte Elektronenfreisetzung in Beschleunigerelementen, Ablenkung Photonen <u>Extreme Wärmeentwicklung:</u> an Partikeln, die nicht aus Niob bestehen und damit Vakuumverschlechterung durch verdampfende Partikel
branchenübergreifend	Undichtheit von Vakuumventilen und Vakuumtüren

Abbildung 2.2: branchenspezifische Schäden/Schadwirkungen durch partikuläre Kontaminationen, Quelle: (Bergrath *et al.* 2012), (Brinkmann *et al.* 2013), (Eisenkrämer *et al.* 2013), (Esser H. *et al.* 2013), (Frank *et al.* 2014), (Gaglin *et al.* 2014), (Hensel *et al.* 2013), (Kasperczyk *et al.* 2015), (Kemps *et al.* 2013), (Lindenberg *et al.* 2012), (Michalke *et al.* 2014), (Mitrach *et al.* 2012), (Müller *et al.* 2014), (Pollak *et al.* 2013), (Rohr *et al.* 2013), (Schleifenbaum *et al.* 2013), (Schneider *et al.* 2013), (Schober *et al.* 2013), (Schulze *et al.* 2012), (Summer *et al.* 2012), (Trabert *et al.* 2012), (Völlinger *et al.* 2014), (Walter *et al.* 2012) und (Zeugin *et al.* 2014)

Schadwirkungen gehen in die wirtschaftlichen Betrachtungen der Branchen ein. Die Schadwirkungen stehen in Relation zu wirtschaftlichen Umsätzen (z. B.: Chipindustrie \$334.6 Mrd. in 2014 (Turner *et al.* 2015), Satellitenindustrie \$195,2 Mrd. in 2013 (The Tauri Group 2014)). Es ist zu erwarten, dass auch in weiteren Bereichen Vakuumtechnologien eingesetzt werden. Dort können sich neue Fragestellungen hinsichtlich der Partikelproblematik ergeben (z. B. in der Medizintechnik).

### 2.3.2 Reinheitsanforderungen in Industrie und Forschung

Die Reinheitsanforderungen sind branchenspezifisch und vom Technologieniveau abhängig. Im Vergleich zu anderen Kontaminationen ist Partikelkontamination eine der kritischen Kontaminationen bzw. die kritischste Kontamination (Asbach *et al.* 2008), (Asbach *et al.* 2007b), (Brinkmann *et al.* 2013), (Bürger *et al.* 2013), (Dedrick *et al.* 2005a), (Eisenkrämer *et al.* 2013), (Fissan *et al.* 2012), (Gail *et al.* 2012), (Gommel *et al.* 2010; Gail *et al.* 2012), (Gail *et al.* 2012; Gommel *et al.* 2012), (Hensel *et al.* 2013), (Kasperczyk *et al.* 2015), (Kemps *et al.* 2013), (Kielbaso 2012), (Kohli *et al.* 2008), (Lindenberg *et al.* 2012), (Mitrach *et al.* 2012), (Müller *et al.* 2014), (Rohr *et al.* 2013), (Schleifenbaum *et al.* 2013), (Schober *et al.* 2013), (Summer *et al.* 2012), (Völlinger *et al.* 2014), (Walter *et al.* 2012) und (Zeugin *et al.* 2014). Die kontaminationskritischen Partikelgrößen unterscheiden sich und variieren innerhalb der Branchen. Sie resultieren aus den Fertigungs- und Technologieniveaus.

In der Halbleiterindustrie existieren die höchsten Anforderungen hinsichtlich geringer partikulärer Kontaminationen, gefolgt von der Herstellung von Flachbildschirmen, Photovoltaikmodulen und optischen Bauteilen. Neben der Größe der Partikel ist deren Anzahl pro Flächeneinheit entscheidend. In der Raumfahrt besteht ein Zusammenhang zwischen Partikelgrößen und Funktionsmaßen von mechanischen Ausrüstungskomponenten sowie der Auflösung optischer Systeme (Hensel *et al.* 2013), (Müller *et al.* 2014), (Schleifenbaum *et al.* 2013) und (Rohr *et al.* 2013). In Teilchenbeschleunigern können Partikel ab einer Größe von 5  $\mu\text{m}$  zu unerwünschter Feldemission führen (Reschke 2005), (Reschke 2004) und (Summer *et al.* 2012).

Genaue reinheitsspezifische Spezifikationen der Industrie und Forschung unterliegen zumeist der Geheimhaltung und werden nicht veröffentlicht. Eine Ausnahme ist die „International Technology Roadmap for Semiconductors“ (ITRS) (Semiconductor Industry Association 2015) für die Halbleiterindustrie. Die ITRS veröffentlicht in nicht regelmäßigen Abständen aktuelle und zukünftige Anforderungen zu Strukturbreiten (Abbildung 3.1 in Kapitel 3.1).

Es ist festzustellen, dass die Minimierung der Partikelkontamination einen hohen Stellenwert besitzt.

## 2.4 Partikuläre Kontaminationen

### 2.4.1 Ausprägung partikulärer Kontaminationen

Im Hochvakuum schlagen sich emittierte Partikel, aufgrund der geringen Anzahl von Gasteilchen, nahezu zwangsläufig auf Oberflächen nieder und führen dort zur Kontamination. Je nach Lage der Oberflächen zu den Partikelquellen sind Oberflächen unterschiedlich stark betroffen. Bei großer Anzahl von Partikeln kann die Partikeldichte, d. h. die Anzahl der Partikel auf einer Flächeneinheit, als Maß für die Kontamination betrachtet werden. Außer der Anzahl ist auch die Partikelgröße von Bedeutung. Die Kontamination innerhalb eines Systems, beispielsweise an der Innenwand eines Rezipienten oder anderen Anlagenteilen, führt nicht unmittelbar zu einem Schaden. Kontaminationen dieser Anlagenteile stellen jedoch ein Potenzial für Partikelverschleppung dar. Gelangen Partikel auf kritische Produkte (Wafer, Fotomasken) führen sie zu einer unmittelbaren Schädigung (Fissan *et al.* 2012), (Fissan *et al.* 2005) und (Kim *et al.* 2006b).

### 2.4.2 Ursachen unerwünschter Partikel in Vakuumanlagen

Ursachen für Partikel in Vakuumanlagen können wie folgt unterschieden und bewertet werden:

- Verfahrensbedingte Partikel (z. B. durch Beschichtungsprozesse: CVD, PVD): Neben dem erwünschten Niederschlag ist Niederschlag auf anderen Flächen mit Schadwirkung nicht auszuschließen (Logan *et al.* 1992), (Mitrach *et al.* 2012) und (Schneider *et al.* 2013).
- Partikel, generiert durch Verschleißvorgänge an Tribosystemen (Kemps *et al.* 2013), (Lindenberg *et al.* 2012), (Rohr *et al.* 2013), (Schneider *et al.* 2013) und (Walter *et al.* 2012): hohe Partikelrate (Die Beherrschung der Partikelfreisetzung aus Tribosystemen führt zur Lösung vieler Probleme in Hochvakuumsystemen.)
- Partikeleintrag durch Produkte/Transportbehälter (O’Hanlon 1989): geringe Partikelrate
- Verschleppung von Kontaminationen an Wafern und Greifelementen: geringe Partikelrate
- Partikeleintrag durch Belüftungsvorgänge (Strasser *et al.* 1990), (Schmidt *et al.* 1996) und (Strasser *et al.* 1990; Summer *et al.* 2012): geringe Partikelrate
- Anfangskontamination von Anlagenteilen (Brinkmann *et al.* 2013), (Müller *et al.* 2014) und (Schleifenbaum *et al.* 2013): Kontamination unbestimmt, Minimierung durch Reinigung vor und nach Montage im Vakuumsystem

Hauptursache für Partikelentstehung ist der Verschleiß an mechanisch beanspruchten Komponenten (Eisenkrämer *et al.* 2013), (Lindenberg *et al.* 2012), (Müller *et al.* 2014), (Summer *et al.* 2012) und (Walter *et al.* 2012). Die tribologisch generierten Partikel werden entweder unmittelbar oder zeitlich verzögert freigesetzt. Gemäß Definition in Kapitel 2.1 sind Tribosysteme Partikelquellen. In der Displayfertigung sind verfahrensbedingte Partikelquellen deutlich reduziert worden und in Relation zu anderen Quellen geringer einzustufen (Schneider *et al.* 2013).

Die Partikelgenerierung und -freisetzung durch Verschleißvorgänge in Ausrüstungen lässt sich nur eingeschränkt vermeiden. Somit kommt es darauf an, die Ausbreitung freigesetzter Partikel zu beherrschen. Die in einem Vakuumsystem befindlichen Partikel werden durch Partikelgenerierung innerhalb des Systems, Partikeleintrag und Partikelaustrag bestimmt (O’Hanlon 1989) (Abbildung 2.3).

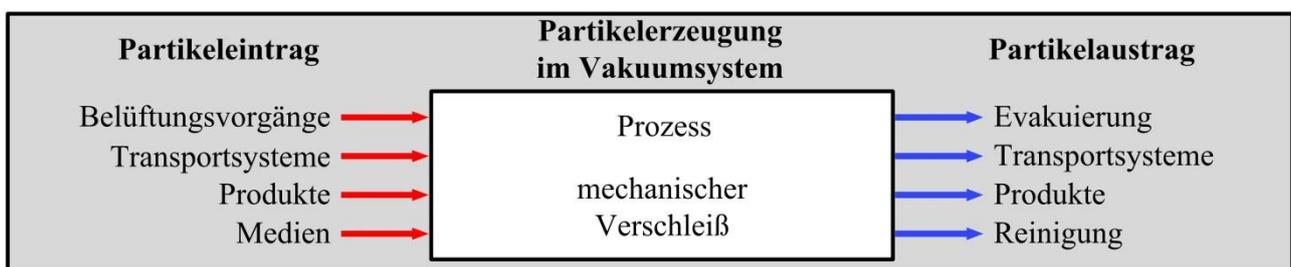


Abbildung 2.3: Partikelbilanz in Vakuumsystem

## 2.5 Zusammenfassung der Ausgangssituation und Aufgabenstellung

### 2.5.1 Zusammenfassung der Ausgangssituation

Zur eindeutigen Beschreibung der komplexen Zusammenhänge zwischen Druck (Vakuum), Reibung und partikulärer Kontamination wurden im Kapitel 2.1 umfangreiche Definitionen aufgenommen und neue reinheitsspezifische Definitionen eingeführt.

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass reinheitstechnische Defizite in Anlagen der Hochtechnologien zu verschiedenen technischen Schadwirkungen führen. Anlagen müssen „partikelarm“ gestaltet und betrieben werden, um wirtschaftliche Schäden abzuwenden. Tribosysteme sind eine der Hauptursachen für partikuläre Kontaminationen und somit für reinheitstechnische Defizite.

Die Entwicklung und Optimierung reinheitstauglicher Anlagen wird in der vorliegenden Arbeit in die Schritte der Abbildung 2.4 gegliedert. Die Entwicklung reinheitstauglicher Tribosysteme liegt einen Schritt vor der Entwicklung vakuumtauglicher mechatronischer Betriebsmittel und zwei Schritte vor der Entwicklung von Anlagen für Hochtechnologien. Die Entwicklungsstufen sind miteinander verknüpft. Werden reinheitstechnische Defizite erst beim Betrieb der Anlagen festgestellt, kann dies zu erheblichen Kosten führen. Der Erfolg der vorangegangenen Entwicklungsschritte kann in Frage gestellt sein.

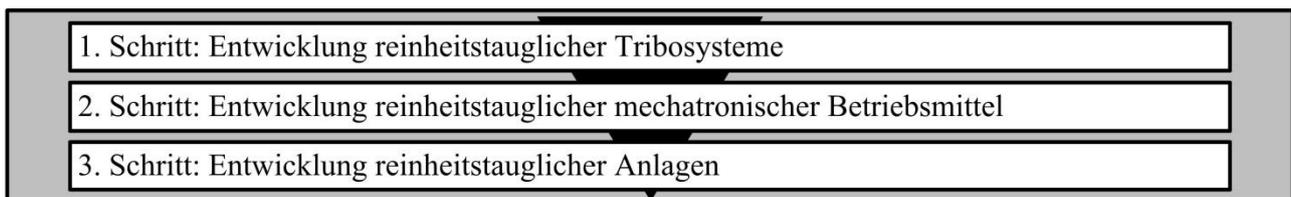


Abbildung 2.4: Schritte der Entwicklung und Optimierung reinheitstauglicher Anlagen

Bei der Entwicklung von Tribosystemen und Betriebsmitteln stehen zunächst funktionale und mechanische Eigenschaften im Vordergrund. Konkrete Partikelgrenzwerte bestehen für vollständige Anlagen. Betriebsmittel werden oft erst im Zusammenwirken untereinander in vollständigen Anlagen hinsichtlich Partikelfreisetzung untersucht. Beispielsweise werden in der Chipindustrie dafür sogenannte „Monitoring-Wafer“ eingesetzt. Es ist davon auszugehen, dass in anderen Hochtechnologiebranchen ebenfalls Testobjekte zur Untersuchung der Schadwirkung eingesetzt werden, um die Einhaltung geforderter Sauberkeitsniveaus zu überprüfen. Ein Beispiel dafür sind hochauflösende Kamerasysteme zur Defektanalyse von Glassubstraten der Photovoltaikindustrie (Kasperczyk et al. 2015).

Hersteller von Tribosystemen/Betriebsmitteln sind im Allgemeinen mit ungenügend konkreten Anforderungen zur Partikelfreisetzung konfrontiert (Bergrath *et al.* 2012), (Summer *et al.* 2012) und (Trabert *et al.* 2012). Einige Hersteller von hochvakuumtauglichen Betriebsmitteln verfügen über einen Technologievorsprung, der aus der Rückkopplung mit Anlagenbetreibern resultiert. Über eigene Untersuchungsmöglichkeiten verfügen sie in der Regel nicht.

Es besteht somit der Bedarf, möglichst in frühen Phasen einer Anlagenentwicklung die Reinheitstauglichkeit von Tribosystemen beurteilen zu können. Ein geeignetes Verfahren ist nicht verfügbar.

Zukünftige Technologieniveaus führen zu steigenden Reinheitsanforderungen. Mit jeder Einführung neuer Technologieschritte in Hochvakuumfertigungsumgebung werden neue Anforderungen an technologische Ausrüstungen im Vakuumsystem gestellt. Damit besteht auch ein ständiger Optimierungsbedarf hinsichtlich minimaler Generierung, Freisetzung und Ausbreitung von Partikeln.

### 2.5.2 Aufgabenstellung

Zur Beherrschung der Partikelproblematik in Hochvakuumssystemen ist ein Verfahren zu entwickeln, das bereits in frühen Phasen der Entwicklung die gezielte Untersuchung und Optimierung von Tribosystemen gewährleistet. Das Verfahren muss den folgenden Ansprüchen gerecht werden:

- Anwendbarkeit für verschiedene reinheitskritische Industrie- und Forschungsbereiche
- Nachbildung und Untersuchung typischer Tribosysteme und Beanspruchungen
- Nachbildung typischer Bedingungen in Vakuumsystemen
- Berücksichtigung unterschiedlicher Werkstoffe
- Berücksichtigung der in Industrie und Forschung relevanten Partikelgrößen
- Berücksichtigung des Massencharakters von Partikeln durch statistische Verfahren
- Schaffung von Voraussetzungen zur Optimierung von Tribosystemen hinsichtlich minimaler Partikelfreisetzung
- Schaffung von Voraussetzungen zur Vermeidung der Ausbreitung von Partikeln, die aus Tribosystemen freigesetzt werden, damit diese nicht an kontaminationskritische Stellen gelangen

Diese Ansprüche sind praxisbezogen und erfordern experimentelle Untersuchungen. Hierzu ist ein Vakuumtribometer zu entwickeln, das neben den tribologischen Untersuchungen insbesondere Untersuchungen zur Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung im Vakuum ermöglicht. Für die Beurteilung der Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung sind Bewertungsgrößen zu entwickeln.

### 3 Analyse der Randbedingungen und Ableitung der Anforderungen an das Verfahren

#### 3.1 Kontaminationskritische Partikelgrößen

Die kontaminationskritische Partikelgröße ist die geometrische Größe von Partikeln, ab der eine Schadwirkung an Produkten, Prozessen und Funktionen wahrscheinlich ist. Diese kritische Partikelgröße leitet sich in der Regel aus der halben Strukturbreite bzw. Schichtdicke oder anderen Funktionsabmaßen ab. Ab dieser Größe führen Partikel mit einer hohen Wahrscheinlichkeit zu Defekten der Halbleiterstrukturen (Walter *et al.* 2012) (Kemps *et al.* 2013), Pixelfehlern an Flachbildschirmen (Lindenberg *et al.* 2012) und (Schneider *et al.* 2013), Verringerung von Wirkungsgraden und Lebensdauer von Photovoltaikmodulen (Kasperczyk *et al.* 2015) und (Schneider *et al.* 2013) sowie Fehlern in optischen Schichten (Eisenkrämer *et al.* 2013) und (Ouellette 1997).

Die in der „ITRS“ („International Technology Roadmap for Semiconductors“) veröffentlichten Prognosen repräsentieren aktuelle und zukünftige halbe Strukturbreiten der Halbleiterindustrie (Abbildung 3.1). Die kleinste halbe Strukturbreite wird für das Jahr 2015 für „Flash“-Speicher mit 15 nm angegeben. Die halben Strukturbreiten bilden eine Grundlage zur Festlegung kontaminationskritischer Partikelgrößen.

Jahr der Produktion	2015	2017	2019	2021	2023	2025	2028
<b>Strukturen</b>	<b>Halbe Strukturbreite</b>						
Flash ½ Pitch 2D (nm)	15	13	11	9	8	8	8
DRAM ½ Pitch 2D (nm)	24	20	17	14	12	10	7,7
FinFET Fin Half-pitch new (nm)	24	19	15	12	9,5	7,5	5,3
MPU High-Perform. Printed Gate Length (nm)	22	18	14	11	9	7	5
MPU High-Perform. Physical Gate Length (nm)	17	14	12	10	8	7	5

Abbildung 3.1: Prognosen der Entwicklung von Halbleiterstrukturbreiten, Auszug aus (ITRS 2013)

Die Fähigkeit der Messtechnik zur Detektion von Partikeln auf Oberflächen ist begrenzt. Im Falle der Halbleiterindustrie beträgt die detektierbare Partikelgröße auf Wafern ca. 30 nm (Sullivan 2008).

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden reale kritische Partikelgrößen für die Mikroelektronik und andere Branchen auf der Basis von aktuellen Expertenbefragungen ermittelt (Abbildung 3.2). Für die Mikroelektronik besteht Übereinstimmung zwischen den Prognosen der ITRS (ITRS 2013) und den Ergebnissen der Expertenbefragungen. Aufgrund der Übereinstimmung der Ergebnisse innerhalb der einzelnen Branchen sind die Angaben als repräsentativ einzuschätzen.

Branchen Größenbereich kleinster kritischer Partikel	Halbleiter/ Mikroelektronik	Flachbildschirm/ Display	Optik	Photovoltaik	Präzisions- werkzeuge	Raumfahrt	Elementar- teilchenphysik
[ $\mu\text{m}$ ]	0,02 bis 1	> 0,1	5 bis 50	0,5 bis 2	> 0,5	1 bis 500	> 5

Abbildung 3.2: Branchenspezifische kritische Partikelgrößen, Quellen: (Bergrath *et al.* 2012), (Brinkmann *et al.* 2013), (Eisenkrämer *et al.* 2013), (Esser H. *et al.* 2013), (Frank *et al.* 2014), (Gaglin *et al.* 2014), (Hensel *et al.* 2013), (Kasperczyk *et al.* 2015), (Kemps *et al.* 2013), (Lindenberg *et al.* 2012), (Michalke *et al.* 2014), (Mitrach *et al.* 2012), (Müller *et al.* 2014), (Pollak *et al.* 2013), (Rohr *et al.* 2013), (Schleifenbaum *et al.* 2013), (Schneider *et al.* 2013), (Schober *et al.* 2013), (Schulze *et al.* 2012), (Summer *et al.* 2012), (Trabert *et al.* 2012), (Völlinger *et al.* 2014) und (Zeugin *et al.* 2014)

### 3.2 Analyse relevanter Vakuumsysteme

#### 3.2.1 Typische Vakuumsysteme und Komponenten

Der prinzipielle Aufbau industrieller Vakuumsysteme der Branchen Mikrochip, Photovoltaik und Display ähnelt sich stark. Basisausrüstung für Vakuumsysteme sind Vakuorkammern/Rezipienten mit Ventilen, Vakuumpumpen und Durchführungen. Rezipienten können zu Belade-, Transfer- und Prozesskammern ausgerüstet werden. Pumptechnik erzeugt reduzierte Drücke (Vakuum). Der Übergangsbereich zur Atmosphäre befindet sich in Reinraumsystemen. Vakuumsysteme der Elementarteilchenforschung bestehen ebenfalls aus Vakuorkammern, Ventilen und Pumpen. Die Vakuorkammern und Ventile sind an die physikalischen Bedingungen angepasst und unterscheiden sich deutlich von Systemen der Fertigung. In der Raumfahrt befinden sich Außeneinheiten von Raumkörpern grundsätzlich im Vakuum. Inneneinheiten der bemannten Raumfahrt haben eine Atmosphäre. Zur Überbrückung dieser Bereiche kommen Schleusen zum Einsatz. Die Halbleiterindustrie ist mit ca. 40 % mengenmäßig der größte Abnehmer von Vakuumsystemen (The Working Group of the International Statistics on Vacuum Technology (ISVT) 2004) und (Jousten 2010) und hat zugleich die höchsten Anforderungen an die Kontaminationskontrolle. Daher erfolgt die Analyse der Vakuumsysteme an repräsentativen Beispielen der Halbleiterindustrie.

#### 3.2.2 Druck in Vakuumsystemen

Die Drücke (Vakuum) in den verschiedenen Industrie- und Forschungsbereichen resultieren aus den spezifischen Technologieanforderungen. Hierbei gibt es deutliche Unterschiede. In Abbildung 3.3 sind Druckbereiche für unterschiedliche Branchen zusammengestellt.

Branchen Druckbereich (Vakuum)	Halbleiter/ Mikroelektronik	Flachbildschirm/ Display	Optik	Photovoltaik	Präzisions- werkzeuge	Raumfahrt	Elementar- teilchenphysik
[mbar]	$10^{-1}$ bis $10^{-6}$	$10^{-3}$ bis $10^{-7}$	$10^{-4}$ bis $10^{-5}$	$10^{-2}$ bis $10^{-7}$	$10^{-6}$ bis $10^{-8}$	100 bis $10^{-14}$	$< 10^{-10}$

Abbildung 3.3: Druckbereiche unterschiedlicher Branchen (Bergrath *et al.* 2012), (Brinkmann *et al.* 2013), (Eisenkrämer *et al.* 2013), (Esser H. *et al.* 2013), (Frank *et al.* 2014), (Gaglin *et al.* 2014), (Hensel *et al.* 2013), (Jousten 2010), (Kasperczyk *et al.* 2015), (Kemps *et al.* 2013), (Lindenberg *et al.* 2012), (Michalke *et al.* 2014), (Mitrach *et al.* 2012), (Müller *et al.* 2014), (Pollak *et al.* 2013), (Rohr *et al.* 2013), (Schleifenbaum *et al.* 2013), (Schneider *et al.* 2013), (Schober *et al.* 2013), (Schulze *et al.* 2012), (Summer *et al.* 2012), (Trabert *et al.* 2012), (Völlinger *et al.* 2014), (Walter *et al.* 2012) und (Zeugin *et al.* 2014)

Zur Erreichung eines konstanten Drucks ist der Pumpvorgang stetig fortzusetzen und gleichzeitig durch Gegenbelüften, z. B. mittels Stickstoff, die Druckregelung vorzunehmen. In vielen Fällen wird auf die Druckregelung verzichtet und mit durchschnittlich geringerem Druck als notwendig gearbeitet. Innerhalb der Vakuumsysteme erfolgt in Ausnahmefällen eine Spülung mit Wasserstoff (Kemps *et al.* 2013). In der Weltraummission „ExoMars“ erfolgt die Befüllung mit einem Stickstoff-/Xenon Gemisch zur Gewährleistung des Reinheitszustands nach der Landung (Hensel *et al.* 2013) und (Rohr *et al.* 2013).

### 3.2.3 Temperaturen in Vakuumsystemen

Die Temperaturen in Vakuumsystemen sind branchenspezifisch verschieden. Unterschieden werden kann zwischen Transferbereichen, in denen Raumtemperatur herrscht, und Prozessbereichen, in denen zum Teil deutlich höheren Temperaturen auftreten. In der Raumfahrt bestehen große Temperaturschwankungen durch Sonnenwirkung (Müller *et al.* 2014). Deshalb werden Innenbereiche von Satelliten teilweise beheizt (Müller *et al.* 2014). In Abbildung 3.4 sind übliche Temperaturbereiche branchenspezifisch zusammengefasst.

Branchen Temperatur- bereich	Halbleiter/ Mikroelektronik	Flachbildschirm/ Display	Optik	Photovoltaik	Präzisions- werkzeuge	Raumfahrt	Elementar- teilchenphysik
[°C]	22 bis 280	22 bis 400	22 bis 250 (600)	22 bis 400	22 bis 600	- 273 bis << 20	- 271 bis 90

Abbildung 3.4: Temperaturbereiche in Branchen, Quellen: (Eisenkrämer *et al.* 2013), (Kemps *et al.* 2013), (Lindenberg *et al.* 2012), (Michalke *et al.* 2014), (Mitrach *et al.* 2012), (Schneider *et al.* 2013), (Summer *et al.* 2012) und (Zeugin *et al.* 2014)

### 3.2.4 Grundprinzip von automatisierten Vakuumanlagen

Zur effizienten Produktion soll die Folge von Teilprozessen nicht durch Zwischenbelüften unterbrochen werden. Damit werden Reinheitsaspekte berücksichtigt und es entfallen Zeitverluste durch Belüften und Evakuieren. Deshalb erfolgt in modernen Fertigungsanlagen zunehmend die **Verkettung der Prozessschritte** durch Transport- und Bestückungseinheiten im Vakuum.

Das Vakuumniveau zwischen Transport- und Verteilungssystem (Beladekammer, Transferkammer) und den Prozesskammern wird in der Regel nicht gleich sein (Summer *et al.* 2012). Somit finden Ausgleichsprozesse (Restgasteilchen) innerhalb des Vakuumsystems (Abbildung 3.5) beim Öffnen der Vakuurtüren/-ventile statt. Grundsätzlich verfügt jede Prozesskammer über eigene Vakuumpumpentechnik. Die Verbindung zur Atmosphäre im Reinraum erfolgt über die Beladekammern („Loadlock“). Diese Kammern fungieren als Schleusen und verfügen ebenfalls über eigene Pumpentechnik. Diese Kammern sind die einzigen, in denen sowohl Vakuum als auch Atmosphäre herrschen kann. Bevor der Transferroboter ein Produkt (Wafer, Glassubstrate) entnimmt, wird zunächst diese Kammer evakuiert. Restgasverschleppung zwischen den Kammern findet aufgrund von Druckunterschieden statt und beinhaltet ein Risiko zur Partikelverschleppung. Restgasverschleppung kann jedoch auch gezielt zur Abführung von Partikeln aus kritischen Bereichen genutzt werden (Kemps *et al.* 2013) und (Summer *et al.* 2012).

Mit dem Grad der Verkettung steigt die Anzahl von Ventilen, Türen, Transportkomponenten sowie Positionierungseinrichtungen und damit die Anzahl tribologischer Systeme, die Partikel freisetzen können. Die Vorteile der Verkettung von Prozessen im Vakuum dürfen nicht zu einer Verschlechterung hinsichtlich des Kontaminationszuwachses mit Partikel führen. In Abbildung 3.5 ist die Grundstruktur eines Fertigungssystems mit verketteten Vakuumkammern und Übergang zum Reinraumsystem im Schnitt am Beispiel einer Halbleiterprozessanlage dargestellt. Die Risiken der Partikelgenerierung und Partikelausbreitung innerhalb der Vakuumsysteme sind in Relation des Partikeleintrags durch Belüften zu bewerten.

Ein weiterer Aspekt ist das Auftreten elektrostatischer Felder in Prozessanlagen (SEMI E78-0309 2009).

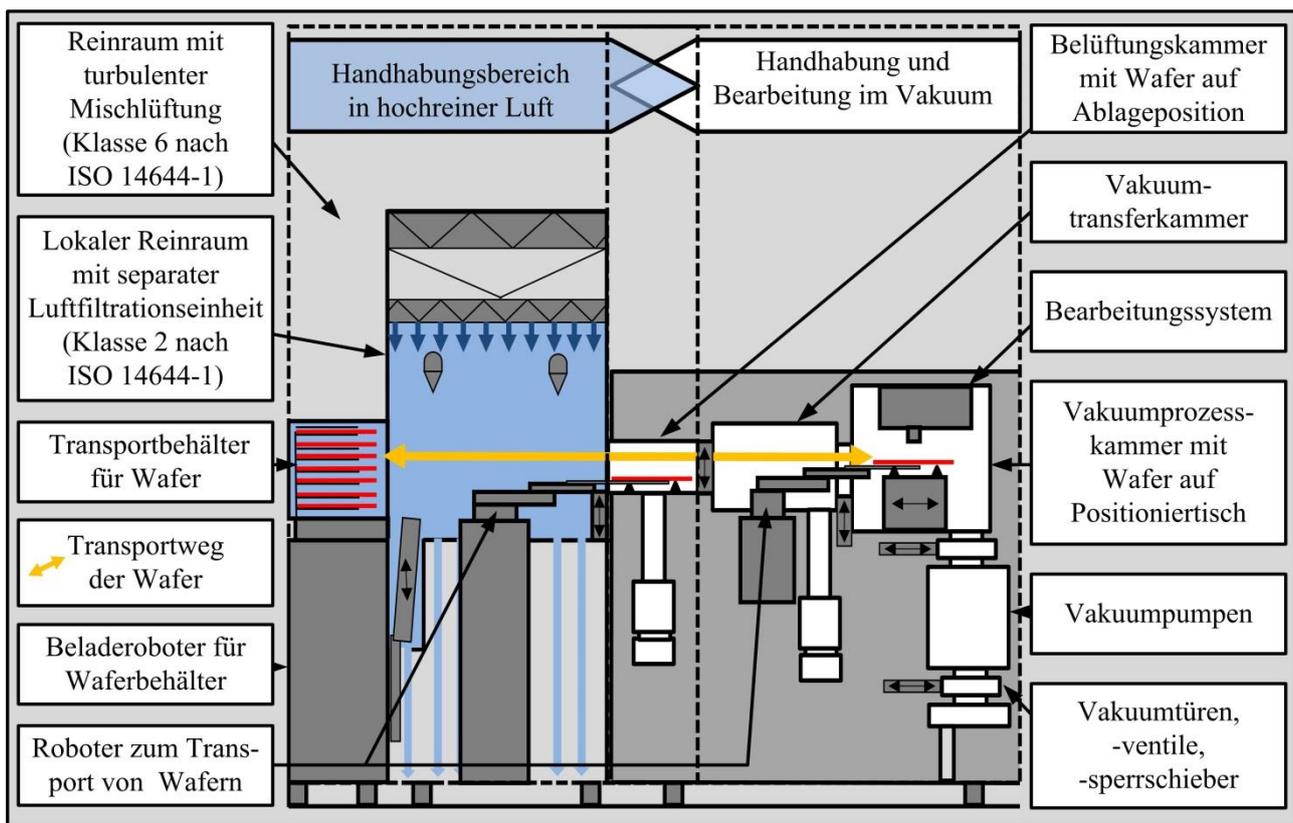


Abbildung 3.5: Schematische Darstellung einer Fertigungsanlage der Mikrochipindustrie im Schnitt

### 3.2.5 Partikelquellen in Vakuumsystemen

Aufgrund ihrer starken Verkettung weisen Vakuumsysteme eine Vielzahl mechanischer Systeme mit Reibstellen und damit Partikelquellen auf. Abbildung 3.6 zeigt das Schema eines verketteten Vakuumsystems, Reibstellen sind mit roten Punkten markiert. Reibvorgänge finden permanent oder zyklisch im Vakuum statt. Typische Reibstellen befinden sich an Robotern, Vakuamtüren, Sperrschiebern, Ventilen, Positioniereinrichtungen und Transportsystemen. Diese Baugruppen beinhalten geschlossene und offene Strukturen der tribologischen Systeme:

- Geschlossene Tribosysteme: Antriebe, Führungen, Lager, Anschläge, Dichtungen
- Offene Tribosysteme: Greifelemente und Ablagesysteme in Verbindung mit Wafern und Glassubstraten

Die Bewegungsarten an diesen Tribosystemen sind verschieden und führen zu unterschiedlichen Reibmechanismen. Tribosysteme unterliegen insbesondere den Bewegungsarten Gleiten, Stoß und Wälzen sowie deren Kombinationen.

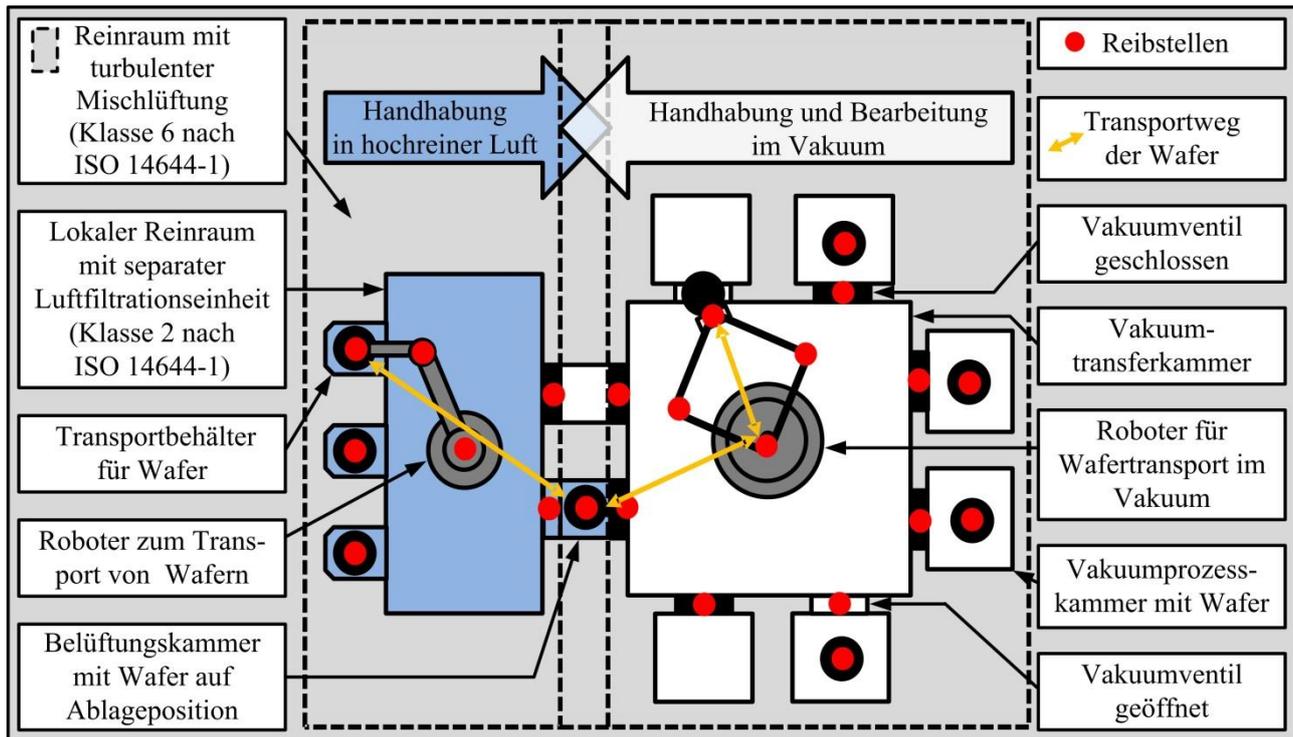


Abbildung 3.6: Schematische Darstellung einer Fertigungsanlage der Mikrochipindustrie mit Markierung von typischen Reibstellen als Draufsicht

Die Vielfalt der Tribosysteme und deren Betätigung führen zu unterschiedlichen Beanspruchungen mit einem breiten Spektrum von Geschwindigkeiten und Kräften bzw. Pressungen.

Durch Integration mehrerer reinheitstauglicher tribologischer Systeme, die einzeln reinheitstauglich sind, können in ihrer Gesamtheit reinheitstechnische Anforderungen verletzt werden. Viele gute „Einzelquellen“ führen nicht zum Erfolg, wenn eine „schlechte“ Partikelquelle das Gesamtsystem in Frage stellt.

### 3.2.6 Vakuumtaugliche Werkstoffe für tribologische Beanspruchung

Die Auswahl an Werkstoffen für den Einsatz in Vakuumsystemen ist aufgrund der Anforderungen an die Vakuumtauglichkeit (Kapitel 2.1) begrenzt. Die für Tribosysteme geeigneten Werkstoffe sind eine Teilmenge der vakuumtauglichen Werkstoffe. Befinden sich Tribosysteme ausschließlich innerhalb des Vakuumsystems, kann zugunsten einer größeren Auswahl an Werkstoffen auf das Kriterium der Gasdichtheit verzichtet werden. Die Werkstoffauswahl erfolgt in der Regel bilateral zwischen Endanwender und Anlagenhersteller. In Abbildung 3.7 sind vakuumtaugliche Werkstoffe aus unterschiedlichen Quellen zusammengestellt.

Branchen	Verwendete Werkstoffe
<b>Halbleiter/ Mikroelektronik</b>	<p><b>Metalle:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Edelstähle in verschiedenen V2A/V4A-Qualitäten (tragende Elemente, Lagerwerkstoff, Dichtungen, Bänder zur Übertragung von Momenten in Robotern, Faltenbälge)</li> <li>• Aluminiumlegierungen ohne Kupferanteil, ohne Oberflächenbehandlung oder hartanodisiert nach Bearbeitung (tragende Elemente, Ventile, Türen, Kammern)</li> </ul> <p><b>Keramiken:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Siliziumnitrid, Zirkonoxid und verschiedene Spezialkeramiken (Lagerwerkstoff, Kontaktelemente an Endeffektoren, Spezialteller zur Ablage von Wafern)</li> </ul> <p><b>Kunststoffe:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• PEEK, PTFE (Kontaktelemente an Endeffektoren)</li> <li>• Fluorelastomere, verschiedene Hochleistungspolymere, (Dichtungen)</li> </ul> <p><b>Sonstige:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Monokristallines Silizium (Wafer) – Reibpaarungen mit Kontaktelementen</li> <li>• Quarzglas (Fotolithografiemasken) – Reibpaarungen mit Kontaktelementen</li> <li>• Ferrofluide (Durchführungen)</li> </ul>
<b>Flachbildschirm/ Display</b>	<p><b>Metalle:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Metall/Metall (Substratkalotte), Viton-Metall</li> </ul> <p><b>Kunststoffe:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Hochwertige Kunststoffe, PEEK, Perfluorelastomere, Perfluorkautschuk (Kontakt mit Glassubstraten bis zu 3 m x 4 m)</li> </ul>
<b>Optik</b>	Metallkugellager (Einsatz trocken ohne Schmierung nach Waschen)
<b>Photovoltaik</b>	Aluminium, Edelstähle, Fluorelastomere als Dichtungen
<b>Präzisionswerkzeuge</b>	Edelstähle, Aluminium, Fluorelastomere (Dichtungen), (z. B. für die Herstellung von Bohrern mit Ø 0,8 mm)
<b>Elementarteilchen- physik</b>	Supraleiter Niob in Baugruppen zur Teilchenbeschleunigung, Metalldichtungen mit extrem glatten Oberflächen für höchste Dichtheit von Ventilen
<b>Raumfahrt</b>	Metalle (Edelstähle, Titan, Aluminium eloxiert), Keramikgewebe, Kunststoffe: PTFE, Polyimide

Abbildung 3.7: Typische Werkstoffe der Halbleiterindustrie und Besonderheiten in ausgewählten Branchen mit Beispielen für deren Einsatz, Quellen: (Bergrath *et al.* 2012), (Brinkmann *et al.* 2013), (Eisenkrämer *et al.* 2013), (Esser H. *et al.* 2013), (Frank *et al.* 2014), (Gaglin *et al.* 2014), (Hensel *et al.* 2013), (Kasperczyk *et al.* 2015), (Kemps *et al.* 2013), (Lindenberg *et al.* 2012), (Michalke *et al.* 2014), (Mitrach *et al.* 2012), (Müller *et al.* 2014), (Pollak *et al.* 2013), (Rohr *et al.* 2013), (Schleifenbaum *et al.* 2013), (Schneider *et al.* 2013), (Schober *et al.* 2013), (Schulze *et al.* 2012), (Summer *et al.* 2012), (Trabert *et al.* 2012), (Völlinger *et al.* 2014), (Walter *et al.* 2012) und (Zeugin *et al.* 2014)

In offenen Tribosystemen (Kontakt zwischen Werkstück und mechatronischen Systemen) ist der Werkstoff des Werkstücks generell festgelegt, z. B. Wafer, Glassubstrate. Für geschlossene Tribosysteme sind die Werkstoffe beider Reibpartner prinzipiell auswählbar (Abbildung 3.7). Die Werkstoffauswahl ist sowohl für offene als auch für geschlossene Tribosysteme unter Berücksichtigung minimaler Partikelfreisetzung zu treffen.

### 3.2.7 Charakterisierung technischer Tribosysteme

Tribosysteme lassen sich durch Bewegungsarten, Kräfte, Geometrien der Reibkörper und Pressungen charakterisieren. In Abbildung 3.8 sind typische und besonders reinheitskritische technische Systeme (Betriebsmittel) abgebildet, die tribologischer Beanspruchung unterliegen. Dazu sind die typischen Funktionen und die Bewegungsarten mit wirkenden Kräften schematisch dargestellt.

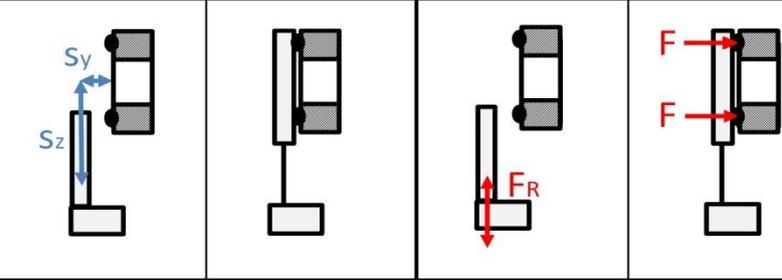
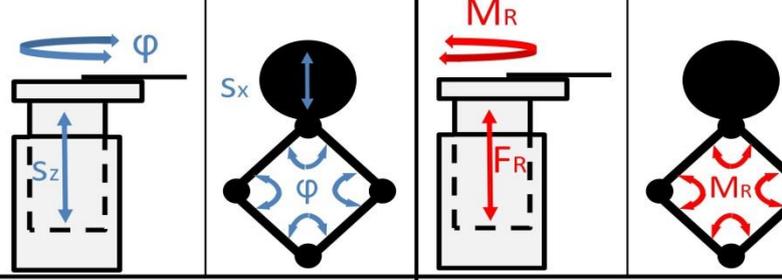
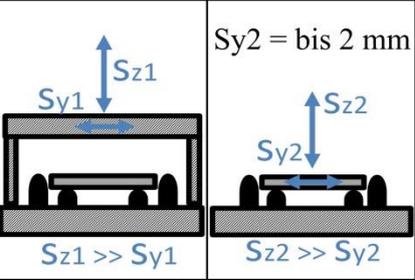
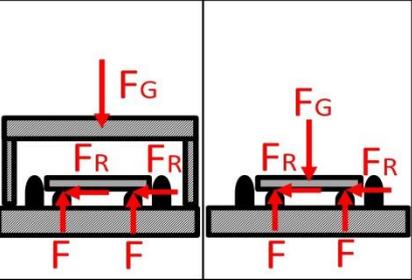
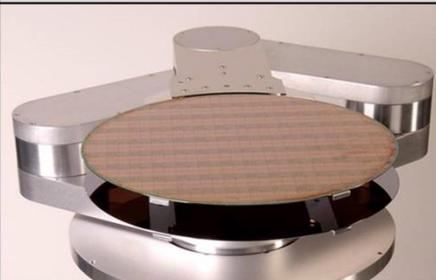
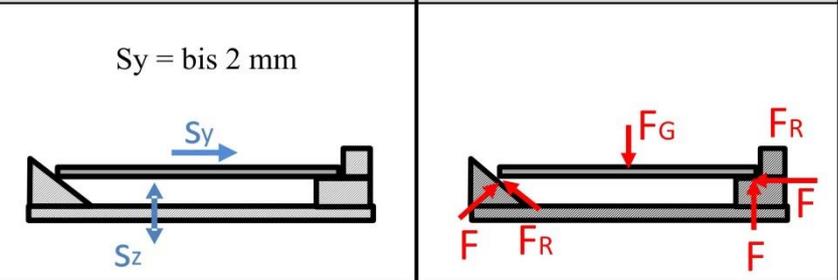
Systeme	Funktion	Bewegungsart
	Öffnen, Schließen	Gleiten, Stoß
		
Roboter mit Wafern	Hub, Drehung	Gleiten, Wälzen
		
EUV-Masken-„POD“	Entnahme - Maske	Stoß, Stoß-Gleiten
		
Endeffektor mit Wafer	Greifen - Wafer	Stoß, Stoß-Gleiten
		

Abbildung 3.8: Typische Tribosysteme der Mikrochipindustrie mit Bewegungsformen und wirkenden Kräften, Quellen der Fotos linke Seite (von oben nach unten): VAT AG, Brooks Automation Jena GmbH, Entegris AG, Brooks Automation Jena GmbH

Die in Abbildung 3.8 zusammengestellten Systeme weisen geschlossene und offene Tribosysteme auf. Geschlossene Tribosysteme sind beispielsweise Führungen und Lager an Robotern sowie Ventilen. Offene Tribosysteme bestehen aus Substraten, wie Wafern, Fotolithografiemasken und Endeffektoren oder Ablagepositionen in Transportbehältern. Aufgrund der erzeugten Relativbewegungen in typischen Vakuumsystemen können Ablagepositionen als Grundkörper und Wafer, Fotolithografiemasken sowie Endeffektoren sowohl als Grundkörper als auch als Gegenkörper auftreten.

Die Geschwindigkeiten der Relativbewegungen variieren an den Tribosystemen und betragen häufig bis zu 0,5 m/s.

Die Schließkräfte von Vakuumentilen sind sehr groß, die Pressung bei Elastomeren (Wulst) ist gering gegenüber den Pressungen bei Schneiden von Metalldichtungen. Roboter unterliegen hohen statischen und dynamischen Kräften. Die resultierenden Pressungen können ebenfalls sehr hoch sein.

In Abbildung 3.9 sind wirksame statische Kräfte, maximale Pressungen und Kontaktbreiten die bei der Ablage von Substraten der Halbleiterindustrie auf typischen Kugelkontakten zusammengefasst. Die Berechnungen erfolgten auf Grundlage industriüblicher Spezifikationen ((SEMI E152-0709 - 2009) und (SEMI P37-1101 2001)).

Typische Substrate in der Chipindustrie	Gewichtskraft [N]	Maximale Pressung [N/mm <sup>2</sup> ]		Durchmesser der Kontaktfläche [mm]	
		PEEK *)	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> *)	PEEK *)	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> *)
300 mm Wafer	1,25	46,2	250,9	0,114	0,049
450 mm Wafer	3,37	63,3	348,7	0,158	0,068
Fotolithografiemaske	3,17	63,6	394,9	0,154	0,062
*) Maximale Pressung bei gleichverteilter Ablage auf vier Punkten (r = 3 mm)					

Abbildung 3.9: Kraftwirkungen und Pressungen an Ablageelementen von Wafern und Fotolithografiemasken

Die berechneten Kräfte und Pressungen können als die geringsten auftretenden Kräfte und Pressungen eingeschätzt werden. Es ist davon auszugehen, dass in Vakuumsystemen (z. B. Ventildichtungen) deutlich höhere Pressungen auftreten. An Radialrillenkugellager treten Pressungen bis zu 1500 N/mm<sup>2</sup> auf (Bergrath *et al.* 2012).

In Abbildung 3.10 wird für zwei reale Kantenprofile [Quelle: Kantenprofile von KoCoS Automation GmbH] die Aufnahme eines Wafers beim passiven Kantengreifen mit Endeffektor verdeutlicht. Die wirksamen Kräfte ergeben sich aus der Gewichtskraft und Beschleunigungskräften. In Abhängigkeit der Kantenform ergeben sich unterschiedliche Kontaktflächen am Greifelement und bei gleicher Gewichtskraft unterschiedliche Pressungen.

Die Schräglage der schematisch dargestellten Greifelemente bewirkt die Zentrierung durch Anschlag an der gegenüberliegenden Seite des Wafers (Passivgreifer). Die typische Beanspruchung besteht somit aus Stoß und Gleiten. Die kurzen Gleitwege resultieren aus den Positioniergenauigkeiten von Robotern, die zum Wafertransport eingesetzt werden, und den mechanischen Anschlägen der Wafer an den Endeffektoren (siehe Abbildung 3.8, unten).

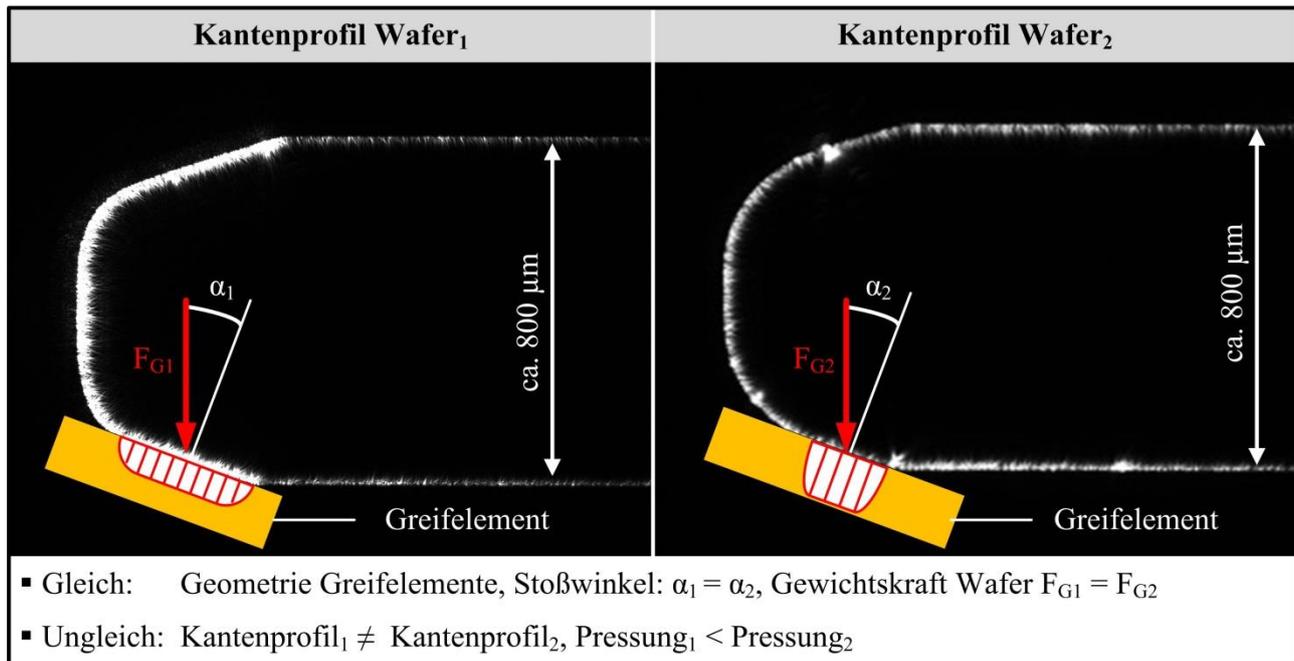


Abbildung 3.10: Pressung an unterschiedlichen Kantenprofilen bei der Ablage und Justierung von Wafern in der Halbleiterindustrie

In Zusammenhang mit partikelkritischen Vakuumanlagen ist die Wirkung elektrostatischer Felder zu berücksichtigen (Fissan *et al.* 2012) (Summer *et al.* 2012).

### 3.2.8 Zusammenfassung der technischen Randbedingungen

Die Analyse der technischen Randbedingungen führt zu folgenden Ergebnissen:

- Die aktuellen kritischen Partikelgrößen sind branchenspezifisch und erstrecken sich von 15 nm bis 500 µm. Zukünftig können kleinere Partikel relevant sein.
- Der Druck in Vakuumsystemen erstreckt sich von  $10^{-1}$  bis  $< 10^{-14}$  mbar.
- Die Temperaturen betragen 22°C (Raumtemperatur) bis mehrere einhundert Grad Celsius (Ausnahmen – Raumfahrt und Elementarteilchenphysik, dort teilweise deutlich geringere Temperaturen).
- Vakuumsysteme können viele unterschiedliche Tribosysteme (Partikelquellen) aufweisen.
- Als Bewegungsarten (Wirkbewegungen) treten überwiegend Gleiten, Stoß und Wälzen auf. Sie können überlagert bzw. kombiniert auftreten.
- Tribosysteme werden stetig und intermittierend beansprucht.
- Unterschiedliche Kräfte und Kontaktgeometrien führen von geringen bis zu hohen Pressungen.
- Bei offenen Tribosystemen ist ein Reibpartner festgelegt, der andere Reibpartner kann unter Berücksichtigung tribologischer und reinheitstechnischer Aspekte freigewählt werden. Bei geschlossenen Tribosystemen sind beide Reibpartner frei wählbar.
- Vakuumsysteme existieren im terrestrischen Raum und im Weltraum, d.h. mit und ohne Wirkung der Schwerkraft.
- Reinheitstauglichkeit von vakuumtauglichen Werkstoffen in Verbindung mit tribologischer Beanspruchung gewinnt als zusätzliches Kriterium zunehmende Bedeutung.

### 3.3 Generierung, Freisetzung und Ausbreitung von Partikeln im Vakuum

#### 3.3.1 Grundbedingungen

Reibung zwischen zwei Körpern führt bei Festkörperreibung zu Verschleiß. Das dabei zerstörte Material der Körper, d. h. das Verschleißvolumen, liegt dann in Form von freien und an Reibkörpern gebundenen Partikeln vor. Vakuumtribologie ist ein Spezialgebiet der Tribologie. Gegenüber atmosphärischen Bedingungen bestehen bedeutende Unterschiede:

- geringer Anteil von Restgasteilchen
- Nichtvorhandensein von Sauerstoff
- keine sich neu bildenden Oxidschichten
- keine Feuchtigkeit auf Oberflächen
- kein Zwischenmedium
- keine viskosen/flüssigen Schmierstoffe

Diese Grundbedingungen wirken sich auf Generierung, Freisetzung und Ausbreitung von Partikeln im Vakuum aus. **Demzufolge ist davon auszugehen, dass sich die Generierung von Partikeln in Tribosystemen, die Freisetzung von Partikeln aus Tribosystemen und die Ausbreitung von Partikeln im Vakuum gegenüber von Tribosystemen, die bei Atmosphärenbedingungen betrieben werden, deutlich unterscheiden.**

Reibvorgänge unter atmosphärischen Bedingungen sind in der Fachliteratur umfangreich beschrieben (Czichos *et al.* 2010) (Habig 2013). Nachfolgend wird auf die Besonderheiten der Vakuumtribologie eingegangen.

#### 3.3.2 Mechanismen der Partikelgenerierung

Als Partikelgenerierung wird die Erzeugung von Partikeln durch tribologische Beanspruchung an Reibflächen von Tribosystemen bezeichnet (gemäß Kapitel 2.1). Partikel sind ein Verschleißprodukt. „Verschleiß ist der fortschreitende Materialverlust aus der Oberfläche eines festen Körpers (Grundkörper), hervorgerufen durch tribologische Beanspruchungen, d. h. Kontakt- und Relativbewegung eines festen Gegenkörpers“ gemäß (Czichos *et al.* 2010) und (Deters *et al.* 2012). Verschleiß findet an beiden Reibpartnern statt. Dabei wird fortschreitend Material aus dem festen kompakten Zustand in den partikulären Zustand überführt. Die Partikel können an den Reibkörpern anhaften, untereinander verbunden oder auch einzeln frei sein. „Als Verschleißmechanismen werden die im Kontaktbereich eines tribologischen Systems ablaufenden physikalischen und chemischen Wechselwirkungen bezeichnet. Diese lösen Elementarprozesse aus und führen schließlich zu Stoff- und Formveränderungen der Kontaktpartner. Sie gehen von den im Kontaktbereich örtlich und zeitlich stochastisch verteilten Mikrokontakten aus und ihr Beitrag zum Verschleiß ist sowohl von der Struktur des tribologischen Systems als auch von Beanspruchungskollektiv abhängig“ (Czichos *et al.* 2010).

Die Mechanismen wirken entsprechend der Systemstrukturen und Bewegungsarten unterschiedlich. „Die wesentlichen Mechanismen des Festkörperverschleißes sind Oberflächenzerrüttung, Abrasion, Adhäsion und tribochemische Reaktion“ (Czichos *et al.* 2010). Der Verschleiß und damit die Partikelgenerierung hängen hinsichtlich ihrer Generierungsrate vom Beanspruchungskollektiv und der Struktur des tribologischen Systems ab (in Anlehnung an Czichos (Czichos *et al.* 2010)).

Außerdem können sogenannte „Blitztemperaturen“ auftreten, die zur Erwärmung von Partikeln führen (Archard 1959), (Czichos *et al.* 2010) und (Kuhlmann-Wilsdorf 1986). Durch triboelektrische Aufladung (Czichos *et al.* 2010) können Partikel elektrostatische Potenziale erhalten (Booth *et al.* 2006), (Erdemir 2004), (Powrie, H. R. T. L. S. *et al.* 2002) und (Sun *et al.* 2005).

Die Formen der generierten Partikel sind beanspruchungs- und werkstoffabhängig und reichen von schuppig bis faserartig und spanförmig (Czichos *et al.* 2010). Generierte Partikel können sich innerhalb des Reibkontakts befinden, außerhalb der Reibkontakts Depots bilden oder freigesetzt werden. In Abbildung 3.11 werden die wesentlichen Verschleißmechanismen (Ursache der Partikelgenerierung) nach (Czichos *et al.* 2010) für Gleitreibung und Stoß zusammengestellt.

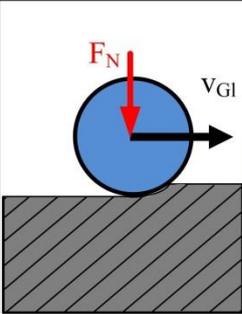
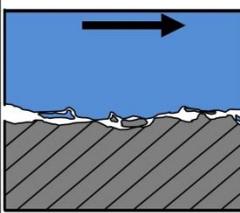
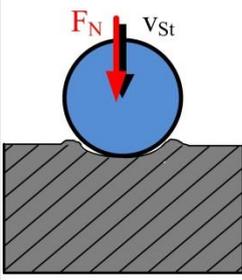
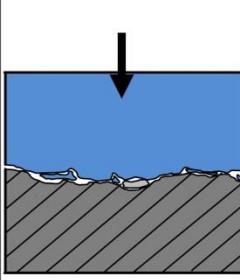
	makroskopisch	mikroskopisch	wesentliche wirkende Mechanismen
Gleiten			<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Adhäsion: Bildung und Zerstörung von Adhäsionsverbindungen im Kontaktbereich in der wahren Kontaktfläche, nimmt mit steigender Pressung durch höhere Anzahl von Mikrokontakten zu</li> <li>▪ plastische Deformation: durch tangentielle Relativbewegung, Abnahme der Deformation während der Bewegung durch „Einebnen“ der ursprünglichen Rauheitshügel</li> <li>▪ Furchung: Harte Rauheitsspitzen eines Körpers dringen in den weicheren Körper ein (Kombination von Reibkörpern mit unterschiedlicher Härte).</li> </ul>
Stoß			<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ plastische Deformation durch Hertzsche Pressung, Tangentialverschiebung von Material, Entstehung von Haft- und Gleitbereichen</li> <li>▪ elastische Hysterese, Dämpfung: Formänderung durch Hertzsche Pressung bis zur Gleichgewichtslage, Rückkehr zur Ausgangsform nach Ende der Krafteinwirkung ggf. mit Verzögerung</li> <li>▪ Impulswirkung bei harten Werkstoffen und hoher Auftreffgeschwindigkeit</li> </ul>

Abbildung 3.11: Mechanismen der Partikelgenerierung bei Gleitreibung und Stoß an Kugel/Scheibe

In Abbildung 3.12 werden die Bereiche der Generierung und Ausbreitung von Partikeln am Beispiel eines Lineargleitlagers schematisch herausgearbeitet.

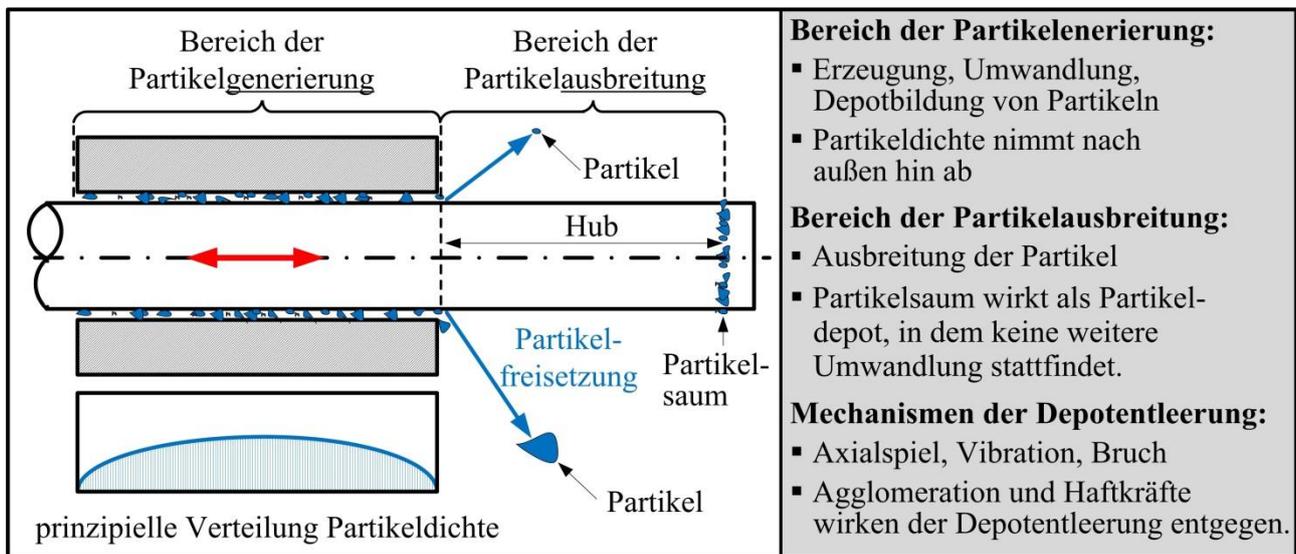


Abbildung 3.12: Schematische Darstellung, Bereiche der Generierung, Umwandlung und Depotbildung von Partikeln an Lineargleitlagern

#### 3.3.3 Mechanismen der Partikelfreisetzung

Partikelfreisetzung ist der Ablösevorgang der Partikel von den Reibkörpern und damit der Übergang zwischen tribologischer Beanspruchung und Partikelausbreitung. Bei der Freisetzung geht die Verbindung des Partikels mit dem Tribosystem verloren. Freisetzung erfolgt dann, wenn die auf die Partikel wirkenden Haftkräfte im Nahbereich des Reibsystems durch andere Kraftwirkungen aufgehoben werden. Zur Wirkung von Haftkräften existiert umfangreiche Literatur (Derjaguin *et al.* 1954), (Derjaguin B. 1934), (Fissan *et al.* 2012), (Free 2008), (Haas U. 2002), (Heinrich 2011), (Hoffmann *et al.* 2003), (Tomas 2007a), (Tomas 2007b), (Johnson 1998), (Preining 2008), (Quesnel *et al.* 2008) und (Wang, Z. *et al.* 2008). Die Haftkräfte können durch Schwerkraft oder andere Kräfte, die durch Beschleunigungen (Radialbeschleunigung, Schwingungen, Beschleunigung durch Partikelbruch) hervorgerufen werden, überwunden werden. Für das Modell Kugel-Platte dominiert ab einer Partikelgröße von ca. 1 mm die Gewichtskraft gegenüber der Van-der-Waals-Kraft (Zimmermann 1998). Außerdem können Formschluss (Schubert 1979) und Mikroverschweißungen der Freisetzung entgegenwirken. In Abbildung 3.13 sind die wesentlichen Haftmechanismen und Haftkräfte zusammengestellt.

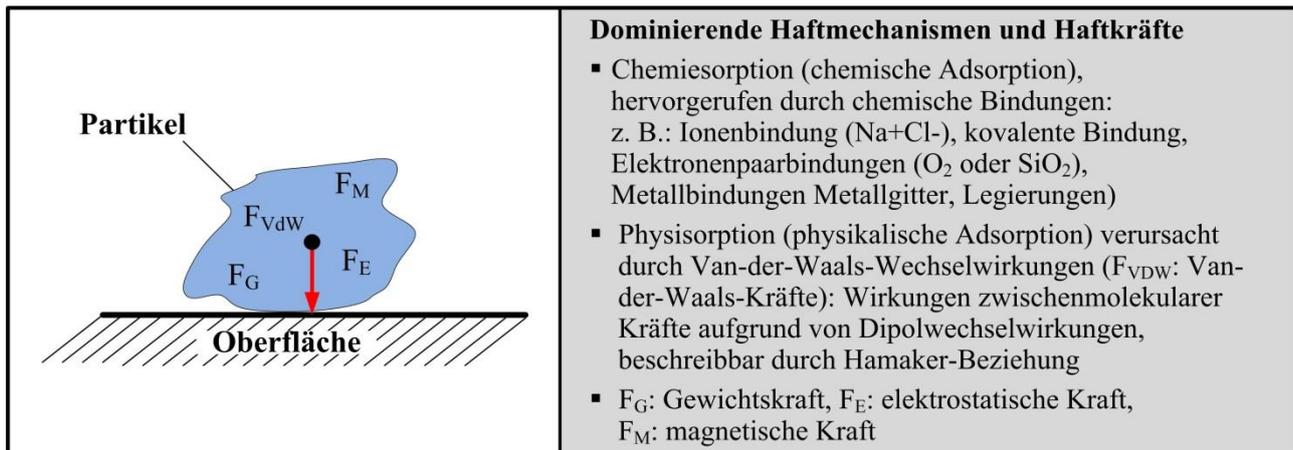


Abbildung 3.13: Haftwirkungen an Partikeln auf Oberflächen nach (Haas U. 2002), (Kreck. G. *et al.* 2008) und (Mortimer *et al.* 2003)

Die durch die Beschleunigungen erzeugten Anfangsgeschwindigkeiten und Anfangsbewegungsrichtungen sind entscheidend für die Ausbreitung der Partikel im Hochvakuum. Die Partikelfreisetzung kann in unterschiedlichen Phasen des Reibprozesses erfolgen:

- unmittelbar nach Erzeugung („Ursprungspartikel“)
- nach mehrfachem Passieren der Reibstelle, verbunden mit Partikelumwandlung
- nach Herauslösen aus einem reibstellennahen Depot

Die Freisetzung kann bei harten, spröden Werkstoffen impulsartig unmittelbar nach der Erzeugung erfolgen. Hierbei werden verzahnte Rauigkeitsspitzen bei Relativbewegung von Grund- und Gegenkörper bis zu ihrer Elastizitätsgrenze gespannt, bis sie mit hoher Geschwindigkeit brechen.

Bei weichen, duktilen Werkstoffen erfolgt die Partikelfreisetzung nach einer plastischen Verformung mit einer geringeren Freisetzungsgeschwindigkeit.

Partikel können einzeln oder in Form von Agglomeraten freigesetzt werden. Agglomeration führen zu einer verzögerten Freisetzung.

### 3.3.4 Mechanismen der Partikelausbreitung

Partikelausbreitung kann folgendermaßen stattfinden:

- freie Bewegung im Raum
- Verschleppung durch Weitergabe beim Kontakt mechanischer Komponenten (offene Tribosysteme)
- Transport durch Wechselwirkungen mit Restgasteilchen

Die **freie Bewegung** im Raum setzt die Freisetzung der Partikel voraus. Die Partikel, die durch Reibprozesse im Vakuum freigesetzt sind, bewegen sich so lange im freien Raum, bis deren Bewegung durch einen Körper beendet wird. Die Wege der Partikel hängen einerseits von Freisetzungsgeschwindigkeit und Freisetzungsrichtung ab, andererseits erfolgt eine Beeinflussung durch Kraftwirkungen (Schwerkraft, elektrische Felder, magnetische Felder) während der Bewegung. Die Beeinflussung durch Auftriebskraft, Thermophorese, Photonenstrom sind im Hochvakuum als gering einzuschätzen (Fissan *et al.* 2012). Verglichen mit dem geringen Wirkungsbereich von Haftkräften (Van-der-Waals-Kraft  $< 1 \mu\text{m}$ ) (Zimmermann 1998) können elektrostatische Felder eine erhebliche Fernwirkung aufweisen (Kohli *et al.* 2008).

**Verschleppung** bedeutet Aufnahme von Partikeln durch mechanischen Kontakt an einem bewegten Körper an einer Stelle und Abgabe an einer anderen Stelle (Klumpp 2013) und (Schmauz 2010). Insbesondere Greifer und Transporteinrichtungen für Produkte führen zur Verschleppung. Mit zunehmender Automatisierung und Verkettung von Vakuumsystemen steigt das Verschleppungspotenzial.

**Transport durch Gasteilchen** kann beim Belüften bzw. bei Druckausgleich zwischen Schleusen erfolgen. Partikel, die vom Gas getragen werden, bewegen sich im Wesentlichen mit der Gasbewegung. Luftgetragene Partikel sind nicht Gegenstand der Untersuchungen, sie sind jedoch als mögliche Störgröße bei den Experimenten im Rahmen dieser Arbeit zu beachten. Abbildung 3.14 veranschaulicht Unterschiede der Partikelausbreitung in Atmosphäre und Vakuum.

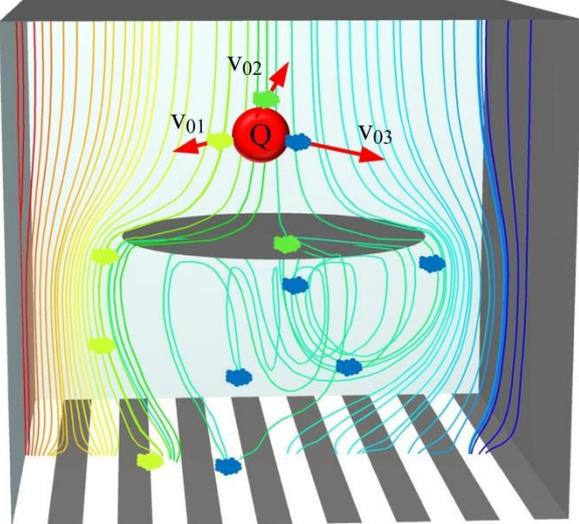
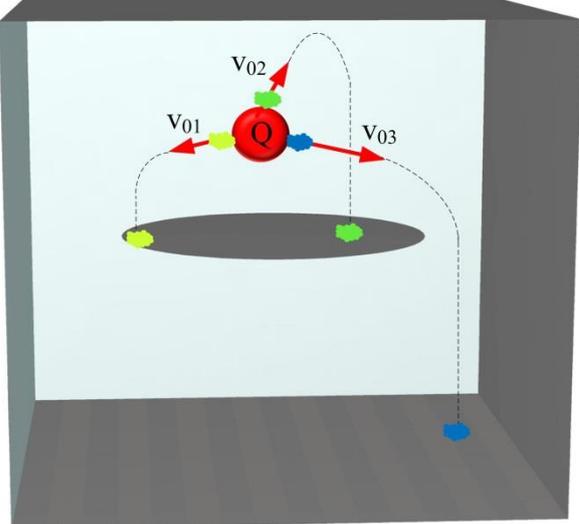
<b>Partikel ausbreitung in <u>Atmosphäre</u></b> (Partikelquelle (Q) über Siliziumwafer)	<b>Partikel ausbreitung im <u>Hochvakuum</u></b> (Partikelquelle (Q) über Siliziumwafer)
	
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ turbulenzarme Verdrängungsströmung (hochreine Fertigungsanlagen): Wechselwirkungen zwischen Partikeln und Gasteilchen hoch</li> <li>▪ Partikel im Submikrometerbereich folgen vornehmlich der Luftströmung.</li> <li>▪ Externe Kräfte (z. B. Gravitation, Elektrostatik) beeinflussen Partikelbewegung geringer als im Vakuum.</li> <li>▪ geringer Einfluss von Startrichtung und Startgeschwindigkeit (<math>v_{01}</math>, <math>v_{02}</math>, <math>v_{03}</math>) der Partikel auf die Partikel ausbreitung</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Molekularströmung: Wechselwirkungen zwischen Partikeln und Restgasteilchen gering</li> <li>▪ Partikel folgen zunächst dem Vektor der Startgeschwindigkeit an Reibstellen.</li> <li>▪ Überlagerung externer Kraftwirkungen (insbesondere Gravitation) auf Partikel führt zu parabelförmigen Flugbahnen.</li> <li>▪ hoher Einfluss von Startrichtung und Startgeschwindigkeit der Partikel an Partikelquellen auf Partikel ausbreitung</li> </ul>

Abbildung 3.14: Schematische Darstellung der Partikel ausbreitung in atmosphärischer Verdrängungsströmung (links) und im Hochvakuum (rechts)

### 3.3.5 Ausbreitung tribologisch generierter Partikel im Vakuum

Die Geschwindigkeit und die Richtung der Partikel unmittelbar nach deren Freisetzung sind die Startbedingungen für die Partikelbewegung. Im Verlauf der Bewegung im freien Raum wirken Kräfte, die zur Beschleunigung oder Verzögerung führen und die Richtung der Partikel ändern. Die Trajektorien einzelner Partikel unterscheiden sich, bedingt durch die Anfangsbedingungen und die Kraftüberlagerungen, im Verlauf der Bewegung. Je nach Position von festen Körpern gegenüber der Partikelquelle enden die Trajektorien. Die Endgeschwindigkeit beim Auftreffen auf einen festen Körper hängt von den Startbedingungen, vektoriellen Kraftwirkungen und der Position des Auftreffkörpers ab. Die Ausbreitung tribologisch generierter Partikel im Vakuum ergibt sich somit durch die Trajektorien, die beim Auftreffen auf festen Körper enden. In Abbildung 3.15 sind die wesentlichen Kräfte nach Fissan (Fissan *et al.* 2012) zusammengefasst.

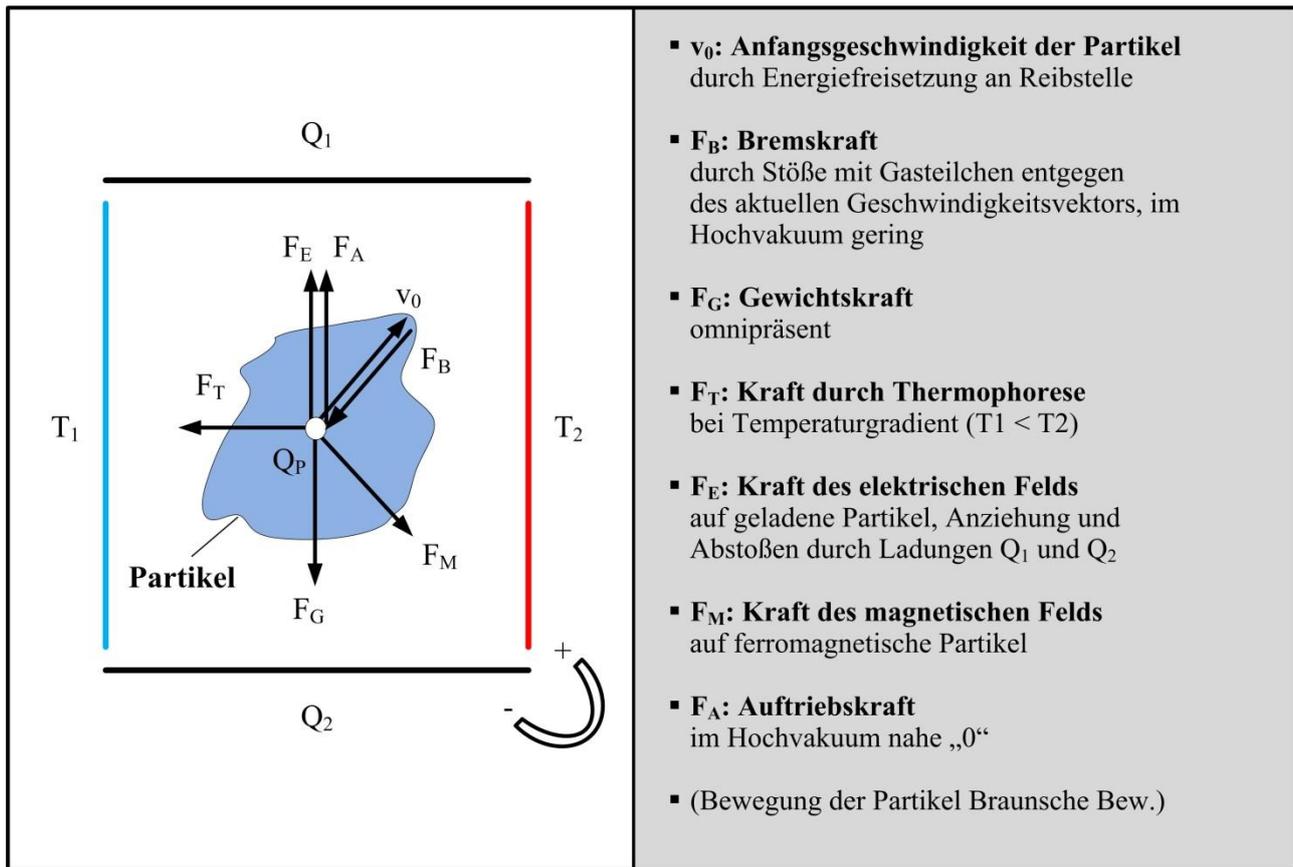


Abbildung 3.15: Kraftwirkungen auf freigesetzte Partikel im Vakuum

Die Schwerkraft wirkt auf alle Partikel in gleichem Maße. Die Wirksamkeit elektrostatischer Felder hängt von der Ladung der Partikel ab. Kleine Partikel können in Relation zur Masse größere Ladungen aufweisen als größere Partikel. Magnetische Felder wirken nur auf ferromagnetische Partikel. Thermophorese bedeutet Kraftwirkung auf Partikel, bedingt durch Temperaturunterschiede in der Umgebung. Thermophorese setzt die Anwesenheit von Gasteilchen bzw. einen Mindestdruck voraus. Die Wirksamkeit wurde von Dedrick (Dedrick *et al.* 2005b) für 6,7 Pa nachgewiesen. Für geringere Drücke kann sie vernachlässigt werden.

Im Hochvakuum sind die Wechselwirkungen zwischen Partikeln und Restgasteilchen gering. Mit zunehmendem Druck steigt die Wahrscheinlichkeit von Wechselwirkungen zwischen Partikeln und Restgasteilchen. Damit steigt die Bremswirkung auf Partikel und die Beeinflussung der Trajektorie.

Mit Reduzierung des Drucks erfolgt der Übergang von der viskosen Strömung zur freien molekularen Strömung. Bei freier molekularer Strömung ist gegenüber viskoser Strömung die Beeinflussung von Partikelbewegungen durch Gasteilchen minimal. In Abbildung 3.16 ist der Bereich üblicher technischer Drücke und Partikelgrößen gemäß Abbildung 3.2 sowie Abbildung 3.3 ergänzt. Aus dem blau schraffierten Bereich ist erkennbar, dass sich die Partikel bei den aufgezeigten Drücken im molekularen Bereich befinden. Demzufolge sind Trajektorien kleiner und großer Partikel nicht differenziert zu betrachten.

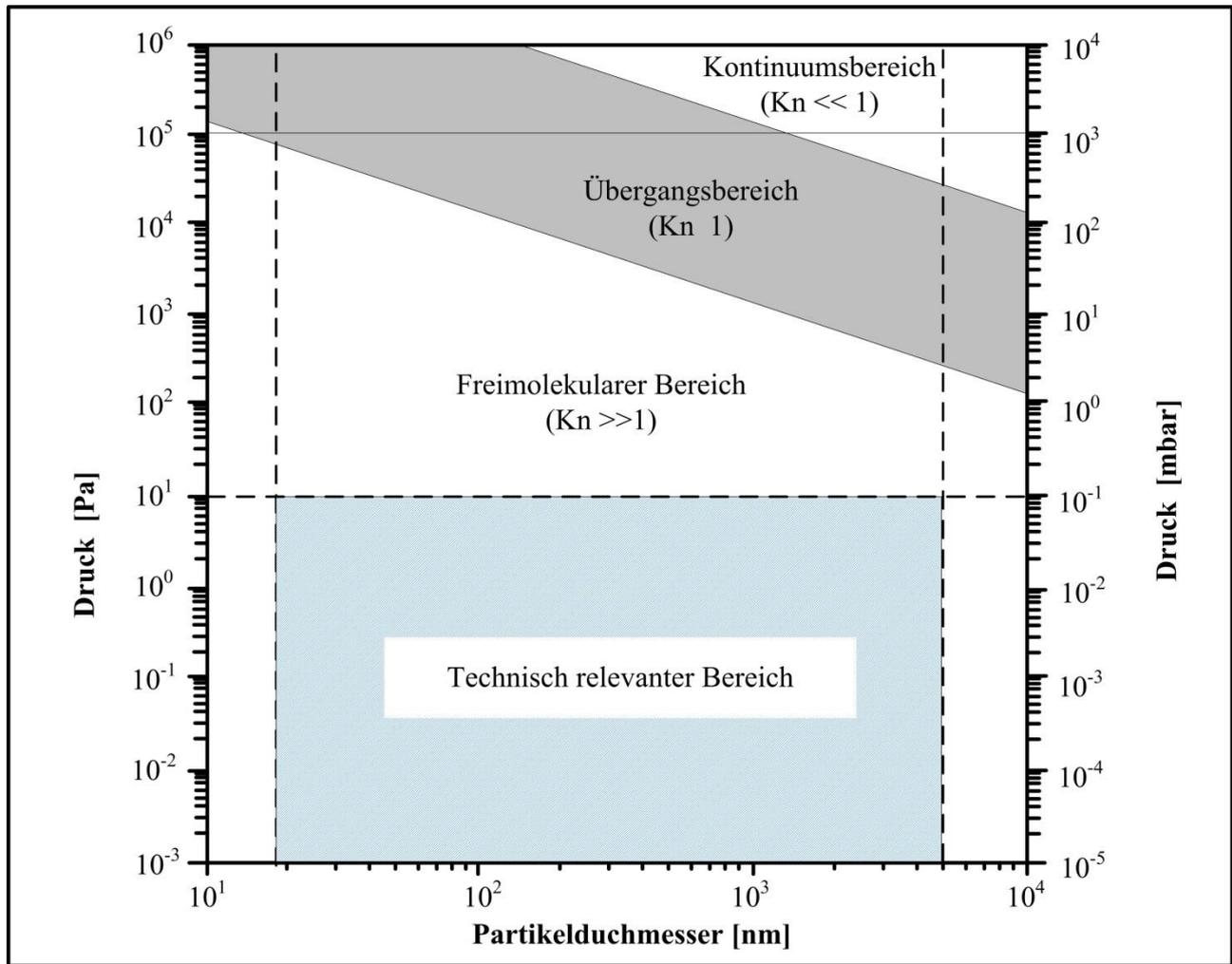


Abbildung 3.16: Einteilung in Vakuumbereiche nach Asbach (Asbach *et al.* 2005) und Fissan (Fissan *et al.* 2012), Erweiterung: Kennzeichnung des technisch relevanten Bereichs blau schraffiert aus den Abbildungen 3.2 und 3.3

Partikel unterliegen auch untereinander Wechselwirkungen. Voraussetzung dafür ist, dass sich die Partikel zeitgleich in unmittelbarer Nähe befinden. Die Erfüllung dieser Voraussetzung ist nur bei dichten Partikelströmen unmittelbar an der Partikelquelle zu erwarten. Zusammenstöße zwischen freischwebenden Partikeln und dabei wirksamen Haftkräften bewirken eine Partikelkoagulation und eine Abnahme der Partikelkonzentration. Fissan (Fissan *et al.* 2012) beschreibt Koagulation als Wachstumsprozess, der immer zur Abnahme der Partikelkonzentration führt. In diesem Prozess wird zwischen dem Zusammenstoß von Partikeln gleicher oder unterschiedlicher Größe, gleicher oder ungleicher Konzentration, Brownscher Koagulation und kinematischer Koagulation unterschieden. Bei den durch Reibprozess bedingten Partikelquellen ist von unterschiedlich großen Partikeln, ungleicher Konzentration und vornehmlich kinematischer Koagulation auszugehen. Mit der Entfernung zur Partikelquelle reduziert sich die Wirksamkeit des Prozesses. In Abbildung 3.17 sind die Wirkungen auf die Partikelausbreitung zusammengefasst.

Ausbreitung von durch Verschleiß freigesetzten Partikeln im Vakuum	
<b>Freisetzwirkungen</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Anfangsbeschleunigung beim Herausbrechen an Reibstelle</li> <li>▪ Drehbewegungen: Radialbeschleunigung, Schwingungen Umfangsgeschwindigkeit, Mitnahmeeffekte</li> <li>▪ Stoßbeanspruchung: mechanischer Impuls, Schwingungen</li> </ul>
<b>externe Kräfte</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Gravitation    ▪ Elektrisches Feld    ▪ Magnetfeld    ▪ Photonenstrom</li> </ul>
<b>Wechselwirkungen mit Restgasteilchen</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Diffusion    ▪ Widerstandskraft    ▪ Auftriebskraft    ▪ Thermophorese</li> </ul>
<b>Ausbreitungseffekte</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Gleichverteilung Luftmoleküle</li> <li>▪ Ungleichverteilung Partikelkonzentration</li> <li>▪ Entstehungsort: Partikelquelle mit relativ hoher Partikelkonzentration</li> <li>▪ Starke Wechselwirkungen zwischen Partikeln: Abspalten oder Agglomeration, nach Fissan: „polydisperse, kinematische Koagulation“</li> <li>▪ Abnahme der Partikelkonzentration mit steigendem Abstand vom Entstehungsort (Reibstelle)</li> <li>▪ elektrostatische Ladung der Partikel durch triboelektrischen Effekt/Ladungstrennung</li> <li>▪ mikro-/nanoskalige Verdampfung an Kontaktpunkten der Reibstelle</li> <li>▪ (Überwindung Partikelhaftkräfte, Anhaften, Verdichten, Zertrümmern ...)</li> </ul>

Abbildung 3.17: Wirkungen bei der Ausbreitung tribologisch generierter Partikel, Quelle für externe Kräfte und Wechselwirkungen mit Gasteilchen nach Fissan (Fissan *et al.* 2012)

Die Temperatur, mit der sich ein Partikel auf eine Oberfläche niederschlägt, kann möglicherweise von technologischer Bedeutung sein. Bekannt ist (Archard 1959), (Czichos *et al.* 2010), (Kohli *et al.* 2008) und (Tian *et al.* 1994), dass die Partikel bei ihrer Freisetzung eine hohe Blitztemperatur aufweisen können. Im Hochvakuum verändert sich die Temperatur der Partikel während der Ausbreitungsdauer ausschließlich durch Wärmestrahlung.

### 3.3.6 Gesamtprozess

Partikelgenerierung, Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung stellen aufeinander folgende Teilprozesse in einem **Gesamtprozess** dar. Dieser Gesamtprozess beginnt mit der Generierung von Ursprungspartikeln und endet mit der Partikelablagerung im Depot oder am Ende von Flugbahnen (Trajektorien) im Vakuum auf Oberflächen. Die Abfolge der Teilprozesse, ausgehend von Reibung und Verschleiß, ist in Abbildung 3.18 dargestellt. Innerhalb und zwischen den Teilprozessen können Wechselwirkungen auftreten.

Im **Teilprozess Partikelgenerierung** werden zunächst Ursprungspartikel erzeugt. Je nach Verweildauer im Kontaktbereich erfolgt eine Umwandlung der Ursprungspartikel durch Zerkleinerung, Agglomeration, Verdichten, Abrunden und Verschweißen. Der Prozess der Partikelgenerierung, bezogen auf einen Partikel, ist abgeschlossen, wenn dieser freigesetzt wurde oder im Depot angelagert ist.

Der **Teilprozess Partikelfreisetzung**, bezogen auf einen Partikel, dauert sehr kurze Zeit. Die Freisetzung erfolgt im Moment der Überwindung von Haftkräften durch äußere Kräfte.

Erfolgt die Partikelgenerierung am Randbereich der Kontaktfläche, dann kann die Freisetzung unmittelbar nach der Erzeugung erfolgen. Depots wirken zeitverzögernd auf die Partikelfreisetzung oder verhindern diese.

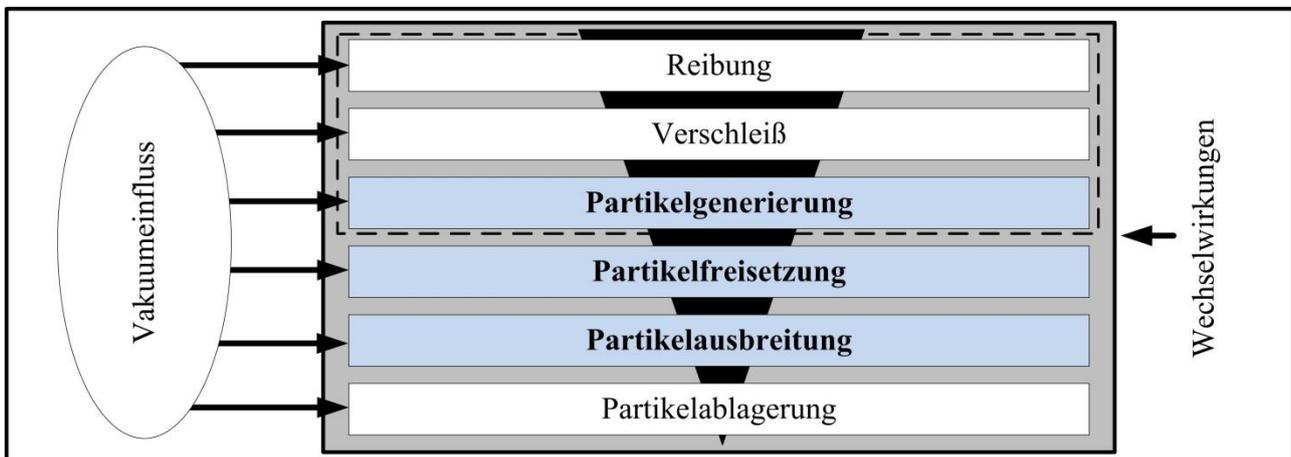


Abbildung 3.18: Gesamtprozess von der Entstehung bis zur Ablagerung der Partikel im Vakuum

Freigesetzte Partikel bilden einen stochastischen Partikelstrom, der zum **Teilprozess der Partikelausbreitung** führt. In Abhängigkeit der Freisetzungsrichtung, Freisetzungsgeschwindigkeit und externen Kraftwirkungen kommt es zu unterschiedlicher Partikelausbreitung. Die Ausbreitungsdauer hängt von der Geschwindigkeit und der Länge der Trajektorie ab. Mit abnehmender Partikelgröße dominieren die Haftkräfte gegenüber der Gravitation. Mit zunehmender Partikelgröße dominiert die Gewichtskraft gegenüber den Haftkräften. Partikel, die sich entgegen der Gravitation ausbreiten, werden abgebremst. Partikel, die sich in Richtung der Gravitation ausbreiten, werden dagegen beschleunigt. Entsprechend der räumlichen Orientierung einer Auftrefffläche zur Partikelquelle können die Auftreffgeschwindigkeiten bei gleicher Freisetzungsgeschwindigkeit verschieden sein. Abpralleffekte sind bei großen Partikeln nicht auszuschließen. Bei den angegebenen kritischen Partikelgrößen Abbildung 3.2 sind Abpralleffekte nicht wahrscheinlich. Für das Modell Kugel/Fläche haften Partikel bis zu einer Größe von ca. 1 mm entgegen der Gravitation (Zimmermann 1998). Die betrachteten Partikel sind dem gegenüber deutlich kleiner. Mit dem Haften der einzelnen Partikel auf einer Oberfläche enden Partikelausbreitung und damit der Gesamtprozess.

Die Partikelausbreitung ist aufgrund stochastischer Partikelgenerierung und Partikelfreisetzung ebenfalls stochastisch, obwohl die Wirkmechanismen innerhalb der Ausbreitung determiniert sind. Die Beobachtung der einzelnen Teilprozesse ist unter Vakuumbedingungen schwierig. Über die Zeitdauer des Gesamtprozesses werden die Partikel an Oberflächen akkumuliert und stellen das Ergebnis des Gesamtprozesses dar. In diesem Gesamtprozess ist die Beobachtung einzelner Partikel technisch schwierig. Die Beschränkung auf die Auswertung ausgebreiteter Partikel am Ende eines Gesamtprozesses entspricht den meisten technischen Aufgabenstellungen.

### 3.4 Anforderungen an das Verfahren

#### 3.4.1 Generelle Anforderungen an das zu entwickelnde Verfahren

Mit Hilfe des Verfahrens sollen die Zusammenhänge zwischen der Beanspruchung von Tribosystemen und der Reinheitstauglichkeit im Vakuum untersucht werden. Insbesondere sind die komplexen Zusammenhänge zwischen Tribologie, Partikelgenerierung, Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung unter Hochvakuumbedingungen zu berücksichtigen. Das Verfahren muss sich an konkreten technischen Aufgabenstellungen oder Aufgabenstellungen mit Grundlagencharakter orientieren. Das Verfahren muss die Voraussetzung zur Optimierung hinsichtlich Reinheitstauglichkeit schaffen. Dazu gehört die weitgehende räumliche Erfassung der Partikelströme, die von Tribosystemen ausgehen.

Aus den Randbedingungen werden folgende Entwicklungsschwerpunkte abgeleitet:

- Entwicklung eines Vakuumtribometers, das es gestattet, den Prozess der Generierung, Freisetzung und Ausbreitung von Partikeln unter Vakuumbedingungen bei unterschiedlichen Beanspruchungen zu untersuchen
- Auswahl und Anpassung geeigneter Messtechnik einschließlich rechentechnischer Datenerfassung, die dem Mengencharakter (der großen Anzahl) der Partikel gerecht wird
- ortsnahe Verknüpfung von Vakuumtribometer und messtechnischer Partikelerfassung zu einem Prüfstand in derselben Reinraumumgebung zur Vermeidung von Zwischenlagerung, Transport und damit verbundenen Kontaminationsrisiken
- Einbeziehung von Messtechnik zur Beurteilung von Partikel- und Verschleißmerkmalen
- Entwicklung einer Methodik zur Bewertung und Optimierung der Vakuumtauglichkeit von Tribosystemen hinsichtlich Generierung, Freisetzung und Ausbreitung von Partikeln

#### 3.4.2 Anforderungen an das Vakuumtribometer

Das Vakuumtribometer muss die Möglichkeit bieten, unterschiedliche Tribosysteme aufzunehmen und die Erzeugung unterschiedlicher Bewegungsarten sowie deren Kombinationen zu zulassen. Es sollen die Kategorien Modellversuch, Probekörperversuch und Bauteilversuch durchgeführt werden können. Die tribologischen und sonstigen Beanspruchungen müssen sich definiert in bestimmten Bereichen einstellen lassen. Das Vakuumtribometer ist so zu gestalten, dass einerseits umfangreiche Untersuchungsmöglichkeiten und andererseits eine effektive Versuchsdurchführung und -auswertung gewährleistet ist. Die Anforderungen an das Vakuumtribometer, einschließlich der Mindesteinstellbereiche der Beanspruchungsgrößen, sind in Abbildung 3.19 zusammengefasst.

<b>Anforderungen an das Vakuumtribometer</b>	
<b>1) Generelle Anforderungen</b>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ reproduzierbare Bedingungen, geringe Schwankungen der Prüfparameter</li> <li>▪ Vermeidung undefinierter Kraftwirkungen (z. B. hervorgerufen durch Elektrostatik)</li> <li>▪ automatische Erfassung und Speicherung aller Prüfparameter während Versuch, bestimmbare Abtastrate</li> </ul>	
<b>2) Druck (Vakuum)</b>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Realisierung unterschiedlicher, konstanter Drücke von Atmosphäre bis Ultrahochvakuum: Industrie (<math>10^{-1}</math> bis <math>10^{-7}</math> mbar), Raumfahrt (bis <math>10^{-14}</math> mbar), Elementarteilchenforsch. (<math>&lt; 10^{-10}</math> mbar)</li> <li>▪ kurze Evakuierungsdauer</li> </ul>	
<b>3) Aufnahme unterschiedlicher Tribosysteme</b>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Modelltribosysteme: Kugel/Scheibe, Stift/Scheibe</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ technische Tribosysteme: Kugellager, Ablage von Wafern und Masken auf Kugelstiften, Kantengreifen von Wafern</li> </ul>
<b>4) Erzeugung verschiedener Wirkbewegungen/Reibungsarten</b>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Gleiten</li> <li>▪ Stoß (oszillierende Linearbewegung)</li> <li>▪ Wälzen</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ schwellende Beanspruchung (alternierende Normalkraft ohne Stoß)</li> <li>▪ Kombination verschiedener Wirkbewegungen</li> </ul>
<b>5) Steuerung Intensität mechanischer Beanspruchung und messtechnische Erfassung</b>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Normalkraft: 0 bis 20 N</li> <li>▪ Gleitgeschwindigkeit: 0 bis 60 cm/s</li> <li>▪ Stoß (Geschwindigkeit): 0 bis 7 mm/s</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Stoßfrequenz: bis 1 Hz</li> <li>▪ Bestimmung Reibkraft: 0 bis 20 N</li> <li>▪ Bestimmung Reibbeiwert (Reibungszahl)</li> </ul>
<b>6) Erfassung von Partikeln, die von Tribosystemen freigesetzt werden</b>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Erfassung der generierten Partikel (Anzahl: von 0 bis mehrere Tausend)</li> <li>▪ reibstellenbezogene räumliche Erfassung der Partikel</li> <li>▪ variable Entfernung der räumlichen Partikelerfassung, ausgehend vom Tribosystem</li> <li>▪ Erfassbarkeit der Partikel im „Ausbreitungsschatten“</li> </ul>	
<b>7) Reinheitsanforderungen</b>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ geringes partikuläres Eigenemissionsaufkommen des Prüfstands</li> <li>▪ Vermeidung von Querkontaminationen, konstante klimatische Bedingungen</li> <li>▪ Vermeidung Eintrag von Feuchtigkeit, Partikeln in Rezipient</li> </ul>	
<b>8) Variable Einsatzbedingungen / Einkopplung definierter Kraftwirkungen</b>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ elektrostatische Felder</li> <li>▪ Belüftung mit hochreinen Gasen (Reinstluft, Stickstoff)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Fremderwärmung Reibkörper</li> </ul>

Abbildung 3.19: Anforderungen an das Vakuumtribometer

### 3.4.3 Anforderungen an die Messtechnik zur Partikeldetektion und Verschleißanalyse

Partikelmesstechnik soll nicht innerhalb des Vakuumtribometers installiert werden, da diese die Partikelausbreitung einschränken würde. Externe Messtechnik muss die Voraussetzung schaffen, den Prozess der Generierung, Freisetzung und Ausbreitung von Partikeln rekonstruieren zu können. „Extern“ bedeutet Messung intern erzeugter Partikel nach Abschluss eines Versuches außerhalb des Vakuumtribometers. Je nach Analysezielstellung, wie unterschiedliche Größen, Formen, Elementzusammensetzung, räumliche Verteilung, Verteilungsdichte der Partikel; Verschleiß, Verschleißprofile und Rauheit der Reibkörper, sind geeignete Messtechniken einzusetzen, um eine optimale Beurteilung zu ermöglichen. Beim Einsatz partikelbezogener Messtechnik ist Fremdkontamination zu vermeiden. Die Messungen sind daher soweit möglich unter Reinraumbedingungen unmittelbar neben dem Prüfstand und unmittelbar nach den Versuchen durchzuführen. Die detaillierten Anforderungen sind in Abbildung 3.20 zusammengestellt.

<b>Anforderungen an die Messtechnik zur Partikeldetektion und Verschleißanalyse</b>	
<b>1) Bestimmung der an Tribosystemen freigesetzten Partikel</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Anzahl freigesetzter Partikel, Mindestgröße 0,015 µm bis Maximalgröße 500 µm</li> <li>▪ Größe jedes einzelnen Partikels, Größenverteilung der freigesetzten Partikel</li> <li>▪ räumliche Korrelation der Partikel gegenüber Partikelquelle</li> <li>▪ Partikelanzahl für unterschiedliche Flächeneinheiten</li> <li>▪ Partikeldichte an ausgewählten Positionen</li> </ul>
<b>2) Erstellung, Speicherung und Übertragung der Partikel-Datenfiles</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ automatisierte Erstellung, Speicherung und Übertragung der Partikel-Datenfiles durch Messsystem in geeigneten Datenfileformaten für die weitere Verarbeitung</li> </ul>
<b>3) Untersuchung von Proben und deren Archivierung</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ wiederholbare Untersuchung von Proben zur Bestimmung der Partikel</li> <li>▪ anschließende Untersuchung der gleichen Proben hinsichtlich Form und stofflicher Zusammensetzung der Partikel</li> <li>▪ Probenarchivierung unter Beibehaltung ihrer Eigenschaften, keine Veränderung der Partikelbeladung</li> </ul>
<b>4) Analyse ausgewählter, freigesetzter und an Reibstellen verbleibender Partikel</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Bestimmung der stofflichen Zusammensetzung ausgewählter Partikel</li> <li>▪ Bestimmung der Form ausgewählter Partikel</li> <li>▪ Bestimmung der Lage haftender Partikel an Reibstellen</li> </ul>
<b>5) Messtechnik zur Oberflächencharakterisierung und Verschleißbestimmung</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Bestimmung der Oberflächenbeschaffenheit der Reibkörper</li> <li>▪ Verschleißbestimmung an Reibkörpern – vergleichende Analysen Partikelmesstechnik</li> </ul>

Abbildung 3.20: Anforderungen an die externe Messtechnik, Datenaufbereitung und Speicherung

### 3.4.4 Anforderungen an die Methodik

Bei den umfangreichen Möglichkeiten des Prüfstands und der Messtechnik wird eine Methodik zur effektiven Planung, Durchführung und Auswertung der Versuche benötigt. Die Methodik muss es gestatten, die Zusammenhänge zwischen der Beanspruchung tribologischer Systeme (gemäß Abbildung 3.19), Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung im Hochvakuum qualitativ und insbesondere quantitativ zu beschreiben. Für die Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung sind quantitative Bewertungsgrößen für die Anzahl, Größenverteilung, räumliche Ausbreitung, Freisetzungsrichtung und Freisetzungsgeschwindigkeit der Partikel zu definieren. Damit soll die Voraussetzung für die Anwendung der statistischen Versuchsplanung geschaffen werden. Auf Basis der statistischen Versuchsplanung sind mathematische Modelle zu ermitteln, die die komplexen Zusammenhänge zwischen Beanspruchungsgrößen und Bewertungsgrößen beschreiben. Unter Einbeziehung statistischer Prüfverfahren sollen die signifikanten Beanspruchungsgrößen bezüglich der Bewertungsgrößen ermittelt werden. Der Bezug zu tribologischen Bewertungsgrößen ist herzustellen.

Unterschiedliche Tribosysteme sollen sich bei gleichen Beanspruchungen bewerten lassen. Hierzu sind Vergleichsmöglichkeiten unter Einbeziehung der oben angeführten Bewertungsgrößen zu schaffen.

Mit der Methodik sollen die Voraussetzungen für die reinheitstechnische Optimierung von Tribosystemen für Anwendungen im Hochvakuum geschaffen werden.

---

## 4 Ausgewählte technische Lösungen für das Verfahren

### 4.1 Prüfstände und Prüfstandkomponenten

Die Basis für den Prüfstand ist ein Vakuumtribometer. Käuflich erwerbbar sind ausschließlich für tribologische Anforderungen konzipiert und ermöglichen Standarduntersuchungen. Außerdem existieren Vakuumtribometer für spezielle Untersuchungen an Forschungseinrichtungen (Gradt 2010). Da bei tribologischen Untersuchungen partikuläre Reinheit nicht im Vordergrund steht, sind diese nicht für ein hinreichend geringes, partikuläres Eigenkontaminationsverhalten konzipiert. Die Nutzung vorhandener Vakuumtribometer als Basis für einen Prüfstand zur Untersuchung der Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung ist aus folgenden Gründen nicht zielführend:

- Mechanik mit hohem Partikelkontaminationspotenzial
- platzbeanspruchende Einbauten – keine freie Partikelausbreitung möglich
- Dekontamination zwischen/nach den Versuchen nicht effektiv möglich
- meist nur mit Massenbeaufschlagung für Normalkrafteinstellung, keine Kraftveränderung während der Versuche möglich
- spezielle Bewegungsarten und eingeschränkte Kombinationen von Bewegungsarten

Neben der nicht gesicherten Reinheitstauglichkeit wären die Freiheitsgrade einer Eigenentwicklung auf der Basis eines käuflich erwerbbar Vakuumtribometers von vornherein eingeschränkt.

Daraus folgt die Notwendigkeit ein neues Vakuumtribometer zur Untersuchung der Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung zu entwickeln. Komponenten der Vakuumtechnik können unter der Voraussetzung der Reinheitstauglichkeit genutzt werden. Insbesondere Rezipienten (Vakuumkammern), magnetische Durchführungen, Pumptechnik, Magnetkupplungen, Ventile, Dichtungen, Vakuumregelungstechnik sind verfügbar und somit einzubeziehen. Erforderlichenfalls müssen diese an die Bedingungen des Prüfstands angepasst werden. Außerdem sind Eigenentwicklungen für spezielle Lösungen erforderlich:

- Realisierung der tribologischen Beanspruchung
- Erfassung der Partikel
- Beeinflussung der Ausbreitung der Partikel

## 4.2 Messtechnik zur Versuchsauswertung

### 4.2.1 Messvoraussetzungen

Die im Kapitel 3.4 zusammengefassten Anforderungen an die Messtechnik zur Partikeldetektion sind technisch sehr anspruchsvoll. Sie beinhalten die Detektion von Partikeln in einem erheblichen Größenbereich (fünf Größenordnungen), in einem vergleichsweise großen Raum, der möglichst vollständig in einer kurzen Messdauer erfasst werden soll. Sämtliche Messtechnik, die Partikel im geforderten Größenbereich in Fluiden detektieren (z. B. optische Partikelzähler), kann im Hochvakuum nicht eingesetzt werden. Die Verwendung von Lasersystemen in Verbindung mit optischen Sensoren zur Streulichterfassung entfällt aufgrund des viel zu geringen erfassbaren Raumbereichs und der Behinderung der Partikelausbreitung.

Da sich Partikel im Hochvakuum bei geringer Beeinflussung durch Restgasteilchen räumlich ausbreiten können und beim Kontakt an festen Körpern haften, besteht die Möglichkeit einer indirekten Messung. Gemessen werden soll der Partikelniederschlag auf Oberflächen von Probenkörpern, die innerhalb des Vakuumtribometers räumlich variabel zu den zu untersuchenden Tribosystemen angeordnet werden können. Die Probekörper zur Erfassung des Partikelniederschlags müssen so beschaffen sein, dass sich anhaftende Partikel gegenüber der Probekörperoberfläche deutlich „abheben“. Geeignet hierfür sind polierte, monokristalline Siliziumwafer (Wafer). In der Halbleiterindustrie werden diese auch zum Partikelmonitoring in der Qualitätskontrolle eingesetzt und sind als erprobte Standardmessvoraussetzung einzustufen. Sie können im hochreinen Zustand bezogen werden und schaffen damit die Voraussetzung, dass die detektieren Partikel dem zu untersuchenden Tribosystem zugeordnet werden können.

Die typischen Durchmesser der Wafer betragen 100, 150, 200, 300 und 450 mm. Große Raumbereiche können damit im Vakuumtribometer erfasst werden. Wafer können von einigen wenigen bis zu mehreren tausend Partikel ortsfest aufnehmen. Der erfasste Größenbereich der Partikel ist abhängig von der Waferorientierung und den partikelgrößen- sowie formabhängigen Haftkräften.

Nach Abschluss des tribologischen Versuchs können die Wafer aus dem Vakuumtribometer ausgeschleust und unter atmosphärischen Bedingungen vermessen werden. Die Partikel verbleiben hierbei ortsfest auf den Detektorwafern. Die hochreinen Siliziumwafer sind somit ideal als Partikeladsorber im Vakuumtribometer und für die anschließende messtechnische Analyse geeignet.

### 4.2.2 Streulichtpartikelzähler

Zur Erfassung von Partikeln auf Wafern können Streulichtpartikelzähler (Waferscanner) eingesetzt werden (Dorier *et al.* 1998), (Wang, J. *et al.* 2008), (Childs *et al.* 1996), (SEMI E14-93 Withdrawn 0303 2015) und (Sullivan 2008). Das Messprinzip beruht auf der Streulichttheorie, wobei ein Streulichtäquivalent ausgewertet wird. Die Kalibrierung erfolgt mit idealrunden Latexpartikeln (Lieberman 2012). Der typische erfassbare Partikelgrößenbereich erstreckt sich von ca. 0,1  $\mu\text{m}$  bis nahezu 100  $\mu\text{m}$ . In Ausnahmefällen kommen Waferscanner zum Einsatz, die Partikel bis zu einer Größe von 30 nm erfassen können (Sullivan 2008). Partikel, die einzeln oder in Agglomeraten den größen aufgelösten Messbereich übersteigen, werden ebenfalls erfasst und in einem separaten Größenkanal zusammengefasst. Quantifizierbar ist dazu außerdem die belegte Fläche auf den Detektorwafern.

Damit wird ein erheblicher Bereich der geforderten zu detektierenden Partikelgröße von 0,015 bis 500  $\mu\text{m}$  erfasst. Waferscanner können zumeist einen oder zwei unterschiedlich große Wafer der Durchmesser 100, 150, 200, 300 und 450 mm aufnehmen.

Die Messung erfolgt automatisiert. Die Messdauer für einen Wafer mit einem Durchmesser von 200 mm beträgt beispielsweise für den Messbereich von 0,1  $\mu\text{m}$  bis 63 $\mu\text{m}$  ca.3 Minuten. Diese Messdauer ist in Relation zum erfassten Größenbereich der Partikel sehr kurz. Nach Abschluss der Messung liefert der Waferscanner ein Bild („map“, siehe Abbildung 7.8-2) und ein Datenfile. Das Datenfile steht für eine weitere rechentechnische Auswertung zur Verfügung.

Der im Rahmen der vorliegenden Arbeit verfügbare Waferscanner erfüllt die Voraussetzungen zur ortsnahen Verknüpfung mit dem Vakuumtribometer zu einem Prüfstand in derselben Reinraumumgebung. Mit diesen Eigenschaften sind Waferscanner ein geeignetes und effektives Messsystem zur planarkoordinatenabhängigen Erfassung der Partikel bei Auflösung in Größenklassen.

### 4.2.3 Rasterelektronenmikroskopie

Mit Hilfe von Rasterelektronenmikroskopen (REM) können Oberflächen hochaufgelöst bildhaft dargestellt und maßstäblich untersucht werden (Ackermann 2004), (Childs *et al.* 1996) und (Wang, Z. *et al.* 2008). Zur gezielten Untersuchung interessierender Bereiche sind die Position der Prüfkörper und die Auflösung variierbar. Die Auflösung liegt im Nanometerbereich (Ackermann 2004) und (Carl Zeiss Microscopy GmbH 2015). In Abhängigkeit von Oberflächentopografie und Materialkontrast können Partikel bis zu einer Größe von 0,8 nm erfasst werden (Carl Zeiss Microscopy GmbH 2015). In der Grundfunktion des REMs erfolgt die Positionierung der Proben und Einstellung der Auflösung manuell. In dieser Form ist das REM geeignet, begrenzte Bereiche der Oberflächentopografie (hoher Tiefenschärfe) von Reibkörpern und einzelne Partikel hinsichtlich Form sowie Abmessungen zu untersuchen. In Kombination mit einer EDX-Einheit (energiedispersive Röntgenspektroskopie) kann eine Elementanalyse erfolgen, mit der sich Werkstoffzusammensetzungen bestimmen lassen. REM/EDX ist prinzipiell sowohl für die Partikelanalyse als auch für die Analyse der Reibkörper geeignet. Aufgrund des hohen technischen Aufwands wird keine direkte Anlagenverknüpfung zwischen REM und Vakuumtribometer angestrebt. Die Aufstellung des Rasterelektronenmikroskops kann in derselben Reinraumumgebung erfolgen, um unerwünschte Fremdkontaminationen zu vermeiden.

### 4.2.4 Weißlichtinterferometrie

Dieses Messverfahren ist geeignet, die Oberflächentopografie schnell, präzise und flächig zu erfassen (Klocke *et al.* 2012) (Bauer 2007). Die Oberfläche wird zeilenweise durch einen gerichteten Weißlichtstrahl gerastert. Entsprechend dieses Rasters werden koordinatenbezogene Höhenwerte bestimmt. Der minimale Rasterabstand bestimmt die Auflösung. Die mit Hilfe des Messverfahrens ermittelten Messwerte sind zur Bestimmung der Rauigkeitsparameter von Oberflächen gemäß der ISO 25178 (DIN EN ISO 25178-602) und (DIN EN ISO 25178-603) zugelassen. Mit diesem Messverfahren können außerdem dreidimensionale Profile von Reibstellen erfasst werden, die zur Verschleißbestimmung geeignet sind.

### 4.2.5 Gesamteinschätzung

Die Messsysteme dieser Verfahren erfüllen die Anforderungen an die durchzuführenden Untersuchungen und Analysen. Andere Verfahren wie Glassubstratscanner, Streiflichtverfahren, Kamerasysteme, AFM und Tastschnittverfahren sind teils weniger genau oder mit deutlich längerer Messdauer verbunden. Daher sind sie für den konkreten Fall nicht praxistauglich.

### 4.3 Verfügbare Elemente für die Entwicklung einer Methodik

Als Elemente für die Entwicklung einer Methodik stehen statistische Versuchsplanung, mathematische Statistik und physikalische Grundlagen zur Verfügung. Einzubeziehen sind Versuchspläne für die Ermittlung der wesentlichen Einflussgrößen und Versuchspläne zur Ermittlung komplexer Zusammenhänge in Form von Regressionsmodellen. Außerdem bieten sie gute Voraussetzungen für Varianzanalysen und statistische Vertrauensaussagen. Korrelationsanalysen bieten die Möglichkeit weiterer statistischer Aussagen. Für die Rekonstruktion von Bahnkurven der Partikelausbreitung und der Freisetzungsgeschwindigkeiten sind die Grundlagen der Ballistik anzuwenden. Diese Elemente stellen die Basis einer für die Nutzung des Prüfstands zugeschnittenen Methodik dar. In (Czichos *et al.* 2010) wird auf die statistische Versuchsplanung als Instrument für die Untersuchung hingewiesen. Gommel (Gommel 2006) benutzt das Prinzip der Zweistufigkeit zur Versuchsplanung. Zur Minimierung der Versuchskombinationen wird das Prinzip der Gruppierung von Einflussgrößen angewandt.

---

## 5 Konzeption und Realisierung des Prüfstands

### 5.1 Konzept

Das Konzept für den Prüfstand resultiert aus den Anforderungen an das zu entwickelnde Verfahren. Es berücksichtigt die in Kapitel 4 aufgeführten verfügbaren technischen Lösungen. Hauptbestandteil des Prüfstands ist das neu zu entwickelnde Vakuumtribometer. Zum Prüfstand gehört außerdem ein verfügbarer Waferscanner zur Partikelerfassung.

Aufgrund der geforderten Freiheitsgrade für Experimente wird das Vakuumtribometer als ein **multifunktionales System** konzipiert. Multifunktional bezieht sich auf:

- tribologische Beanspruchungen (Bewegungsarten, operative Größen)
- Systemstruktur (Werkstoffe und Ausführungen von Tribosystemen)
- Einflussgrößen auf die Partikelausbreitung (zusätzliche Kraftfelder, Vakuum –Druck)

Eine simultane Prozessverfolgung erfolgt durch interne Messtechnik für Reibungskraft bzw. Reibungszahl, Druck (Vakuum) und Temperatur der Fremderwärmung.

Die Versuchsauswertung hinsichtlich Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung erfolgt nach Abschluss eines Versuchs unter Einbeziehung der erfassten Partikelgesamtheit. Neben dem Waferscanner kommen die umfangreichen Möglichkeiten externer Messtechnik (Kapitel 4.2) zum Tragen. Das Vakuumtribometer besteht aus folgenden Funktionseinheiten:

- Rezipient mit Hochvakuumpumpe zur Erzeugung unterschiedlicher Drücke auf konstantem Niveau
- große Tür im Rezipienten zur Bestückung und Entnahme der Detektorwafer und der zu untersuchenden Tribosysteme
- Einrichtungen zur mechanischen Beanspruchung von Tribosystemen
- reinheitstechnische Gestaltung des Prüfstandes durch unterschiedliche Teillösungen zur Minimierung interner Partikelquellen
- Prüfstandssoftware zur Steuerung und Sollwertvorgabe der Beanspruchung, Istwerterfassung und Datenspeicherung der Versuchsbedingungen
- räumliche Partikelerfassung mit hochreinen Siliziumscheiben
- Heizeinrichtung zur definierten Fremderwärmung der Gegenkörper
- elektrisches Feld zur Beeinflussung der Partikelausbreitung

Die einzelnen Funktionseinheiten werden so aufeinander abgestimmt, dass sie zusammen ein gut funktionierendes Gesamtsystem für eine effektive Versuchsdurchführung bilden.

Neu im Konzept ist die räumliche Anordnung von hochreinen Siliziumscheiben um das zu untersuchende Tribosystem. Mit dieser Anordnung lässt sich die Gesamtanzahl der freigesetzten Partikel und deren räumlichen Ausbreitung repräsentativ erfassen. Die sich ausgebreiteten Partikel haften an diesen Siliziumscheiben. Mittels der Siliziumscheiben können somit die Partikel detektiert werden (Detektorwafer). Der Partikelstrom, der während der Beanspruchungsdauer von einem Tribosystem ausgeht, wird erfasst.

Die Detektorwafer sind somit mechanische Speicher der freigesetzten Partikel. Die Detektorwafer werden für spätere Messauswertungen reproduzierbar im Rezipienten positioniert.

Zur Erfüllung der externen Reinheitsanforderungen wird der Prüfstand in einem Reinraum der Luftreinheitsklasse 1 nach DIN EN ISO 14644-1 mit turbulenzarmer, vertikaler Verdrängungsströmung aufgestellt. Damit werden äußere Kontaminationseinflüsse auf ein Minimum reduziert.

### 5.2 Vakuumtechnik

#### Rezipient

Als Rezipient wurde eine zylindrische, liegende Edelstahlkammer mit einem Innendurchmesser von 340 mm und einer Länge von 450 mm verwendet. Damit konnten Volumen, Gewicht und mechanische Verformung des Rezipienten minimiert werden. Durch geringes Volumen, System zur Heizung (22 bis 250 °C), Belüftung mit Stickstoff und leistungsstarken Pumpstand werden kurze Evakuierungszeiten erreicht. Die Belüftung mit Stickstoff minimiert den Eintrag von Feuchtigkeit, Sauerstoff und molekularen Kontaminationen. Das Belüftungssystem mit Belüftungsventil und Regeleinrichtung zur Druckstabilisierung kann wahlweise mit Stickstoff (Qualität 6.0) oder Reinstluft (Klasse 1 nach ISO 14644-1, 22°C, 45% relative Feuchte) betrieben werden. Die Belüftung mit Reinstluft lässt Untersuchungen der Auswirkungen von Feuchtigkeit und Restsauerstoff auf Tribosysteme zu.

Die Druckerfassung des Vakuums erfolgt für unterschiedliche Druckbereiche nach unterschiedlichen Messprinzipen, hohe Drücke (Pirani-Vakuummeter), geringe Drücke (Kaltkathoden-Ionisationsvakuummeter).

#### Bestückungstür und Dichtungssysteme

Die Bestückungstür befindet sich an der Stirnseite des Rezipienten. Die Anpresskraft der Verschlüsse ermöglicht den Beginn des Evakuierungsvorgangs. Mit sinkendem Druck steigt die Anpresskraft. Die Tür ist weichdichtend ausgerüstet. Die Türdichtung unterliegt einer Beanspruchung (Pressung) durch Verschlussbetätigung und Evakuierung.

Außerdem wurden Dichtsysteme (ISO-K nach DIN 28404 (DIN DIN 28404: 1986)) für unterschiedliche Durchführungen verwendet. Als Dichtungsmaterial kommt generell Flurkautschuk zum Einsatz. Dieses Material ist reinheitstauglich und zeichnet sich durch Dauerhaftigkeit aus.

#### Pumpstand

Der Pumpstand wurde raumsparend unterhalb des Rezipienten angeordnet. Diese Anordnung bietet den Vorteil einer Absaugung nach unten mit kurzer Rohrleitung. Ggf. anfallende Anfangspartikel werden nach unten weggesaugt. Die Pumptechnik besteht im Wesentlichen aus Vorpumpe (Scrollpumpe), Turbomolekularpumpe, Sperrschieber, verschiedenen Ventilen und Bypasssystem.

Mit dieser Instrumentierung kann der Druck bis  $1,3 \times 10^{-7}$  mbar im Rezipienten effizient reduziert werden. Die Gestaltung des Rezipienten mit Anordnung wesentlicher Funktionseinheiten geht aus Abbildung 5.1 und die Leistungsdaten aus Abbildung 6.1 hervor.

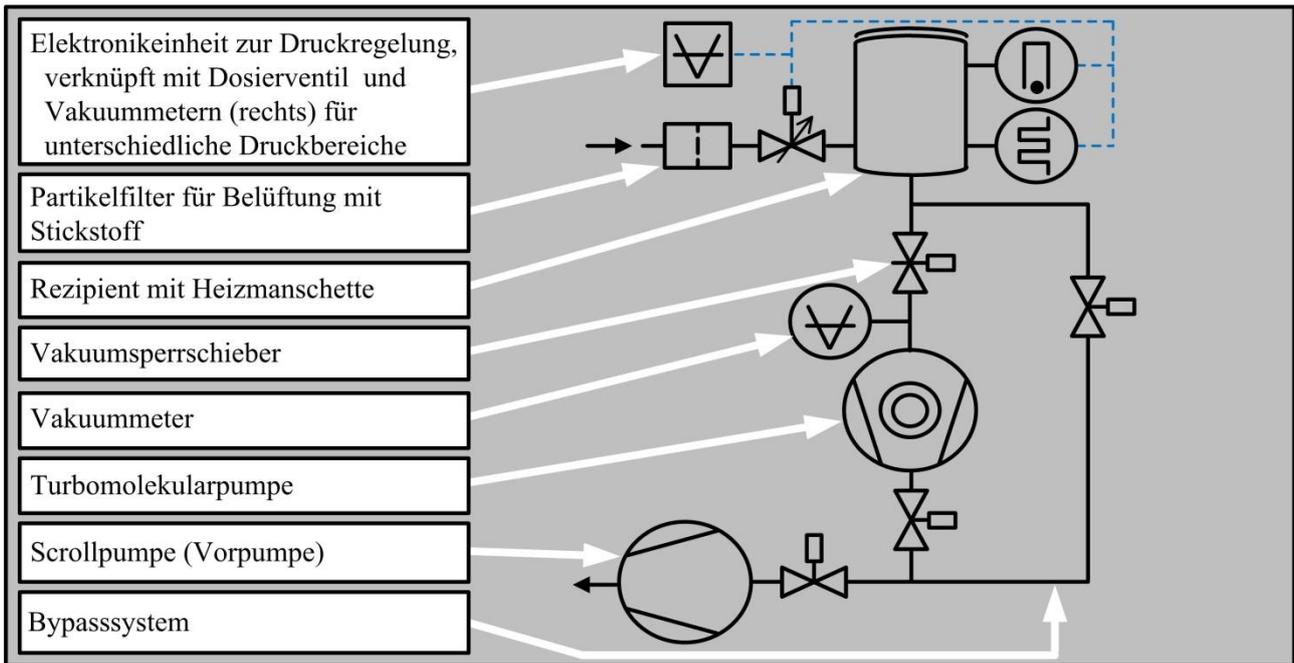


Abbildung 5.1: Schematische Darstellung des Rezipienten mit wesentlichen Komponenten des Vakuumsystems

### 5.3 Einrichtungen zur mechanischen Beanspruchung von Tribosystemen

Zur Erzeugung verschiedener Bewegungsarten wird der Rezipient mit einer Dreh- und einer Lineareinheit ausgerüstet (Abbildung 5.2). Diese sind einander gegenüberliegend am zylindrischen Teil des Rezipienten außen angeflanscht. Mit dieser Anordnung von Linear- und Dreheinheit befindet sich das zu untersuchende Tribosystem im Zentrum des Rezipienten und ermöglicht die freie räumliche Partikelausbreitung nach deren Freisetzung.

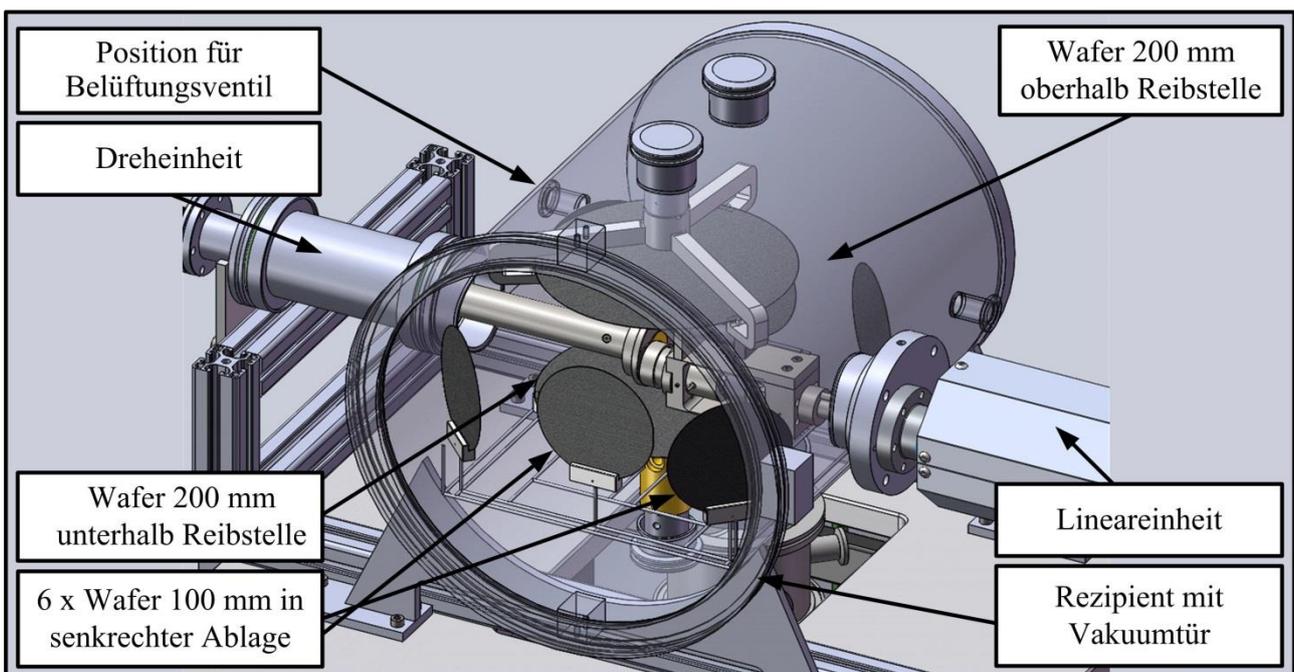


Abbildung 5.2: Innenraum Rezipient – mit wesentlichen Funktionseinheiten (Zeichnung)

Der Linearantrieb (Servomotor mit Spindel) der Lineareinheit und der Antrieb der Dreheinheit (Schrittmotor) befinden sich außerhalb des Vakuums. Die Kraftübertragungen in den Vakuumbereich erfolgen verzögerungsfrei mit Magnetkupplungen auf Basis von permanenten Magnetpaaren (Abbildung 5.3). Dabei befindet sich jeweils ein Magnet innerhalb und außerhalb des Vakuums.

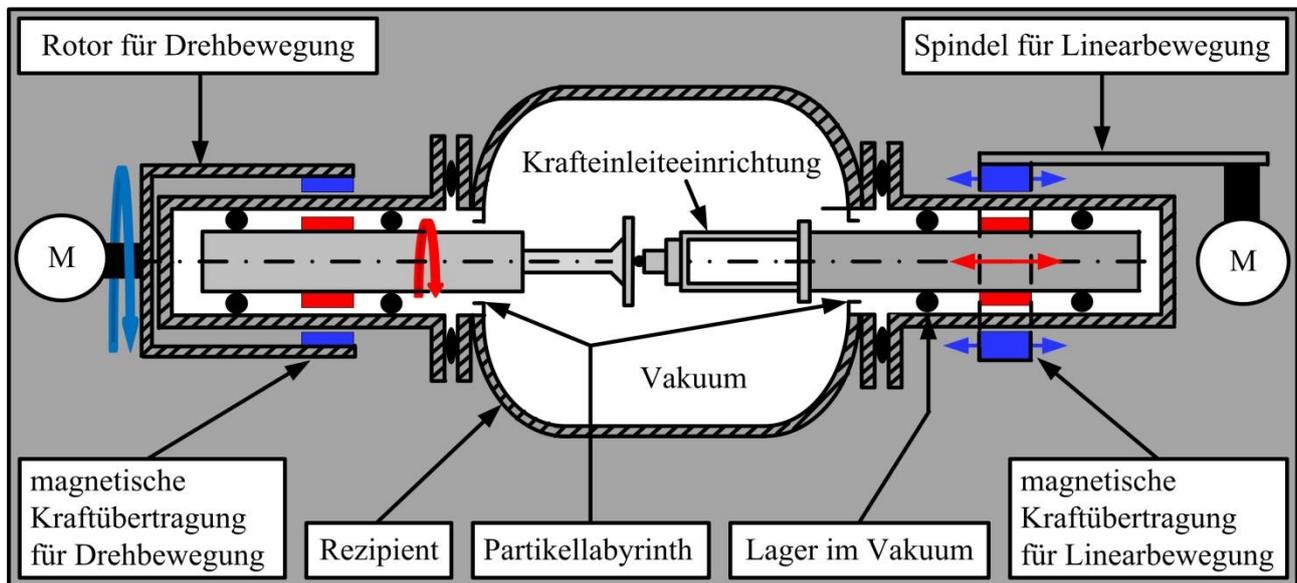


Abbildung 5.3: Prinzip der magnetischen Kraftübertragung an Linear- und Dreheinheit

Die Lager der Linear- und der Drehführung befinden sich innerhalb der angeflanschten Teile und somit im Vakuum. Am Übergang zum Rezipienten befindet sich jeweils ein Partikellabyrinth. Der Linearantrieb ermöglicht eine schnelle Positionierung des Gegenkörpers am Grundkörper. Zur Lineareinheit gehört eine Krafteinleiteinrichtung. Diese regelt mit einem Kraftsensor und dem Servomotor die Normalkraft auf den eingestellten Sollwert. Ausgeregelt werden Wirkungen des Verschleißes.

Die **Krafteinleiteinrichtung** (Abbildung 5.4) ist als Doppelbiegebalken ausgeführt und fest mit der Lineareinheit verbunden. Sie verfügt über jeweils einen Sensor zur Messung von Normal- und Reibungskraft. Aus dem Verhältnis Reibungskraft und Normalkraft kann die Reibungszahl bestimmt werden. Der Normalkraftsensor basiert auf einer Druckmembran und der Reibungskraftsensor auf einem Biegebalken mit Dehnmessstreifen. Der Doppelbiegebalken ermöglicht bei seiner Auslenkung, hervorgerufen durch eine Reibungskraft, nahezu eine Parallelverschiebung und verhindert damit eine unerwünschte Vergrößerung des Kontaktbereichs des Gegenkörpers. Die Aufnahme modularer Probenhalter gestattet die Untersuchung verschiedener Reibkörper (Gegenkörper) und ist über eine Feder mit dem Normalkraftsensor gekoppelt.

Die Reibstelle für den Kugel-Scheibe-Kontakt befindet sich auf der Höhe der Dreheinheit. Damit die Krafteinleiteinrichtung keine Partikel in den Rezipienten freisetzt, ist diese mit einem Labyrinth ausgerüstet. Im Modus Stoß realisiert der Linearantrieb die Stoßgeschwindigkeit und in Verbindung mit der Krafteinleiteinrichtung die vorgegebene Normalkraftbegrenzung. Die Dreheinheit mit Schrittmotor ermöglichen eine präzise Drehzahl und Drehwinkeleinstellung.

Im kombinierten Wirken von Dreheinheit und Lineareinheit können unterschiedliche Relativbewegungen und somit tribologische Beanspruchungen an den zu untersuchenden Reibsystemen erzeugt werden (Abbildung 5.5).

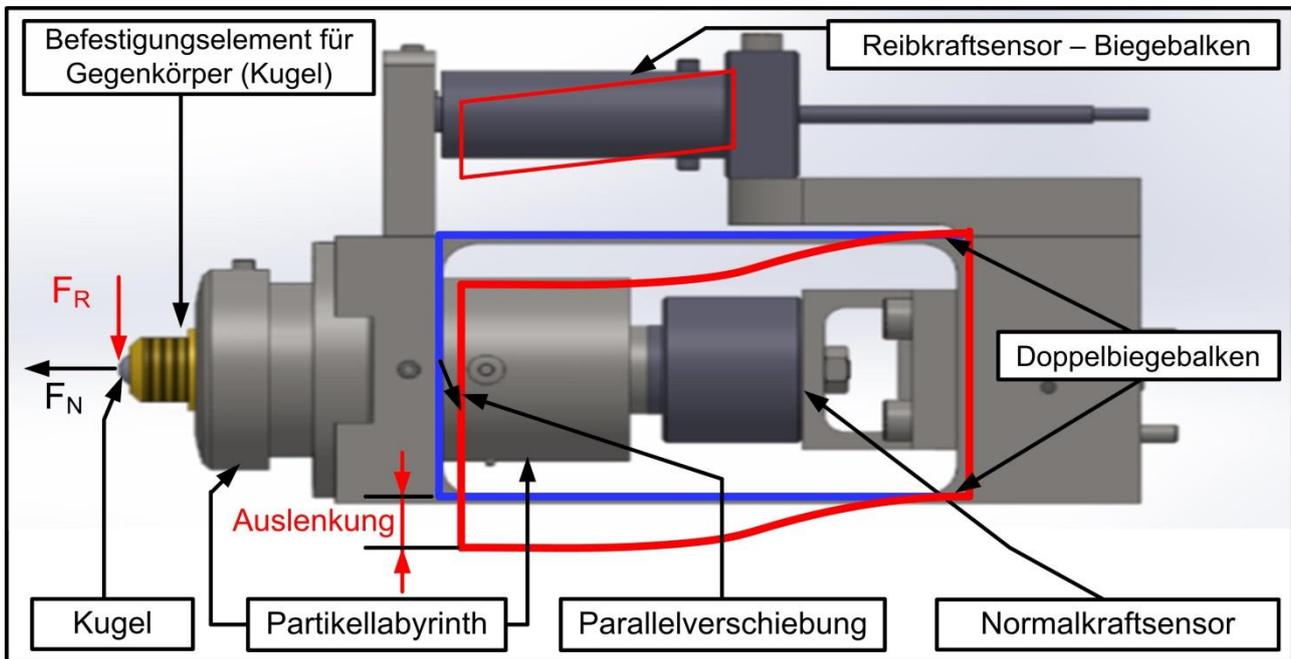


Abbildung 5.4: Krafteinleiteinheit mit Sensoren zur Messung von Normal- und Reibkraft

Wirkbewegung	Reibscenario	Reibbeanspruchung		
		Reibkontakt	$F_N = f(t)$	$v = f(t)$
Gleiten	Linkslauf/Rechtslauf			
	alternierend			
	Sinusschwingung			
Stoß (oszillierende Linearbewegung)	Stoß (an der gleichen Position)			
	Stoß (mit Winkelversatz an immer neuer Position)			
dynamische Normalkraft ohne Stoß	Kraftwechsel zwischen $F_{N1}$ und $F_{N2}$			
	Sinusförmiger Kraftverlauf			
Kombination von Stoß und Gleiten	Stoß-Gleiten erst Stoß, dann alternierendes Gleiten an gleicher Position			

Abbildung 5.5: Mögliche Bewegungsarten, Reibscenarioen und Reibbeanspruchungen am Vakuumtribometer

Zur **Aufnahme verschiedener Tribosysteme/-körper** wurden modular angepasste Befestigungselemente vorgesehen (gemäß Abbildung 5.6, oben). Die Befestigungselemente lassen sowohl die Befestigung von Modelltribosystemen als auch realen Tribosystemen zu. Die unterschiedlichen Befestigungselemente werden an der Dreheinheit sowie Lineareinheit montiert. An der Dreheinheit können als Grundkörper ringförmige Scheiben, industriell verfügbare Wafer, Glassubstrate und an der Lineareinheit die Gegenkörper Kugeln, Stifte sowie Plättchen zentriert befestigt werden. Darüber hinaus können Wälzlager montiert werden.

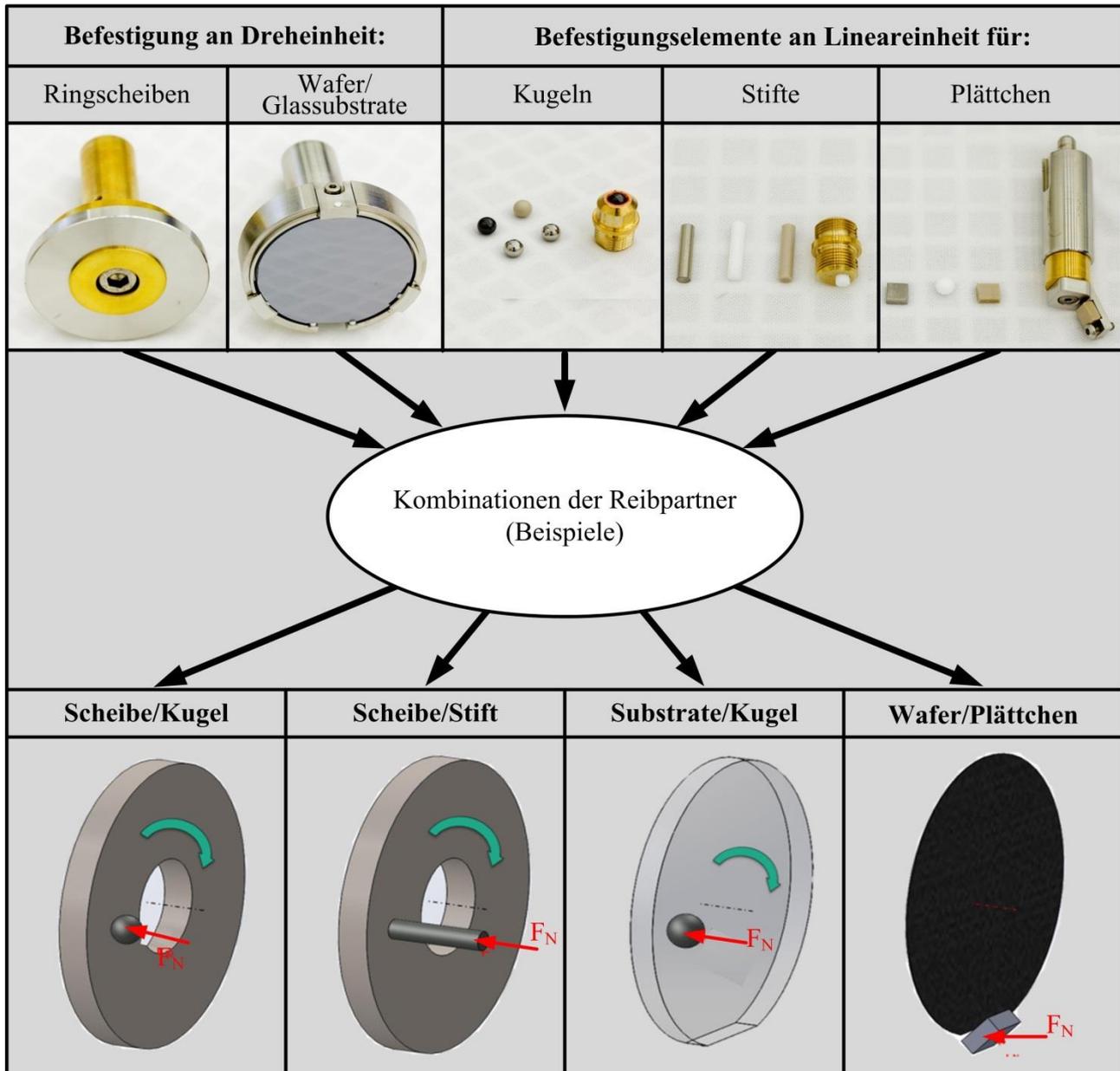


Abbildung 5.6: Verschiedene Befestigungselemente für verschiedene Reibkörper, Kombinationen

Die Abbildung 5.7 zeigt beispielhaft den Aufbau Waferkante/PEEK-Plättchen für die Bewegungsart Stoß und Abbildung 5.8 für die Bewegungsart Wälzen.

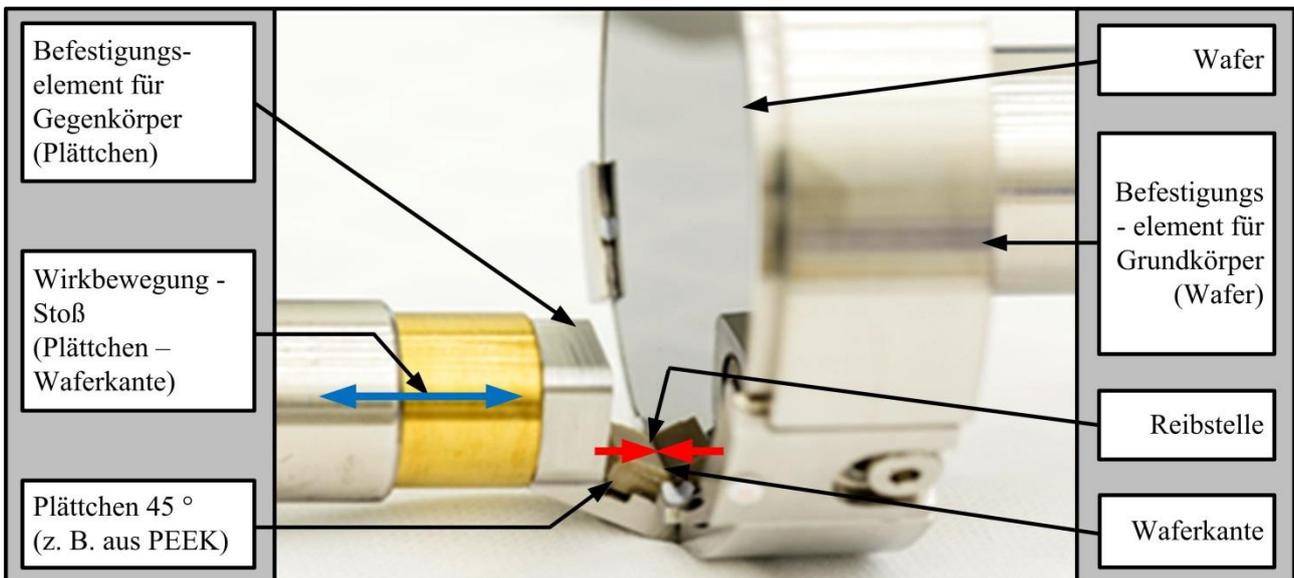


Abbildung 5.7: Anordnung von Dreh- und Lineareinheit zum Kantenklopfen

Für die Realisierung von Radialkräften auf Wälzlagern steht ein Federspannsystem zur Verfügung (Abbildung 5.8).

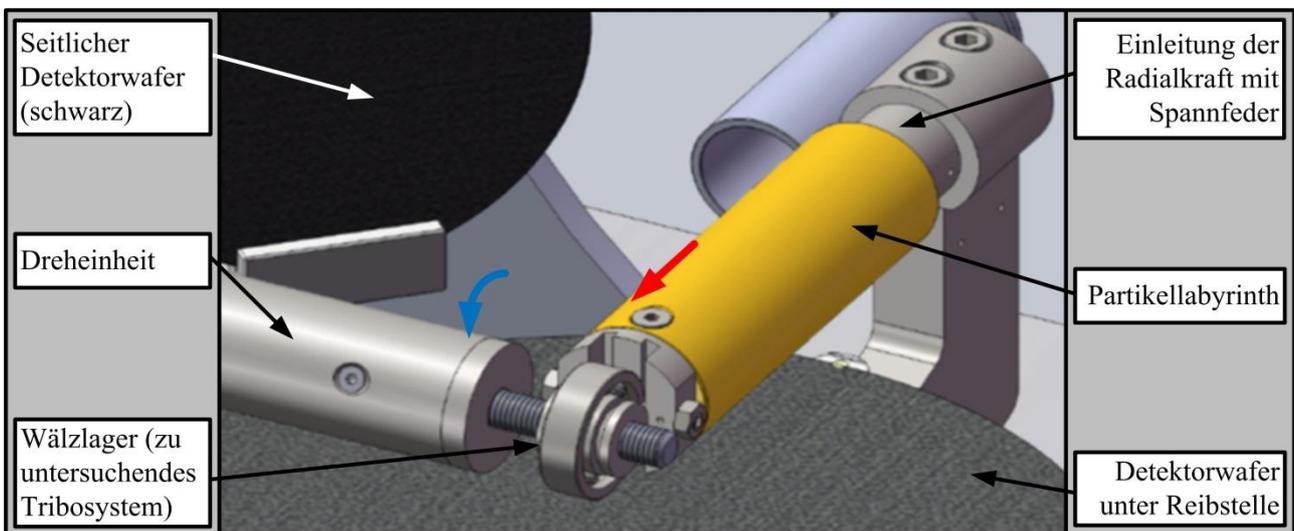


Abbildung 5.8: Anordnung für die Untersuchung von Radialwälzlagern

Am Prüfstand können Tribosysteme mit Partikelrückhaltesystemen (Partikelfallen, Partikellabyrinthen) kombiniert werden. Damit kann die Wirksamkeit von Rückhaltesystemen gegen die unerwünschte Partikelfreisetzung/-ausbreitung untersucht bzw. auf deren Partikeldepotbildung geschlossen werden.

## 5.4 Partikelerfassung

Zur Erfassung der von Tribosystemen ausgehenden Partikelströme werden, entsprechend der Raumverhältnisse im Rezipienten, möglichst große Detektorwafer eingesetzt. Insgesamt acht Wafer werden symmetrisch auf die Reibstelle ausgerichtet, die sich im Zentrum des Rezipienten befindet:

- unterhalb der Reibstelle ein Detektorwafer mit dem Durchmesser 200 mm in der Reibebene
- oberhalb der Reibstelle ein Detektorwafer mit dem Durchmesser 200 mm in der Reibebene
- seitlich in Höhe der Reibstelle sechs Detektorwafer mit dem Durchmesser 100 mm (zwei davon in der Reibebene)

Der Grad räumlicher Abdeckung der Reibsysteme kann durch Projektion der Waferflächen auf eine virtuelle Kugel erfolgen und beträgt 59 % (Abbildung 5.9). Im Bereich der Reibebene beträgt die räumliche Abdeckung ca. 80 %. Varianten mit vielen kleinen Detektorwafern zur kugelförmigen Erfassung wurden nicht verfolgt, da der Bestückungs- und Messaufwand unverhältnismäßig steigen würden.

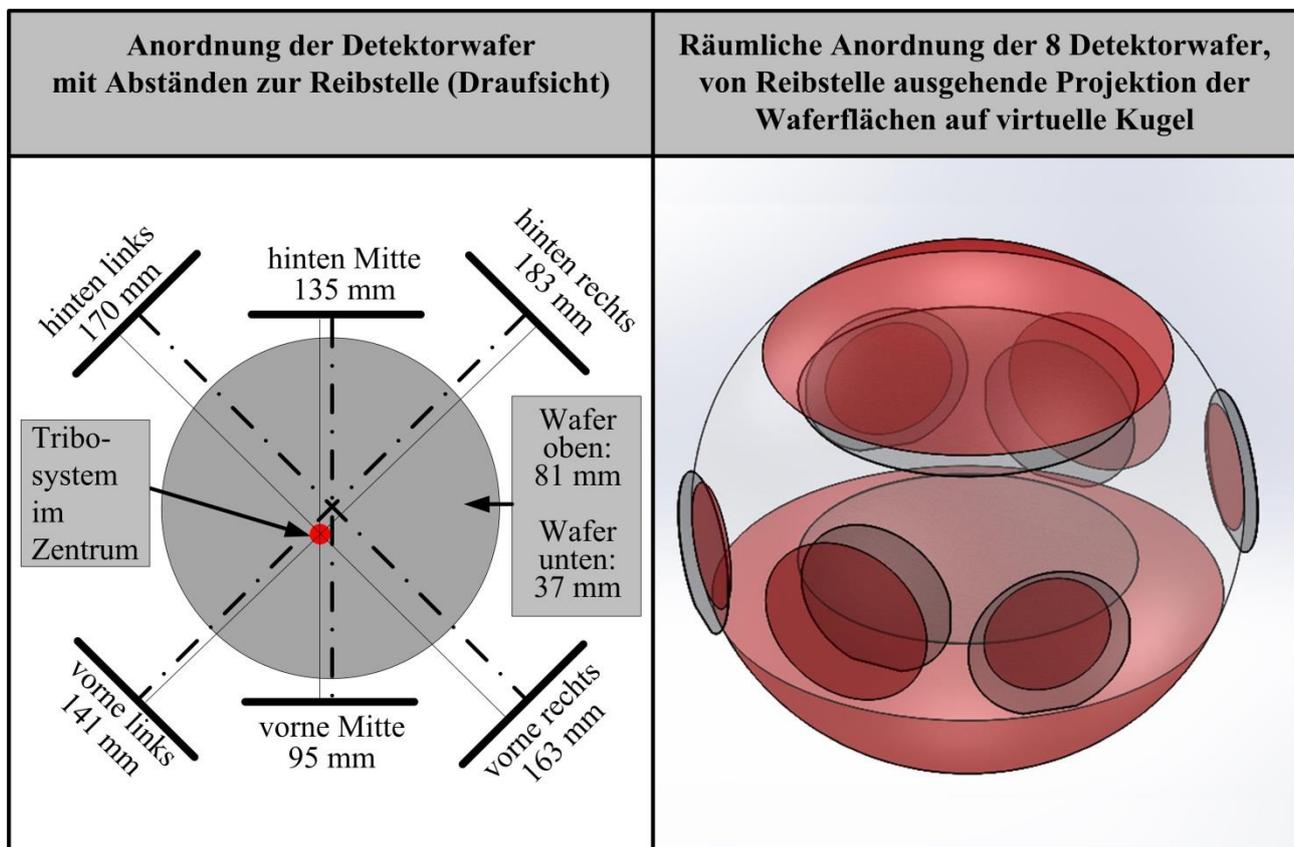


Abbildung 5.9: Anordnung der Detektorwafer um die Reibstelle

Die Abbildung 5.10 stellt den räumlichen Bezug zwischen den Detektorwafern und den mechanischen Funktionseinrichtungen dar.

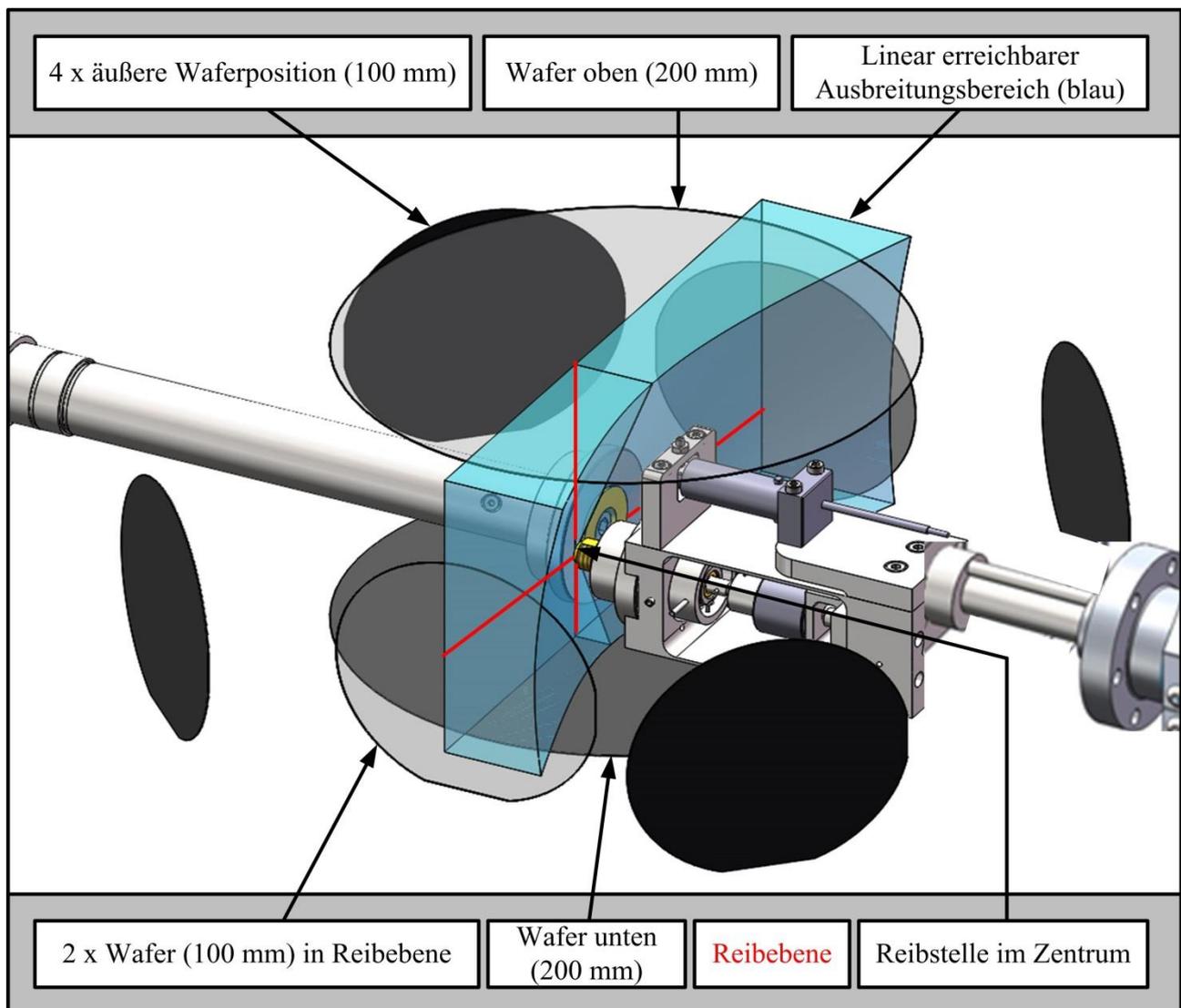


Abbildung 5.10: Symmetrische Anordnung der Detektorwafer um Reibstelle

Zur Halterung und exakten Positionierung werden die Standardvoraussetzungen Nut („notch“), und Anschnitt („Flat“) der Detektorwafer genutzt. Die Abstände des unteren und oberen Wafers zur Reibstelle sind variierbar. Der minimale Abstand ergibt sich aus den Abmessungen der Reibkörper und der maximale Abstand aus den Abmessungen des Rezipienten. Die variablen Waferabstände dienen der Bestimmung der Freisetzungsgeschwindigkeit und entfernungsabhängiger Dichteverteilungen freigesetzter Partikel. In Abbildung 5.11 ist ein Ausschnitt des realisierten Vakuumtribometers mit der Anordnung der Detektorwafer und mit Bezug zum beanspruchten Tribosystem abgebildet (Lineareinheit mit Gegenkörper noch nicht ausgefahren).

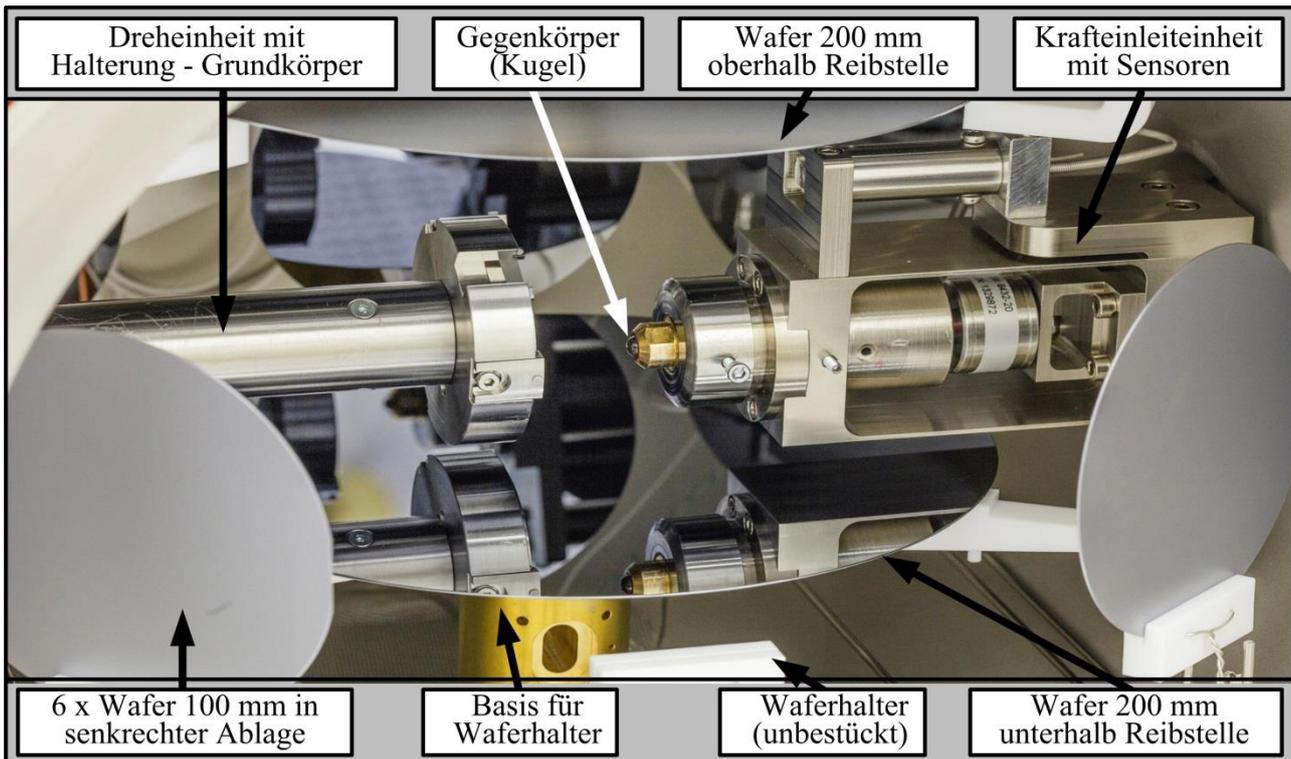


Abbildung 5.11: Innenraum Rezipient – mit wesentlichen Funktionseinheiten (Foto)

Die in Abbildung 5.12 dargestellte Partikelblende schränkt Partikelausbreitung ein. Durch Verdrehen der Blende lässt sich die eingeschränkte Anfangsausbreitungsrichtung gegenüber der Partikelquelle variieren.

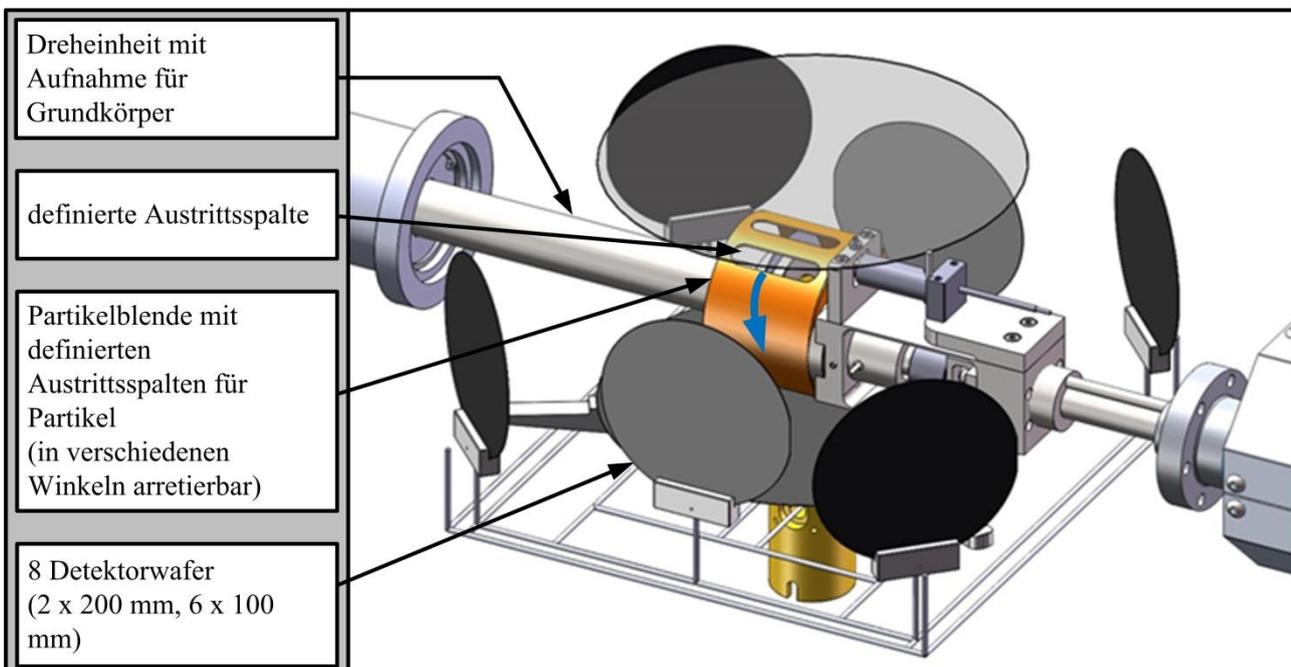


Abbildung 5.12: Partikelblende als Richtungsfilter zur Untersuchung der Partikelfreisetzung – Richtung und Geschwindigkeit (zwei verschließbare Austrittsspalten)

### 5.5 Elektrostatische Beeinflussung

Durch elektrische Kontaktstellen an der Waferhaltern lässt sich ein Potenzialausgleich zwischen allen Wafern und dem Rezipienten herstellen. Der Rezipient wird geerdet und damit das gesamte System auf Erdpotenzial gelegt. Auf diese Weise lassen sich unerwünschte elektrostatische Beeinflussungen auf die Partikelbewegung vermeiden. Der obere und untere Wafer können vom Erdpotenzial abgeklemmt und mit einer definierten Spannung beaufschlagt werden. Die elektrische Feldstärke zwischen oberem und unterem Wafer lässt sich durch die angelegte Spannung variieren (-200 bis +200 V).

### 5.6 Temperaturbeeinflussung Reibkörper

Durch eine elektrische Widerstandsheizmanschette am Gegenkörper kann eine Fremderwärmung erfolgen. Die Fremderwärmung wirkt als „Offset“ zur Reibungswärme. Die Offset-Temperatur kann zwischen 22 bis 140 °C geregelt werden und wird am Prüfstand angezeigt.

### 5.7 Reinheitstechnische Gestaltung

Aufgrund der in Kapitel 3.1 aufgeführten Anforderungen hinsichtlich der kritischen Partikelgrößen muss der Nachweis sehr kleiner Partikel in geringer Anzahl am Prüfstand gewährleistet sein. Demzufolge muss die Partikelabgabe der zu untersuchenden Reibsysteme dominant gegenüber der Summe aller Partikelquellen/Einflüsse am Prüfstand sein. Folgende Maßnahmen tragen zur Minimierung der Eigenerzeugung von Partikeln bei:

- Anordnung aller Funktionseinheiten, wie Motoren, Getriebe, etc., außerhalb des Rezipienten, Kraft-/Momentübertragung an Linear- und Dreheinheit in den Rezipienten durch Magnetkupplungen
- Minimierung der Anzahl von Lagern im Rezipienten
- Positionierung der Lager von Dreh- und Lineareinheit in speziellen Flanschen außerhalb des Partikeldetektionsbereichs
- Kapselung aller Lager durch Labyrinth
- Bewegung durch Auslenkung von Federelementen anstatt von Bewegung in Führungen in der Krafteinleiteinrichtung
- Halterungselemente für Detektorwafer aus reinheitstauglichem PTFE, Kratz- und Impulsvermeidung bei der Bestückung mit Detektorwafern durch Plastizität von PTFE
- gut zu reinigende Oberflächen innerhalb des Rezipienten
- Filtration der Belüftungsgase

Die Effizienz der getroffenen Maßnahmen wird in Kapitel 6.2 belegt.

### 5.8 Kontaminationsarme Verknüpfung von Prüfstand, Waferscanner und REM/EDX in Aufstellungsumgebung Reinraum

Das Vakuumtribometer mit den externen Messsystemen Waferscanner und REM/EDX zur Analyse der Detektorwafer und Reibkörper befinden sich in einem Reinraum der Klasse 1 nach DIN EN ISO 14644-1 (Fraunhofer IPA 2016). Klasse 1 bedeutet, dass sich in einem Kubikmeter Luft maximal zehn Partikel der Größe 100 nm befinden dürfen (bestmögliche Qualität nach internationalen Standards).

Im genutzten Reinraum herrscht eine turbulenzarme, vertikal nach unten gerichtete Verdrängungsströmung. Die Geschwindigkeit der Luft beträgt im Mittel 0,45 m/s, die relative Luftfeuchtigkeit  $45\% \pm 5\%$  und die Raumtemperatur  $22\text{ °C} \pm 0,5\text{ K}$ .

### **Operator**

Die Bestückung des Vakuumtribometers bzw. der externen Messtechnik mit Detektorwafern und Reibkörpern erfolgt durch einen menschlichen Operator mit industrieüblicher Bekleidung für Reinräume der Klasse 1 nach DIN EN ISO 14644-1. Die Reinraumbekleidung besteht aus Overall, Haube, Haarnetz, Handschuhen, Schuhen, Gesichtsmaske und bildet damit einen erheblichen Schutz vor Kontaminationseinflüssen des Operators (Mensch).

### **Lagerung und Handhabung Wafer**

Die Lagerung von Reibkörpern und Wafern erfolgt im Reinraum oder in geschlossenen Waferbehältern. Die Berührung des Detektorbereichs der Wafer ist auszuschließen. Die Bestückung und Entnahme der Detektorwafer erfolgt ausschließlich mit Kontakt an deren Rückseiten bzw. Kanten. Die Wirksamkeit der Maßnahmen wird in Kapitel 6.2 überprüft.

## **5.9 PC-gestützte Versuchsdurchführung**

Zur Versuchsdurchführung sind Sollwerte für folgende Beanspruchungsgrößen vorzugeben:

- Drehzahl, Drehwinkel, Drehrichtung (gesteuert)
- Normalkraft (geregelt)
- Stoßgeschwindigkeit (gesteuert)
- Druck im Rezipienten (geregelt)
- Temperatur der Fremderwärmung des Gegenkörpers (geregelt)
- Spannung zur elektrischen Felderzeugung im Partikelausbreitungsbereich (gesteuert)

Außerdem sind die Bewegungsarten und ggf. deren Kombinationen und Beanspruchungswiederholungen vorzugeben. Eine konkrete Parametrierung dieser Größen stellt ein Versuchsszenario dar. Die Messtechnik des Vakuumtribometers erfasst die Istwerte für Druck, Normalkraft und Reibkraft. Zur Szenariovorgabe, Prozessverfolgung und Datenspeicherung ist ein Steuerungs-PC am Vakuumtribometer angeschlossen. Die Datenkommunikation zwischen PC und Vakuumtribometer erfolgt über Eingabe-/Ausgabeschnittstellen in Echtzeit. Die Prüfstandsoftware basiert auf der Software „Labview“. Die Prüfstandsoftware realisiert und verknüpft Sollwertparametervorgabe, Regelfunktionen, Istwerterfassung, Ablaufketten zur Realisierung der Versuchsszenarien sowie Bedienoberfläche. Die Bedienoberfläche beinhaltet ein Menü mit neun Versuchsszenarien für die Bewegungsarten. Entsprechend des durchzuführenden Versuchs ist das Szenario auszuwählen und den vorgesehenen Beanspruchungen zu parametrieren. Alle Eingaben und Messgrößen werden während der Versuchsdurchführung automatisch protokolliert. In Abbildung 12.17 ist die Bedienoberfläche der Software zur Steuerung/Regelung des Prüfstands abgebildet.

## **5.10 Gesamtdarstellung des Prüfstands**

Die technische Umsetzung des Gesamtkonzepts als multifunktionaler Prüfstand veranschaulicht Abbildung 5.13. Die umgebende Luftreinheit entspricht Klasse 1 nach DIN EN ISO 14644-1.

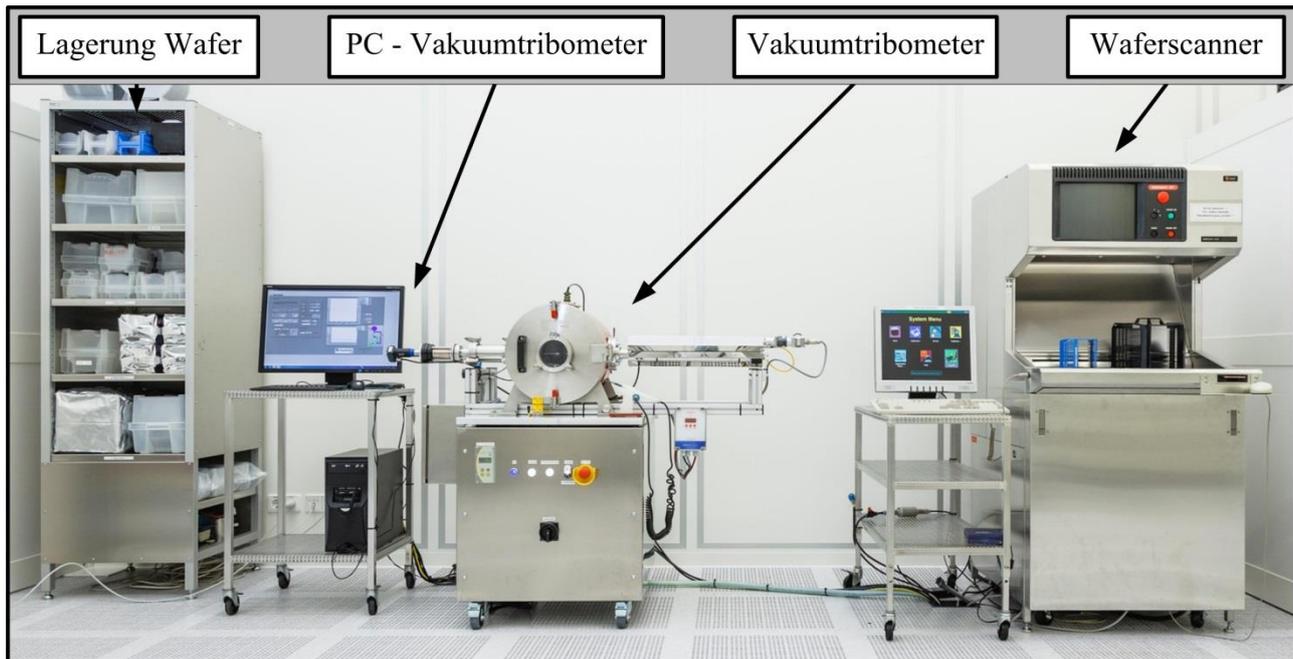


Abbildung 5.13: Multifunktionaler Prüfstand - Vakuumtribometer und Waferscanner im Reinraum

### 5.11 Messsystem zur Partikelerfassung auf Detektorwafern

Zur Partikelerfassung auf den Detektorwafern kommt ein Waferscanner „Sufscan 6200“ der Fa. KLA-Tencor zum Einsatz. Dieser befindet sich unmittelbar neben dem Vakuumtribometer.

Der Waferscanner hat folgende Kennwerte:

- detektierbarer Größenbereich: 80 nm bis 63  $\mu\text{m}$  für Zuordnung in variablen Größenklassen, alle Partikel größer als 63  $\mu\text{m}$  werden einer Klasse zugeordnet
- Wafergrößenbereich: 50 bis 200 mm
- Messzeiten in Abhängigkeit der Wafergröße: 90 bis 180 s
- Detektierbare Anzahl/Dichte der Partikel: von Null bis mehrere Tausend auf einem Wafer
- Bestimmung der Größe jedes einzelnen Partikels
- Einordnung der Partikelgröße in definierbare Größenklassen
- Bestimmung der Lage (planare Koordinaten) jedes einzelnen Partikels auf einem Wafer
- vollautomatische Messung

Nach Abschluss der Messung liefert der Waferscanner ein Bild mit der planaren Verteilung (siehe Abbildung 7.8-2). Die Partikel unterschiedlicher Größenklassen sind mit unterschiedlichen Farben dargestellt. Die Häufigkeitsverteilung in den Größenklassen ist tabellarisch dargestellt.

Um alle Partikelgrößenbereiche zu erfassen, sind je Wafer drei Messläufe durchzuführen, die je ein Datenfile erzeugen. Die Datenfiles beinhalten für die einzelnen Partikel die Größenklasse und Planarkoordinaten.

Die Messfiles werden in einer speziell dafür erstellten Software (Brückner *et al.* 2014) zum Komplettergebnis für einen Wafer zusammengeführt. Die 24 Datenfiles der acht Detektorwafer eines Versuchs stehen für unterschiedliche Auswertungen, auch unter Berücksichtigung des Raumbezugs zur Partikelquelle, zur Verfügung.

### 5.12 Untersuchungen mit dem Rasterelektronenmikroskop

Mit dem verwendeten Rasterelektronenmikroskop „Zeiss SUPRA 40 VP“ lassen sich Partikel auf Detektorwafern und Reibkörpern untersuchen. Außerdem lassen sich Oberflächentopografien von Reibkörpern bestimmen. Die maximal mögliche Auflösung beim verwendeten System beträgt in Abhängigkeit der Beschleunigungsspannung des Elektronenstrahls 0.8 nm (15 kV), 1.4 nm (1 kV), und 1.7 nm (3 kV) (Carl Zeiss Microscopy GmbH 2015). Die EDX-Einheit des Rasterelektronenmikroskops ermöglicht die Elementanalyse zur Unterscheidung der Partikelherkunft (Grundkörper, Gegenkörper). Das Rasterelektronenmikroskop befindet sich in der gleichen Reinraumumgebung wie das Vakuumtribometer.

### 5.13 Untersuchung mit dem Weißlichtinterferometer

Mit dem Weißlichtinterferometer „NPFLEX™“ lassen sich dreidimensionale Oberflächenprofile an Reibkontakten erfassen. Der minimale Rasterabstand dieses Systems beträgt 0,8 µm. Die Höhenauflösung erfolgt bis in den Subnanometerbereich (Bruker 2015). Die bei der automatischen Messung erzeugten Profildaten stehen nach Abschluss der Messung in einer Datei für eine weitere Auswertung zur Verfügung. Die Kennwerte der Oberflächenrauheit lassen sich mit der Software „Hommel Map Premium 6.2.7106“ nach (DIN EN ISO 25178-603) bestimmen.

Für die Ermittlung des Verschleißvolumens wurde eine Software entwickelt (Honold, A.; Bürger, F. (2015), unveröffentlicht). Das Weißlichtinterferometer wird unter klimatisierten Laborbedingungen betrieben.

### 5.14 Zusammenstellung der Messtechnik

In Abbildung 5.14 ist die zu verwendende Mess- und Analysetechnik zu den partikulären Untersuchungen und zum Verschleißverhalten zusammengestellt. Den Mess- und Analysegeräten sind die damit zu bestimmenden Größen zugeordnet.

<b>Mess- und Analysetechnik für Partikel und Verschleiß</b>	
<b>1) Partikelbestimmung auf Detektorwafern mit Streulichtpartikelzähler (Waferscanner)</b>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Anzahl</li> <li>▪ Lage der Einzelpartikel auf Detektorwafer (Planarkoordinaten)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Größe der Einzelpartikel</li> <li>▪ Größenverteilung</li> </ul>
<b>Zusammen mit dem Abstand und der Lage der Detektorwafer ergibt sich dadurch die räumliche Partikelausbreitung.</b>	
<b>2) Merkmalanalyse an Grund-/Gegenkörper mit Rasterelektronenmikroskop und EDX-Einheit</b>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Topografie der Bereiche mit und ohne Reibeinfluss</li> <li>▪ Ausprägung ausgewählter Partikel hinsichtlich Form, Deformation, Agglomeration</li> <li>▪ Elementanalyse zur Unterscheidung der Partikelherkunft (Grund- oder Gegenkörper)</li> </ul>	
<b>3) Merkmalanalyse auf Detektorwafer mit Rasterelektronenmikroskop und EDX-Einheit</b>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Analyse ausgewählter Partikel hinsichtlich Größe</li> <li>▪ Ausprägung ausgewählter Partikel hinsichtlich Form, Deformation, Agglomeration</li> <li>▪ Elementanalyse zur Unterscheidung der Partikelherkunft (Grund- oder Gegenkörper)</li> </ul>	
<b>4) Bestimmung Topografie von Grund- und Gegenkörper mit Weißlichtinterferometer</b>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Topografie der Bereiche mit und ohne Reibeinfluss (flächenbezogen)</li> <li>▪ Quadratischer Mittenrauwert nach ISO 25178 (Draft)</li> <li>▪ Oberflächenprofile</li> </ul>	

Abbildung 5.14: Übersicht der Mess- und Analysetechnik für Partikel und Verschleiß

## 6 Funktionseigenschaften des Prüfstands

### 6.1 Parameter des Vakuumtribometers

Die Bereiche der einzustellenden Parameter für die tribologische Beanspruchung sind in Abbildung 6.1 zusammengestellt. Das Einstellprinzip erfolgt teils als Stellwert- teils als Sollwertvorgabe und stellt eine hohe Reproduzierbarkeit sicher. Innerhalb der Einstell- bzw. Messbereiche können Versuchsniveaus beliebig festgelegt werden und repräsentieren den Bereich technischer Beanspruchungen.

Einstellgrößen	Einstell-/Messbereich	Einstellprinzip
Druck im Rezipienten p	1000 bis $1,3 \times 10^{-7}$ mbar *)	geregelt
Belüftungsmedium	Stickstoff 6.0 oder Luft Klasse 1	gesteuert
Normalkraft $F_N$	0 bis 20 N *)	geregelt
Normalkraftbegrenzung $F_N$ beim Aufschlag - Stoß	0 bis 20 N *)	geregelt
Reibkraft $F_R$	0 bis 18 N *)	permanente Erfassung
Drehzahl n ⇒ Gleitgeschwindigkeit $v_{GL}$	0 bis $270 \text{ min}^{-1}$ 0 bis 59,3 cm/s	gesteuert
Drehrichtung	Links- /Rechtslauf	gesteuert
Drehwinkel (alternierend)	0 bis 360 und Vielfache	gesteuert
Drehradius $r_D$	21 mm	fest
Stoßfrequenz $f_{St}$	0 bis 1 Hz	gesteuert
Aufschlaggeschwindigkeit $v_{St}$ bei Stoß	0,1 bis 7 mm/s	gesteuert
Abstand/Lage der Detektorwafer zur Reibstelle	Oberer Detektorwafer: 81 oder 130 mm Unterer Detektorwafer: 37 oder 70 mm Rest: fest (siehe Abbildung 5.19)	umsteckbar
Beanspruchungswiederholungen	0 bis einige tausend	gesteuert
Reibebene	in Richtung Schwerkraftvektor	fest
Reibtangente	in Richtung Schwerkraftvektor	fest
Partikelblende	Freisetzungsspalt: 8 x 50 mm verdrehbar: $360^\circ$	wählbar
Aufnahme Dreheinheit	Scheiben, Glassubstrate, Wafer, Kugellager, Gleitlager nachrüstbar	wählbar
Aufnahme Lineareinheit	Kugeln: $\varnothing$ 6 mm, Stifte: $\varnothing$ 4 mm, Plättchen: 6 x 6 mm	wählbar
Winkel Plättchen gegenüber Scheibe	$45^\circ$ (Umrüstung möglich)	fest
Temperatur der Fremderwärmung Gegenkörper $t_F$	22 bis $140^\circ\text{C}$	geregelt
Elektrische Spannung U an Detektorwafers	+ 200 V bis - 200 V	gesteuert
*) Minimale Abtastperiode für Messdatenspeicherung 0,1 s		

Abbildung 6.1: Einstellbare Parameter der tribologischen Beanspruchung am Vakuumtribometer

## 6.2 Funktionen und Funktionsnachweise

### 6.2.1 Druck (Vakuum)

Abbildung 6.2 zeigt die vergleichsweise kurze Dauer bis zum Erreichen geringer, stabiler Drücke im Rezipienten, entsprechend der Sollwertvorgaben. Bis zu den unteren Scheitelpunkten wird nur gepumpt, danach zusätzlich gezielt belüftet. Die Evakuierungsdauer beträgt je nach Vakuumsollwert zwischen 3 min und 24 h. Mit Abbildung 6.2 wird außerdem die hohe Druckstabilität nachgewiesen. Der geringste erreichbare Druck beträgt  $1,3 \cdot 10^{-7}$  mbar und liegt damit kurz über dem Ultrahochvakuum ( $<10^{-7}$  mbar).

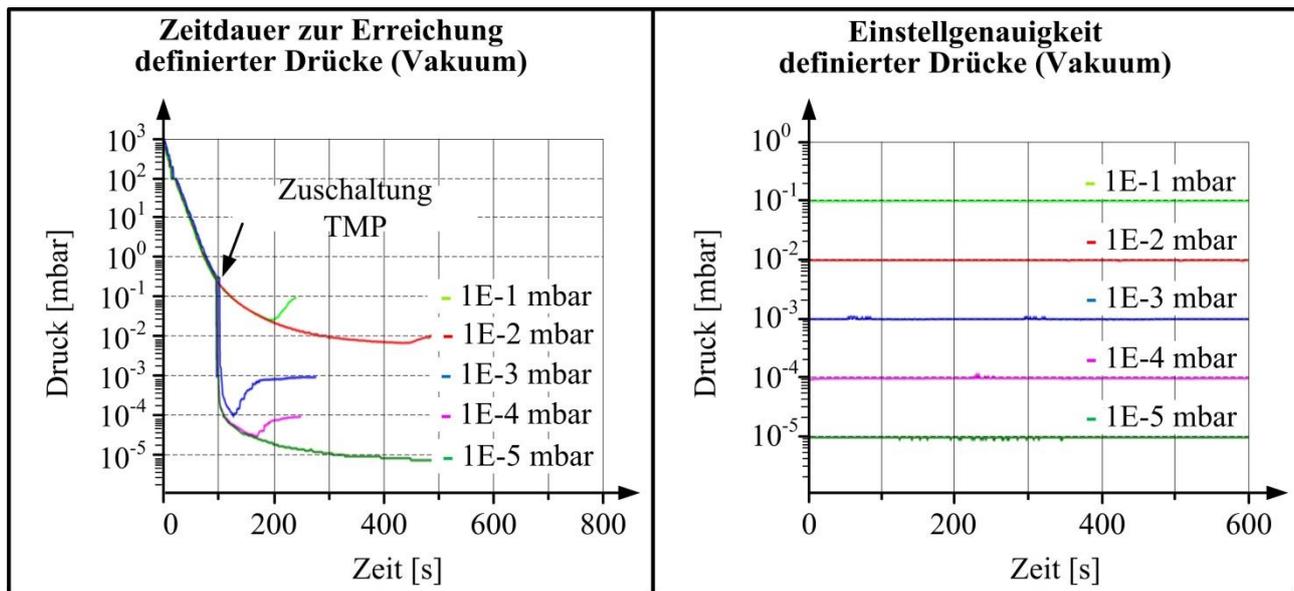


Abbildung 6.2: Dauer zur Erreichung definierter Drücke (links), Konstanz der Drücke über die Zeit nach Druckstabilisierung (rechts)

### 6.2.2 Regelung von Normalkraft, Normalkraftbegrenzung und Stoßgeschwindigkeit

Die Überprüfung der Normalkraftregelung erfolgte anhand eines Tribosystems (Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe) bei Gleitreibung für unterschiedliche Normalkraftsollwerte. Planschlag wirkt als Störung. Bei einer Gleitgeschwindigkeit von 11 cm/s (Drehzahl:  $50 \text{ min}^{-1}$ , Abbildung 6.3) werden Störungen bei geringen und mittleren Normalkräften sehr gut ausgeglichen. Bei hohen Normalkräften und Gleitgeschwindigkeiten von 55 cm/s (Drehzahl:  $250 \text{ min}^{-1}$  Abbildung 6.3 rechts) sind Störungen deutlicher sichtbar. Im Mittel werden die Sollwerte jedoch sehr gut gehalten. Die Regelung der Stoßgeschwindigkeit in Verbindung mit der Normalkraftbegrenzung ist exakt und gut reproduzierbar (Abbildung 6.4).

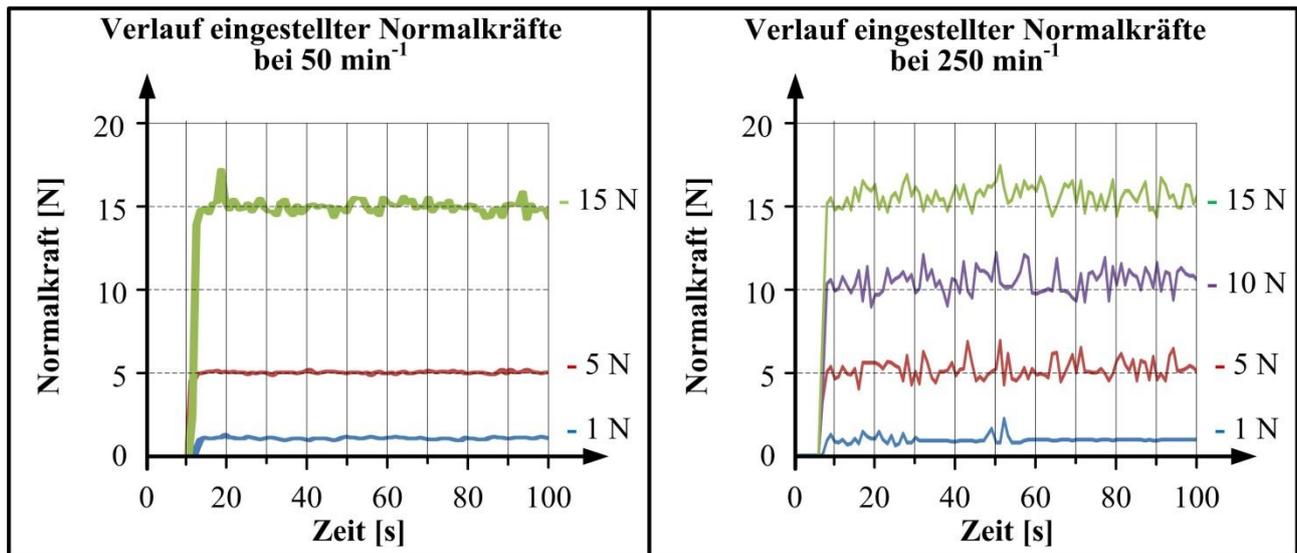


Abbildung 6.3: Verläufe eingestellter Normalkräfte bei unterschiedlichen Gleitgeschwindigkeiten des Tribosystems Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe

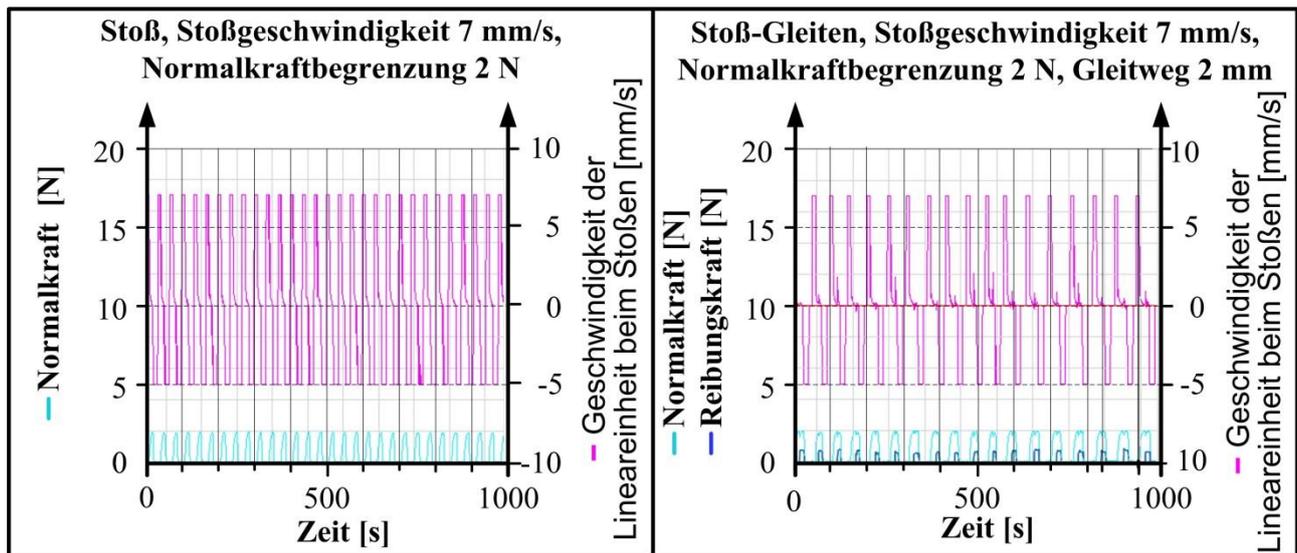


Abbildung 6.4: Verlauf eingestellter Normalkraftbegrenzung und Auftreffgeschwindigkeit beim Stoßen (links) und beim Stoß-Gleiten (rechts) für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe

### 6.2.3 Bestimmung des partikulären Grundrauschens

Bei tribologischen Versuchen mit dem Vakuumtribometer lässt sich nicht gewährleisten, dass detektierte Partikel ausschließlich aus dem tribologischen Prozess resultieren. Die beim tribologischen Prozess erfasste Partikelanzahl ist eine stochastische Größe. Damit sich Partikelanzahlen auf die Wirksamkeit unterschiedlicher Reibbeanspruchungen zurückführen lassen, dürfen Fremdpartikel nur in vergleichsweise geringer Anzahl enthalten sein. Anderenfalls sind Vertrauensaussagen der Wirksamkeit von Reibbeanspruchungen nur mit hoher Anzahl von Versuchswiederholungen zu erzielen. In Abbildung 6.5 ist schematisch dargestellt, wie sich die Zufallsverteilung bei einem tribologischen Versuch in den einzelnen Schritten der Versuchsdurchführung und Messwerterfassung durch Überlagerung mit weiteren Partikelquellen verändern kann.

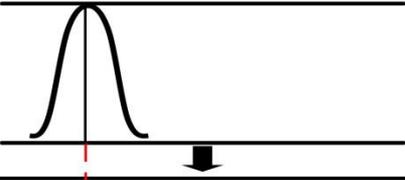
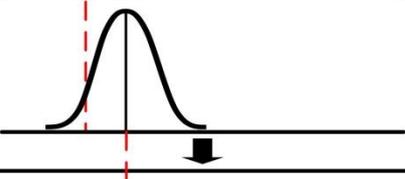
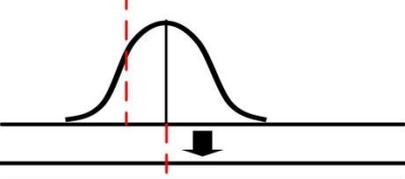
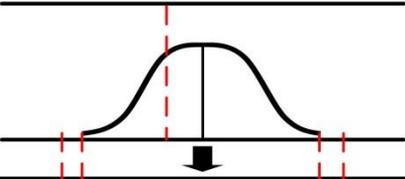
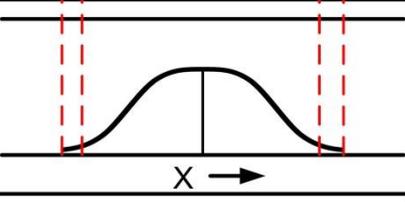
Partikelzunahme durch:	Verteilungsüberlagerung der Gesamtpartikelanzahl	Partikelanteile herrührend von:
Tribosystem		Tribosystem
Mechanik im Rezipienten 		Tribosystem + Mechanik
Evakuieren und Belüften 		Tribosystem + Mechanik + Evakuieren, Belüften
Wafer-Transport 		Tribosystem + Mechanik + Evakuieren, Belüften + Wafer-Transport
Zufälliger Fehler Messsystem 		Tribosystem + Mechanik + Evakuieren, Belüften + Wafer-Transport + zufälliger Fehler Messsystem
* Mechanik = mechanische Funktionseinrichtungen im Vakuumtribometer		X-Achse – Partikelanzahl

Abbildung 6.5: Schematische Darstellung der Überlagerung von Partikeln in den Schritten der Versuchsdurchführung und Messwerterfassung als Zufallsverteilung

Eine differenzierte Bestimmung der Partikelanteile vom tribologischen Versuch und den Fremdpartikelanteilen (Mechanik im Rezipienten, Evakuieren, Belüften, Wafertransport) ist nicht unmittelbar möglich. Das hier verwendete Prinzip der Fremdpartikelbestimmung besteht darin, Testschritte in umgekehrter Abfolge gegenüber Abbildung 6.5 durchzuführen:

- **Erster Schritt** - Bestimmung des zufälligen Fehlers durch wiederholte Messung an Detektorwafern (verschiedene Partikeldichten) mit Waferscanner (100 Wiederholungen)
- **Zweiter Schritt** – Bestimmung des Partikelzuwachses an Detektorwafern beim Transport, zehnfache Wiederholung an 8 Wafern (80 Wiederholungen)
- **Dritter Schritt** – Bestimmung des Partikelzuwachses an Detektorwafern bei Transport, Evakuierung und Belüftung, zehnfache Wiederholung an 8 Wafern (80 Wiederholungen)
- **Vierter Schritt** – Bestimmung des Partikelzuwachses an Detektorwafern beim Transport, Belüftung und eintausendfacher Betätigung mechanischer Funktionseinrichtungen ohne zu untersuchendes Tribosystem, dreifache Wiederholung an 8 Wafern (24 Wiederholungen)

Bei der großen Anzahl von Wiederholungen in den einzelnen Schritten sind die ermittelten Mittelwerte und Streuungen repräsentativ. Die Anteile in den einzelnen Schritten werden als Differenzen der Mittelwerte gebildet. Diese Anteile sind den Partikeln der tribologischen Beanspruchung überlagert und in der Versuchsauswertung zu berücksichtigen, insbesondere wenn kleine Partikelanzahlen gemessen werden. Alle Testschritte erfolgen unter den Bedingungen der Durchführung tribologischer Versuche.

### Erster Schritt – Zufälliger Fehler des Waferscanners

Der zufällige Fehler des Waferscanners wurde durch einhundertfach wiederholtes Messen an vier Detektorwafern mit unterschiedlicher Partikeldichte (Partikelanzahl/cm<sup>2</sup>) ermittelt, da die im Rahmen dieser Arbeit durchzuführenden Untersuchungen deutliche Unterschiede der Partikelfreisetzung erwarten lassen. Verwendet wurden Wafer im sauberen Anlieferzustand und Wafer auf die durch tribologische Versuche mit Partikeln beaufschlagt wurden.

In Abbildung 6.6 sind die Ergebnisse für einen beaufschlagten Wafer und einhundert Wiederholmessungen dargestellt. Die unterschiedlichen Partikelgrößen sind farblich nach Größenklassen gekennzeichnet. Der Mittelwert (grüne Linie) über die größenunabhängige Gesamtpartikelanzahl aus den einhundert Wiederholmessungen und die Standardabweichung (rote Linie) zeigen, dass die Unterschiede zwischen den einzelnen Messungen sehr gering sind. Somit bestehen die Voraussetzungen für stabile und reproduzierbare Messergebnisse.

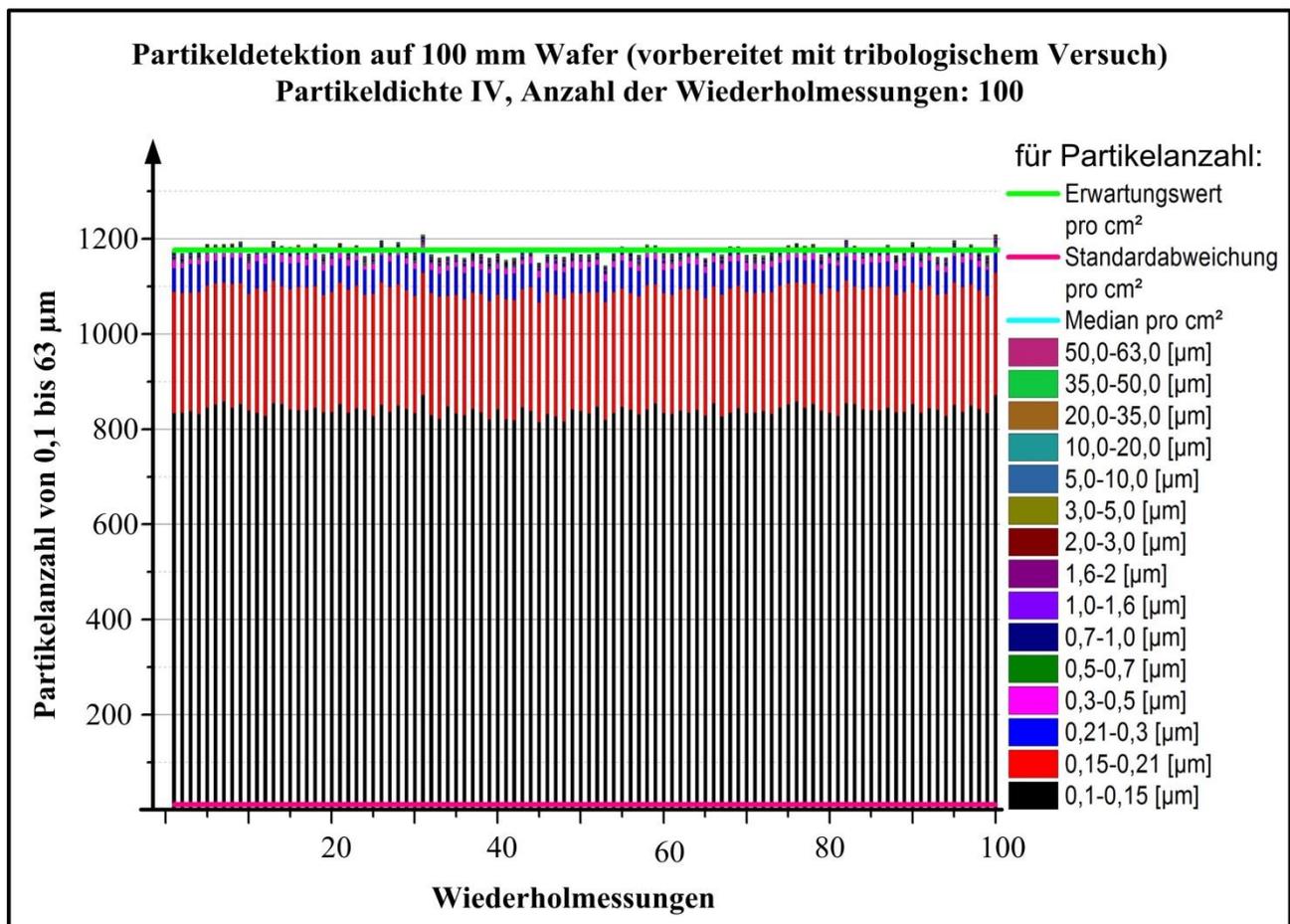


Abbildung 6.6: Wiederholte Partikelmessung an einem Detektorwafer mit Streulichtpartikelzähler

Zur Verifizierung der Reproduzierbarkeit der Messungen mit dem Waferscanner in Abhängigkeit der Partikelhäufigkeitsdichten erfolgte die Bestimmung der Partikelanzahl für vier Wafer mit unterschiedlicher Partikelhäufigkeitsdichte. Die Bestimmung der Partikelanzahl jeweils hundertfach. In Abbildung 6.7 sind die Standardabweichungen bezogen auf den jeweiligen Mittelwert für vier Wafer mit unterschiedlicher Partikeldichte abgebildet. Ab einer Partikeldichte von ca.  $4/\text{cm}^2$  ist die Standardabweichung sehr gering und nahezu konstant. Somit können auch Tribosysteme mit hohen Partikelfreisetzungsraten reproduzierbar untersucht werden.

Diese Eigenschaften des Streulichtpartikelzählers sind bei der Beurteilung von Untersuchungen zu beachten.

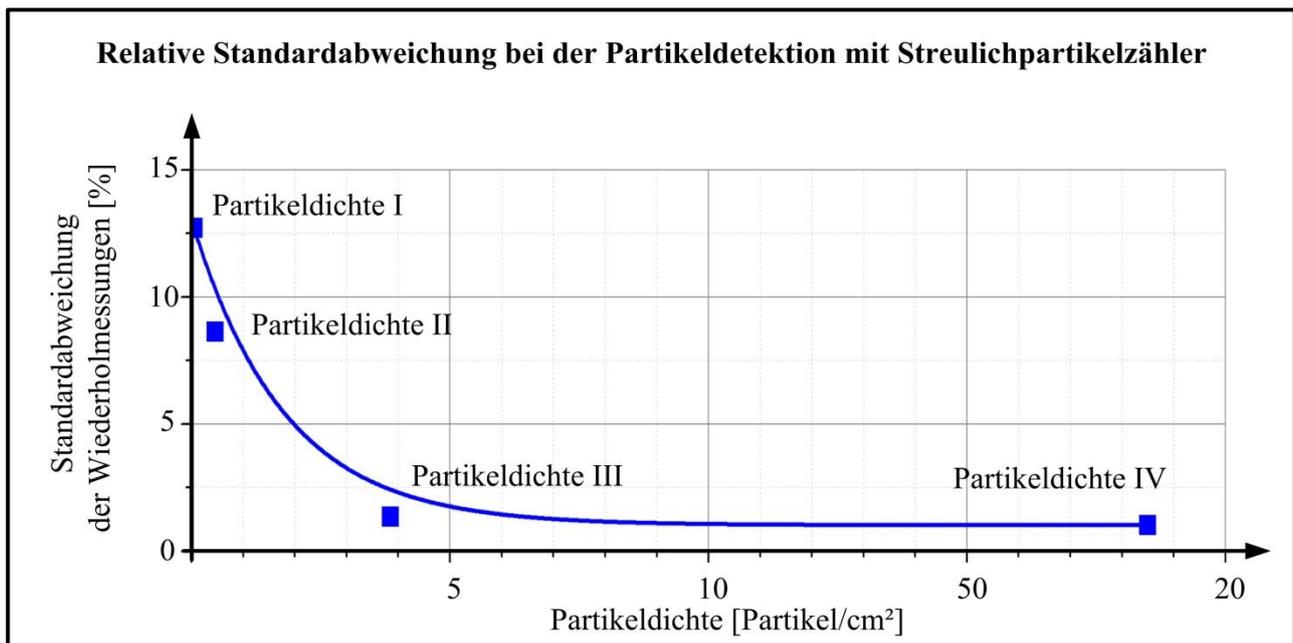


Abbildung 6.7: Relative Standardabweichung (bezogen auf den jeweiligen Mittelwert) bei der Partikeldetektion mit Streulichtpartikelzähler für vier Partikeldichten aus jeweils 100 Wiederholungsmessungen

### Dritter bis fünfter Schritt – Partikelanteile durch Handhabung des Wafers, Belüftung des Rezipienten und mechanische Funktionseinrichtungen

In Abbildung 6.8 ist der durch die Schritte 3 bis 5 erzeugte Zuwachs der Partikelanzahl für unterschiedliche Untersuchungsbedingungen dargestellt. Die Darstellung erfolgt differenziert für die einzelnen Waferpositionen im Vakuumtribometer. Verwendet wurden Wafer mit besonders geringer Anfangskontamination. Die Gesamtanzahl über alle Waferpositionen ist separat hervorgehoben.

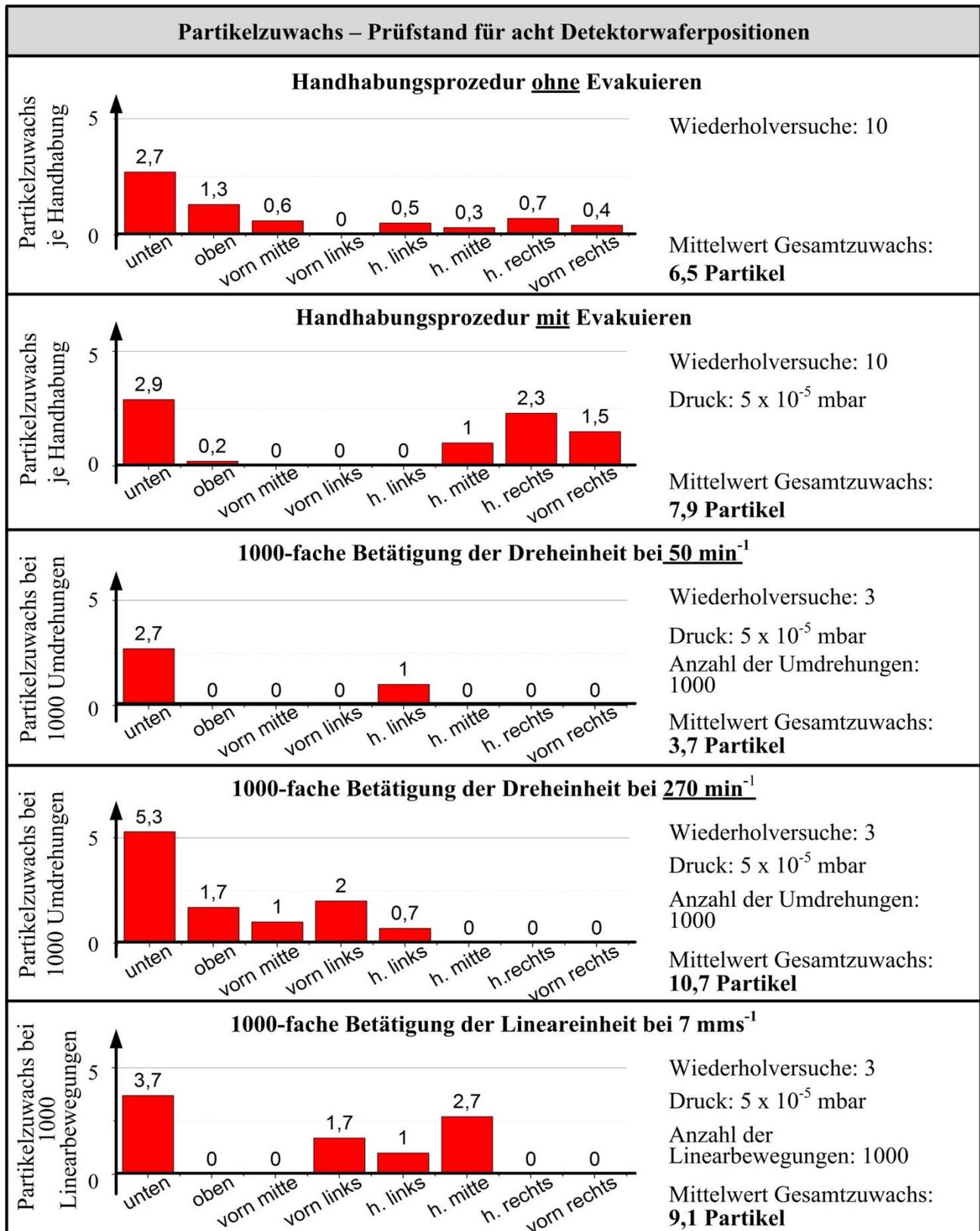


Abbildung 6.8: Zuwachs der Partikelanzahl im Größenbereich 0,1 bis 63  $\mu\text{m}$  für die acht Positionen der Detektorwafer im Vakuumtribometer für verschiedene Untersuchungsbedingungen

### **Beurteilung der Partikelanteile**

Die in Abbildung 6.8 zusammengestellten Partikelzuwächse sind nicht durch die zu untersuchenden Tribosysteme verursacht. Sie stellen ein Grundrauschen für die Versuche dar. Werden bei einem tribologischen Versuch Partikelzuwächse im Bereich des Grundrauschens gemäß Abbildung 6.8 festgestellt, dann lassen sich diese nicht auf den tribologischen Versuch zurückführen. Je größer der Partikelzuwachs eines tribologischen Versuchs ist, umso mehr sinkt der relative Anteil der Fremdpartikel. Unter Einbeziehung der Ergebnisse der orientierenden Versuche nach Abbildung 8.7 ist festzustellen, dass die durch Versuche erzeugten Partikelanzahlen deutlich höher sind als die Fremdpartikelanteile. Die Fremdpartikelanteile betragen im „ungünstigsten“ Fall (Tribosystem Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe) ca. 4 % und im „günstigsten“ Fall (Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Siliziumnitrid-Scheibe) 0,0001 %. Damit ist die Aussagekraft der Versuchsergebnisse festgestellt.

Die erreichte Güte des Versuchstands lässt sich daran ermesen, dass bei einem Fingerschnips bereits ca. 300 Partikel in der Größe von 0,1 bis 5 µm freigesetzt werden.

#### **6.2.4 Bestimmung der ortsbezogenen Reproduzierbarkeit**

Für die Partikelausbreitung ist die lagebezogene Partikelmessung von Bedeutung. Lagebezogene Partikelmessung bedeutet, für jeden einzelnen Partikel auf einem Detektorwafer die Planarkoordinaten zu bestimmen. Zum Nachweis der Reproduzierbarkeit der Planarkoordinatenbestimmung wurde ein Detektorwafer zweimal gemessen. Bei einer Partikelanzahl von 1089 wurden ca. 90 % der Partikel an den gleichen Planarkoordinaten detektiert (bei der gewählten Toleranz von 100 µm). In Relation zu den Abständen der Detektorwafer zur Reibstelle (gemäß Abbildung 5.9) ist die Toleranz von 100 µm sehr gering. Damit kann die lagebezogene Partikelmessung als zuverlässig eingeschätzt werden und ist die Grundlage für Bestimmung der Partikelausbreitung.

#### **6.2.5 Maßnahmen zur Minimierung von Störeinflüssen und Gesamteinschätzung des Prüfstands**

Zufällige Abweichungen durch nicht vermeidbare Störungen der Versuchsbedingungen und zufällige Messfehler lassen sich durch Versuchswiederholungen minimieren.

Anfangskontaminationen auf Detektorwafern und deren Abweichungen zwischen unterschiedlichen Chargen werden vor dem Versuch gemessen und vom Ergebnis nach dem Versuch abgezogen.

Reibkörper werden hinsichtlich Rauheit, Geometrie, Materialzusammensetzung vor der Versuchsdurchführung überprüft und bei Abweichungen ausgesondert.

Die Reibkörper und der Rezipient mit mechanischen Funktionsreinrichtungen werden generell vor der Versuchsdurchführung gereinigt. Die Reinigung erfolgte mit nichtfasernden Reinigungstüchern und einem Gemisch aus Isopropylalkohol (70 %) sowie Reinstwasser (30 %).

Das realisierte Vakuumtribometer und die ausgewählte externe Messtechnik erfüllen innerhalb der Systemgrenzen die Anforderungen, um das partikuläre Verhalten von Tribosystemen unter Vakuumbedingungen untersuchen zu können.

---

## 7 Methodik zur Bewertung der Freisetzung und Ausbreitung von Partikeln

### 7.1 Prinzip der Methodik

Das Vakuumtribometer ermöglicht durch seine Multifunktionalität verschiedene experimentelle Untersuchungen. Für die ergebnisorientierte effektive Nutzung des Vakuumtribometers wird eine Methodik benötigt, die dem großen Umfang von Untersuchungsmöglichkeiten und dem stochastischen Charakter von Versuchsergebnissen sowie der damit verbundenen großen Datenmengen gerecht wird. Die Methodik soll Möglichkeiten, Randbedingungen und Durchführung der Analyse von Reibprozessen unter Einbeziehung experimentell- statistischer Methoden aufzeigen. Sie soll sich über die Planung und Durchführung der Experimente bis zur Auswertung und Interpretation der Ergebnisse erstrecken. Die Methodik soll Beziehungen zwischen den Fachdisziplinen Tribologie, Systemtheorie und Versuchsplanung herstellen. Insbesondere zur Beurteilung der Partikelfreisetzung und der Partikelausbreitung sollen neue Modelle zum Tragen kommen, die die Detektion der Partikel mittels räumlich um das Tribosystem angeordneten Wafer berücksichtigen. Mit Hilfe dieser Modelle sind die reinheitstechnischen Bewertungsgrößen (Zielgrößen) zu bestimmen.

Die Methodik erfordert unterschiedliche Einzelmethoden, die entsprechend spezifischer Aufgabenstellungen angepasst anzuwenden sind.

Die Methodik soll die Bearbeitung folgender Aufgaben in Hochvakuumssystemen ermöglichen:

- Grundlagenuntersuchungen der Tribologie und der Partikelfreisetzung/Partikelausbreitung
- Unterstützung bei der Entwicklung geeigneter Tribosysteme für technische Anwendungen
- Aufdeckung Risiken zur Partikelkontamination in vorhandenen technischen Anlagen

In allen Aufgaben ist ein Kompromiss zwischen hinreichender Erfassung des Experimentierraums und der Begrenzung des Versuchsaufwandes zu finden.

Für technische Lösungen konkurrieren unterschiedliche Tribosysteme (insbesondere Werkstoffkombinationen) hinsichtlich einer geeigneten Lösung. Die Methodik soll Prinzipien und Vorgehensweisen aufzeigen, die es mit möglichst geringem Aufwand gestatten, ein geeignetes Tribosystem aus konkurrierenden Tribosystemen auszuwählen (siehe Abbildung 7.1, links).

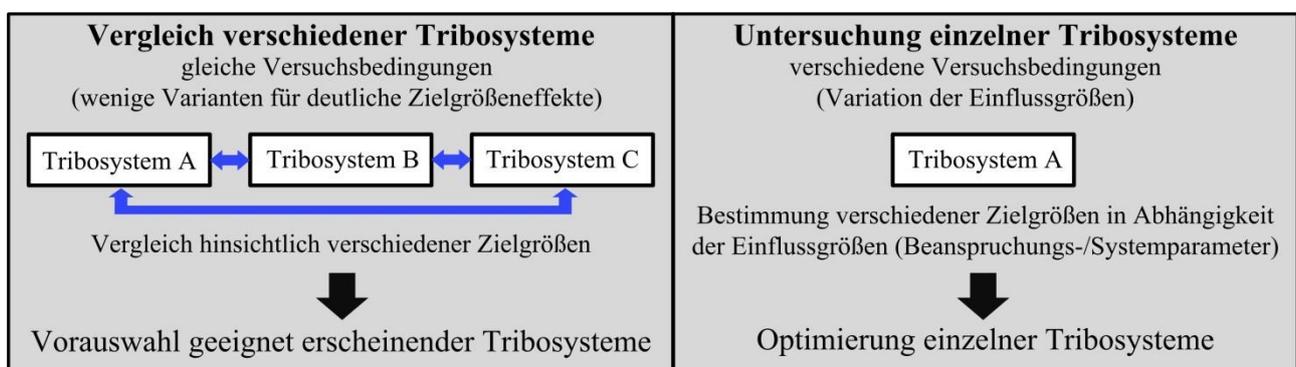


Abbildung 7.1: Vorauswahl (links) und Optimierung eines geeigneten Tribosystems (rechts)

Ein als prinzipiell geeignet ermitteltes Tribosystem kann dann für die konkrete Anwendung mit detaillierten Untersuchungen weiter optimiert werden (Abbildung 7.1, rechts).

Je nach Anwendungsfall kann sich „optimal“ auf Partikelfreisetzung, Partikelausbreitung oder Verschleiß, beziehen. In der vorliegenden Arbeit stehen jedoch Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung im Vordergrund. Die wesentlichen Einflussgrößen sind zu identifizieren und mathematische Modelle zu bilden, die die Zusammenhänge zwischen Einflussgrößen und Bewertungsgrößen beschreiben. Die mathematischen Modelle sollen die Zusammenhänge und Unterschiede hinsichtlich Partikelfreisetzung, Partikelausbreitung und Verschleiß erkennen lassen.

In Abbildung 7.2 werden die Schritte der zielgerichteten Anwendung der Methodik veranschaulicht. Abweichend von dieser Chronologie werden Querbezüge hergestellt.

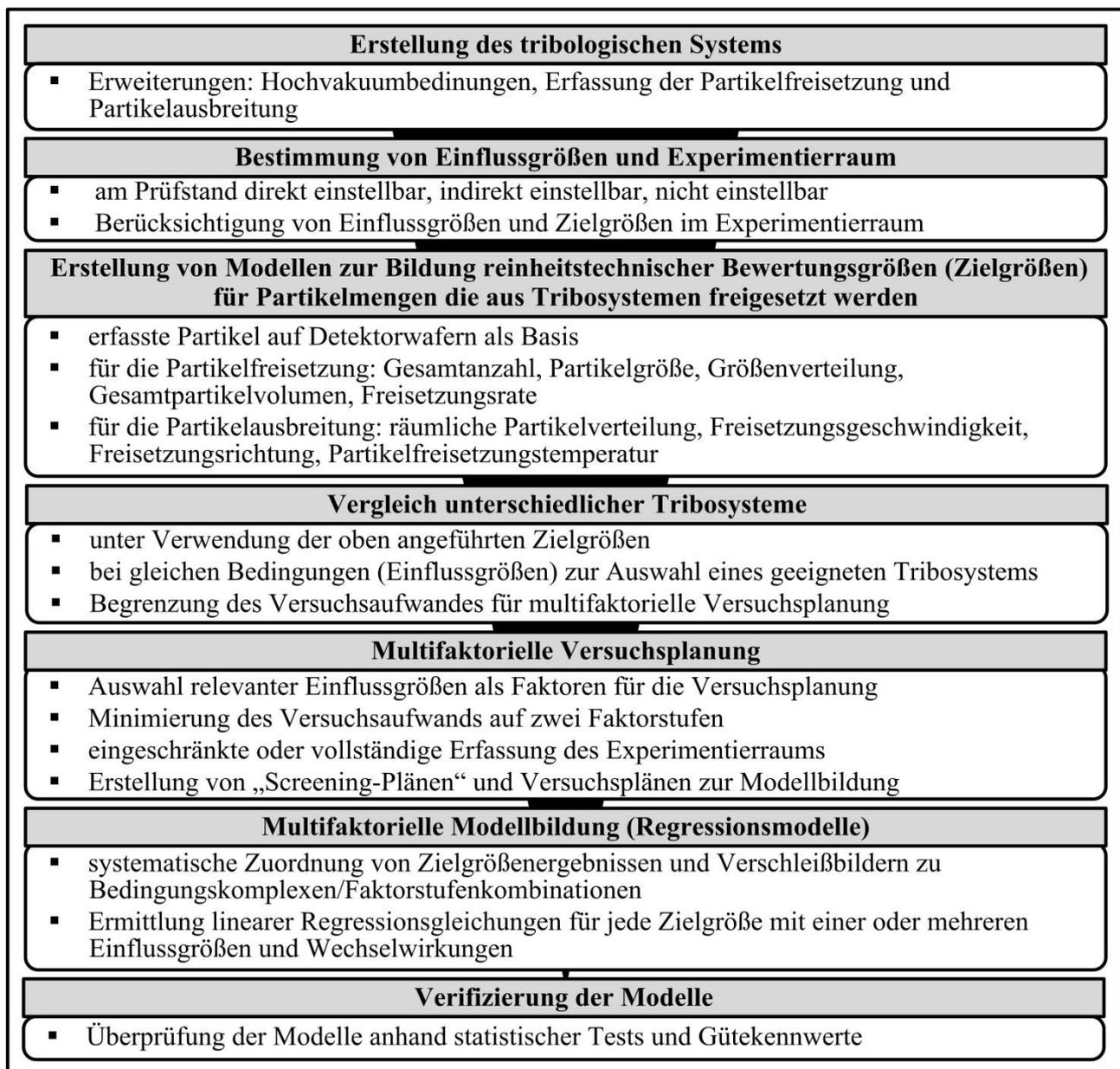


Abbildung 7.2: Ablaufplan der Methodik

## 7.2 Systemanalytischer Ansatz

Das Vakuumtribometer ist für die aktive experimentelle Systemanalyse konzipiert. Aktiv heißt dabei, dass für ein jeweilig zu untersuchendes tribotechnisches System das Beanspruchungskollektiv als Eingangsgrößen (aktiv) so festgelegt werden, dass Auswirkungen auf die Ausgangsgrößen möglichst deutlich hervortreten. Unterschiedliche technische Aufgabenstellungen oder Aufgabenstellungen mit Grundlagencharakter erfordern ein systematisches Herangehen in der Systemanalyse. Eingangsgrößen und Systemgrößen auf bestimmte Werte und in unterschiedlichen Kombinationen einzustellen, erfordert die Planung der Versuche. Die Planung ist so vorzunehmen, dass mit möglichst geringem Versuchsaufwand hinreichend statisch gesicherte Ergebnisse erzielt werden.

Die Versuchsplanung (VP) oder „Design of Experiments“ (DoE) als eigenständige Fachdisziplin (Siebertz *et al.* 2010) liefert Ansätze zur effektiven Nutzung des Vakuumtribometers. Je nach Hervorhebung bestimmter Merkmale werden für DoE auch **Statistische VP** (Giger 2016), **Orthogonale VP** (Kleppmann 2008), **Optimale VP** (Atkinson *et al.* 2007), **Faktorielle VP** (Linß 2011) verwandt:

- „Statistisch“ – Voraussetzung für effektive Tests
- „Orthogonal“ – vereinfacht die Modellermittlung
- „Optimal“ – optimale Erfassung des Experimentierraums mit möglichst wenigen Versuchen
- „Faktoriell“ – Auswahl von Einflussgrößen als Faktoren der Experimente

DoE führt zu einer Systematik bei der Systemanalyse mit dem Vakuumtribometer:

- Auf ein (Tribo-) System wirken unabhängige Variable  $x_1, x_2, \dots, x_K$  bzw. vektoriell  $\underline{x}$ .
- Ein (Tribo-) System weist von den unabhängigen Variablen abhängige Variable  $y_1, y_2, \dots, y_L$  bzw. vektoriell  $\underline{y}$  auf.
- Ein (Tribo-) System besitzt spezifische Transformationseigenschaften der unabhängigen Variablen in abhängige Variable (Abbildung 7.3).

Unabhängige Variable werden bei DoE als Einflussgrößen bezeichnet. Einflussgrößen sind somit insbesondere Größen des Beanspruchungskollektivs eines tribologischen Systems. Hinzu kommen Größen, die das Hochvakuum und die Kraftwirkung von Feldern beschreiben. Die Einflussgrößen lassen sich voneinander unabhängig und unabhängig von den Zielgrößen am Vakuumtribometer einstellen. Einflussgrößen, die in Experimenten systematisch variiert werden, werden im Sinne von DOE als Faktoren bezeichnet. Einflussgrößen sind Parameter, wenn sie konstant gehalten werden. Einflussgrößen, die nicht bekannt sind oder nicht in die Betrachtung einbezogen werden und zufällig variieren, sind Störgrößen. Einflussgrößen, die nicht aktiv variiert, deren Schwankungen jedoch messtechnisch erfasst werden, sind passive Einflussgrößen. Die in einem Experiment eingestellten Werte der Faktoren, die erfassten Werte von passiven Einflussgrößen und die nicht erfassten Werte von Einflussgrößen (Störgrößen), bilden einen **Bedingungskomplex** (Grohmann *et al.* 2011). Jeder in einem Experiment realisierte Bedingungskomplex führt zu je einem Zielgrößenergebnis bezüglich jeder Zielgröße. Dies kann als Transformation eines Datensatzes der Einflussgrößen in einen Datensatz der Zielgrößen durch das Tribosystem entsprechend seiner spezifischen Eigenschaften und Wirkung physikalischer Gesetzmäßigkeiten interpretiert werden. Praktisch ist die Beschreibung des Bedingungskomplexes auf die Einstellwerte der Faktoren und die Parameter am Vakuumtribometer eingeschränkt. Die wiederholte Realisierung eines Bedingungskomplexes, d.h. eines Experimentes, führt zu voneinander abweichenden Ergebnissen.

Hinzu kommen Abweichungen, bedingt durch begrenzt genaue Einstellungen und Messfehler. Zielgrößen sind somit die von den Einflussgrößen abhängigen Variablen. Dies sind die Ausgangsgrößen des tribologischen Systems. Hier interessieren weniger die Nutzgrößen, sondern vor allem die Verlustgrößen der tribologischen Systeme, d. h. Reibung und Verschleiß sowie die reinheitstechnischen Größen.

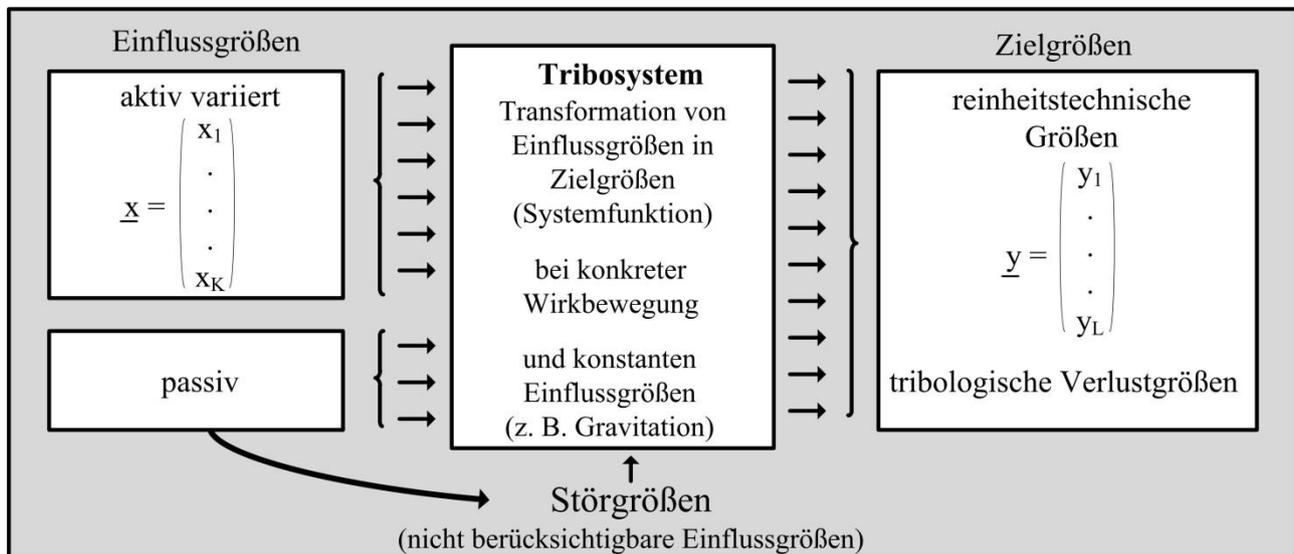


Abbildung 7.3: Transformation von Einflussgrößen in Zielgrößen eines Tribosystems

Zu berücksichtigen ist, ob sich unabhängige Variable quantitativ oder nur qualitativ (nominal, kategorisch) variieren lassen (Kesel *et al.* 1999). Einflussgrößen, wie z. B. die Größen Normalkraft, Druck im Rezipienten und Gleitgeschwindigkeit, sind quantitative Variable, die sich auf beliebige Werte innerhalb der zulässigen Bereiche am Vakuumtribometer einstellen lassen. Werkstoffkombinationen, Kontaktformen (z.B. Kugel/Scheibe) oder Bewegungsarten sind dagegen qualitative Variable. Außerdem lassen sich die Werkstoffanteile von Grund- und Gegenkörper quantitativ variieren. Die Systemanalyse nutzt hinsichtlich der Auswirkungen der quantitativen, unabhängigen Variablen auf die abhängigen Variablen die Regressionsanalyse und für den Vergleich unterschiedlicher Tribosysteme, die sich durch qualitative Variable unterscheiden, die Varianzanalyse. In der Regel werden sich Zielgrößen bei Variation von qualitativen Variablen (z. B. Werkstoffkombinationen oder Bewegungsarten) bei gleicher Variation quantitativer Variabler deutlich unterscheiden. Dies ist auf Veränderungen des Beanspruchungskollektivs oder der Struktur des tribologischen Systems zurückzuführen.

Eine Herausforderung ist die große Anzahl von Einflussgrößen bei der Analyse tribologischer Systeme. Gemäß Abbildung 7.6. existieren z. B. für die Bewegungsart „Gleiten“ acht spezifische Einflussgrößen und acht Änderungsgrößen für die Systemstruktur. Die insgesamt  $n = 16$  Einflussgrößen spannen einen  $n$ -dimensionalen Experimentierraum auf.

Aus der Abbildung 7.4 (Funktionsgebirge) lässt sich erkennen, dass Einflussgrößen auf unterschiedliche Art variierbar sind.

Im einfachsten Fall wird für jeden Faktor nur ein Wert (ein Niveau/eine Faktorstufe) eingestellt. Bei Realisierung des Experiments ergibt sich nur ein Wert für  $y$  (einer der in Abbildung 7.4, links oben dargestellten Punkte im Funktionsgebirge). Der Experimentierraum wird damit nicht erfasst.

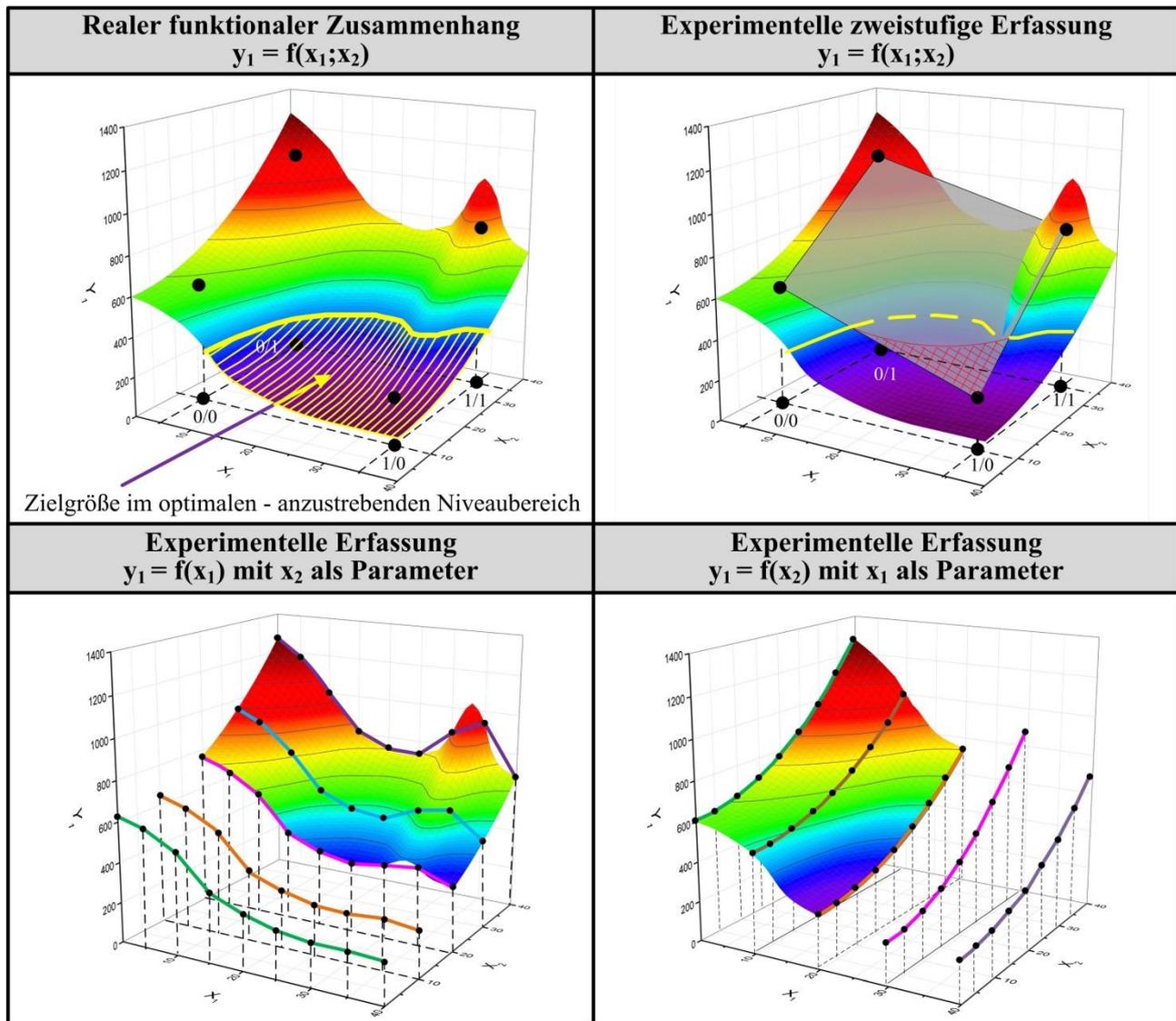


Abbildung 7.4: Funktionsgebirge mit mehrdimensionalen Abhängigkeiten

Dagegen birgt die systematische Untersuchung des Funktionsgebirges mit der „Gitterlinienmethode“ bereits bei zwei Einflussgrößen erheblichen Aufwand (Abbildung 7.4, unten links und rechts).

Beim DoE wird der mehrdimensionale Experimentierraum durch die systematische Kombination der Faktoren bei vorzugsweise zwei Faktorstufen (Versuchsniveaus der Einflussgrößen) erfasst. Diese mehrdimensionale Versuchsplanung ist geeignet, die komplexen Zusammenhänge zu ermitteln. Bei vertretbaren Beschreibungsfehlern ist der Versuchsaufwand vergleichsweise gering. Das Funktionsgebirge  $y_1 = f(x_1, x_2, \dots, x_n)$  lässt sich durch eine  $n$ -dimensionale lineare Fläche beschreiben (Abbildung 7.4, rechts oben). Die Approximation des Funktionsgebirges  $f(x_1, x_2, \dots, x_n)$  durch ein Polynom  $\hat{y} = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + \dots + a_nx_n + a_{n+1}x_1x_2 + \dots + a_{n+1}x_1x_2 \dots x_n$  wird auch als Modellbildung bezeichnet (Giger 2016). Die Koeffizienten  $a_0, a_1 \dots$  sind die Modellparameter.

Die Identifikation der Modellfunktion  $\hat{y} = f(a_0, \dots, a_n; x_1, \dots, x_n)$ , d.h. die Bestimmung der wesentlichen Faktoren und Modellparameter der Datensätze Faktoren/Zielgrößen der Experimente eines Versuchsplanes erfolgt mit statistischen Methoden.

### 7.3 Experiment- und modellorientierte tribologische Untersuchungen

Unter Berücksichtigung der Versuchsplanung und Modellbildung ist ein System gemäß Abbildung 7.5 zu verallgemeinern. Die Matrix X fasst die für eine Analyse vorgesehenen Einzelexperimente zusammen und beinhaltet die Einstellwerte der Faktoren (Einflussgrößen). Die Matrix Y beinhaltet die Messwerte der für eine Untersuchung relevanten Zielgrößen. Die Matrix X und Matrix Y liefern die Basis für die Modellermittlung. Modelle sind bezüglich jeder Zielgröße  $y_1$  bis  $y_L$  zu bilden.

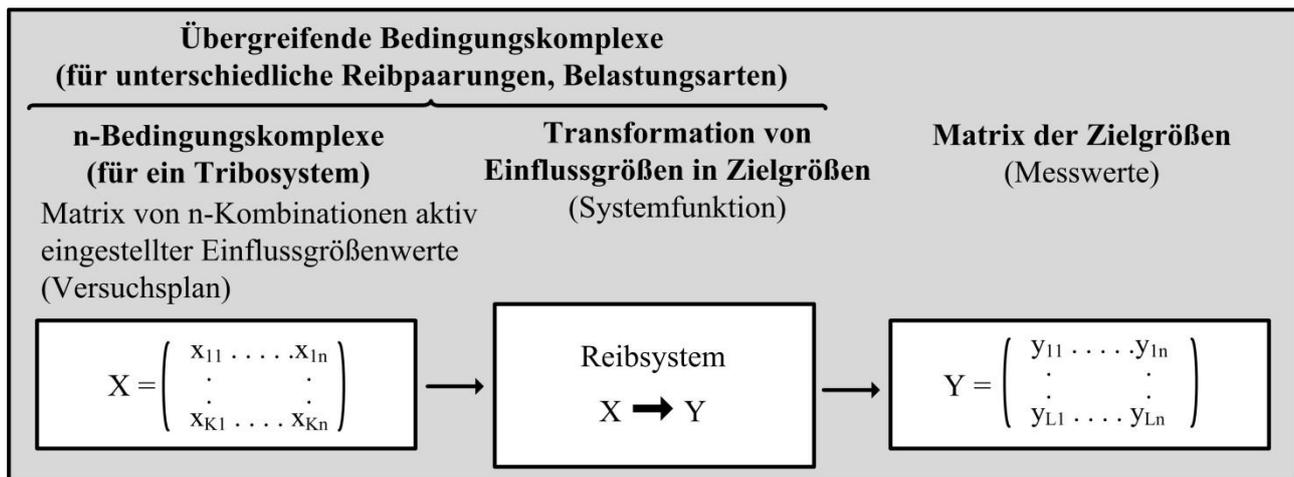


Abbildung 7.5: Matrixdarstellung der Transformation von Einflussgrößenwerten eines Versuchsplans in Zielgrößenwerte eines Tribosystems

### 7.4 Erstellung des tribologischen Systems

Grundvoraussetzung für die Entwicklung einer Methodik ist eine Systembeschreibung für Tribosysteme mit Bezug zu Partikelfreisetzung, Partikelausbreitung und Verschleiß. Die bisher für atmosphärische Bedingungen verwendeten Systembeschreibungen (Czichos *et al.* 2010), (Steinhilper *et al.* 2012), (Deters *et al.* 2012) und (Gommel 2006) enthalten keine Hochvakuumbedingungen und Kraftwirkungen auf Partikel durch Felder. Entsprechend der Themenstellung der vorliegenden Arbeit erfolgt eine erweiterte Systembeschreibung.

Nach (Czichos *et al.* 2010) und (Deters *et al.* 2012) können tribologische Systeme unter Anwendung der Systemanalyse systematisch geordnet werden. Das Tribosystem ist durch die Strukturelemente Reib- und Gegenkörper sowie deren Stoff- und Formeigenschaften gekennzeichnet. Grundprinzip ist, dass auf ein Tribosystem Eingangsgrößen einwirken. Eingangsgrößen stellen das Beanspruchungskollektiv (Verlauf und Dauer der Beanspruchung, Geschwindigkeit und Temperatur, Bewegungsart und Bewegungsform) (nach (Gommel 2006) Belastungsgrößen) und Störgrößen dar (Steinhilper *et al.* 2012). Eingangsgrößen wirken sich abhängig von der Systemstruktur auf die Ausgangsgrößen aus. Ausgangsgrößen untergliedern sich in Nutzgrößen (Bewegungsform und Nutzenergie) sowie Verlustgrößen (Reibungsenergie und Materialverschleiß) (Czichos *et al.* 2010).

Nutzgrößen sind nicht Gegenstand der vorgesehenen Untersuchungen und entfallen somit in der weiteren Betrachtung.

In Abbildung 7.6 wurde das tribologische System in Anlehnung an (Steinhilper *et al.* 2012), (Deters *et al.* 2012) und (Gommel 2006) hier neu aufgestellt und um die Möglichkeiten des Vakuumtribometers erweitert. Hierbei sind den Bewegungsarten jeweils weitere Größen des Beanspruchungskollektivs zugeordnet. Die strukturbezogenen Größen, die für alle Bewegungsarten gelten, sind in einem separaten Block zusammengefasst. Darin sind zusätzlich die Größen enthalten, die nur unter Vakuumbedingungen zutreffen.

Systemstruktur, Eingangsgrößen (Einflussgrößen) auf das System und Bewegungsarten bilden gemeinsam einen Bedingungskomplex. Die Systemstruktur beinhaltet neben dem Umgebungsmedium, den Grund- und den Gegenkörper sowie den Zwischenstoff, wenn dieser vorhanden ist. Unter dem Aspekt der Versuchsplanung erhalten Veränderungsgrößen der Systemstruktur, wenn sie gleichrangig mit Beanspruchungsgrößen variiert und in die Modellbildung einbezogen werden, den Charakter von Einflussgrößen und können beim DoE als Faktoren genutzt werden. Beispiele für Größen der Systemstruktur sind Druck (Vakuum) und Spannung/Feldstärke zwischen oberem und unterem Wafer sowie Anfangsrauheit und stoffliche Zusammensetzung von Grund- sowie Gegenkörper. (Bei der Änderung von Legierungsanteilen ist zu beachten, dass die mit sprunghafter Gefügeänderung verbundene Unstetigkeit durch ein lineares Modell nicht beschreibbar ist.) Unter dem Aspekt von DoE können sich Einflussgrößen sowohl auf das Beanspruchungskollektiv als auch auf die Systemstruktur beziehen.

Schmierstoffe wurden in der Abbildung 7.6 nicht mit aufgenommen, da diese bis auf Festschmierstoffe unter Hochvakuumbedingungen nicht zum Einsatz kommen. Auf Festschmierstoffe wird aufgrund ihres Kontaminationspotenzials zumeist verzichtet.

Die Ausgangsgrößen sind aufgliedert in tribologische Verlustgrößen und reinheitstechnische Größen. Die Verlustgrößen sind Größen des Verschleißes, die am Grund- und am Gegenkörper erfasst werden. Dies erfolgt durch Volumenbetrachtungen der Verschleißbereiche gegenüber dem Ursprungszustand. Zur Bewertung der Reibung wird die Reibungszahl aus der erfassten Reibungskraft und der Normalkraft ermittelt. Das Verschleißvolumen kann zusätzlich über die Erfassung freigesetzter Partikel bestimmt werden.

Die reinheitstechnischen Größen sind zusätzlich in Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung untergliedert. Die reinheitstechnischen Größen zur Partikelfreisetzung sind beim angewendeten Prinzip der Partikeldetektion für Hochvakuumbedingen zumindest bedingt verallgemeinerungsfähig. Der größte Teil der freigesetzten Partikel wird bei der räumlichen Anordnung der Detektorwafer erfasst. Die abstandsbezogene Partikelerfassung liefert die Voraussetzung für die Bestimmung der Partikelausbreitung.

Insgesamt ist festzustellen, dass entsprechend der unterschiedlichen Werkstoffpaarungen der Tribosysteme, der Bewegungsarten und der Beanspruchungen eine große Anzahl von Freiheitsgraden bei der Gestaltung von Experimenten besteht und sich somit ein erheblicher Experimentierraum ergibt.

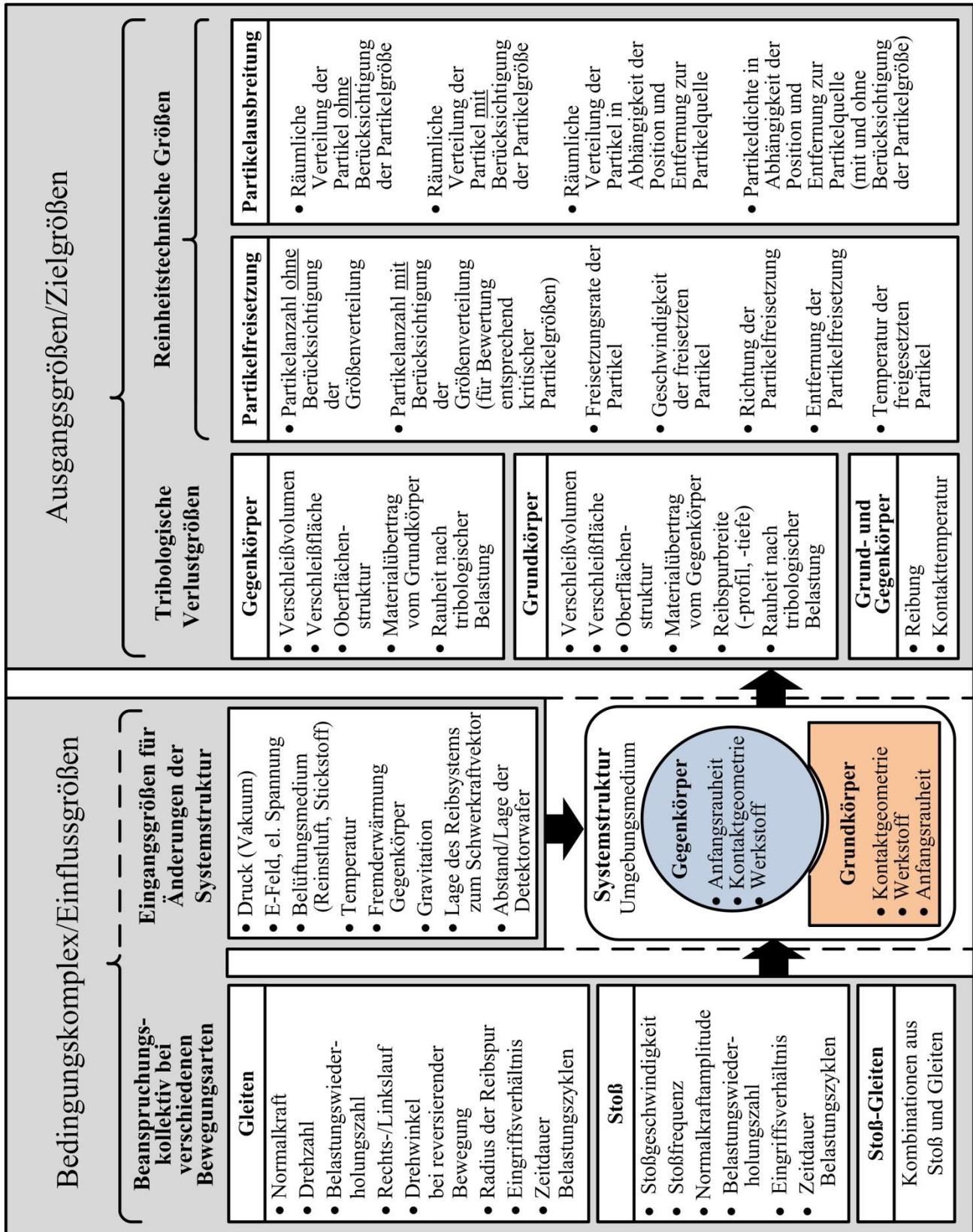


Abbildung 7.6: Einflussgrößen und Zielgrößen eines Tribosystems im Hochvakuum

## 7.5 Zielgrößen

### 7.5.1 Übersicht

Zielgrößen sind Größen, die eine Bewertung der Qualität von Tribosystemen zulassen. Zielgrößen-ergebnisse sind zum Teil reine Zahlenwerte, Verteilungen, statistische Kenngrößen und qualitative Merkmale. Die reinen Zahlenwerte eignen sich insbesondere für die statistische Versuchsplanung, da sie für die Erstellung der Regressionsmodelle verwendet werden können. In Abbildung 7.6 wurden die Zielgrößen in reinheitstechnische und tribologische Größen gegliedert. Die Bestimmung der tribologischen Zielgrößen erfolgt nach den in der Tribologie üblichen Verfahren.

Für die Bestimmung der reinheitstechnischen Zielgrößen kann nicht auf verfügbare Verfahren zurückgegriffen werden. Die reinheitstechnischen Zielgrößen sind mit Hilfe neuer Modelle zu bilden, die die Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung beschreiben. Die Modelle werden aus dem Schädigungspotenzial von Partikelströmen abgeleitet, die von beanspruchten Tribosystemen ausgehen. Diese neuen Zielgrößen sollen auf der Basis der über die Versuchsdauer auf Detektorwafern akkumulierten Partikeln gebildet werden.

Es werden folgende Zielgrößen definiert:

#### **Für die Partikelfreisetzung:**

- Gesamtanzahl: Anzahl der in einem Experiment freigesetzten/erfassten Partikel
- Partikelgröße: mittleres Größenmaß für Partikel, abhängig vom Messsystem
- Größenverteilung der in einem Experiment freigesetzten/erfassten Partikel
- Gesamtpartikelvolumen: Summe der Partikeleinzelvolumina für ein Experiment
- Freisetzungsrates: Gesamtanzahl der Partikel bezogen auf die Zeit bzw. Beanspruchungswiederholungen

#### **Für die Partikelausbreitung:**

- Partikelverteilung: räumliche Verteilung der Partikel nach einem Experiment in bestimmtem Abstand zur Partikelquelle (Betrachtung erfolgt entweder mit oder ohne Berücksichtigung der Partikelgröße)
- Freisetzungsgeschwindigkeit: Geschwindigkeit der Partikel im Moment der Freisetzung
- Freisetzungsrictung: Richtung der Partikel im Moment der Freisetzung

#### **Für die tribologische Beurteilung:**

- Rauheitsänderung: Differenz oder Verhältnis der Rauheit der Reibkörper vor und nach einem Experiment
- Verschleißvolumen: volumetrischer Verschleißbetrag
- Reibspurbreite: Verschleißlänge
- Reibungskraft: mechanischer Widerstand gegen translatorische Relativbewegung

### 7.5.2 Ermittlung und Darstellung der reinheitstechnischen Zielgrößen

Für die Definition der reinheitstechnischen Zielgrößen sind die spezifischen Gegebenheiten des Vakuumtribometers zu berücksichtigen:

- Erfassung, Akkumulierung, Speicherung der Partikel über den Prozess der Partikelgenerierung mittels Detektorwafern in räumlich festgelegten Abständen zur Partikelquelle
- stochastischer Charakter des Partikelniederschlags
- geringe bis sehr große Anzahl von Partikeln

Mit Hilfe des verwendeten Streulichtpartikelzählers kann die Lage und Größe der Einzelpartikel für jeden Wafer ermittelt werden. Die Datenvorverarbeitung des Streulichtpartikelzählers erlaubt die Bestimmung der Gesamtanzahl der Partikel und deren Größenverteilung. Da die Detektorwafer generell eine partikuläre Grundverschmutzung aufweisen, müssen Partikel vor und nach den tribologischen Versuchen bestimmt werden. Die Differenz der Partikel vor und nach dem Versuch ergibt den Zuwachs der freigesetzten Partikel. Die Differenzbildung kann größenbezogen je Waferposition oder bezogen auf die Einzelkoordinaten erfolgen. Generell wurden zum Nachweis geringer Partikelfreisetzung Wafer mit einer geringen Grundverschmutzung ausgewählt. Die Bestimmung des partikulären Zuwachses auf Wafer erfolgte in Anlehnung an SEMI E14-93 (SEMI E14-93 Withdrawn 0303 2015).

Mit der messtechnischen Erfassung stehen für jeden Detektorwafer die Planarkoordinaten und Größen der detektierten Partikel zur Verfügung. Außerdem sind die Abstände der Detektorwafer zur Partikelquelle bekannt. Diese Messwerte bilden die Basis für sämtliche reinheitstechnischen Zielgrößen. Diese Zielgrößen müssen eine Beurteilung der Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung für unterschiedliche Variationen von Einflussgrößen zulassen. Einzelne Partikel lassen keine aussagekräftige Beurteilung zu, daher beziehen sich die Zielgrößen auf die Gesamtheit der Partikel oder auf Teile der Gesamtheit. Die Zielgrößen sind somit statistische Größen und berücksichtigen Mengen- und Zufallscharakter der Partikel.

Konkret liegen nach der Realisierung (Durchführung) eines Versuches je nach Bestückung bis zu acht Detektorwafer mit den detektierten Partikeln vor. Auf diesen Detektorwafern sind die über die Versuchszeit bzw. die Belastungswiederholungen freigesetzten Partikel akkumuliert. Außerdem liegen nach Beendigung eines Versuches reibbelastete Grundkörper und Gegenkörper für Analysen vor.

Die um die Reibstelle angeordneten acht Detektorwafer erfassen in einem Versuch je nach gewähltem Abstand 59 % bis 70 % der Oberfläche einer gedachten Kugel (siehe Abbildung 5.9), die die Reibstelle umschließt. Unter Berücksichtigung, dass sich die Partikel vorwiegend in der Reibebene ausbreiten, werden von den Detektorwafern etwa 90 % der in einem Versuch freigesetzten Partikel erfasst. Mit den Anordnungen von vier Wafern in der Reibebene (oben, unten, beide Seiten) und weiteren vier Wafern außerhalb der Reibebene ist eine hinreichend repräsentative Partikelerfassung gegeben. Abbildung 7.7 illustriert den prinzipiellen Partikelstrom von einem Tribosystem im Vakuumtribometer mit den Anteilen der generierten, freigesetzten und detektierten Partikel.

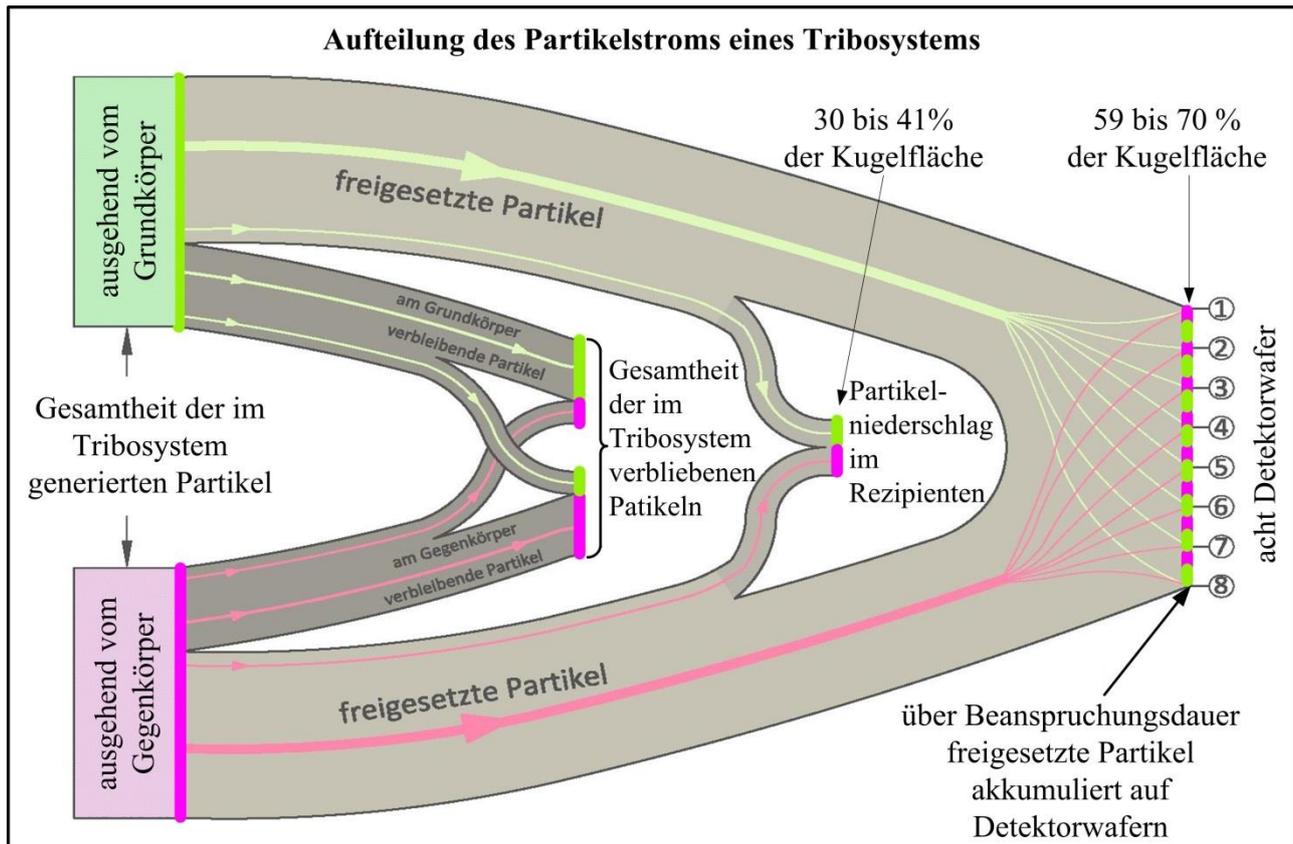


Abbildung 7.7: Aufteilung der Partikelströme im Vakuumtribometer ausgehend von einem Tribosystem

Damit ist es gelungen aus den während der tribologischen Beanspruchung freigesetzten und auf acht Detektorwafern akkumulierten Partikeln die reinheitstechnischen Zielgrößen gemäß nachfolgender Gliederungspunkte bestimmen.

### 7.5.2.1 Gesamtanzahl

Unabhängig von der Partikelgröße wird die Anzahl der Partikel über alle acht Detektorwafer erfasst. Die Zielgröße ist ein Zahlenwert und wird durch die Differenz zwischen der partikulären Beladung nach und vor dem Versuch gebildet (Zuwachs).

### 7.5.2.2 Größenverteilung

Die Partikel aller auf den acht Detektorwafern erfassten Partikel werden definierten Größenklassen zugeordnet. Im verfügbaren Messbereich von 0,1 bis 63  $\mu\text{m}$  erfolgt eine Einteilung in 16 Klassen. Wie in der Reinheitstechnik üblich, werden die Klassen der kleinen Partikel feiner aufgelöst, mit zunehmender Partikelgröße steigen die Klassenbreiten an. Das Messsystem mit angeschlossener Datenauswertung realisiert eine automatische Klassenzuordnung.

### 7.5.2.3 Gesamtpartikelvolumen

Das Gesamtvolumen aller auf den acht Detektorwafer erfassten Partikel wird wie folgt bestimmt:

- Bildung von Größenklassen
- Bestimmung des mittleren Partikelvolumens in jeder Größenklasse
- Ermittlung der Anzahl der Partikel in jeder Partikelgrößenklasse
- Ermittlung des Gesamtvolumens in jeder Größenklasse
- Bildung des Gesamtvolumens durch Summation aller Klassenvolumina

Das Gesamtpartikelvolumen kann zu Vergleichen mit dem Gesamtverschleißvolumen beider Reibkörper herangezogen werden. Damit kann geprüft werden ob, eine Korrelation zwischen reinheitstechnischen und tribologischen Zielgrößen besteht.

### 7.5.2.4 Freisetzungsrage

Die kontinuierliche Ermittlung der Freisetzungsrage innerhalb eines Versuches ist beim verwendeten Erfassungsprinzip mit Detektorwafern nicht möglich. Eine diskontinuierliche Bestimmung der Rate kann durch Aufteilung der Gesamtwiederholungszahl in Teilversuche bei gleicher Faktoreinstellung erfolgen. Die messtechnische Erfassung der Partikel nach den Teilversuchen setzt allerdings ein Zwischenbelüften und die Entnahme der Wafer voraus. Die Freisetzungsrage kann auch differenziert für Partikelgrößenklassen bestimmt werden.

### 7.5.2.5 Räumliche Partikelverteilung

Zur Darstellung der Partikelverteilung kann nicht auf etablierte Methoden zurückgegriffen werden. In Abbildung 7.8 ist das Prinzip der Bestimmung der räumlichen Partikelverteilung ausgehend von der planaren Partikelerfassung dargestellt. Die Basis dafür sind die mittels Waferscanner (Streulichtpartikelzähler) gewonnenen Messwerte. Diese beinhalten für jeden Detektorwafer Größe und Planarkoordinaten der einzelnen Partikel (Abbildung 7.8 2). Abbildung 7.8 3) veranschaulicht die räumliche Anordnung der Detektorwafer zur Partikelquelle. Die Farbverteilung charakterisiert die Partikelgrößen. Erfassungsvoraussetzung ist das sofortige Haften der Partikel bei Berühren der Detektorwafer. Dies ist bei Partikeln im erfassten Größenbereich des Streulichtpartikelzählers von 0,1 bis 63  $\mu\text{m}$  aufgrund der Kräftebilanz (Van-der-Waals-Kräfte - Gewichtskraft) gegeben. Die durchzuführenden tribologischen Versuche lassen Partikelgrößen erwarten, die deutlich kleiner sind als der Grenzbereich (Zimmermann 1998) für Haftung.

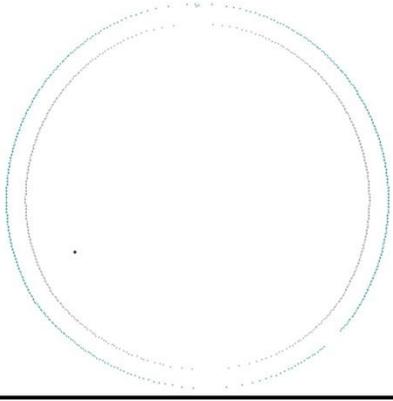
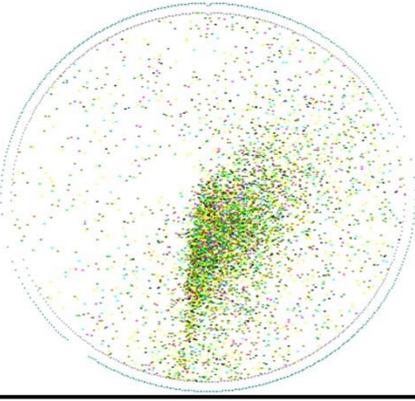
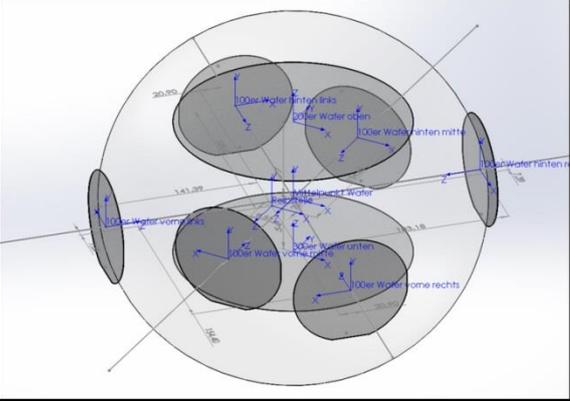
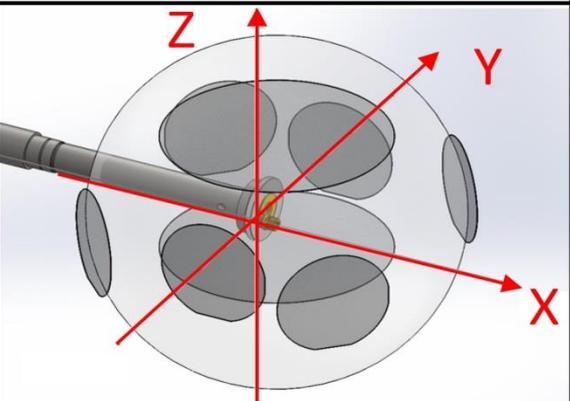
<p><b>1) Bestimmung der Partikel auf acht Detektorwafern <u>vor</u> dem tribologischen Versuch</b></p>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Anzahl (Grundverschmutzung der Wafer)</li> <li>• Größenverteilung</li> <li>• Planarkoordinaten und Größe der Einzelpartikel</li> <li>• Erzeugung von 24 Messfiles</li> </ul>	
<p><b>2) Bestimmung der Partikel auf acht Detektorwafern <u>nach</u> dem tribologischen Versuch</b></p>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Anzahl (Grundverschmutzung + Partikelzuwachs)</li> <li>• Größenverteilung</li> <li>• Planarkoordinaten und Größe der Einzelpartikel</li> <li>• Erzeugung von 24 Messfiles</li> </ul>	
<p><b>3) Bestimmung des partikulären Zuwachs auf acht Einzelwafern durch koordinatenbezogene Subtraktion (nachher – vorher)</b></p>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Anzahl (Zuwachs = Partikelanzahl nach dem Versuch – Grundverschmutzung)</li> <li>• Größenverteilung</li> <li>• Planarkoordinaten und Größe Einzelpartikel</li> </ul>	
<p><b>4) Transformation der Planarkoordinaten der Partikel auf Einzelwafern in globales Raumkoordinatensystem</b></p>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Berücksichtigung des Partikelzuwachs mit Planarkoordinaten und Größe der Einzelpartikel</li> <li>• Erzeugung eines raumbezogenen Datenfiles aus 48 Messfiles</li> <li>• Nutzung für weiterführende Analysen</li> </ul>	

Abbildung 7.8: Prinzip der räumlichen Partikelverteilung ausgehend von der planaren Partikel erfassung

In Abbildung 7.9 ist das Ergebnis der räumlichen Partikelerfassung beispielhaft für das Tribosystem Edelstahl-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung dargestellt. Die freigesetzten und detektierten Partikel sind mit Bezug (Ortsvektoren – nicht Flugbahnen) zur Partikelquelle (schwarze Kugel) im Zentrum angeordnet. Zur Visualisierung der verschieden großen Partikel wurden verschiedenfarbige Kugeln mit unterschiedlicher Größe gewählt. Aus diesen Ergebnissen können die verschiedenen reinheitstechnischen Zielgrößen effektiv abgeleitet werden.

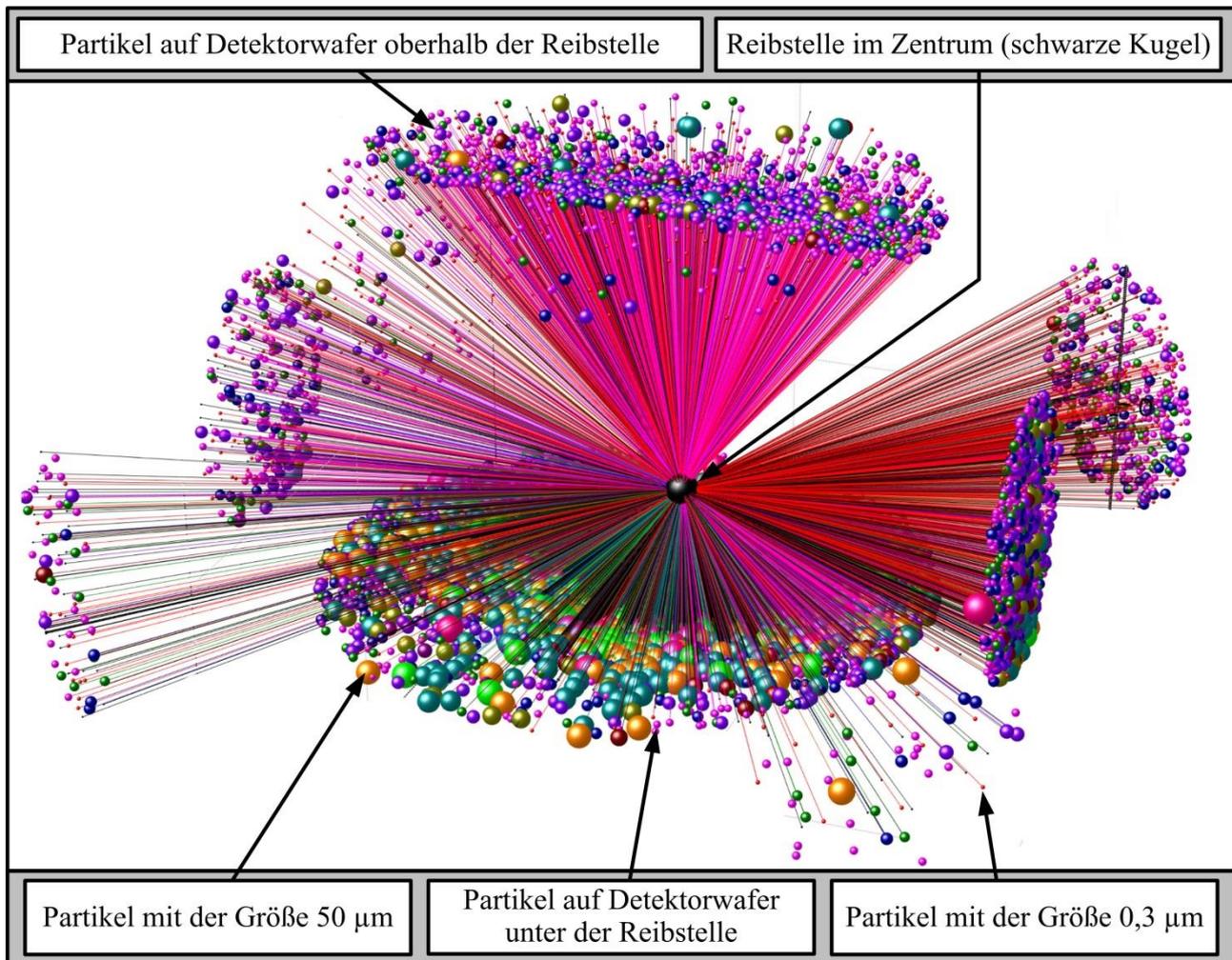


Abbildung 7.9: Visualisierung der Partikel ausbreitung mit Bezug (Ortsvektoren) zur Reibstelle im Zentrum (Tribosystem Edelstahl-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung)

**Die räumliche Verteilung der Partikel im Rezipienten verändert sich mit den Abständen der Detektorwafer zur Partikelquelle entsprechend der ballistischen Flugbahnen der Partikel.** Dieser Sachverhalt ist bei der Interpretation von Zielgrößen zur Partikel ausbreitung zu berücksichtigen.

**Partikelverteilung über die Fläche der Detektorwafer**

Zur schnellen visuellen Beurteilung eignen sich die vom Streulichtpartikelzähler erzeugten bildhaften Ergebnisdarstellungen („Map“) der einzelnen Detektorwafer (Abbildung 7.8 2). Bei Darstellung aller acht Detektorwafer lassen sich entsprechend deren Raumpositionen (Abbildung 5.9) qualitative Bewertungen vornehmen.

Die farbliche Unterscheidung der Partikelgrößen lässt eine Beurteilung der Größenverteilung zu. Die Erfassung der Partikel auf den einzelnen Detektorwafern liefert unter Berücksichtigung der Anordnung der Wafer in Relation zur Partikelquelle eine grobe räumliche Verteilung (Abbildung 5.9).

### Räumliche Verteilung für unterschiedliche Partikelgrößenklassen

Ausgehend von den Größenklassen des Streulichtpartikelzählers lassen sich Größenklassen neu bilden oder zusammenfassen. Damit wird bei geringer Partikelanzahl eine hinreichende Anzahl in den festgelegten Klassen erlangt.

### Qualitative Visualisierung Partikelausbreitung unter Berücksichtigung der Waferpositionen

Entsprechend Abbildung 7.9 lässt sich die räumliche Partikelausbreitung qualitativ veranschaulichen. Dabei sind die Partikelverteilungen aller acht perspektivisch angeordneten Detektorwafer dargestellt. Die Ortsvektoren verbinden jedes detektierte Partikel mit der Partikelquelle. Die Ortsvektoren sind nicht die realen Trajektorien der Partikelbewegung.

Die unterschiedlichen Partikelgrößen kommen durch farbliche und in der Größe unterschiedliche Kugeln zum Ausdruck. Durch Gegenüberstellung dieser Darstellungen für unterschiedliche Bedingungskomplexe sind qualitative Beurteilungen möglich.

### Quantitative Visualisierung Partikelausbreitung - Relative Partikeldichte je Waferposition

Die räumliche Ausbreitung der Partikel kann unter Berücksichtigung des Ausbreitungskriteriums „Waferposition“ quantitativ dargestellt werden. Dazu wird zunächst die Partikelanzahl größenunabhängig oder für bestimmte Partikelgrößenbereiche für jeden der acht Detektorwafer ermittelt. Die Wafer unterscheiden sich in der Lage und im Abstand zur Partikelquelle sowie in der Wafergröße. Die relative Partikeldichte wird entsprechend Abbildung 7.10 unter Berücksichtigung des quadratischen Abstandes und der Wafergröße bestimmt. Die räumliche Verteilung wird quantitativ durch ein Balkendiagramm beschrieben. Für jeden Wafer kann sowohl die absolute Anzahl als auch die relative Partikelhäufigkeit angegeben werden. Durch Gegenüberstellung dieser Darstellungen für unterschiedliche Bedingungskomplexe sind quantitative Beurteilungen möglich.

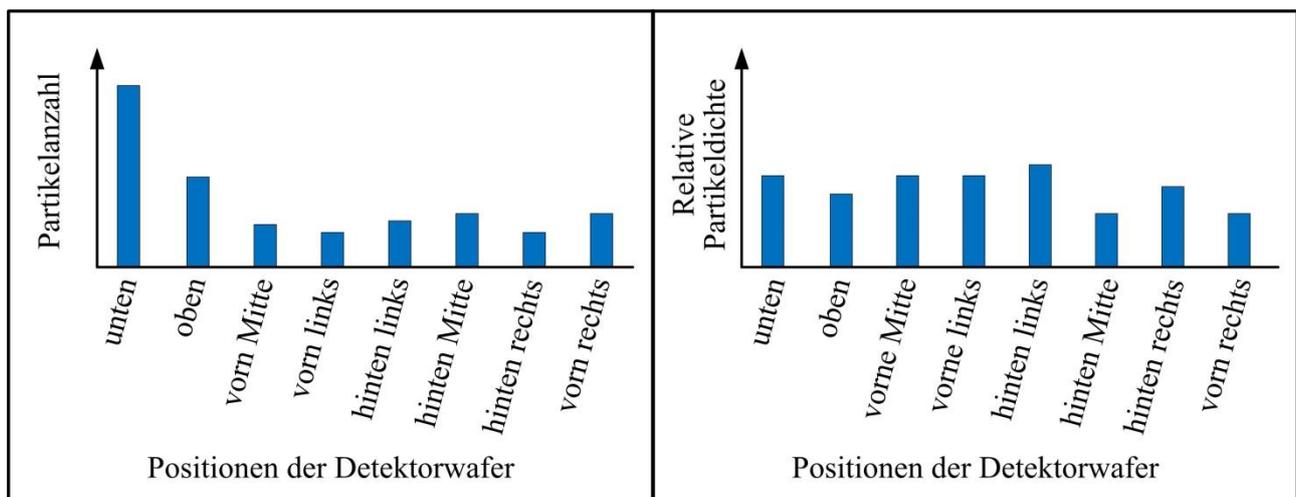


Abbildung 7.10: Gesamtanzahl freigesetzter Partikel nach Detektorwaferpositionen

### Ausbreitungskennzahl

Es ist davon auszugehen, dass Partikel aus beanspruchten Tribosystemen in unterschiedliche Richtungen und mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten freigesetzt werden können. Damit Partikel den oberen Detektorwafer oder seitlich angeordneten Detektorwafer erreichen, müssen sie eine Mindestfreisetzungsgeschwindigkeit entgegen der Schwerkraft aufweisen. Partikel, die nach oben oder horizontal freigesetzt wurden und nicht hinreichende Freisetzungsgeschwindigkeiten aufweisen, gelangen dann auf den unteren Detektorwafer, zusätzlich zu den nach unten freigesetzten Partikeln.

**Die Ausbreitungskennzahl wird hier für das vorliegende Vakuumtribometer als das Verhältnis Partikelanzahl „Detektorwafer unten“ zur Gesamtanzahl der Partikel neu eingeführt.**

Sie charakterisiert die Wirksamkeit der Freisetzungsgeschwindigkeit gegenüber der Gravitation auf die Partikelausbreitung. (Wenn die Ausbreitungskennzahl den Wert 1 annimmt, befinden sich alle Partikel eines Versuchs auf dem unteren Detektorwafer. Entsprechend gering sind die Freisetzungsgeschwindigkeiten gegenüber der Gravitation.)

Unterschiedliche Mechanismen bei Bruch und Agglomeration können in Abhängigkeit der Partikelgröße unterschiedliche Freisetzungsgeschwindigkeiten bewirken. Somit kann sich auch die Ausbreitungskennzahl in Abhängigkeit der Partikelgröße unterscheiden. Der Kurvenverlauf in Abbildung 7.11 veranschaulicht diesen Sachverhalt beispielhaft. Mit abnehmender Partikelgröße steigt die Freisetzungsgeschwindigkeit an.

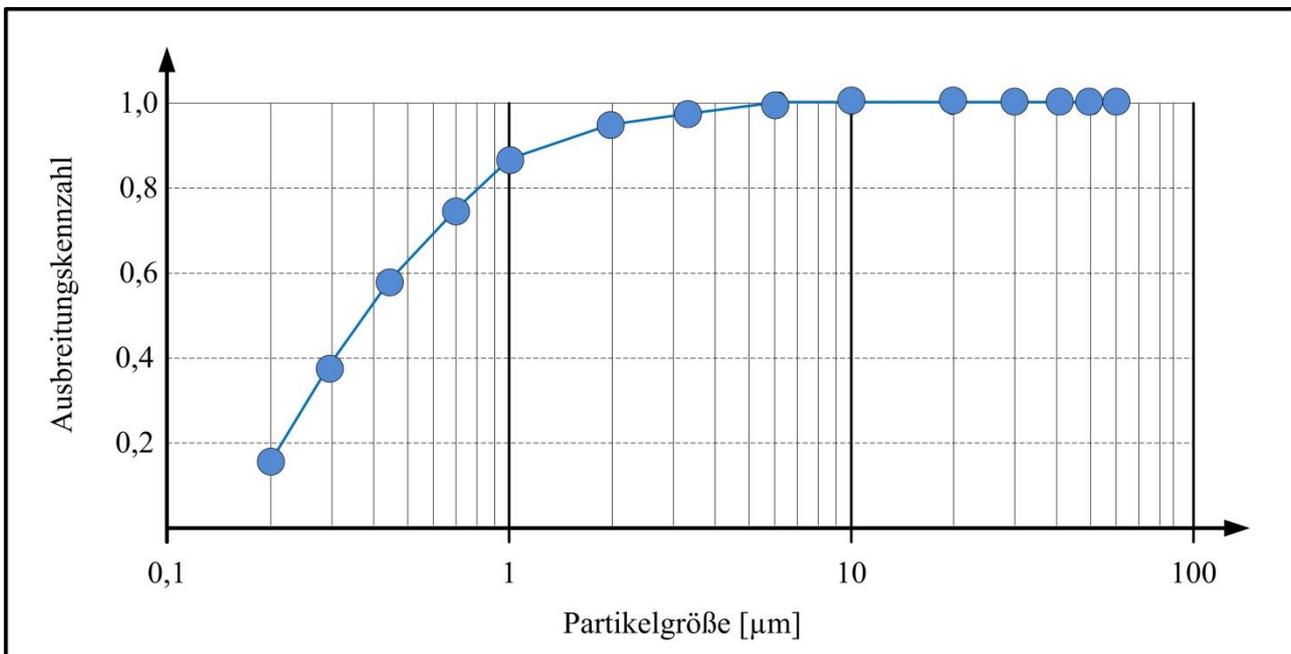


Abbildung 7.11: Ausbreitungskennzahl (Partikelanzahl auf „Detektorwafer unten“ / Gesamtanzahl der freigesetzten Partikel) in Abhängigkeit der Partikelgröße

### Häufigkeitsdichte

Die quantitative Beurteilung der Partikelhäufigkeitsverteilung als Annäherung für eine Dichteverteilung erfordert die Ermittlung der Partikelanzahl in definierbaren Flächenbereichen. Mit einer im Rahmen der vorliegenden Arbeit entwickelten Software (Brückner *et al.* 2014) lassen sich interessierende Flächenbereiche als Rechtecke auf den Detektorwafern auswählen. Diese sind hinsichtlich Länge und Breite einstellbar sowie auf den Detektorwafern beliebig positionierbar. Damit wird eine orts aufgelöste Auswertung der Partikel gegenüber der integralen Messung des Waferscanners ermöglicht.

Die Ermittlung der Häufigkeitsdichte wird auf folgende Weise vorgenommen:

- Bildung eines Rechtecks variabler Lage und Größe auf dem Detektorwafer
- Ermittlung der Partikelanzahl in dem Rechteck (absolute Häufigkeit)
- Division der Partikelanzahl durch Rechteckfläche (relative Häufigkeit/Häufigkeitsdichte)

Durch Lagebezug einzelner Rechteckflächen zur Partikelquelle lassen sich Aussagen über die Partikel ausbreitung treffen. Beispielsweise kann die Partikelhäufigkeitsdichte für Bereiche der Reibebene mit Bereichen außerhalb der Reibebene unter Berücksichtigung der Bedingungskomplexe verglichen und untersucht werden (Abbildung 7.12). Die Verteilungsuntersuchungen lassen sich partikelgrößenabhängig und partikelgrößenunabhängig durchführen. Für besonders interessierende Bereiche (z. B. senkrecht unter der Partikelquelle) kann die Häufigkeitsdichte auch als Zielgröße für ein Regressionsmodell verwendet werden.

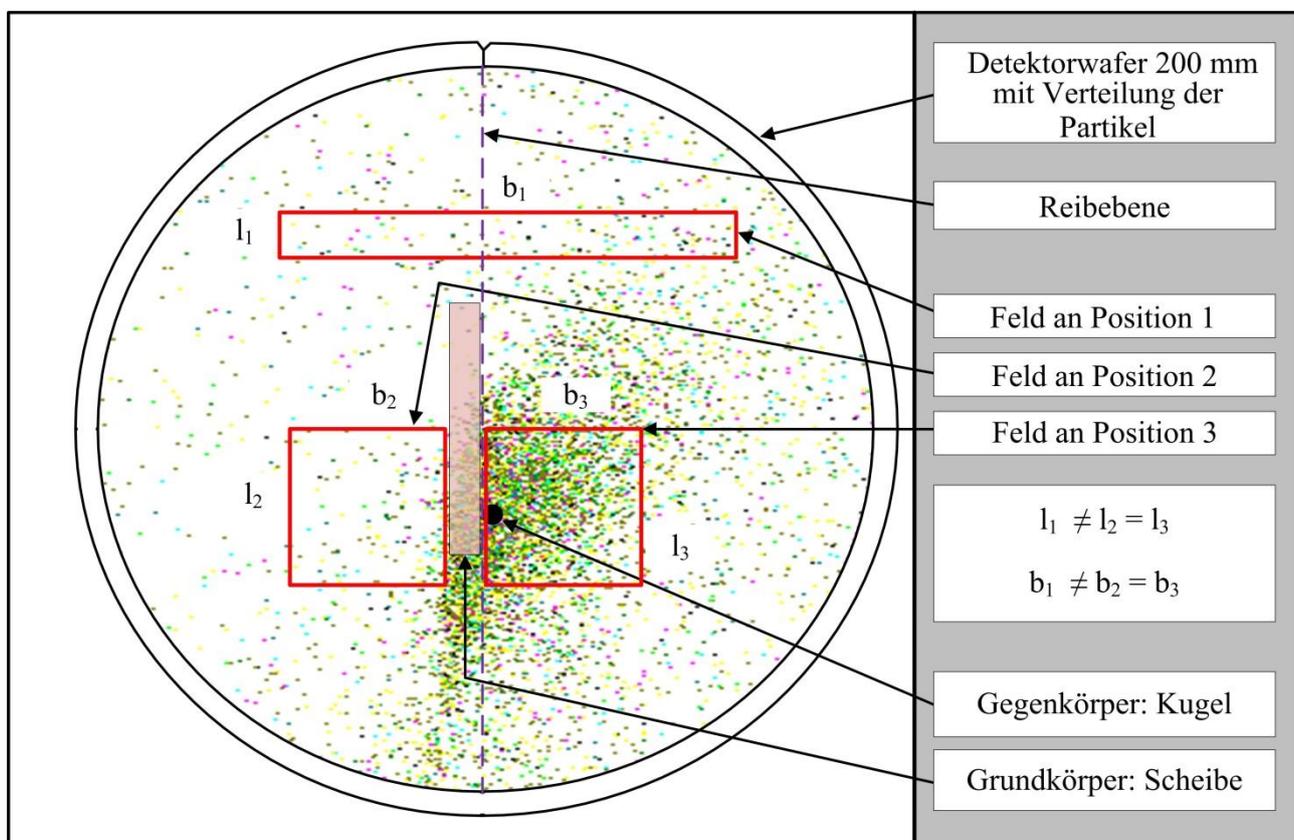


Abbildung 7.12: Bestimmung der Partikelhäufigkeitsdichte - Feld mit variablen Abmaßen und Position (Detektorwafer unterhalb Reibstelle – Draufsicht)

### Häufigkeitsdichteverteilung

Die in gemäß Abbildung 7.12 beschriebenen Einzelfelder lassen sich geordnet aneinanderreihen. Auf diese Weise kann die Häufigkeitsdichteverteilung als Histogramm ermittelt werden. Von besonderem Interesse ist die Ausbreitung der Partikel in der Reibebene oder horizontal umlaufend in Höhe der Reibstelle, da hier die Masse der freigesetzten Partikel zu erwarten ist. In Abbildung 7.13 sind die vier in der Reibebene befindlichen Detektorwafer als Abwicklung dargestellt. Die Abwicklung ist schematisch in gleich große Rechtecke aufgeteilt. Die Lücken zwischen den Detektorwafern sind gegenüber der Detektionsfläche vergleichsweise klein, so dass die Häufigkeitsdichteverteilung noch eine hinreichende Aussagekraft hat. Die so gewonnene Dichteverteilung stellt einen Bezug zur Partikelquelle her. Die Dichteverteilung ermöglicht folgende Beurteilungen:

- **Hohe Freisetzungsgeschwindigkeit** der Partikel, wenn über Umfang Tendenz zur Gleichverteilung vorliegt
- **Geringe Freisetzungsgeschwindigkeit** der Partikel, wenn höchste Partikeldichte auf dem unteren Wafer vorliegt
- **Freisetzungsgeschwindigkeit generell zu gering, um Schwerkrafteinfluss zu überwinden**, wenn auf dem oberen Wafer die Partikeldichte Null ist
- **Kein Einfluss der Drehrichtung**, wenn sich die Dichteverteilung der Partikel über dem Umfang von 0 bis 360° nicht verändert
- **Einfluss der Drehrichtung**, wenn sich die Dichteverteilung der Partikel über dem Umfang von 0 bis 360° verändert

Die Gegenüberstellung der Dichteverteilungen verdeutlicht den Einfluss unterschiedlicher Bedingungskomplexe. Die Partikeldichteverteilung kann unabhängig oder abhängig von der Partikelgröße dargestellt werden. Durch Variation der Abstände der Detektorwafer zur Reibstelle und Gegenüberstellung der Häufigkeitsdichteverteilungen können Rückschlüsse auf die Partikeltrajektorien gezogen werden.

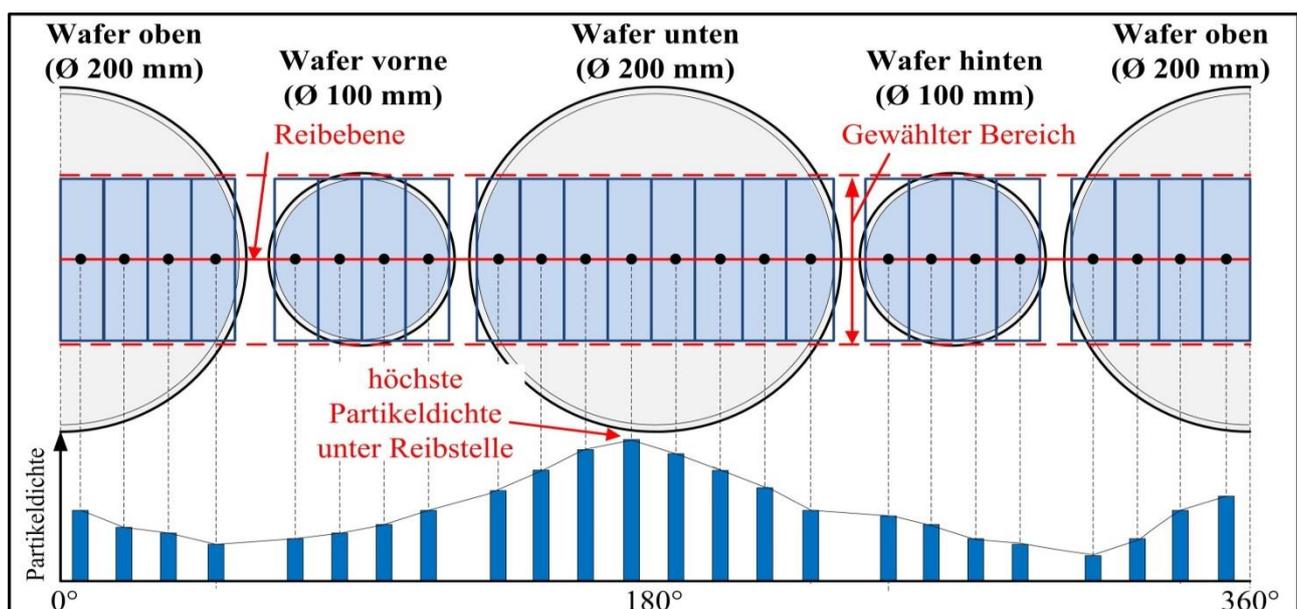


Abbildung 7.13: Aufteilung der vier in der Reibebene um die Partikelquelle liegenden Detektorwafer in 24 Felder gleicher Breite und dazugehörige Partikeldichteverteilung

### 7.5.2.6 Freisetzungsgeschwindigkeit

Die Freisetzungsgeschwindigkeit ist die Startgeschwindigkeit für die Bewegungsbahn von Verschleißpartikeln. Die Freisetzungsgeschwindigkeit entscheidet in starkem Maße, wie sich Partikel im Vakuum ausbreiten können. Bei Kenntnis der Freisetzungsgeschwindigkeit und Annahmen von Freisetzungsrichtungen können Prognosen für die Ausbreitung getroffen werden. Die unmittelbare Messung der Freisetzungsgeschwindigkeit kann am Prüfstand nicht erfolgen. Methoden zur Abschätzung der Freisetzungsgeschwindigkeit werden nachfolgend beschrieben.

Die Bestimmung der Freisetzungsgeschwindigkeit der Partikel erfolgt durch Rekonstruktion der Trajektorien von der Partikelquelle zum Detektionsort (Abbildung 7.14, Abbildung 7.15). Hierfür können die Gesetzmäßigkeiten der Ballistik herangezogen werden. Die Ballistik ist im Hochvakuum nur durch Freisetzungsgeschwindigkeit, Freisetzungsrichtung und Schwerkraft bestimmt. Die Wirkung von Restgasmolekülen kann vernachlässigt werden. Die Beeinflussung durch elektrische Felder soll zunächst nicht erfolgen. Van-der-Waals-Kräfte wirken nur unmittelbar im Auftreffbereich an Oberflächen, d. h. nur auf einem sehr kurzen Bereich der Gesamtflugbahn und können somit ebenfalls vernachlässigt werden.

### Mindestfreisetzungsgeschwindigkeit

Das Bestimmungsprinzip erfolgt unter Berücksichtigung des Abstands  $h$  zwischen oberem Detektorwafer und Reibstelle. Die auf dem oberen Wafer akkumulierten Partikel, müssen mit einer Mindestgeschwindigkeit freigesetzt worden sein, um die Schwerkraft zu überwinden (Abbildung 7.14). Diese beträgt 1,26 m/s und errechnet sich bei einem Abstand  $h = 80,9$  mm des oberen Detektorwafers zur Partikelquelle und idealen senkrechtem Wurf nach Gleichung 7-1.

$$v = \sqrt{2 \cdot g \cdot h} \quad (7-1)$$

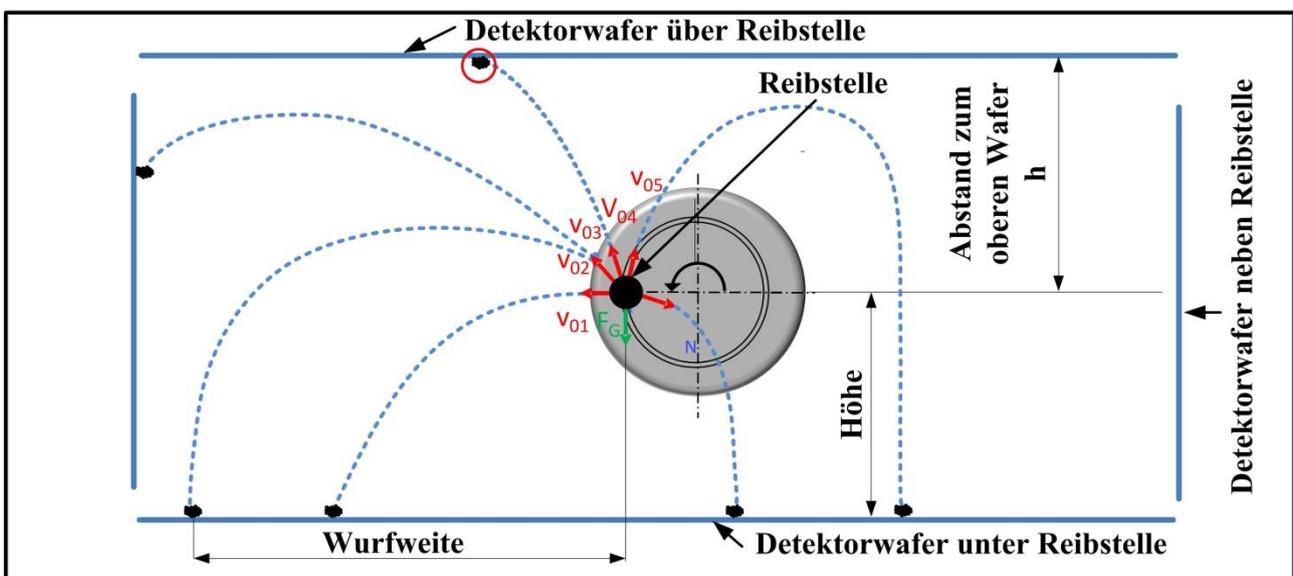


Abbildung 7.14: Modell zur Bestimmung der Mindestfreisetzungsgeschwindigkeit von Partikeln bei Gleitreibung Kugel/Scheibe

Bei gleichverteilter Freisetzungsrichtung von Partikeln in der Reibebene (Abbildung 7.14) lässt sich aus der Relation der detektierten Partikelanzahl oben/unten der Anteil der Partikel mit Mindestfreisetzungsgeschwindigkeit eingrenzen. Die Partikel mit geringer Geschwindigkeit als die Mindestfreisetzungsgeschwindigkeit gelangen zwangsläufig zumeist auf den unteren Detektorwafer.

### **Mindestfreisetzungsgeschwindigkeit von Partikelgrößenklassen**

Die Mindestfreisetzungsgeschwindigkeit von Partikelgrößenklassen kann nach Zuordnung der Partikel differenziert ermittelt werden. Auf diese Weise lassen sich Schlüsse über die möglicherweise unterschiedliche Ausbreitung kleinerer und größerer Partikel ziehen.

### **Verteilung der Partikelfreisetzungsgeschwindigkeit – Variante I**

Durch Variation des Abstandes des oberen Detektorwafers zur Partikelquelle ist eine Abschätzung der Verteilung der Partikelfreisetzungsgeschwindigkeit möglich.

Je näher sich der obere Detektorwafer an der Partikelquelle befindet, desto mehr wird sich die Relation Partikelanzahl oben/unten an 1 annähern. Der Abstand kann prinzipiell so weit vergrößert werden, dass nur noch sehr wenige Partikel oben und umso mehr unten detektiert werden. Auf diese Weise ist die maximale Freisetzungsgeschwindigkeit abschätzbar. Allerdings begrenzen die Raummaße des Rezipienten die Vergrößerung und die Einbauten die Verringerung des Abstandes des oberen Detektorwafers zur Partikelquelle.

### **Freisetzungsgeschwindigkeitsverteilung – Variante II**

Die Ermittlung erfolgt auf Grundlage des waagerechten Wurfs nach Gleichung 7-2.

$$v_0 = w \cdot \sqrt{\frac{g}{2h}} \quad (7-2)$$

Mit Hilfe einer Zusatzeinrichtung (Richtungsfiler Abbildung 5.12) wird die Freisetzungsrichtung auf den waagerechten Wurf eingeschränkt (Abbildung 7.15). Die Ermittlung der Verteilung der Freisetzungsgeschwindigkeit erfolgt in folgenden Schritten:

- Einschränkung der Partikelfreisetzung in horizontaler Richtung
- Nach der Versuchsdurchführung befinden sich Partikel auf einer Hälfte des unteren Detektorwafers und auf der unteren Hälfte des seitlichen Detektorwafers.
- Aufteilung der Detektorwaferhälften in aufeinanderfolgende Rechtecke
- Ermittlung der Anfangsgeschwindigkeitswerte für die Wurfweiten bzw. Wurfhöhen, die durch die Schwerpunkte der Rechtecke bestimmt sind
- Ermittlung der Anzahl der Partikel in jedem Rechteck, d, h. in jeder Geschwindigkeitsklasse
- Zusammenstellung der Freisetzungsgeschwindigkeitsverteilung

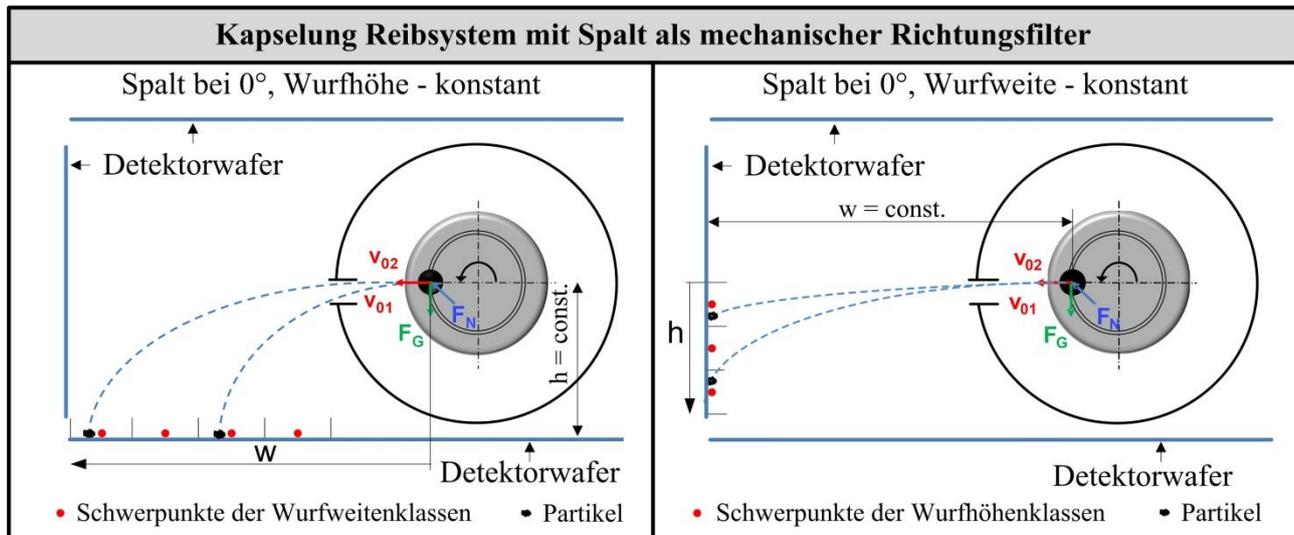


Abbildung 7.15: Modell zur Bestimmung der Startgeschwindigkeit von Partikeln an Tribosystemen auf der Basis horizontaler Wurf bei Gleitreibung Kugel/Scheibe

Die Freisetzungsgeschwindigkeitsverteilung kann auch für Partikelgrößenklassen ermittelt werden.

### 7.5.2.7 Freisetzung

Die Freisetzungsrichtung der Partikel entscheidet neben der Freisetzungsgeschwindigkeit darüber, wie sich Partikel im Vakuum ausbreiten. Während des Reibprozesses werden die Partikel in unterschiedlichen Richtungen freigesetzt. Entsprechend des Bedingungskomplexes sind Vorzugsrichtungen nicht auszuschließen. Die Ermittlung der Freisetzungsrichtung erfolgt mit Hilfe eines Richtungsfilters (Abbildung 7.15). Der Richtungsfilter lässt Partikel nur in einer definierten Richtung passieren. Somit werden nur Partikel detektiert, die in der definierten Richtung freigesetzt wurden. Die Veränderung des Austrittswinkels erfolgt ausschließlich in der Reibebene. Die Ermittlung einer Vorzugsrichtung erfordert eine schrittweise Verstellung der Zusatzeinrichtung und somit eine Vielzahl an Versuchen.

### 7.5.3 Ermittlung tribologischer Zielgrößen

Die Partikelfreisetzung mit den Anfangsbedingungen der Partikelausbreitung steht in ursächlichem Zusammenhang mit dem tribologischen Prozess. Dem neuen Bewertungsverfahren mittels Partikeldetektion stehen bewährte Mess- und Bewertungsverfahren für die tribologischen Verlustgrößen gegenüber. Die Einbeziehung ausgewählter tribologischer Mess- und Bewertungsverfahren bietet die Möglichkeit zum Vergleich und zur Feststellung von Zusammenhängen zwischen tribologischen Prozessen und Partikelausbreitung. Somit besteht die Möglichkeit zum Vergleich der Zielgrößenprägungen reinheitstechnischer Größen mit den tribologischen Verlustgrößen. Die Entwicklung hochvakuumtauglicher Tribosysteme berücksichtigt sowohl reinheitstechnische Größen als auch tribologische Verlustgrößen. Beim relativ hohen Aufwand zur Durchführung der Versuche am Vakuumtribometer sollte ein möglichst hoher Informationsgewinn angestrebt werden.

### 7.5.3.1 Rauheitsänderung

Eine wesentliche Zielgröße ist die Rauheitsänderung der Reibkörper durch tribologische Beanspruchung. Zur Bestimmung der Oberflächentopografien von Grund- und Gegenkörpern wird ein Weißlichtinterferometer genutzt. Damit können Bereiche mit tribologischer Beanspruchung und benachbarte Bereiche ohne tribologische Beanspruchung untersucht werden. Aus den gewonnenen Daten können Rauheitskennwerte nach DIN EN ISO 25178 (DIN EN ISO 25178-Reihe) bestimmt werden. Die Bestimmung der Rauheitsänderung erfolgt in folgenden Schritten:

- Auswahl von jeweils zwei Bereichen innerhalb und neben der Reibspur gleicher Größe zur repräsentativen Erfassung
- Bestimmung der Rauheitskennwerte für die vier Bereiche
- Mittelwertbildung der Rauheitskennwerte jeweils für die zwei Bereiche innerhalb und neben der Reibspur
- Bestimmung der Rauheitsänderung durch Vergleich der Rauheitskennwerte der Bereiche mit und ohne tribologischer Beanspruchung

### 7.5.3.2 Verschleißvolumen

Das Verschleißvolumen durch Gleitreibung beanspruchter Grundkörper wird durch Auswertung der Oberflächentopografie bestimmt (Abbildung 7.16). Ein für die Volumenbestimmung entwickeltes Programm [Honold/Bürger, unveröffentlicht] nutzt die mit Hilfe der Weißlichtinterferometrie erzeugten Messdaten. Die Ermittlung erfolgt nach folgenden Schritten:

- Einspannen des Grundkörpers in x-y-Positioniereinheit des Weißlichtinterferometers
- Auswahl von zwei rechteckigen Messfeldern 0,65 mm x 0,85 mm im Bereich der Reibspur als Stichproben der gesamten Reibspur (Abbildung 7.16-1)

#### **Zyklischer Ablauf für jedes Messfeld:**

- zeilenweise ( $\Delta x = 1,2 \mu\text{m}$ ) digitale Erfassung des Querprofils (Höhenprofils quer zur Reibspur) im Raster /Auflösung  $\Delta x = 1,2 \mu\text{m}$  und  $\Delta y = 1,2 \mu\text{m}$  (Abbildung 7.16- 2)
- Bestimmung der Schiefe durch Hineinlegen eines Ausgleichspolynoms 1. Ordnung (einer Ausgleichsgeraden) in das jeweilige Querprofil (Abbildung 7.16- 3)
- Kompensation der Schiefe (Abbildung 7.16- 4)
- Glättung des Profils durch gleitende Mittelwertbildung (Abbildung 7.16- 4))
- Ermittlung der äußeren Wendepunkte aus der 2. Ableitung des geglätteten Querprofil zur Feststellung des jeweiligen Deformationsbereichs (Reibspurbreite) - (Abbildung 7.16- 5)
- Bildung der Flächenintegrale  $A_1, A_2, A_3$ ; der Fläche  $A_V = A_3 - (A_1 + A_2)$  und des Volumens  $\Delta V_V = A_V \times \Delta x$  für das jeweilige geglättete Querprofil (Abbildung 7.16- 6)
- Verschleißvolumenbildung  $V_V = V_V \times n$  über alle  $n = 0,85 \text{ mm} / 1,2 \mu\text{m} = 850$  Rasterzeilen/Querprofile des jeweiligen Messfeldes
- Bestimmung des mittleren Verschleißvolumens beider Messfelder
- Hochrechnung des Verschleißvolumens über die gesamte Reibspur

Die Anzahl der Messfelder kann bis zur vollständigen Erfassung der Reibspur erhöht werden, wobei sich die Messzeit entsprechend erhöht.

Mit diesem Messverfahren zur Verschleißvolumenermittlung wird erreicht, dass die Bestimmung nicht nur anhand einer mittleren Reibspurbreite und eines zufälligen Querprofils, sondern hoch auflösend über Messfelder erfolgt. Außerdem lässt sich nach diesem Verfahren die mittlere Reibspurbreite aus den nach objektivem Kriterium bestimmten Einzelreibspurbreiten ermitteln.

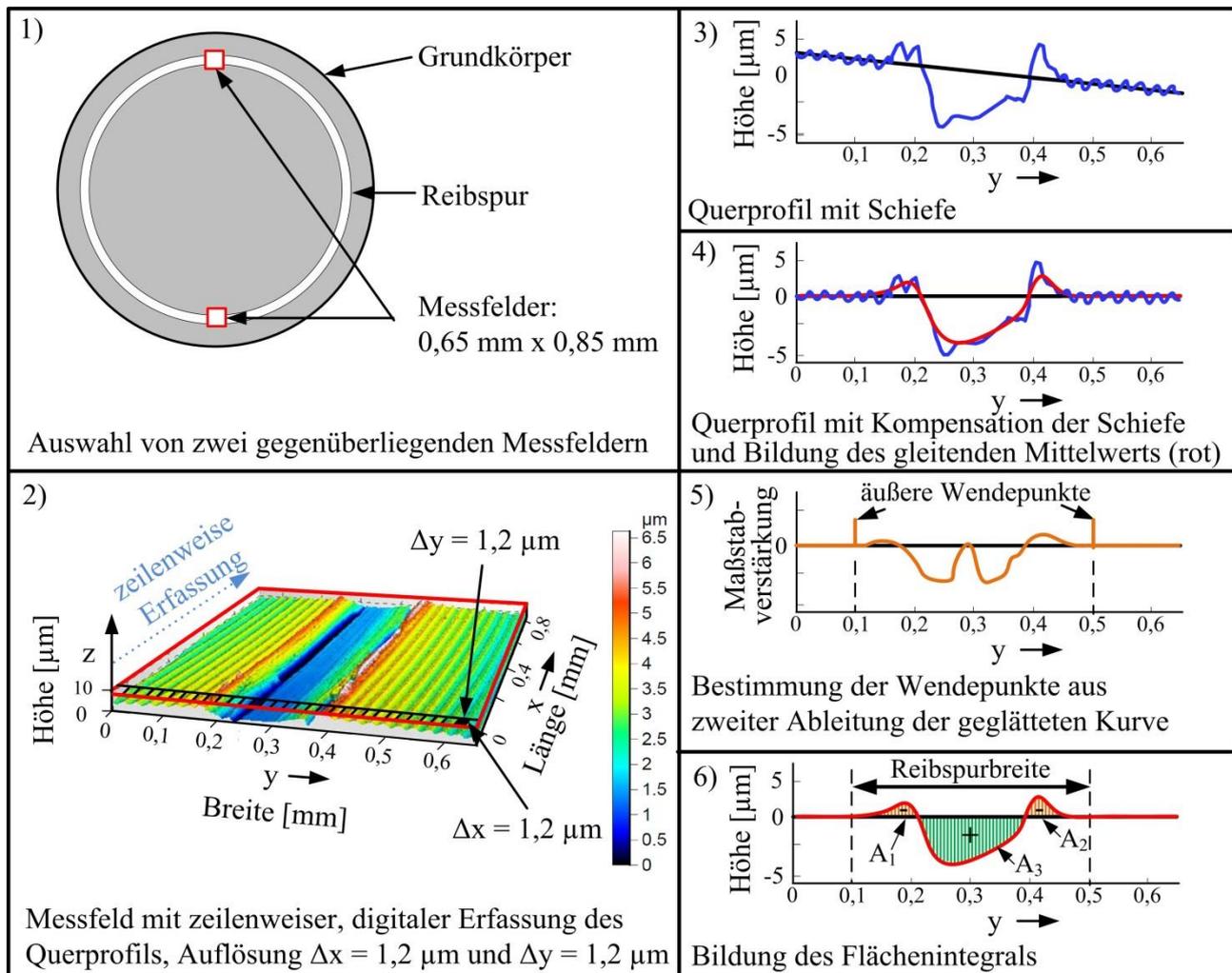


Abbildung 7.16: Schritte der Verschleißbestimmung an Grundkörpern bei Gleitreibung

### 7.5.3.3 Reibspurbreite

Die Reibspurbreite steht in Zusammenhang mit den Verschleißvolumina an Grundkörper (Scheibe) und Gegenkörper (Kugel). Die Ermittlung der Reibspurbreite kann wie in Kapitel 7.5.3.2 beschrieben relativ genau oder näherungsweise nach Mittelwertbildung von drei Profilschnitten aus Abbildung 7.16 abgelesen werden. Aufgrund der beanspruchungsabhängigen unterschiedlichen Deformationen verschiedener Reibkörperwerkstoffe kann die Reibspurbreite für eine grobe, aber schnelle Verschleißbewertung herangezogen werden.

### 7.5.3.4 Reibungskraft

Die Reibungskraft wird während der Versuchsdurchführung am Vakuumtribometer permanent messtechnisch erfasst und steht im Anschluss als Zeitfunktion für die Auswertung zur Verfügung.

Im Verlauf der Zeitfunktion lassen sich die Einlaufphase, der Beharrungszustand und der progressive Verschleiß zuordnen.

### 7.5.3.5 Reibungszahl

Die Zeitfunktion der Reibungszahl wird während der Versuchsdurchführung fortwährend aus dem Quotienten der momentanen Reibungskraft und der eingestellten Normalkraft gebildet und erfasst.

### 7.5.4 Verschleißmerkmale

Verschleißmerkmale ermöglichen qualitative und teils quantitative Vergleiche. Verschleißmerkmale eignen sich zur Charakterisierung der Verschleißmechanismen in Abhängigkeit des Bedingungskomplexes und können zur Aufklärung von Zielgrößenabweichungen bei Versuchswiederholungen herangezogen werden. Mithilfe der Rasterelektronenmikroskopie können Merkmalsausprägungen an tribologisch beanspruchten Oberflächen bestimmt werden:

- Topografie mit hoher Auflösung und Tiefenschärfe
- Abmessungen der Verschleißbereiche
- Charakteristische Oberflächenveränderungen (z. B. Riefen, Materialabtrag, Risse, Materialübertrag) zur Ableitung von wirksamen Verschleißprozessen (Czichos *et al.* 2010)
- Form, Abmessungen, Lage der Partikel
- Deformation, Agglomeration, Bruchmechanik, Aufschmelzen, direkte Freisetzung nach Generierung, längeres Verbleiben im Reibprozess (Depotbildung mit Reibeinfluss) etc.

Die Abmessungen und Lage der Partikel sowie Verschleißbereiche sind quantitativ bestimmbar. Die anderen Merkmalsausprägungen sind qualitativ durch Expertenwissen zu bewerten. Zur Objektivierung können typische Merkmale des Verschleißatlasses von (Czichos *et al.* 2010) herangezogen werden. Bei hinreichendem Materialkontrast kann die EDX-Elementanalyse durchgeführt werden, die eine Unterscheidung der Partikelherkunft (Grund- oder Gegenkörper) ermöglicht. Die Rasterelektronenmikroskopie kann auch zur Analyse der auf den Detektorwafern abgeschiedenen Partikel verwendet werden.

## 7.6 Modelle zur Darstellung von Einflussgrößen, Zielgrößen und Zusammenhängen

Modelle sind prinzipiell bezüglich einer jeden Zielgröße zu ermitteln. Die Zielgrößen sind so darzustellen, dass sie eine Bewertung der Einflüsse ermöglichen. Im Idealfall können nach Auswertung von Experimenten Regressionsmodelle ermittelt werden, die den Zusammenhang zwischen Faktoren und quantitativen Zielgrößen beschreiben.

Außerdem lassen sich sowohl quantitative Zielgrößenergebnisse und als auch Merkmalsausprägungen oder Verteilungen von Zielgrößen durch deren Zuordnungen zu den Bedingungskomplexen der Experimente in Diagrammen gegenüberstellen und auf diese Weise bewerten:

### A) Gegenüberstellung von Zielgrößenergebnissen in einem gemeinsamen Histogramm

- Untersuchung/Vergleich konkurrierender Tribosysteme bei gleichem Bedingungskomplex, alle Faktoren gleich (Abbildung 7.17, oben)
- Untersuchung einzelner Tribosysteme bei unterschiedlichen Bedingungskomplexen, Faktoren auf unterschiedlichen Faktorstufen (Abbildung 7.17, Mitte), Aufgliederung von Balken in ein Spektrum, zum Beispiel für die Partikelgrößenverteilung

**B) Punktweise Darstellung des funktionalen Zusammenhangs eines Faktors zur Zielgröße, wenn der Faktor in mehreren Stufen variiert und die restlichen Faktoren konstant gehalten werden**

- Untersuchung einzelner Tribosysteme bei Variation einer Einflussgröße (restliche Einflussgrößen des BK konstant) in Histogramm (Abbildung 7.17, unten)

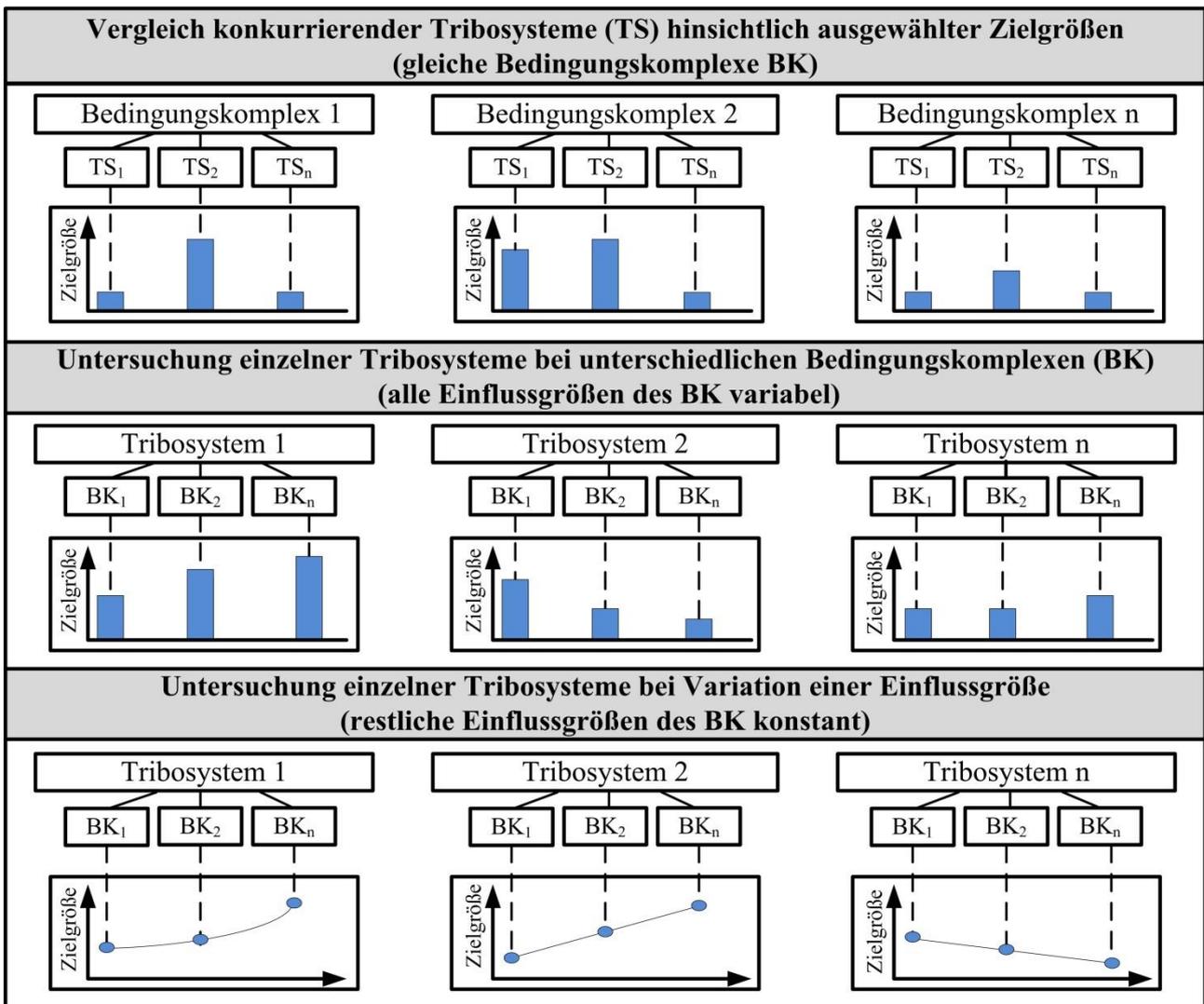


Abbildung 7.17: Strategien zur systematischen Zuordnung von Zielgrößen/Merkmalen

## 7.7 Planung der Versuche

### 7.7.1 Allgemein

Jedes Experiment bedeutet erheblichen Zeit- und Kostenaufwand, was zwangsläufig je nach Wert des Untersuchungsgegenstandes zu einer Beschränkung des Versuchsumfanges führt. Die Beschränkung kann auf folgende Weisen erfolgen:

- Beschränkung des Experimentierraumes auf die wesentlichen (signifikanten) Einflussgrößen
- wenige Niveaus bezüglich jeder wesentlichen Einflussgröße
- Einschränkung der Versuchswiederholungen

### 7.7.2 Aufgliederung in wesentliche und nichtwesentliche Einflussgrößen

Die erste Beurteilung der Signifikanz von Einflussgrößen erfolgt anhand gegebenenfalls bekannter physikalisch-technischer Zusammenhänge. Dementsprechend erfolgt eine Vorauswahl von Faktoren. Sind a priori die physikalischen Zusammenhänge unbekannt, können dem eigentlichen Versuchsplan „Screening“-Pläne vorgeschaltet werden. Faktoren, für die experimentell statistisch kein gesicherter Zusammenhang bezüglich einer Zielgröße nachgewiesen werden kann, entfallen als nicht signifikante Einflussgrößen in der Modellbeschreibung.

### 7.7.3 Beschreibung des Experimentierraums

Der maximale, mehrdimensionale Experimentierraum ergibt sich aus der Anzahl der Einflussgrößen und deren zulässige Einstellbereiche am Tribometer (Abbildung 6.1). Der mit DoE aufgespannte Experimentierraum ist auf die Faktoren und deren untere und obere Einstellwerte eingeschränkt. Die oberen und unteren Einstellwerte werden auch als Faktorstufen bezeichnet. Die Normierung der beiden Faktorstufen (-1 für den unteren -, +1 für den oberen Einstellwert) verbessern die Übersichtlichkeit von Versuchsplänen und vereinfachen die Berechnung der Modellgleichungen.

#### 7.7.3.1 Berücksichtigung der Zielgrößen in der Versuchsplanung

Ist die Signifikanz der Faktoren für alle zu untersuchenden Zielgrößen ähnlich, können mit nur einem Versuchsplan Regressionsmodelle für alle Zielgrößen ermittelt werden. Sind Faktoren bezüglich einiger Zielgrößen signifikant, jedoch gegenüber anderen Zielgrößen nicht signifikant, dann sind für einzelne Zielgrößen oder Zielgrößengruppen unterschiedliche Versuchspläne zu erstellen.

### 7.7.4 Orientierende Versuche

Für mehrere konkurrierende Tribosysteme erfolgt eine Gegenüberstellung der Zielgrößenergebnisse für nur zwei Bedingungskomplexe:

- alle Faktoren auf einem geringen Niveau (-1)
- alle Faktoren auf einem hohen Niveau (+1)

In der Abbildung 7.18 sind für zwei konkurrierende Tribosysteme die Ergebnisse der Zielgröße Gesamtpartikelanzahl schematisch dargestellt. Für Tribosystem 1 ist generell eine mittelhohe Gesamtpartikelanzahl mit geringer Abhängigkeit von der Einflussgröße zu verzeichnen. Tribosystem 2 verfügt dagegen über ein hohes Optimierungspotenzial.

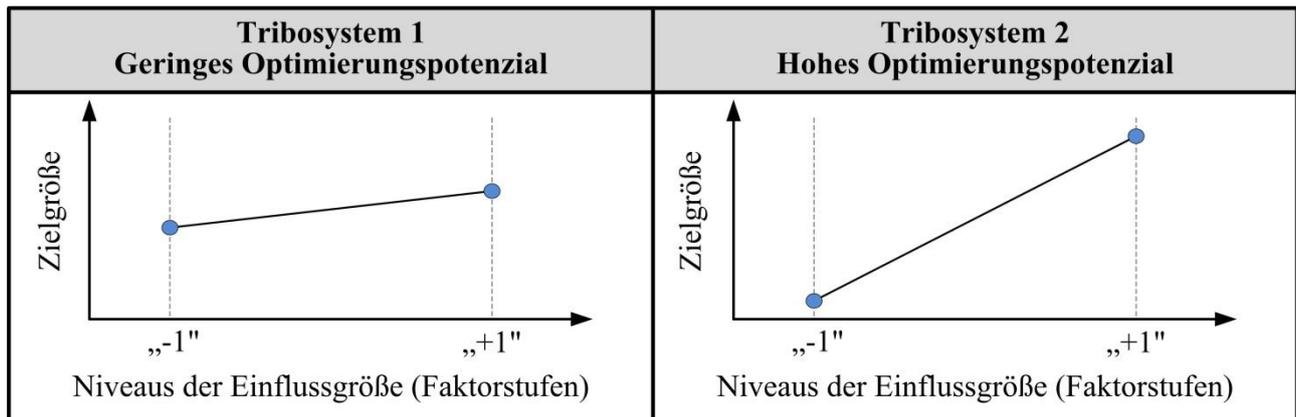


Abbildung 7.18: Konkurrierende Tribosysteme bei minimaler und maximaler Beanspruchung

### 7.7.5 Orthogonale Versuchsplanung

#### 7.7.5.1 Vollständige orthogonale Versuchsplanung

Bei drei Einflussgrößen ( $n = 3$ ) ergeben sich acht Kombinationen, die einen vollständigen orthogonalen Versuchsplan darstellen (Abbildung 7.19). Aus den Versuchen lässt sich ein lineares Regressionsmodell mit allen Haupt- und Wechselwirkungen bestimmen.

$$\underbrace{y}_{\text{Zielgröße}} = \underbrace{a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3}_{\text{Hauptwirkungen}} + \underbrace{a_4x_1x_2 + a_5x_1x_3 + a_6x_2x_3}_{\text{2er-Wechselwirkungen}} + \underbrace{a_7x_1x_2x_3}_{\text{3er-Wechselwirkung}}$$

Um statistisch gesicherte Ergebnisse zu erzielen, ist jede Kombination dreifach zu wiederholen. Damit sind insgesamt 24 Versuche durchzuführen. Für jeden Versuch erhält man bezüglich jeder Zielgröße einen Messwert, die gemeinsam in einem Zielgrößenvektor zusammengefasst werden. Für die Berechnung der Regressionsmodelle, einschließlich der statistischen Testgrößen, eignen sich Softwareprogramme (z. B. Mathcad 9.2). Detaillierte Angaben dazu sind der in Literatur umfangreich enthalten (Fahrmeir *et al.* 2011), (Fischbacher 1998) und (Grohmann *et al.* 2011).

Normalkraft: $F_N$	Gleitgeschwindigkeit: $v_{Gl}$	Rauheit Grundkörpers: $S_q$
-1	-1	-1
+1	-1	-1
-1	+1	-1
-1	-1	+1
+1	+1	-1
+1	-1	+1
-1	+1	+1
+1	+1	+1

Abbildung 7.19: Vollständige orthogonale Versuchsplanung für Gleitreibung an einem Tribosystem für drei wesentliche Einflussgrößen

### 7.7.6 Unvollständige orthogonale Versuchsplanung

Unter Verzicht der Bestimmbarkeit von Wechselwirkungen lassen sich bei dem entsprechenden unvollständigen Versuchsplan mit acht Versuchen bis zu sieben Faktoren einbeziehen. In der Regel werden davon nur einige Faktoren signifikant sein. In dieser Form lassen sich Versuchspläne auch als „Screening-Pläne“ nutzen. In der Abbildung 7.20 ist ein unvollständiger Plan für die Einbeziehung von vier Faktoren dargestellt. Der Faktor Fremderwärmung Gegenkörper ist dabei nach Muster der Dreifachwechselwirkung der anderen drei Einflussgrößen zu variieren.

Normalkraft: $F_N$	Gleitgeschwindigkeit: $v_{Gl}$	Rauheit Grundkörper: $S_q$	Fremderwärmung Gegenkörper: $T_{GK}$
-1	-1	-1	-1
+1	-1	-1	+1
-1	+1	-1	+1
-1	-1	+1	+1
+1	+1	-1	-1
+1	-1	+1	-1
-1	+1	+1	-1
+1	+1	+1	+1

Abbildung 7.20: Unvollständige orthogonale Versuchsplanung für Gleitreibung an einem Tribosystem für vier wesentliche Einflussgrößen

### 7.8 Verifizierung der Versuchsergebnisse

Zielgrößenergebnisse sollen sich entweder auf die Einstellung von Faktoren zurückführen lassen oder es ist nachzuweisen, dass ein Einfluss einzelner Faktoren nicht besteht. Die dreifache Wiederholung der Experimente ist ein Kompromiss zwischen Versuchsaufwand und Basis für die Verifizierung der Versuchsergebnisse nach statistisch objektiven Kriterien (Fahrmeir *et al.* 2011), (Fischbacher 1998) und (Grohmann *et al.* 2011):

- „Cochrantesst“ zur Prüfung der Zielgrößenergebnisse auf Normalverteilung
- „Student-Test“ zur Prüfung der Regressionskoeffizienten/Einflussgrößen auf Signifikanz
- „Fishertest“: Adequatheitstest für die Regressionsgleichung
- Bestimmung der Schätzfehler durch Vergleich zwischen Unterschied zwischen Modell und Realität
- Bestimmtheitsmaß: beschreibt die Güte eines Regressionsmodells

In Abbildung 8.29 sind die Ergebniswerte beispielhaft für durchgeführte Experimente dargestellt. Basis für die Tests sind Prüfverteilungen mit einer Irrtumswahrscheinlichkeit von 5 %. Grundsätzlich ist zu prüfen, ob sich Ergebnisse in Einklang mit physikalischen und fachspezifischen Zusammenhängen befinden.

### 7.9 Darstellung der Bewertungsmodelle

Zur Nutzung der Regressionsmodelle für die Optimierung wird eine übersichtliche Darstellung benötigt. In Abbildung 8.29 sind ein vollständiger orthogonaler Versuchsplan mit 3 Faktoren, die allgemeine Modellgleichung für eine Zielgröße und die statistischen Bewertungskenngrößen dargestellt. Für denselben Versuchsplan sind die Modellgleichungen für alle Zielgrößen mit Angabe der geschätzten Parameter der jeweils signifikanten Faktoren in Abbildung 8.28 zusammengefasst. Die Parameter der Modellgleichungen beziehen sich auf die normierten Faktoren („-1“ und „+1“). Die Wirksamkeit der Faktoren lassen sich untereinander und gegenüber den Zielgrößen direkt vergleichen. Es lässt sich somit schnell überblicken, welche Optimierungsmöglichkeiten unter der komplexen Betrachtung aller Einflussgrößen und Zielgrößen existieren. Die Transformation auf die realen Größen erfolgt dann entsprechend der Maßstabsrelation der normierten Versuchsplanung, wie beispielhaft in Abbildung 7.21 dargestellt.

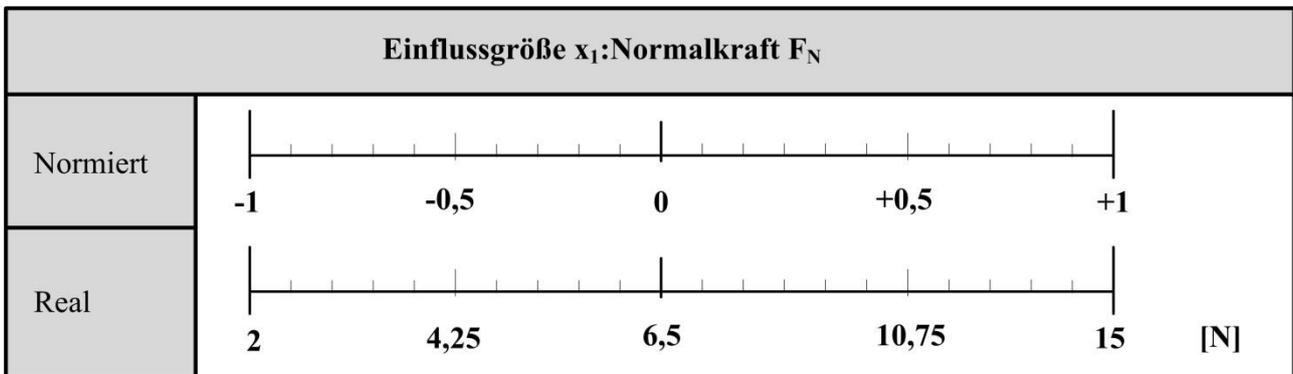


Abbildung 7.21: Transformation normierter Größen in reale Größen

## 8 Durchführung und Auswertung der Versuche

### 8.1 Versuchsdurchführung

Mit der Feststellung der Funktionstüchtigkeit des Prüfstands sind die Voraussetzungen zur Versuchsdurchführung erfüllt. In Abbildung 8.1 sind die Schritte der Versuchsdurchführung mit Zeitrelation schematisch dargestellt. Die Gesamtdauer für einen Versuch beträgt z. B. bei einem Solldruck von  $5 \times 10^{-5}$  mbar im Rezipienten und 1000 Beanspruchungswiederholungen in Abhängigkeit vom Versuchsszenario ca. 1,5 bis 3 Stunden. Die Messung der Detektorwafer vor und nach dem Versuch ermöglicht, die Anfangskontamination aus dem Versuchsergebnis zu eliminieren.

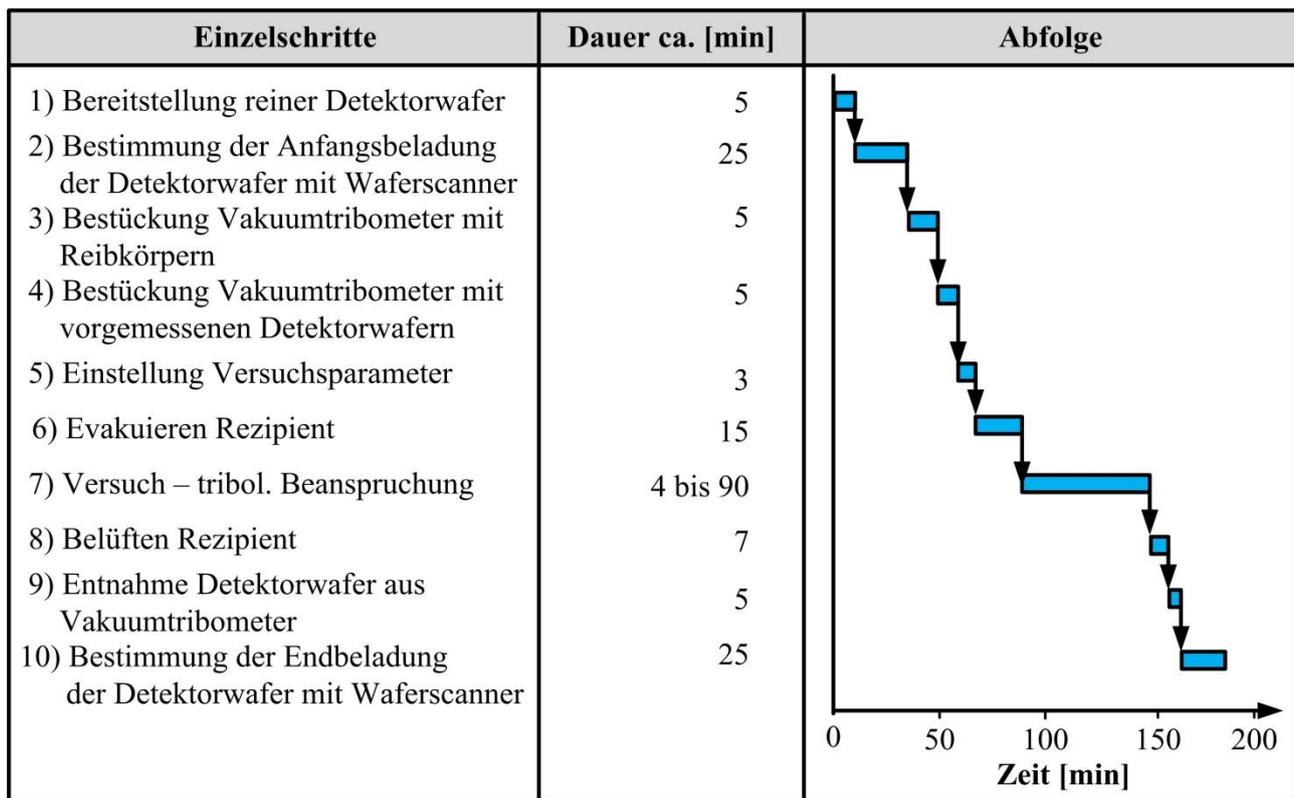


Abbildung 8.1: Abfolge der Versuchsdurchführung

### Anfangsrauheit der Probenkörper

Die Probenkörper wurden für die zweistufigen Versuchspläne in zwei Rauheitsstufen beschafft. Die Anfangsrauheit wurde überprüft (Abbildung 8.3, Abbildung 8.2 im Anhang). Es wurde festgestellt, dass die Abweichungen unterschiedlicher Probenkörper in der jeweiligen Rauheitsstufe gering sind. Demgegenüber unterscheiden sind die Rauheitsstufen deutlich. Damit sind gute tribologische Voraussetzungen für eine zweistufige Versuchsplanung gegeben.

Ausgehend von einer zu erwartenden Rauheitsänderung durch den tribologischen Prozess, wird die im Versuch verwendete Rauheit als Anfangsrauheit bezeichnet. Aus der Rauheit vor und nach dem Versuch ergibt sich die Rauheitsdifferenz.

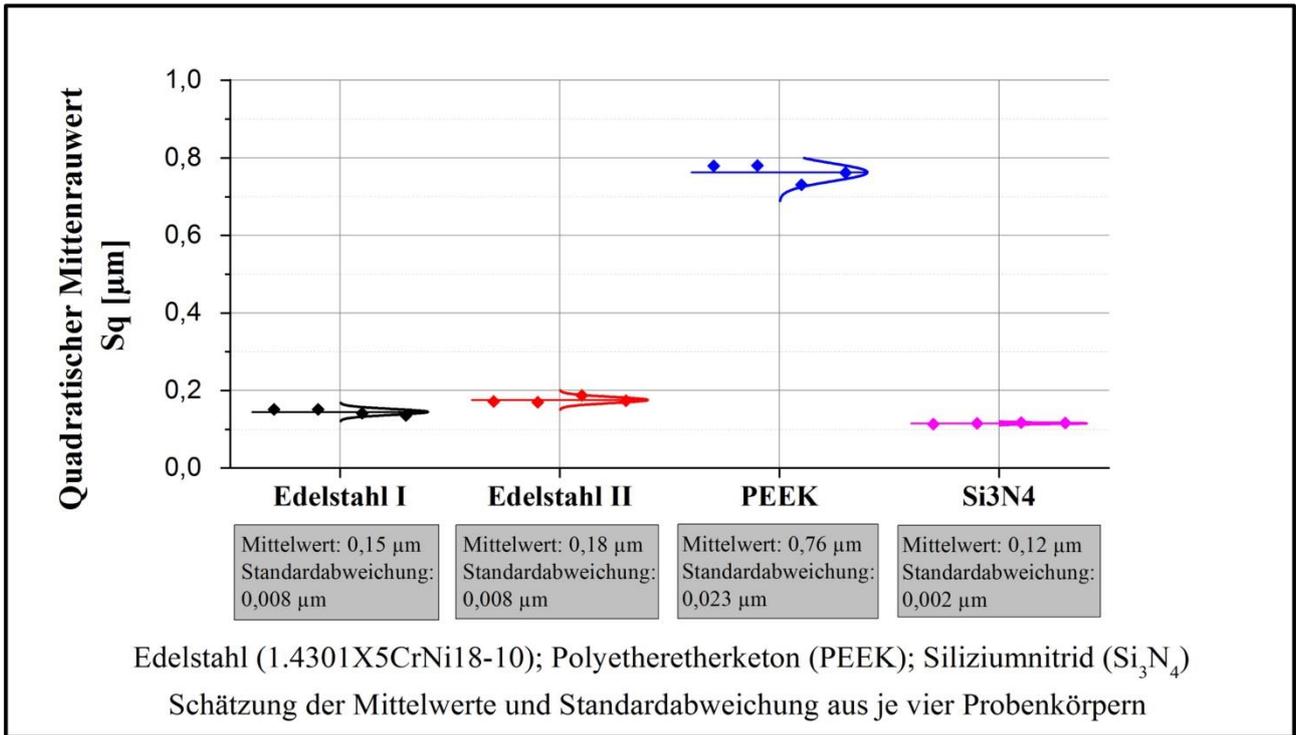


Abbildung 8.2: Quadratische Mittenrauwerte der Gegenkörper (Kugeln) vor der tribologischen Beanspruchung – Anfangsrauheit

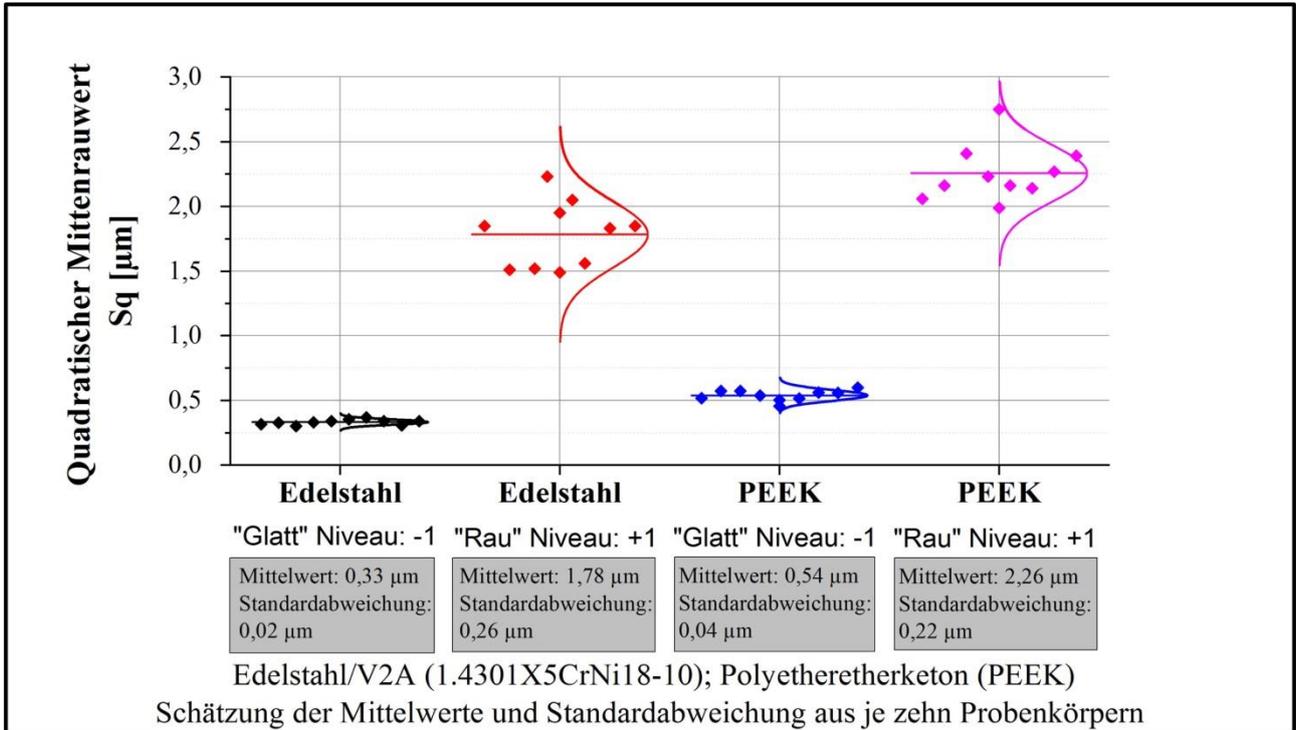


Abbildung 8.3: Quadratische Mittenrauwerte der Grundkörper (Scheiben) vor der tribologischen Beanspruchung - Anfangsrauheit

## 8.2 Generelle Untersuchungsmöglichkeiten

Der Prüfstand bietet umfangreiche Möglichkeiten, die Zusammenhänge zwischen tribologischer Beanspruchung, Verschleiß, Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung zu untersuchen. Gemäß Abbildung 5.5 sind Untersuchungen für unterschiedliche Bewegungsarten möglich. Als Faktoren der Untersuchungen sind die Einstellgrößen gemäß Abbildung 6.1 zu verwenden. Diese können innerhalb eines zulässigen Bereichs beliebig eingestellt und über die Versuchsdauer konstant gehalten werden. Die Art der Untersuchung, Experimentierraum und Zielgrößen gehen aus Kapitel 7 hervor. Je nach technischer Aufgabenstellung ist ein geeigneter Versuchsplan zu entwickeln.

### Experimentierraum am Vakuumtribometer

- 4 unterschiedliche Bewegungsarten und Kombinationen
- bewegungsartabhängige und bewegungsartunabhängige Einstellgrößen gemäß Abbildung 6.1 (Gleiten: 11, Stoß: 10, Stoßgleiten: 14, Radiallager: 9)
- unterschiedliche Werkstoffe für die Reibkörper
- unterschiedliche Anfangsrauheiten der Reibkörper

### Anzahl von Zielgrößen gemäß Kapitel 7.5

- Partikelfreisetzung: 5
- Partikelausbreitung: 6
- Verschleiß: 6

Der multifunktionale Prüfstand bietet somit umfangreiche Untersuchungsmöglichkeiten.

## 8.3 Durchgeführte Untersuchungen

Entsprechend der Voruntersuchungen in Kapitel 3 werden Modelltribosysteme (Kugel/Scheibe) und technische Tribosysteme aus häufig verwendeten Werkstoffen bei typischen Beanspruchungen untersucht. Die konkret durchgeführten Versuche und Zielstellungen sind in Abbildung 8.4, Abbildung 8.5 und Abbildung 8.6 zusammengestellt.

Die Versuchsergebnisse sind in den Kapiteln 8.4, 8.5 und 8.6 dargestellt und bewertet. Die unterschiedlichen Zielgrößen werden entsprechend der in Kapitel 7.5 aufgeführten Definitionen der Methodik illustriert.

Die Untersuchungen repräsentieren die Untersuchungsmöglichkeiten des Prüfstands und des Verfahrens. Dabei sollen Effekte insbesondere zur Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung für ausgewählte Tribosysteme unter Vakuumbedingungen aufgezeigt werden.

**Untersuchungen bei Gleitreibung** lassen die deutlichsten Ergebniseffekte erwarten, insbesondere für die neu definierten Zielgrößen zur Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung. Zunächst wurden orientierende Versuche an Tribosystemen mit unterschiedlichen Werkstoffen bei unterschiedlichen Einflussgrößenniveaus durchgeführt, um Diversitäten hinsichtlich der Freisetzung und Ausbreitung von Partikeln festzustellen. Darauf aufbauend erfolgten Versuche nach zweistufigen, mehrfaktoriellen Versuchsplänen (zwei-, drei- und vier Faktoren). Die Überprüfung, ob lineare Zusammenhänge vorliegen, erfolgte für einzelne Faktoren an mehrstufigen Untersuchungen. Außerdem wurde eine zweistufige Untersuchung zu Auswirkungen des Drucks (Hochvakuum, Feinvakuum) durchgeführt.

Versuch	Zielstellung für verschiedene Zielgrößen / Merkmalsausprägungen
<p><b>1) Orientierende Versuche</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ für ausgewählte Werkstoffpaarungen und Faktorstufenkombinationen</li> <li>▪ einstufig oder zweistufig mit dreifacher Wiederholung</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Vergleich verschiedener Werkstoffpaarungen bei gleicher Beanspruchung</li> <li>▪ Einfluss von Faktorstufen innerhalb einer Werkstoffpaarung</li> </ul>
<p><b>2) Zweistufiger Versuchsplan – 2 Faktoren</b></p> <p>2.1) Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit 2.2) Normalkraft, Anfangsrauheit</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ <b>Vollständig</b>, orthogonal: 4 Versuche mit dreifacher Wiederholung</li> </ul> <p>Werkstoffpaarung: Gegenkörper Kugel: Edelstahl (1.4301X5CrNi18-10) Grundkörper Scheibe: Polyetheretherketon (PEEK)</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Bestimmung der Regressionsmodelle mit Hauptwirkungen und Wechselwirkungen</li> </ul>
<p><b>3) Zweistufiger Versuchsplan – 3 Faktoren</b></p> <p>(Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit, Anfangsrauheit)</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ <b>Vollständig</b>, orthogonal: 8 Versuche mit dreifacher Wiederholung</li> <li>▪ Werkstoffpaarung: Gegenkörper Kugel: Siliziumnitrid <math>\text{Si}_3\text{N}_4</math> Grundkörper Scheibe: Edelstahl (1.4301X5CrNi18-10)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Auswahl der wesentlichen Wirkungen mit Hilfe statistischer Tests</li> <li>▪ Bestimmung der Modellgüte</li> </ul>
<p><b>4) Erweiterter Versuchsplan – 4 Faktoren</b></p> <p>(Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit, Anfangsrauheit, wie 3) - <u>zusätzlich: Fremderwärmung Gegenkörper</u>)</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ <b>Unvollständig</b>, orthogonal</li> <li>▪ Aufwandbegrenzung durch Nutzung - Versuchsplan 3), vier zusätzliche Versuche mit dreifacher Wiederholung</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Merkmalsanalyse für ausgewählte Faktorstufenkombinationen</li> </ul>
<p><b>5) Mehrstufige Untersuchungen – 1 Faktor</b></p> <p>5.1) Normalkraft, 4 Stufen – dreifach wiederholt 5.2) Anzahl der Beanspruchungswiederholungen, 5 Stufen – ohne Wiederholung)</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Werkstoffpaarung: Gegenkörper Kugel: Siliziumnitrid (<math>\text{Si}_3\text{N}_4</math>) Grundkörper Scheibe: Edelstahl (1.4301X5CrNi18-10)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Regressionsmodell, Linearitätsbetrachtung, Gütekennwerte</li> <li>▪ Merkmalsanalyse</li> </ul>
<p><b>6) Zweistufige Untersuchungen – Faktor Druck (Vakuum)</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ zweistufig mit dreifacher Wiederholung</li> <li>▪ Werkstoffpaarung: Gegenkörper Kugel: Siliziumnitrid (<math>\text{Si}_3\text{N}_4</math>) Grundkörper Scheibe: Edelstahl (1.4301X5CrNi18-10)</li> </ul>	<p>Zielgrößenbestimmung und Merkmalsausprägungen</p>

Abbildung 8.4: Übersicht über durchgeführte Untersuchungen bei Gleitreibung (Modellpaarung Kugel/Scheibe)

**Spezielle Versuche zu Bewegungsarten** erfolgen an verschiedenen Tribosystemen. Neben den Bewegungsarten Stoß und Stoß-Gleiten wurde Wälzen an zwei Radiallagern unterschiedlicher Werkstoffkombination untersucht (Abbildung 8.5). Die Untersuchungen erfolgten teils ein-, zwei- und dreistufig. Alle Versuche wurden dreifach wiederholt.

Versuch	Zielstellung für verschiedene Zielgrößen / Merkmalsausprägungen
<b>7) Stoß (Kugel gegen Scheibe)</b> (einstufig mit dreifacher Wiederholung) <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Polyetheretherketon (PEEK) / Silizium-Wafer – – – – –</li> <li>▪ Siliziumnitrid (<math>\text{Si}_3\text{N}_4</math>) / optisches Glas – – – – –</li> <li>▪ Edelstahl (1.4301X5CrNi18-10) / PEEK – – – – –</li> <li>▪ Siliziumnitrid (<math>\text{Si}_3\text{N}_4</math>) / Edelstahl (1.4301X5CrNi18-10) – – – – –</li> <li>▪ Edelstahl / Edelstahl (jeweils: 1.4301X5CrNi18-10) – – – – –</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Vergleich verschiedener Werkstoffpaarungen bei gleicher Beanspruchung</li> <li>▶ Ablage von Siliziumwafern (ideal)</li> <li>▶ Ablage von Fotolithografiemasken</li> <li>▶ } Anschläge an mechanischen Baugruppen</li> </ul>
<b>8) Kantenstoß (Plättchen gegen Scheibenkante)</b> (einstufig mit dreifacher Wiederholung) <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Polyetheretherketon (PEEK) / Silizium-Wafer – – – – –</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Gegenüberstellung mit Flächenstoß Kugel/Scheibe</li> <li>▶ Kantengreifen von Siliziumwafern</li> </ul>
<b>9) Stoß-Gleiten (Kugel gegen Scheibe) – 1 Faktor</b> (Gleitweg, dreistufig mit dreifacher Wiederholung) <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Polyetheretherketon (PEEK) / Silizium-Wafer – – – – –</li> <li>▪ Siliziumnitrid (<math>\text{Si}_3\text{N}_4</math>) / optisches Glas – – – – –</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Vergleich verschiedener Werkstoffpaarungen, Gegenüberstellung mit Stoß ohne Gleiten</li> <li>▶ Ablage von Siliziumwafern (real)</li> <li>▶ Ablage von Fotolithografiemasken</li> </ul>
<b>10) Wälzen (Radialrillenkugellager)</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ einstufig mit dreifacher Wiederholung</li> <li>▪ Kugellager (Kugeln / Laufringe / Käfig) – – – – –</li> <li>- Typ I: Siliziumnitrid (<math>\text{Si}_3\text{N}_4</math>) / Edelstahl / Edelstahl – – – – –</li> <li>- Typ II: Siliziumnitrid (<math>\text{Si}_3\text{N}_4</math>) / <math>\text{ZrO}_2</math> / <math>\text{ZrO}_2</math> – – – – –</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Vergleich verschiedener Werkstoffpaarungen</li> <li>▶ } häufiges Maschinenelement in Hochvakuumanlagen aus typischen Werkstoffen</li> </ul>

Abbildung 8.5: Übersicht über durchgeführte spezielle Untersuchungen zu Bewegungsarten

Untersuchungen, die sich ausschließlich auf **Besonderheiten der Partikelausbreitung** beziehen, sind in Abbildung 8.6 zusammengestellt. Die Wirksamkeit eines Partikellabyrinths zur Minimierung der Partikelausbreitung wird anhand des Partikellabyrinths an der Krafteinleinheit des Vakuumtribometers nachgewiesen (siehe Abbildung 5.4). Zur Feststellung, ob sich Partikel um Hindernisse ausbreiten oder auf die Rückseiten der Detektorwafer gelangen, wurden Wafer mit Detektionsseite abgewandt zur Partikelquelle bestückt.

Mit einem Richtungsfiler (Partikelblende) erfolgten Versuche zur Bestimmung der Freisetzungsgeschwindigkeit der Partikel. Die Änderung der Drehrichtung wurde untersucht.

Die Beeinflussung durch Anlegen eines elektrischen Felds wird der Einfluss gegenüber dem Nichtvorhandensein eines elektrischen Felds ermittelt.

Versuch	Zielstellung für verschiedene Zielgrößen / Merkmalsausprägungen
<b>11) Wirksamkeit Partikelfalle (Labyrinth) – 1 Faktor</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ zweistufig mit dreifacher Wiederholung</li> <li>▪ Gleiten (Kugel gegen Scheibe)                             <ul style="list-style-type: none"> <li>- Edelstahl (1.4301X5CrNi18-10) / PEEK</li> </ul> </li> <li>▪ Partikelquelle: Mechanik Krafteinleiteinheit</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Vergleich: ohne und mit Partikelfalle</li> </ul> <p>Begrenzung der räumlichen Partikelausbreitung aus Tribosystemen</p>
<b>12) Messung im Ausbreitungsschatten der Partikelquelle – 1 Faktor</b> (Detektorwafer der Partikelquelle zu- und abgewandt) <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ zweistufig mit dreifacher Wiederholung</li> <li>▪ Gleiten (Kugel gegen Scheibe)                             <ul style="list-style-type: none"> <li>- Edelstahl (1.4301X5CrNi18-10) / PEEK</li> </ul> </li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Vergleich: zu- und abgewandte Seite (Ausbreitungsschatten)</li> </ul> <p>Schutz von kontaminationskritischen Produkten durch abgewandte Orientierung gegenüber Tribosystem</p>
<b>13) Einfluss Richtungsfilter (Partikelblende) – 1 Faktor</b> (Winkel Austrittsspalt zum Schwerkraftvektor) <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ einstufig mit dreifacher Wiederholung</li> <li>▪ Gleiten (Kugel gegen Scheibe):                             <ul style="list-style-type: none"> <li>- Siliziumnitrid (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>)/Edelstahl (1.4301X5CrNi18-10)</li> <li>- Siliziumnitrid (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) / optisches Glas</li> </ul> </li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Abschätzung der Freisetzungsgeschwindigkeitsverteilung der Partikel</li> </ul> <p>Ausbreitungsmöglichkeiten von Partikeln von Tribosystemen</p>
<b>14) Einfluss Drehrichtung – 1 Faktor (Links-Rechtslauf)</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ einstufig mit dreifacher Wiederholung</li> <li>▪ Gleiten (Kugel gegen Scheibe):                             <ul style="list-style-type: none"> <li>- Siliziumnitrid (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>)/Edelstahl (1.4301X5CrNi18-10)</li> </ul> </li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Vergleich: Links- und Rechtslauf</li> </ul> <p>Beeinflussung der Partikelausbreitung durch Änderung der Drehrichtung</p>
<b>15) Elektrisches Feld – 1 Faktor (Spannung)</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>▪ zweistufig mit dreifacher Wiederholung</li> <li>▪ Gleiten (Kugel gegen Scheibe):                             <ul style="list-style-type: none"> <li>- Siliziumnitrid (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) / Edelstahl (1.4301X5CrNi18-10)</li> <li>- Edelstahl (1.4301X5CrNi18-10) / PEEK</li> </ul> </li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Vergleich: mit und ohne elektrischem Feld</li> </ul> <p>Beeinflussung der Partikelausbreitung durch elektrostatische Felder</p>

Abbildung 8.6: Übersicht durchgeführte Untersuchungen zu Besonderheiten der Partikelausbreitung

In den nachfolgenden Kapiteln werden die Versuchsergebnisse dargestellt.

## 8.4 Versuchsergebnisse zur Gleitreibung

### 8.4.1 Orientierende Versuche

Orientierende Versuche wurden für zwei Tribosysteme unterschiedlicher Werkstoffe (Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe, Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe) und zwei Tribosysteme gleicher Werkstoffe (Edelstahl-Kugel/Edelstahl-Scheibe und Siliziumnitrid-Kugel/Siliziumnitrid-Scheibe) bei gleicher Beanspruchung durchgeführt. Damit soll festgestellt werden, ob Tribosysteme aus gleichen Werkstoffen ein deutlich höheres Partikelabgabeverhalten aufweisen. Von diesen vier Tribosystemen wurden Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe und Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe außerdem bei unterschiedlichen Beanspruchungen (Faktorstufen) untersucht. Die Faktorstufen wurden deutlich gespreizt, um Zielgrößeneffekte hervortreten zu lassen.

Mit den orientierenden Versuchen soll festgestellt werden, ob sich deutliche Unterschiede für wesentliche Zielgrößen aus den Werkstoffkombinationen und Faktorstufenkombinationen ergeben. Als Zielgrößen wurden Partikelanzahl, Größenverteilung, Volumenanteile und Ausbreitungskennzahl ausgewählt. In den Abbildungen 8.7, 8.8 und 8.9 sind die Einzelergebnisse der drei Versuchswiederholungen zur Visualisierung der Reproduzierbarkeit und die jeweiligen Mittelwerte dargestellt. In allen weiteren Abbildungen sind ausschließlich die Mittelwerte berücksichtigt.

Für ausgewählte Versuche erfolgen zusätzlich zur generellen Partikelerfassung auf den Detektorwafern mit dem Streulichtpartikelzähler Aufnahmen an Reibkörpern mit dem Rasterelektronenmikroskop. Diese Aufnahmen werden durch Vergleich mit den Musterverschleißformen des „Atlas von Verschleißerscheinungsbildern“ nach Czichos (Czichos *et al.* 2010) zur Bestimmung der Verschleißmechanismen genutzt und können zur Untersuchung von Effekten der Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung herangezogen werden.

Bei gleicher Beanspruchung der vier Tribosysteme zeigen sich deutliche Klassenunterschiede bei der **Gesamtanzahl freigesetzter Partikel** (Abbildung 8.7). Die Tribosysteme mit unterschiedlichen Werkstoffen weisen eine deutliche geringere Partikelfreisetzung auf als die Tribosysteme gleicher Werkstoffe. Innerhalb der mit variablen Einflussgrößen weiter untersuchten Werkstoffkombination Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe treten starke Abhängigkeiten von den Einflussgrößen Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit und Oberflächenrauigkeit auf. Demgegenüber sind die Abweichungen der Versuchswiederholungen gering (Abbildung 8.8). Für das Tribosystem Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe wirken sich die Einflussgrößen nicht so deutlich aus. Außerdem sind die relativen Abweichungen innerhalb der Versuchswiederholungen erheblich größer (Abbildung 8.9). Diese Abweichungen sind auf eine diskontinuierliche Partikelfreisetzung zurückzuführen. Die nach den Versuchen mit dem Rasterelektronenmikroskop durchgeführten Aufnahmen zeigten Unterschiede der anhaftenden Partikel hinsichtlich Größe und Anzahl bei den Tribosystemen Edelstahl-Kugel/Edelstahl-Scheibe (Abbildung 8.16) und Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe (Abbildung 8.26).

In den Abbildungen 8.10, 8.11 und 8.12 sind die **Größenverteilungen** der freigesetzten Partikel abgebildet. Es dominierten mit 80 bis 92 % Partikel kleiner als 1,6  $\mu\text{m}$ . Besonders hoch ist der Anteil von Partikeln kleiner als 0,2  $\mu\text{m}$  bei den Tribosystemen Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe und Edelstahl-Kugel/Edelstahl-Scheibe. Die Größenverteilungen lassen sich nicht auf Paarungen gleicher oder ungleicher Werkstoffe zurückzuführen. Die Partikelgrößenverteilung des Tribosystems Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe ist abhängig von Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit und Anfangsrauheit (Abbildung 8.11). Mit zunehmender Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit und Anfangsrauheit steigt der Anteil der Partikel von 0,1 bis 0,2  $\mu\text{m}$  deutlich an. Dagegen zeigt das Tribosystem Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe bei gleicher Variation der Einstellgrößen (Faktoren) keine deutlichen Unterschiede der Größenverteilungen (Abbildung 8.12).

Die Abbildungen 8.13, 8.14 und 8.15 zeigen die **Volumenanteile** der freigesetzten Partikel bezogen auf die Partikelgröße. Generell wird das Volumen maßgeblich von Partikeln größer 20  $\mu\text{m}$  bestimmt. Die Volumenanteile der Partikelgrößen sind nahezu unabhängig der Werkstoffkombination, Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit, Anfangsrauheit ähnlich verteilt. Eine Ausnahme ist das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel / Siliziumnitrid-Scheibe. Hier ist der Anteil der Partikel von 20 bis 50  $\mu\text{m}$  deutlich größer. Durch den Exponenten 3 bei der Volumenbildung sind kleine Partikel zu vernachlässigen.

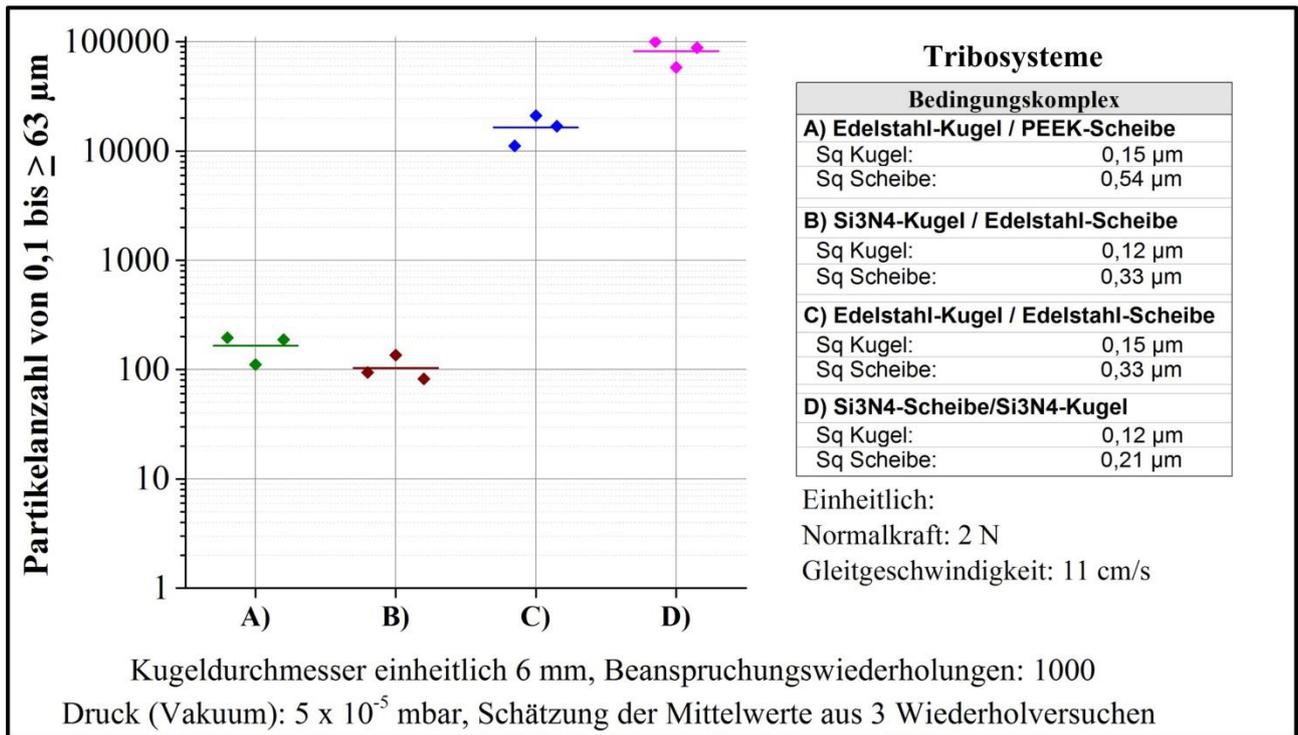


Abbildung 8.7: Gesamtanzahl freigesetzter Partikel bei Gleitreibung für vier Tribosysteme unterschiedlicher Werkstoffkombinationen (Kugel/Scheibe) bei gleicher Beanspruchung

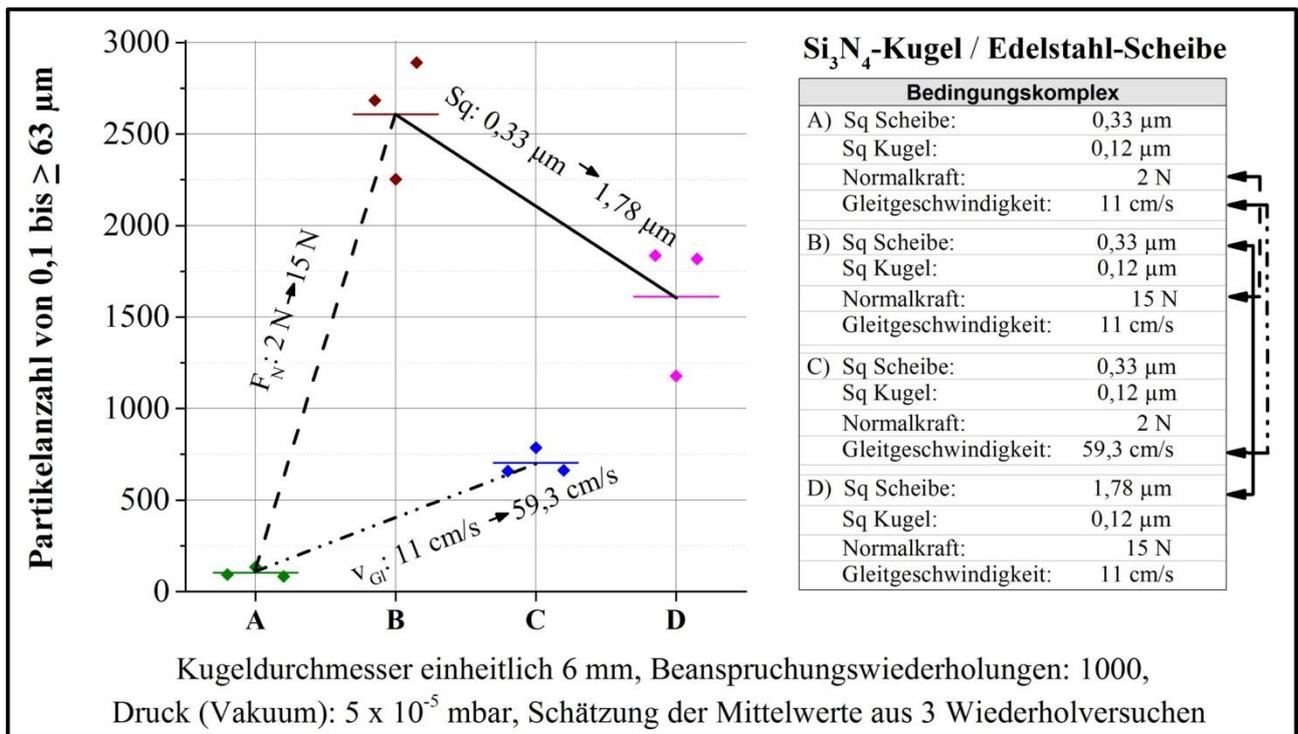


Abbildung 8.8: Gesamtanzahl freigesetzter Partikel bei Gleitreibung für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei unterschiedlichen Bedingungskomplexen

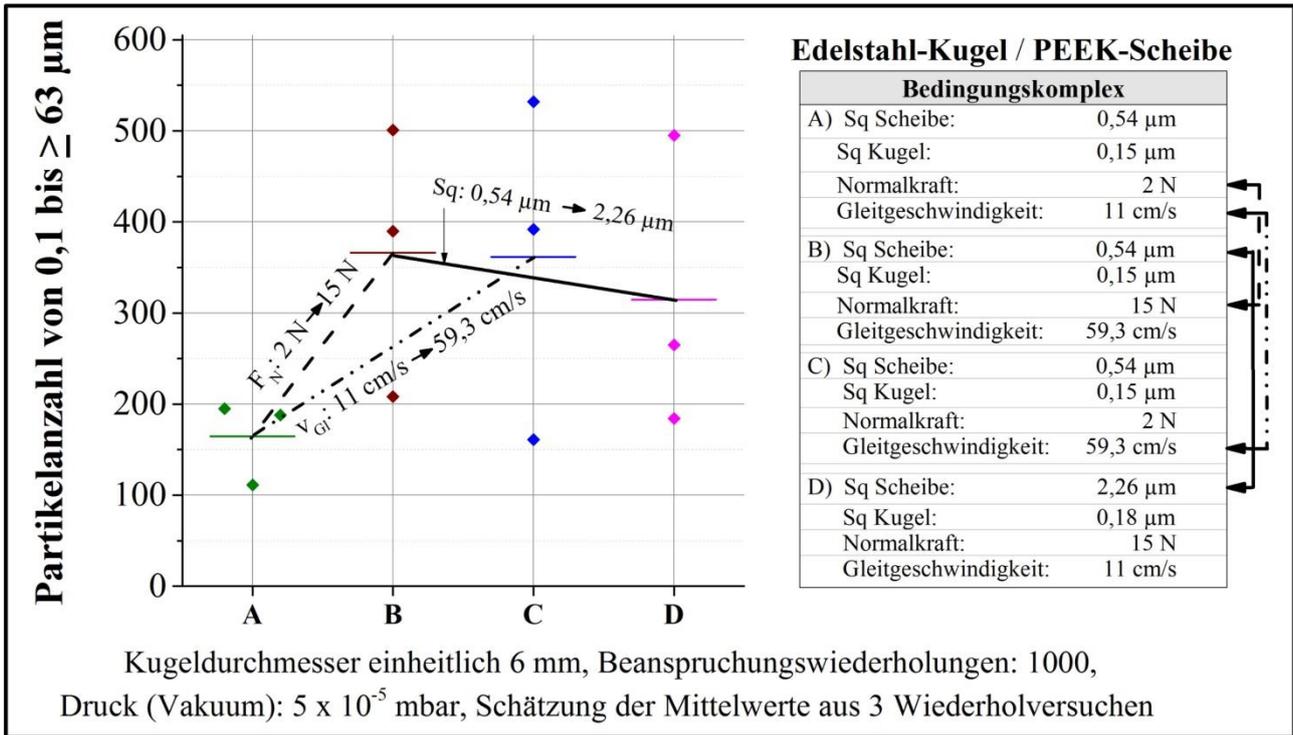


Abbildung 8.9: Gesamtanzahl freigesetzter Partikel bei Gleitreibung für das Tribosystem Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe bei unterschiedlichen Bedingungskomplexen

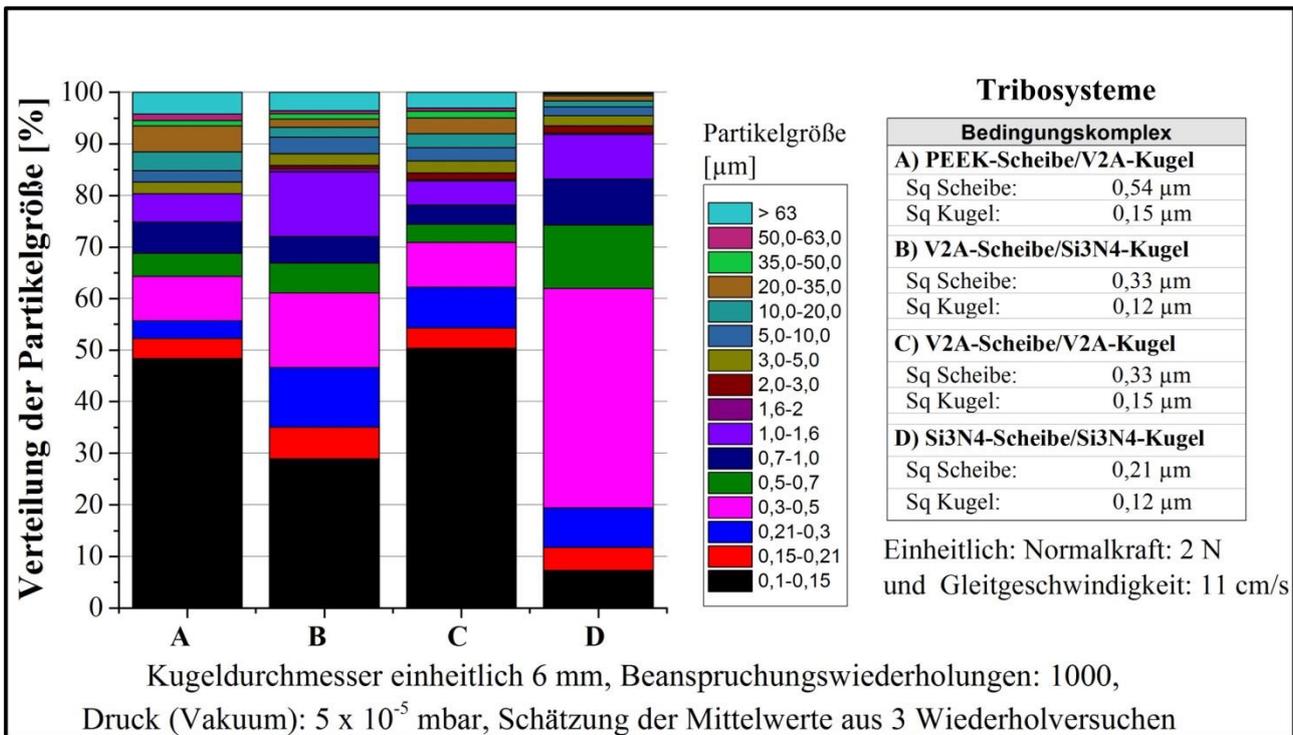


Abbildung 8.10: Verteilung der Größenhäufigkeit freigesetzter Partikel bei Gleitreibung für vier Tribosysteme unterschiedlicher Werkstoffkombinationen (Kugel-Scheibe) bei gleicher Beanspruchung

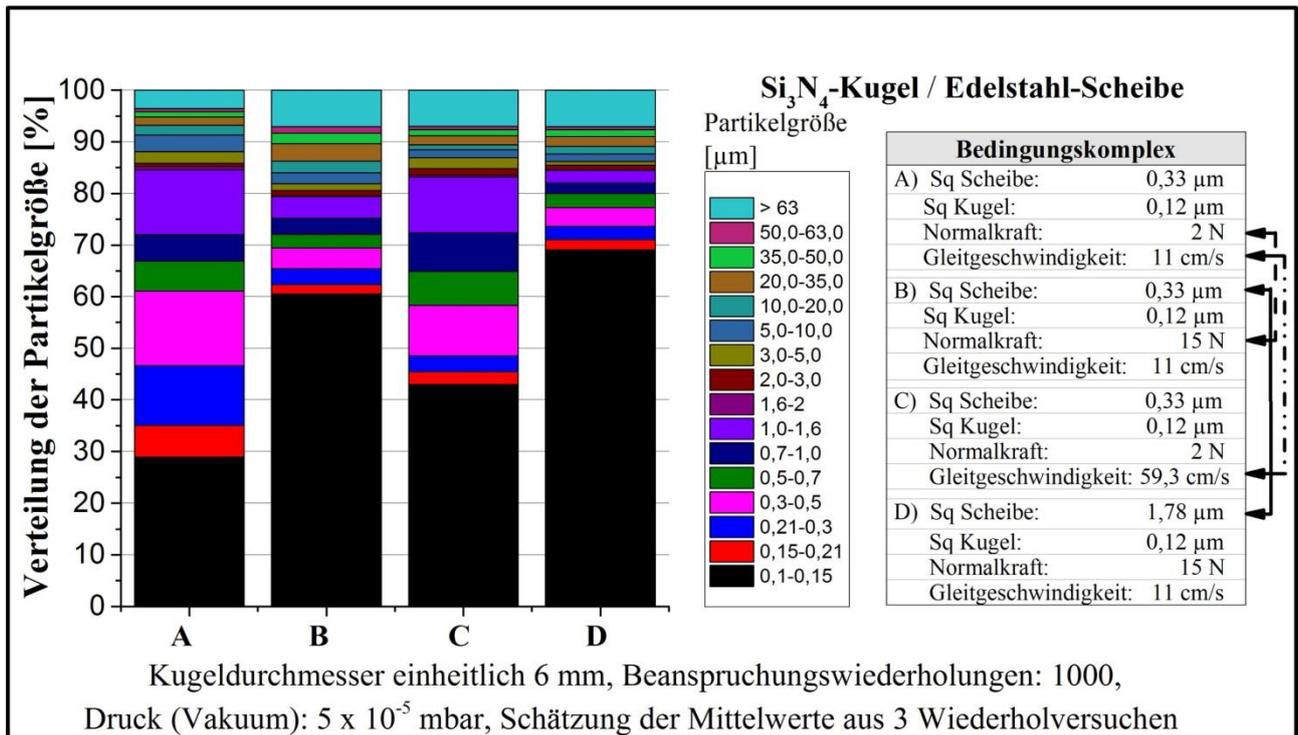


Abbildung 8.11: Verteilung der Größenhäufigkeit freigesetzter Partikel bei Gleitreibung für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei vier Bedingungskomplexen

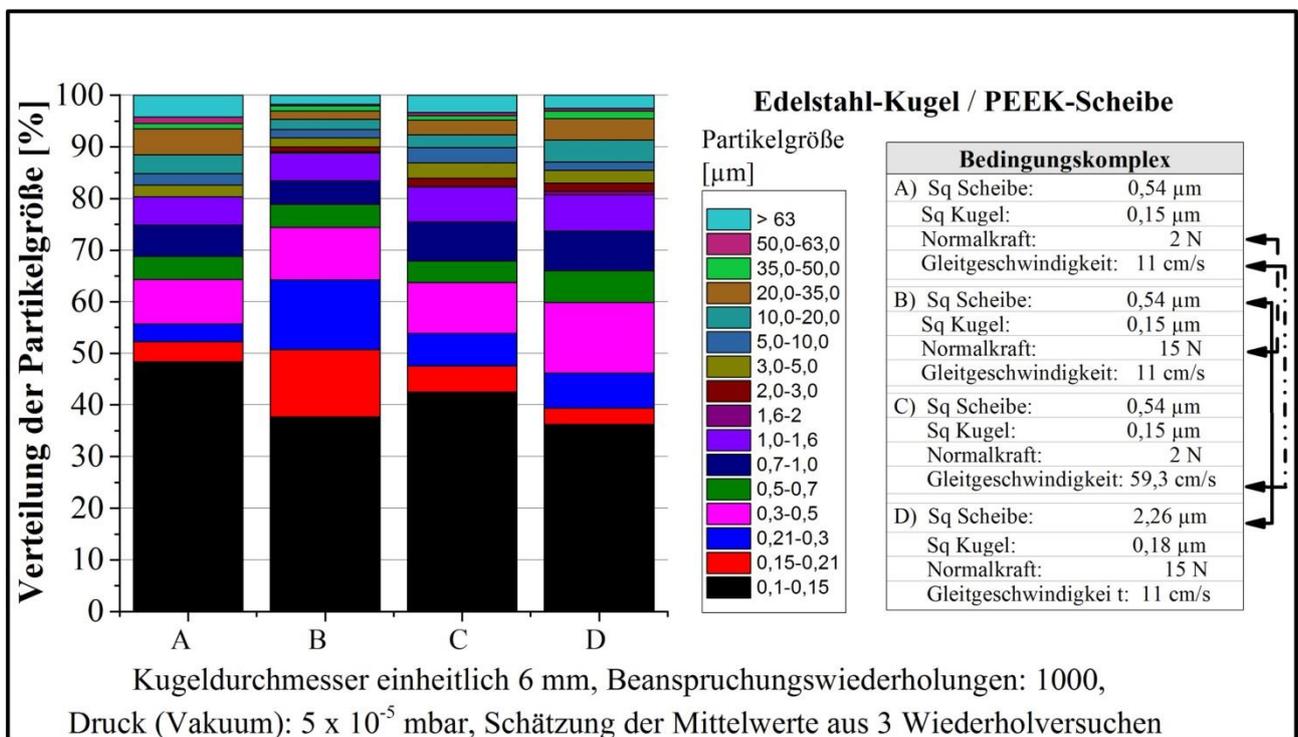


Abbildung 8.12: Verteilung der Größenhäufigkeit freigesetzter Partikel bei Gleitreibung für das Tribosystem Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe bei vier Bedingungskomplexen

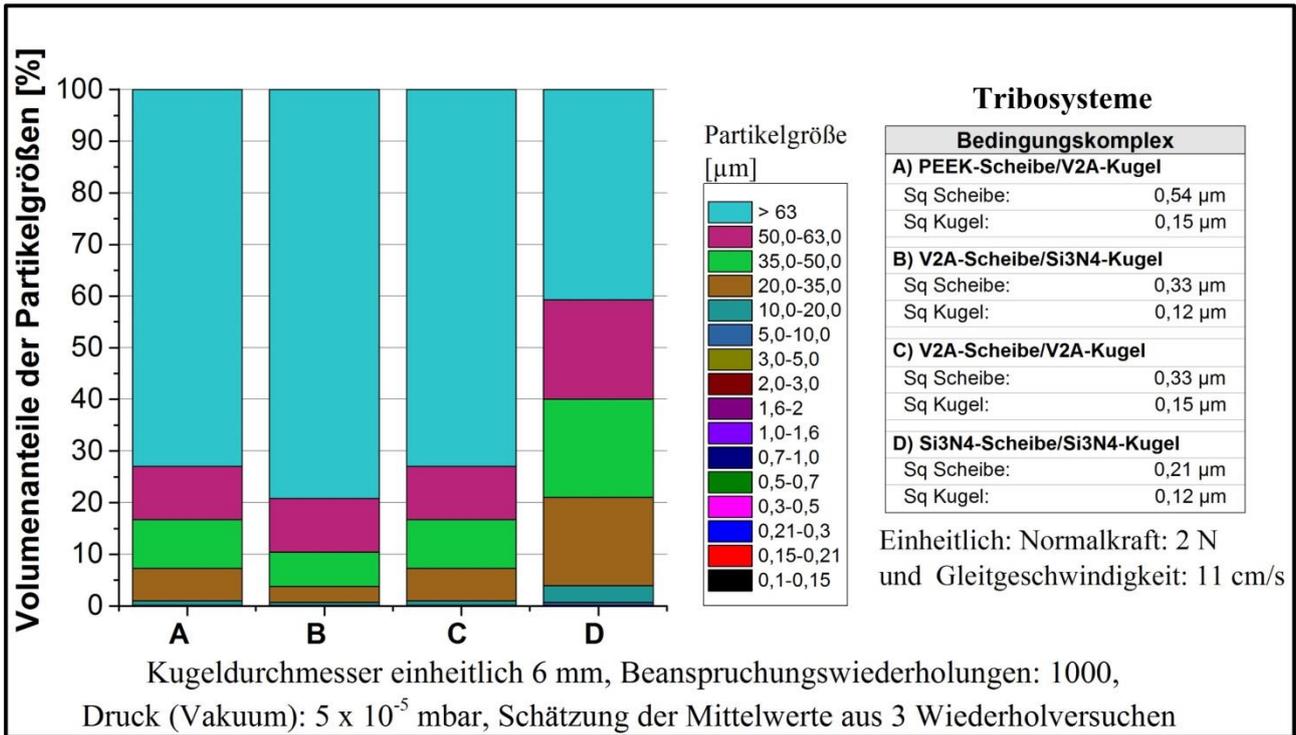


Abbildung 8.13: Verteilung der Volumenanteile freigesetzter Partikel bei Gleitreibung für vier Tribosysteme unterschiedlicher Werkstoffkombinationen (Kugel-Scheibe) bei gleicher Beanspruchung

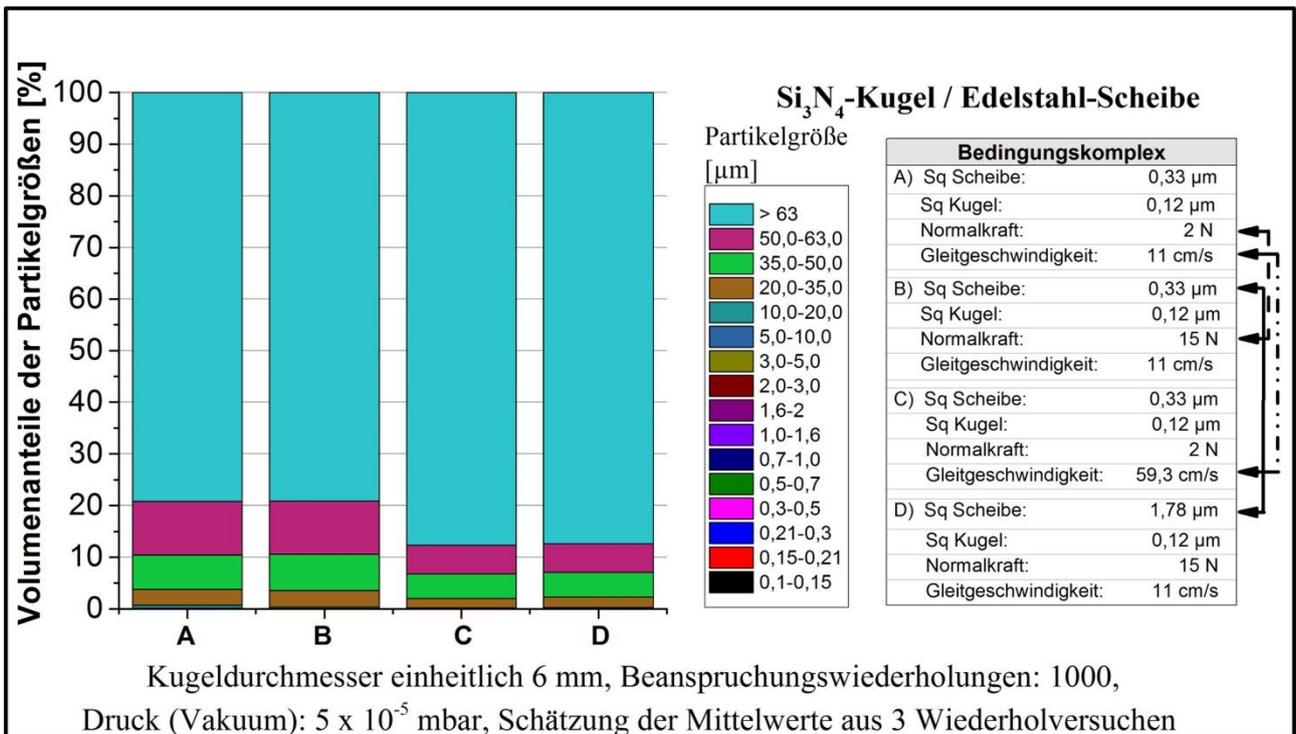


Abbildung 8.14: Verteilung der Volumenanteile freigesetzter Partikel bei Gleitreibung für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei vier Bedingungskomplexen

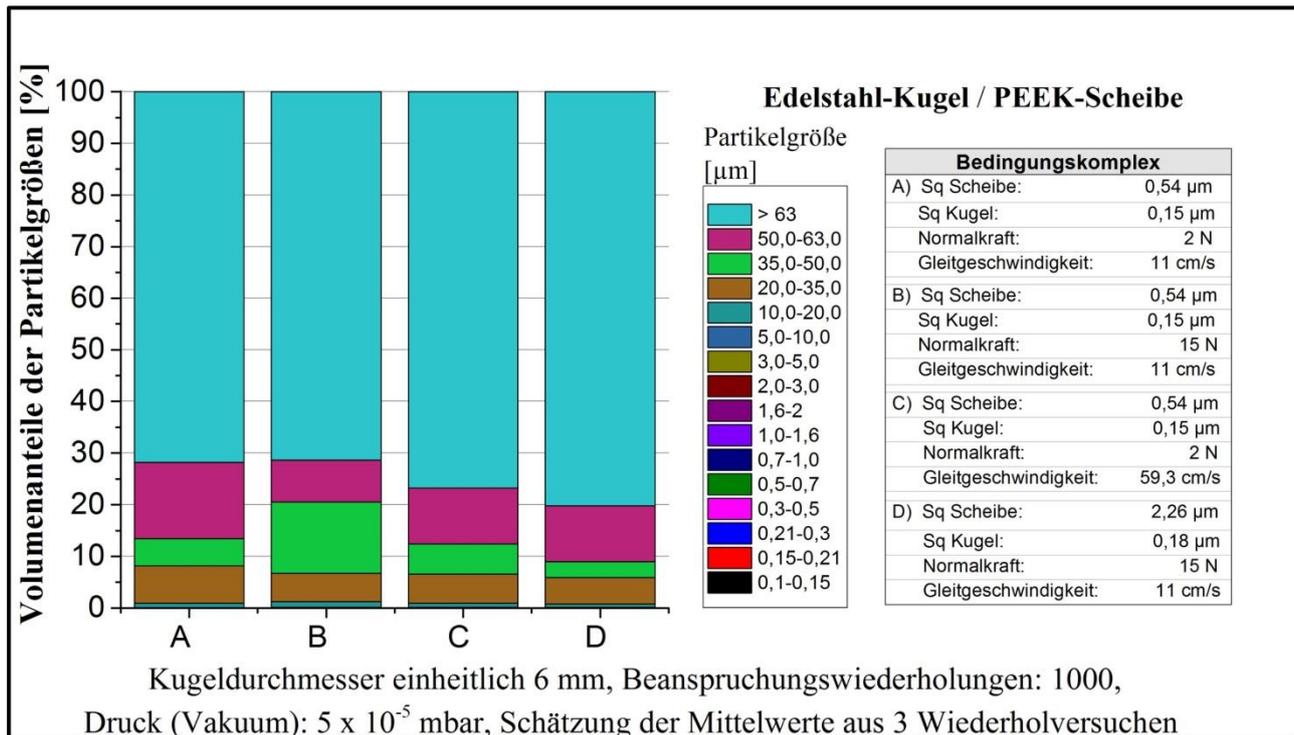


Abbildung 8.15: Verteilung der Volumenanteile freigesetzter Partikel bei Gleitreibung für das Tribosystem Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe bei vier Bedingungskomplexen

In Abbildung 8.16, und Abbildung 8.17 sind Rasterelektronenmikroskopaufnahmen mit Verschleißerscheinungsformen und abgeleiteten **Verschleißmechanismen** exemplarisch für das Tribosystems Edelstahl-Kugel/Edelstahl-Scheibe dargestellt. Die Aufnahmen sind separat für Grundkörper (Kugel) und Gegenkörper (Scheibe) mit dem Bedingungskomplex des Versuchs aufgeführt. Am Grundkörper wurde die Reibspur und am Gegenkörper die Reibstelle sowie haftende Partikel markiert. Außerdem erfolgt jeweils die Darstellung der markierten Partikel in hoher Auflösung.

Die Verschleißerscheinungsformen Schuppen, Kuppen und Materialübertrag weisen auf den Verschleißmechanismus Adhäsion hin. Deutlich zu erkennen ist die Materialverschiebung in Gleitrichtung. Ursache für Adhäsionsverschleiß ist eine tribologische Beanspruchung, aus der hohe lokale Pressungen resultieren, gefolgt vom Durchbrechen lokaler Deckschichten, der Entstehung lokaler Grenzflächenverbindungen (Kaltverschweißungen) mit höherer Festigkeit als das Basismaterial, die bei Relativbewegung im angrenzenden Volumen und nicht im ursprünglichen Grenzflächenkontakt zu Trennung/Materialverschiebung führen (Czichos *et al.* 2010).

Die starke Verschleißausprägung steht in Zusammenhang mit der großen Gesamtanzahl freigesetzter Partikel (vergleiche Abbildung 8.7).

Ausgehend von den Verschleißmechanismen können Ursachen für die Ausprägung der Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung abgeleitet werden. Beispielsweise könnten Tribosysteme aus spröden Werkstoffen zu einer starken räumlichen Ausbreitung führen, da die durch die mechanische Beanspruchung eingetragene Energie weniger in plastische Deformation, sondern in spröden Bruch gewandelt wird.

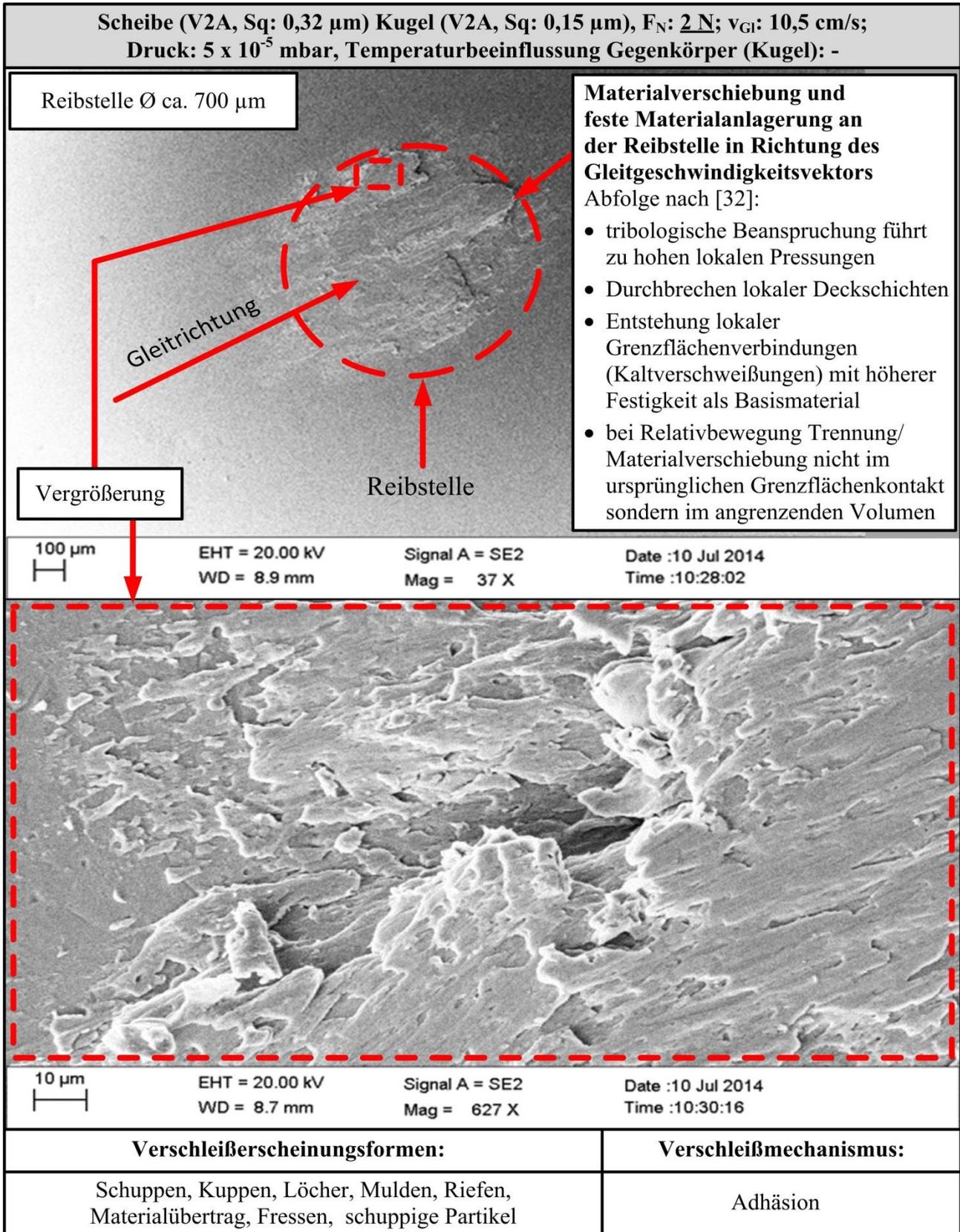


Abbildung 8.16: Rasterelektronenmikroskopaufnahmen – Reibstelle Gegenkörper des Tribosystems Edelstahl-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung

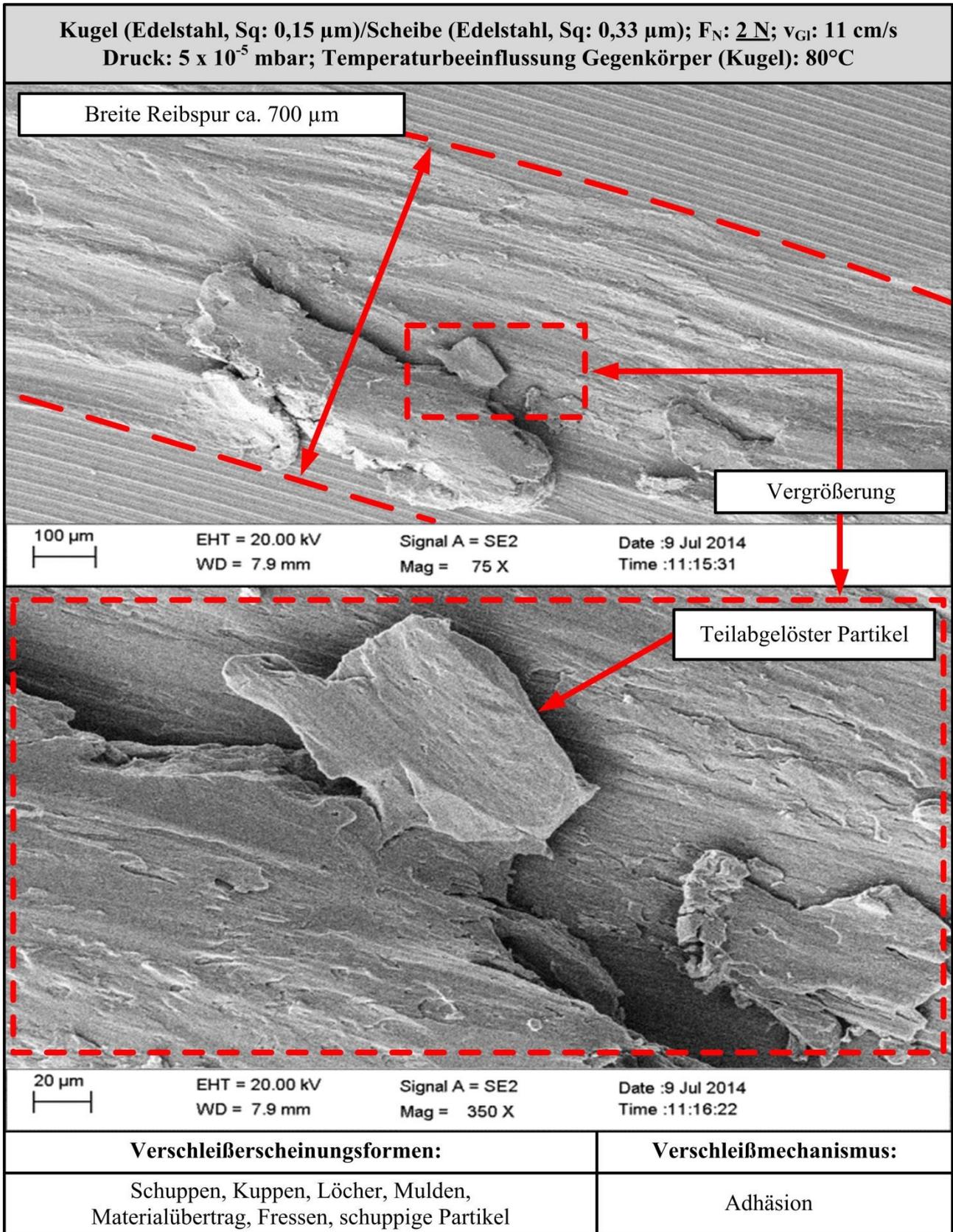


Abbildung 8.17: Rasterelektronenmikroskopaufnahmen – Reibspur Grundkörper des Tribosystems Edelstahl-Kugel/Edelstahl -Scheibe bei Gleitreibung

Abbildung 8.18 (oben) zeigt die räumliche Anordnung der acht Detektorwafer um ein Tribosystem Kugel/Scheibe bei Linkslauf mit dem linear erreichbaren Ausbreitungsbereich der Partikel (blau). Die Projektion der Reibebene auf den oberen Detektorwafer ist durch eine rote Gerade gekennzeichnet. Die **Visualisierung der Partikelausbreitung** erfolgt für das Tribosystem Edelstahl-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung ( $v_{GI}$ : 10,5 cm/s,  $F_N$ : 2 N, Druck:  $5 \cdot 10^{-5}$  mbar) gemäß Kapitel 7.5.2. in Abbildung 8.18 (unten). Die Partikelgrößen sind durch unterschiedliche große und verschiedenfarbige Kugeln gekennzeichnet. Die Ortsvektoren (nicht Trajektorien) der Partikel schaffen den Bezug zur Reibstelle im Zentrum der Anordnung. An diesem Beispiel wird die starke räumliche Ausbreitung der Partikel aus einem beanspruchten Tribosystem im Hochvakuum deutlich. Trotz der nach unten wirkenden Gleitgeschwindigkeit (Linkslauf) breiten sich die freigesetzten Partikel entgegen der Schwerkraft aus und gelangen zum oberen Detektorwafer. Auffällig ist die hohe Partikeldichte im Bereich der Reibebene. Demgegenüber ist die Partikeldichte im Ausbreitungsschatten deutlich geringer. Mit diesem Versuch wurde bei dreifacher Wiederholung exemplarisch die räumliche Partikelausbreitung aus beanspruchten Tribosystemen im Hochvakuum nachgewiesen. In den folgenden Untersuchungen erfolgt die Auswertung der Ergebnisse unter Berücksichtigung der räumlichen Partikelausbreitung.

Aus den Raumkoordinaten der Partikel und der Zuordnung der einzelnen Detektorwafer können die Zielgrößen zur Partikelausbreitung effektiv bestimmt werden.

In der Abbildung 8.19 sind für 4 verschiedene Tribosysteme (Werkstoffpaarungen) die **Partikelanzahlen für die 8 Positionen der Detektorwafer** im Vakuumtribometer (siehe Abbildung 5.9) partikelgrößenunabhängig dargestellt. Zur gemeinsamen Darstellung der stark unterschiedlichen Partikelanzahlen wurde eine logarithmische Skaleneinteilung gewählt. Für die Tribosysteme Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe und Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe entspricht die Partikelanzahl im Ausbreitungsschatten (Waferpositionen: vorne links und hinten links) dem Grundrauschen. Somit gelangen keine Partikel vom Tribosystem in den Ausbreitungsschatten. Für das Tribosystem Edelstahl-Kugel/Edelstahl-Scheibe ist die Anzahl der Partikel im Ausbreitungsschatten gering aber deutlich größer als das Grundrauschen. Beim Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Siliziumnitrid-Scheibe ist die Partikelanzahl im Ausbreitungsschatten deutlich höher. Damit vom Tribosystem freigesetzte Partikel in den Ausbreitungsschatten gelangen, müssen diese von ihrer Flugbahn abgelenkt worden sein. Die Ablenkung ist prinzipiell möglich durch elektrische Feldwirkungen geladener Partikel, Abpralleffekten an festen Körpern im Rezipienten, Wechselwirkungen mit Restgasteilchen und Interaktionen der Partikel untereinander im Partikelstrom.

In der Abbildung 8.20 ist die **relative Partikeldichte** für dieselben 4 Tribosysteme (Werkstoffpaarungen) unter Berücksichtigung des quadratischen Abstandes des jeweiligen Detektorwafers zur Reibstelle dargestellt. An den Detektorwafern „hinten rechts“ und „vorn rechts“ treten tendenziell die höchsten relativen Partikeldichten auf. Das ist ein Indiz dafür, dass schräg nach oben freigesetzte Partikel ihre Scheitelpunkte vor Erreichen des Detektorwafers „oben“ erreichen und dann auf die vor der Reibebene gelegenen Detektorwafer gelangen.

Aus der vergleichsweise geringe relative Dichte an der Waferposition „oben“ lässt sich schließen, dass die schwerkraftbedingten Scheitelpunkte der Partikelbahnkurven teilweise unterhalb des oberen Detektorwafers liegen.

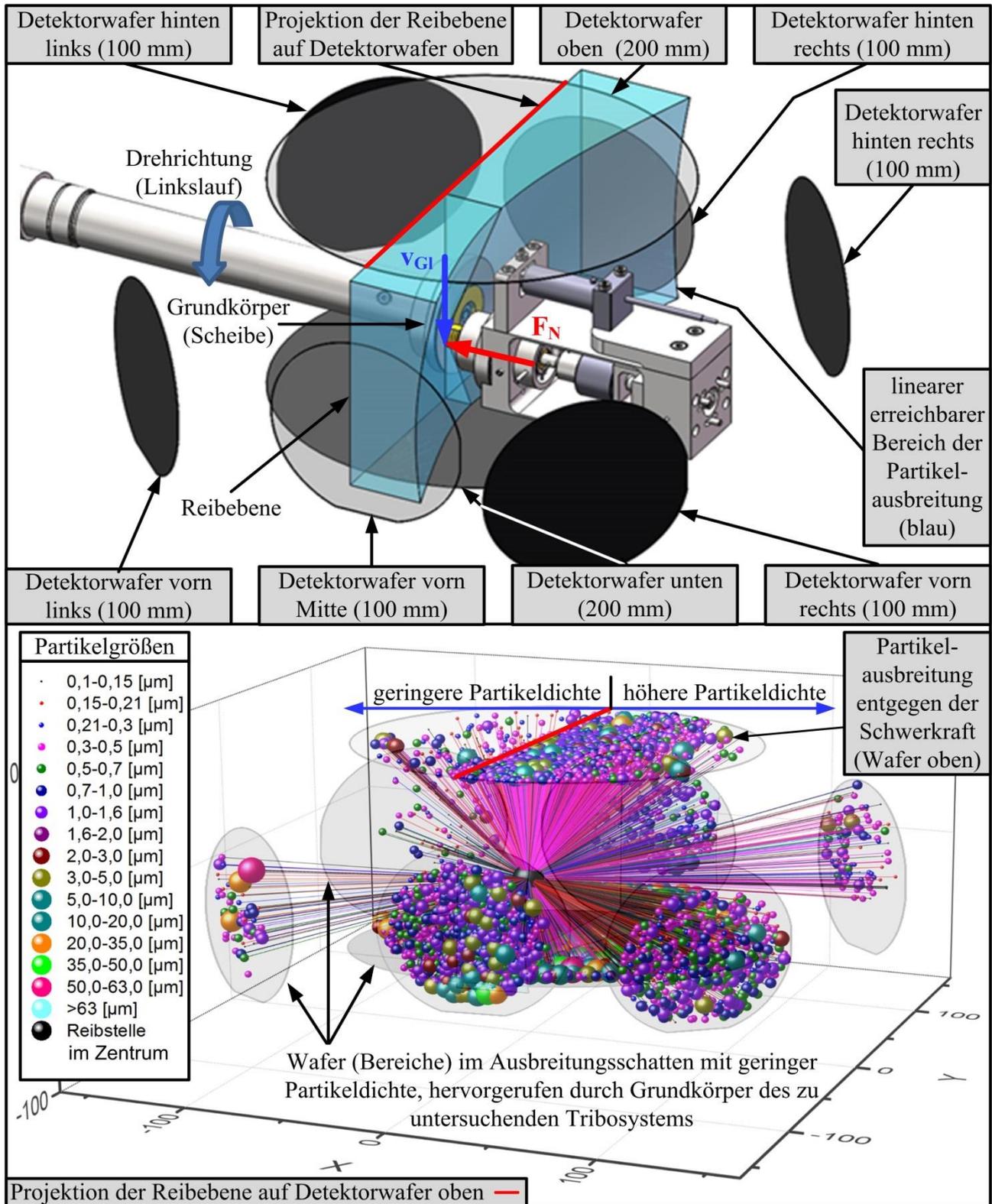


Abbildung 8.18: Visualisierung der räumlichen Partikel-ausbreitung mit Bezug zur Anordnung der acht Detektorwafer, Ortsvektoren (nicht Flugbahnen) ausgehend von Reibstelle im Zentrum, Tribosystem: Edelstahl-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung

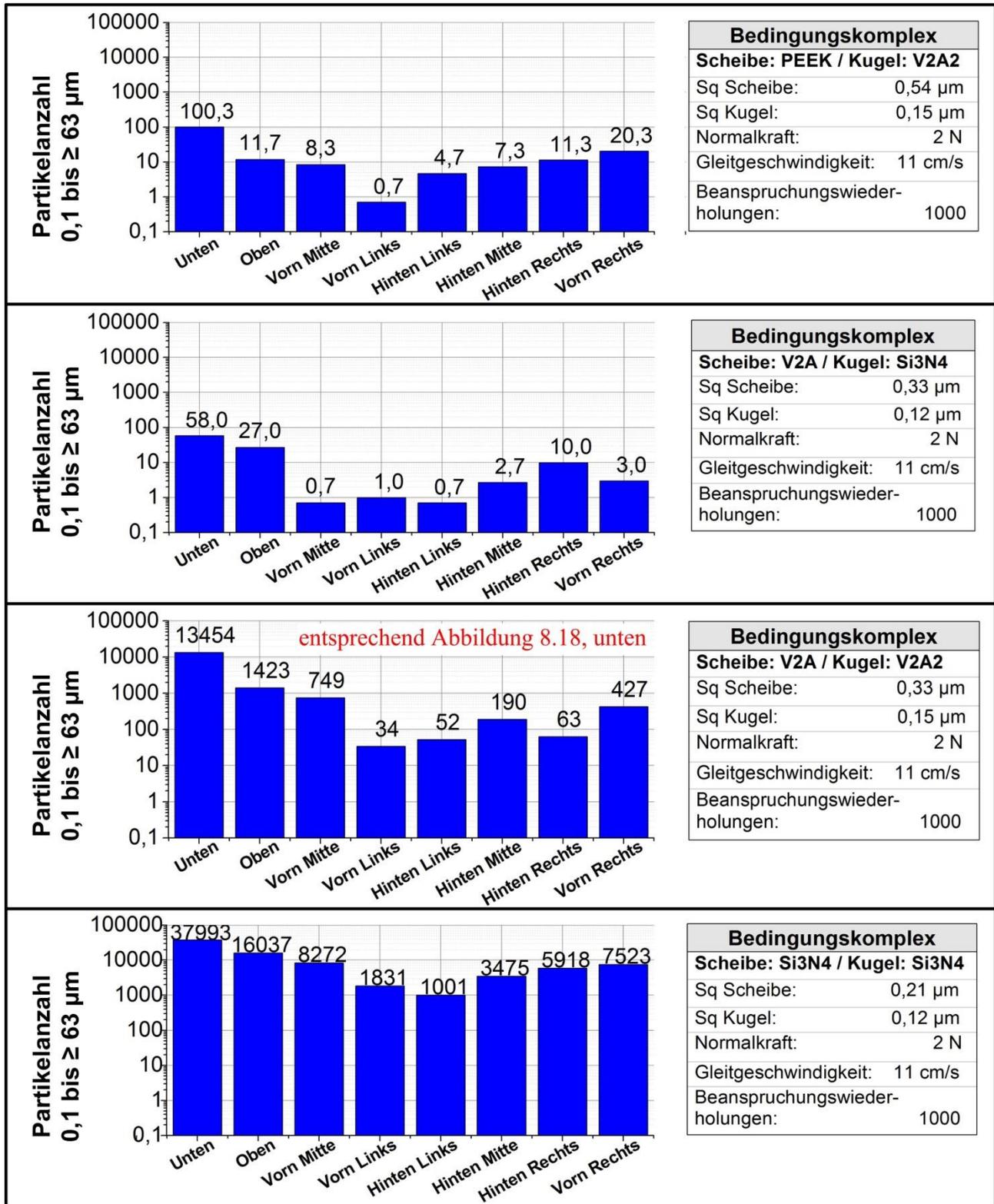


Abbildung 8.19: Räumliche Verteilung der Partikel (Anzahl) bei Gleitreibung mit Bezug zu den Positionen der acht Detektorwafer für vier Tribosysteme (verschiedene Werkstoffkombinationen) bei gleicher Beanspruchung

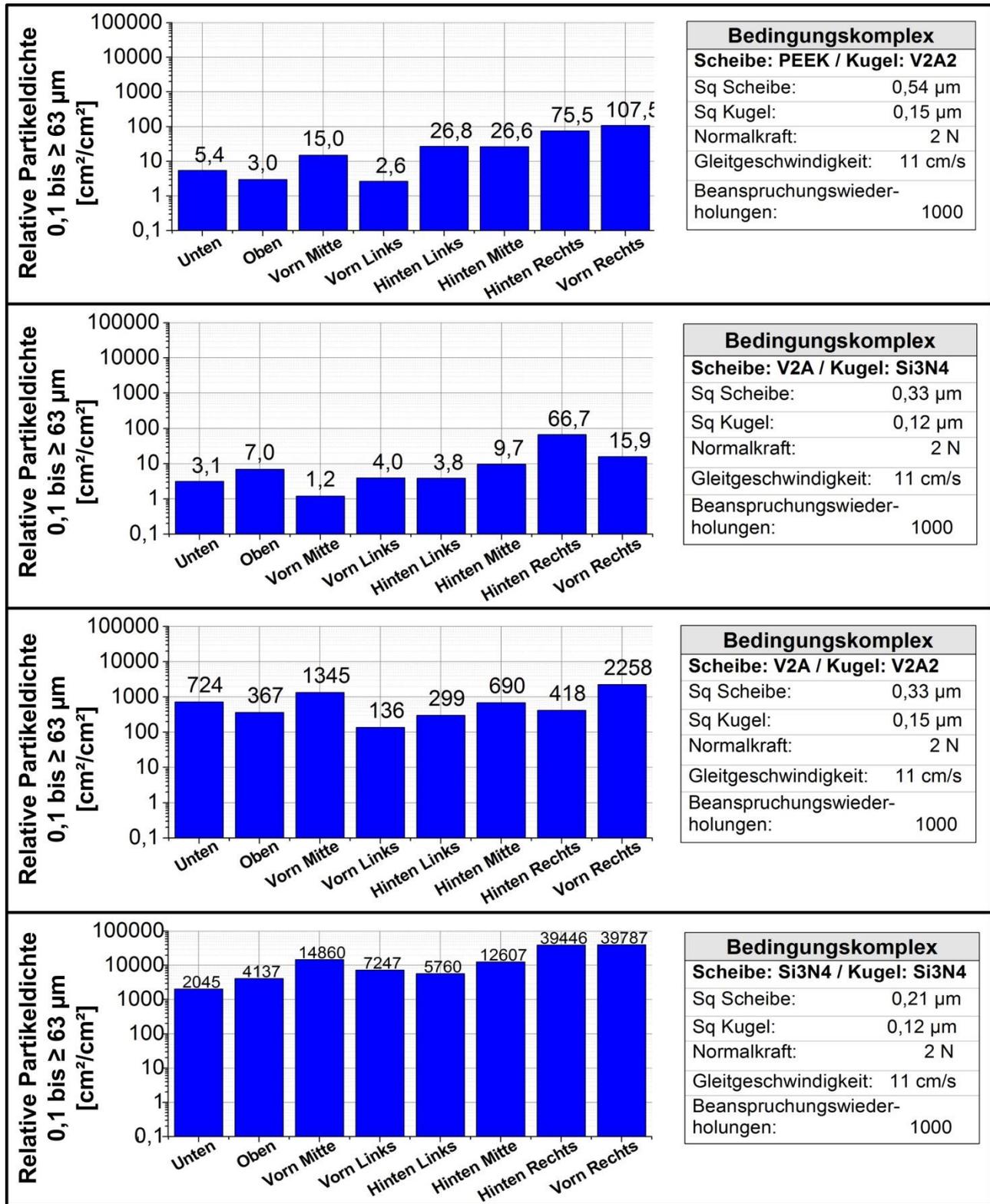


Abbildung 8.20: Räumliche Verteilung der relativen Partikeldichte (quadratischer Abstand/Flächendichte) bei Gleitreibung mit Bezug zu den Positionen der acht Detektorwafer für vier Tribosysteme bei gleicher Beanspruchung

Die relative Partikeldichte kompensiert unterschiedlich große Flächen der Detektorwafer und Abstände zum Tribosystem.

Eine partikelgrößenunabhängige **Ausbreitungskennzahl** als Mittelwert ist nicht repräsentativ. Für die Werkstoffpaarungen Edelstahl-Kugel/Edelstahl-Scheibe und Siliziumnitrid-Kugel/ Siliziumnitrid-Scheibe wurden deshalb die Ausbreitungskennzahlen in Abhängigkeit von Partikelgrößenbereichen dargestellt (Abbildung 8.21). Aus den Kurvenverläufen ist abzuleiten, dass Partikel werkstoffspezifisch und größenabhängig mit unterschiedlicher Geschwindigkeit freigesetzt werden. Hauptursache für die deutlich höhere Freisetzungsgeschwindigkeit von Siliziumnitrid-Partikeln ist die impulsartige Energiefreisetzung beim Abbruch dieses spröderen Materials.

Charakteristisch ist in beiden Kurvenverläufen die Partikelgröße 1,6  $\mu\text{m}$ . Ab dieser Partikelgröße ändert sich der Kurvenverlauf für beide Tribosysteme.

Die mehrfaktoriellen Untersuchungen in Kapitel 8.4.2 bezüglich der Ausbreitungskennzahl benötigen je Versuchswiederholung einen Zahlenwert. Als Zahlenwerte wurden die Mittelwerte für die Größenklassen 0,1 bis 63  $\mu\text{m}$  (Messbereich) und unter Berücksichtigung der charakteristischen Partikelgröße von 1,6  $\mu\text{m}$  für die Größenklassen 0,1 bis 1,6  $\mu\text{m}$  sowie 1,6 bis 63  $\mu\text{m}$  gebildet. Dementsprechend werden drei größenklassenbezogene Modellgleichungen für die Ausbreitungskennzahl ermittelt. Dasselbe Aufteilungsprinzip wird auch für die Zielgröße Partikelanzahl angewendet.

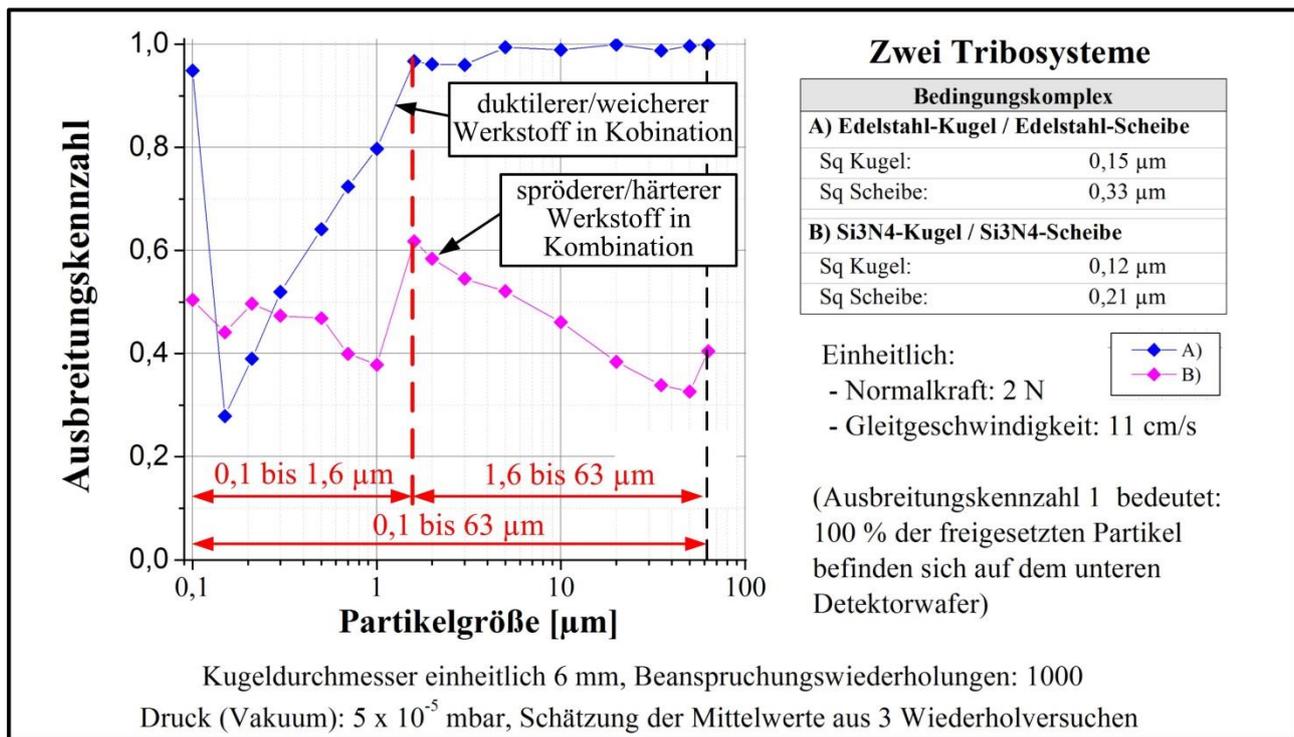


Abbildung 8.21: Ausbreitungskennzahl bei Gleitreibung für zwei Tribosysteme unterschiedlicher Werkstoffkombinationen (Kugel-Scheibe) bei gleicher Beanspruchung

Die Versuchsergebnisse der Voruntersuchungen zeigen die deutliche Wirkung der Werkstoffkombinationen und der unterschiedlichen Faktorstufenniveaus von Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit sowie Rauigkeit auf die ausgewählten Zielgrößen. Die orientierenden Versuche bestätigen die Eignung der räumlichen Partikelerfassung mit Detektorwafern und der ausgewählten Zielgrößen. Damit rechtfertigt sich der Aufwand für detaillierte Untersuchungen bei Einbeziehung weiterer Einflussgrößen und weiterer in Kapitel 7.5 definierten Zielgrößen.

### 8.4.2 Zweistufige orthogonale Versuchspläne

Die Durchführung der Versuch erfolgte in Reihenfolge gemäß Abbildung 8.4. Die Reihenfolge der Versuchsdurchführung war dadurch bestimmt, den Versuchsaufwand für erste Aussagen gering zu halten und mit Erkenntniszuwachs und Komplettierung des Versuchsstands erweiterte Untersuchungen durchzuführen. So wurden zunächst überschaubare Untersuchungen mit zwei Faktoren durchgeführt, mit dem Erkenntnisgewinn erfolgten Untersuchungen mit drei Faktoren und nach Fertigstellung der Einrichtung zur Fremderwärmung des Gegenkörpers wurde auf Untersuchungen mit vier Faktoren übergegangen.

Die konkreten Versuchspläne gehen aus den Abbildungen 8.22, 8.25, 8.29 und 8.33 hervor (jeweils unten). **Für jeden Versuch wurden die funktionalen Zusammenhänge (Modellgleichungen) zwischen Einflussgrößen und Zielgrößen ermittelt.** Dafür wurden nach Realisierung eines jeweiligen Versuchsplans mit dreifacher Wiederholung zunächst statistische Tests durchgeführt und dann die Modellgleichungen bestimmt. Zur Anwendung kommen:

- Cochran-Tests auf Normalverteilung der Zielgrößen
- Signifikanztest bezüglich der Faktoren und Wechselwirkungen
- Adäquatheitstest für die Modellgleichungen

Außerdem werden das Bestimmtheitsmaß der Modellgleichung und der geschätzte Modellfehler angegeben. Entsprechend der Versuchsreihenfolge sind die Zielgrößenmittelwerte, dazu die Schätzwerte der Modellgleichung und die Modellfehler grafisch dargestellt. Diese komplette Darstellung ist beispielhaft für die Zielgröße Gesamtpartikelanzahl für alle vier Versuchspläne aufgeführt (ausführliches Rechenbeispiel siehe Anhang, Abbildungen 13.6, 13.7, 13.8, 13.9 und 13.10). In den Abbildungen 8.23, 8.24, 8.28 und 8.32 sind die Modellgleichungen mit den signifikanten Faktoren und Wechselwirkungen für alle erfassten Zielgrößen des jeweiligen Versuchsplans übersichtlich zusammengefasst. Die normierte Darstellung bezüglich der Faktoren ermöglicht den direkten Vergleich zwischen den Modellgleichungen. Die Modellgleichungen, bei denen ausschließlich das absolute Glied  $a_0$  erscheint, drücken den Mittelwert über alle Versuche aus. Für Zielgrößen, die keine Normalverteilung aufweisen, entfallen die Modellgleichungen.

#### Versuchsplan – 2 Faktoren (Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit)

Die Ergebnisse für das Tribosystem Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe sind in Abbildung 8.23 und detailliert für die Gesamtpartikelanzahl in Abbildung 8.22 dargestellt.

Für die Zielgröße **Gesamtanzahl der Partikel** ist das Datenmaterial normalverteilt. Neben dem Absolutglied  $a_0$  (Konstante) ist nur die Wechselwirkung zwischen den beiden Faktoren Normalkraft und Gleitgeschwindigkeit statistisch gesichert. Das Modell mit dieser Wechselwirkung kann den Zusammenhang zu den Messwerten sehr gut (Bestimmtheitsmaß: 97 %) beschreiben, entsprechend klein ist der Modellfehler. Gegenüber der Modellkonstanten  $a_0$  von 267 Partikeln kann die Wechselwirkung aus beiden Faktoren mit einem Modellkoeffizienten  $a_3$  von 97 eine Veränderung der Partikelanzahl von bis zu 36 % ( $97,1/266,9$ ) bewirken.

Die Modellkonstante der **Ausbreitungskennzahl** besagt, dass sich 64,8 % der detektierten Partikel auf dem unteren Wafer befinden, d. h unabhängig von der Variierung der Faktoren Normalkraft und Gleitgeschwindigkeit sind. Dies ist eine Erkenntnis mit Neuheitscharakter und in weiteren Versuchen zu erhärten.

Für weitere Zielgrößen ließen sich gesicherte Modelle ermitteln. Für die Zielgrößen **Reibungskraft** und **Reibspurbreite** geht erwartungsgemäß insbesondere die Normalkraft ein, die Gleitgeschwindigkeit hat einen geringeren Einfluss, ist aber ebenfalls statistisch gesichert.

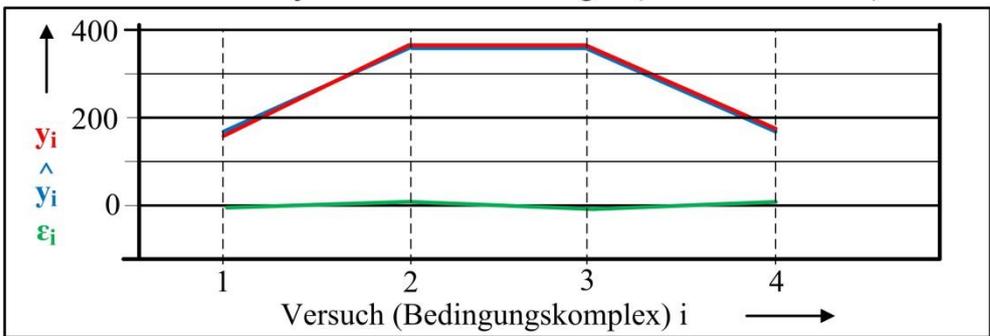
<b>Zielgröße <math>y_1</math>: Partikelanzahl 0,1 bis <math>&gt; 63 \mu\text{m}</math></b>								
<b>stat. gesicherte Modellgleichung</b>	$y_1 = 266,9 + 0x_1 + 0x_2 - 97,1x_1x_2$							
<b>COCHRAN Test</b>	Prüfung der Zielgrößenmesswerte auf Normalverteilung, Bedingung erfüllt, wenn $c_b < c_{\text{tab}}(t_1; t_2; \alpha)$							
	$c_{\text{tab}}$ : 0,9055 $c_b$ : 0,473      erfüllt: ja							
<b>Signifikanz Einflussgrößen</b>	Signifikanztests von Regressionsfaktoren bzw. Einflussgrößen/Wechselwirkungen mittels Student-Test signifikant, wenn $t_b \geq t_{\text{tab}}(\alpha; N) = t_{\text{tab}}(10\%; 4)$ ; $t_{\text{tab}} = 2,132$							
	erfüllt: <table border="1" style="display: inline-table; border-collapse: collapse;"><tr><td style="text-align: center;"><math>t_{b0}</math></td><td style="text-align: center;"><math>t_{b1}</math></td><td style="text-align: center;"><math>t_{b2}</math></td><td style="text-align: center;"><math>t_{b3}</math></td></tr><tr><td style="text-align: center;"><b>6,787 (ja)</b></td><td style="text-align: center;">0,095</td><td style="text-align: center;">0,036</td><td style="text-align: center;"><b>2,469 (ja)</b></td></tr></table>	$t_{b0}$	$t_{b1}$	$t_{b2}$	$t_{b3}$	<b>6,787 (ja)</b>	0,095	0,036
$t_{b0}$	$t_{b1}$	$t_{b2}$	$t_{b3}$					
<b>6,787 (ja)</b>	0,095	0,036	<b>2,469 (ja)</b>					
<b>Adäquatheitstest</b>	Adäquatheitstest für die Modellgleichung mittels Fisher-Testgröße Bedingung erfüllt, wenn $T_b < T_{\text{tab}}(\alpha = 5\%; f_1 = q - 1; f_2 = N)$							
	$T_{\text{tab}}$ : 2,78 $T_b$ : 0,036      Erfüllt: ja							
<b>Bestimmtheitsmaß Modellgleichung</b>	$B = 99,7\%$							
<b>geschätzter Modellfehler</b>	gemessene Zielgrößenmittelwerte $y_i$ aus je drei Wiederholversuchen mit Hilfe des Modell geschätzte Zielgrößenwerte $\hat{y}_i$ Modellfehler $\epsilon_i = y_i - \hat{y}_i$ für $n = 4$ Versuche und jeweils 3 Wiederholungen (12 Einzelversuche)							
								
<b>Versuch i</b>	<b><math>x_1</math> - Normalkraft <math>F_N</math></b>	<b><math>x_2</math> - Gleitgeschwindigkeit <math>v_{GI}</math></b>						
1	-1	-1						
2	+1	-1						
3	-1	+1						
4	+1	+1						
	Niveau -1 = 2 N Niveau +1 = 15 N	Niveau -1 = 11 cm/s Niveau +1 = 59,3 cm/s						
<b>konstante Einflussgrößen</b>	Druck: $5 \times 10^{-5}$ mbar	Anfangsrauheit Scheibe Sq: 0,54 $\mu\text{m}$	Anfangsrauheit Kugel Sq: 0,15 $\mu\text{m}$					
	Beanspruchungswiederholungen: 1000		Temperatur Fremderwärmung: -					

Abbildung 8.22: Modellermittlung für Zielgröße Gesamtanzahl der Partikel 0,1 bis  $\geq 63 \mu\text{m}$  (Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit), Tribosystem Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe

Zielgröße	Modellgleichungen für normierte Einflussgrößen				
		$y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_1x_2$			
		$a_0$	$a_1$	$a_2$	$a_3$
Gesamtanzahl Partikel 0,1 bis $\geq 63 \mu\text{m}$	$y_1$	266,9	–	–	-97,1
Gesamtanzahl Partikel 0,1 bis 1,6 $\mu\text{m}$	$y_2$	225,9	–	–	-85,4
Gesamtanzahl Partikel 1,6 bis $\geq 63 \mu\text{m}$	$y_3$	41	–	–	–
Ausbreitungskennzahl 0,1 bis $\geq 63 \mu\text{m}$	$y_4$	0,648	–	–	–
Ausbreitungskennzahl 0,1 bis 1,6 $\mu\text{m}$	$y_5$	–	–	–	–
Ausbreitungskennzahl 1,6 bis $\geq 63 \mu\text{m}$	$y_6$	0,788	–	0,114	–
Volumen detektierter Partikel [mm <sup>3</sup> ]	$y_7$	0,00144	–	–	–
Verschleißvolumen Grundkörper [mm <sup>3</sup> ]	$y_8$	–	–	–	–
Differenz Sq (nach - vor Versuch)	$y_9$	-0,073	–	-0,259	–
Reibungszahl $\mu_{G1}$	$y_{10}$	0,089	-0,018	–	-0,013
Reibungskraft $F_R$	$y_{11}$	0,642	0,432	-0,148	-0,162
Breite Reibspur	$y_{12}$	0,313	0,073	0,019	-0,016
Quotient: Kontaktbreite vor Vers. / Breite Reibspur	$y_{13}$	1,113	-0,126	0,089	-0,083
$x_1$ : Normalkraft		Niveau -1 = 2 N		Niveau +1 = 15 N	
$x_2$ : Gleitgeschwindigkeit		Niveau -1 = 11 cm/s		Niveau +1 = 59,3 cm/s	
„–“ statistisch nicht gesicherte Zielgrößenmesswerte					

Abbildung 8.23: Modellgleichungen für unterschiedliche Zielgrößen ermittelt aus vollständigem, orthogonalem Versuchsplan, Tribosystem Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe

### Versuchsplan – 2 Faktoren (Normalkraft, Anfangsrauheit)

Die Ergebnisse der Modellbildung für das Tribosystem Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe sind als reale Zielgrößen in Abbildung 8.24 und detailliert für die Gesamtpartikelanzahl in Abbildung 8.25 dargestellt. Der Versuchsplan entspricht dem Versuchsplan 2.1). Die Normalkraft ist wieder enthalten. Anstelle der Gleitgeschwindigkeit ist jedoch die Anfangsrauheit  $S_q$  als zweiter Faktor einbezogen. Die beiden Versuchspläne (Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit) und (Normalkraft; Anfangsrauheit) führen zu Modellen, deren Modellkonstanten von 266,9 und 249,8 nah beieinander liegen. Damit bestätigt sich die Feststellung aus den orientierenden Versuchen, dass die Freisetzung hauptsächlich von den Werkstoffen des Tribosystems bestimmt ist. Bezüglich der **Gesamtanzahl der Partikel** zeigt sich, dass die Normalkraft einen Einfluss von bis zu 36 % ( $90,7/249,8$ ) hat. Die Ursache hierfür ist eine Erhöhung der Anzahl von Mikrokontakten bei steigender Normalkraft (Czichos *et al.* 2010), die zu mehr Verschleiß (mehr Partikeln) führen. Die Anfangsrauheit von dem gegenüber Edelstahl weicheren PEEK hat dagegen keinen nachweisbaren Einfluss auf die Partikelanzahl.

Der Grundkörper wird schnell eingeschliffen, sodass Unterschiede seiner Anfangsrauigkeit nicht wirksam werden. Beim Versuchsplan ohne Variation der Anfangsrauigkeit (Abbildung 8.23) zeigt die negative Modellkonstante der Rauheitsänderung eine Abnahme der Rauigkeit durch die Beanspruchung. In Abbildung 8.26 ist erkennbar, dass eine Glättung erfolgt. Die **Ausbreitungskennzahl** ist analog zur Untersuchung (Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit) unabhängig von der Variation von Normalkraft und Anfangsrauheit.

In Abbildung 8.16 (Kugel), und Abbildung 8.17 (Scheibe) sind Rasterelektronenmikroskopaufnahmen mit Verschleißerscheinungsformen und abgeleiteten **Verschleißmechanismen** für das Tribosystems Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe dargestellt. Die Verschleißerscheinungsformen schuppige, lose anhaftende PEEK-Partikel an der Edelmetallkugel weisen auf den Verschleißmechanismus Abrasion hin. Ursache für Abrasionsverschleiß ist die deutlich höhere Härte der Edelmetallkugel gegenüber der PEEK-Scheibe. Unterschiede der Verschleißerscheinungsformen durch Variation der mechanischen Beanspruchung konnten nicht festgestellt werden. Damit kann die mit ca. 36 % vergleichsweise geringe Beeinflussung der Anzahl freigesetzter Partikel ( $y_1$  in Abbildung 8.24) durch die mechanische Beanspruchung erklärt werden.

Zielgröße	Modellgleichungen für normierte Einflussgrößen				
		$a_0$	$a_1$	$a_2$	$a_3$
Partikelanzahl 0,1 bis $\geq 63 \mu\text{m}$	$y_1$	249,8	90,7	–	–
Partikelanzahl 0,1 bis $1,6 \mu\text{m}$	$y_2$	210,7	79,5	–	–
Partikelanzahl $1,6 \text{ bis } \geq 63 \mu\text{m}$	$y_3$	39,3	–	–	–
Ausbreitungskennzahl 0,1 bis $\geq 63 \mu\text{m}$	$y_4$	0,634	–	–	–
Ausbreitungskennzahl 0,1 bis $1,6 \mu\text{m}$	$y_5$	–	–	–	–
Ausbreitungskennzahl $1,6 \text{ bis } \geq 63 \mu\text{m}$	$y_6$	0,68	–	–	–
Volumen detektierter Partikel [ $\text{mm}^3$ ]	$y_7$	1,2	–	–	–
Verschleißvolumen Grundkörper [ $\text{mm}^3$ ]	$y_8$	–	–	–	–
Quotient SQ (vor/nach Versuch)	$y_9$	–	–	–	–
Differenz Sq (nach - vor Versuch)	$y_{10}$	–	–	–	–
Reibungszahl $\mu_{GI}$	$y_{11}$	0,135	–	0,04	–
Reibungskraft $F_N$	$y_{12}$	1,142	0,867	0,352	-0,273
Quotient: Kontaktbreite vor Vers. / Breite Reibspur	$y_{13}$	0,96	–	–	–
Breite Reibspur	$y_{14}$	3,511	–	–	–
$x_1$ : Normalkraft	Niveau -1 = 2 N		Niveau +1 = 15 N		
$x_2$ : Quadratischer Mittenrauwert	Niveau -1: Scheibe = 0,54 $\mu\text{m}$ Kugel = 0,15 $\mu\text{m}$		Niveau +1: Scheibe = 2,26 $\mu\text{m}$ Kugel = 0,18 $\mu\text{m}$		
„–“ statistisch nicht gesicherte Zielgrößenmesswerte					

Abbildung 8.24: Modellgleichungen für unterschiedliche Zielgrößen ermittelt aus vollständigem, orthogonalem Versuchsplan, Tribosystem Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe

<b>Zielgröße <math>y_1</math>: Partikelanzahl 0,1 bis <math>&gt; 63 \mu\text{m}</math></b>										
<b>stat. gesicherte Modellgleichung</b>	$y_1 = 249,8 + 90,7x_1 + 0x_2 + 0x_1x_2$									
<b>COCHAN Test</b>	Prüfung der Zielgrößenmesswerte auf Normalverteilung, Bedingung erfüllt, wenn $c_b < c_{tab} (t_1; t_2; \alpha=5\%)$									
	$c_{tab}$ : 0,9055 $c_{be}$ : 0,485      erfüllt: ja									
<b>Signifikanz Einflussgrößen</b>	Signifikanztests von Regressionsfaktoren bzw. Einflussgrößen-/Wechselwirkungen mittels Student-Test signifikant, wenn $t_b \geq t_{tab} (\alpha; N) = t_{tab} (10\%; 4)$ ; $t_{tab} = 2,132$									
	<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 25%;"></td> <td style="width: 25%; text-align: center;"><math>t_{b0}</math></td> <td style="width: 25%; text-align: center;"><math>t_{b1}</math></td> <td style="width: 25%; text-align: center;"><math>t_{b2}</math></td> <td style="width: 25%; text-align: center;"><math>t_{b3}</math></td> </tr> <tr> <td>Erfüllt:</td> <td style="text-align: center;"><b>7,473 (ja)</b></td> <td style="text-align: center;"><b>2,712 (ja)</b></td> <td style="text-align: center;">0,469</td> <td style="text-align: center;">0,304</td> </tr> </table>		$t_{b0}$	$t_{b1}$	$t_{b2}$	$t_{b3}$	Erfüllt:	<b>7,473 (ja)</b>	<b>2,712 (ja)</b>	0,469
	$t_{b0}$	$t_{b1}$	$t_{b2}$	$t_{b3}$						
Erfüllt:	<b>7,473 (ja)</b>	<b>2,712 (ja)</b>	0,469	0,304						
<b>Adäquatheitstest</b>	Adäquatheitstest für die Modellgleichung mittels Fisher-Testgröße Bedingung erfüllt, wenn $T_b < T_{tab} (\alpha=10\%; f_1=q-1; f_2=N)$									
	$T_{tab}$ : 2,132 $T_{be}$ 0,349      Erfüllt: ja									
<b>Bestimmtheitsmaß Modellgleichung</b>	B = 93,9 %									
<b>geschätzter Modellfehler</b>	gemessene Zielgrößenmittelwerte $y_i$ aus je drei Wiederholversuchen mit Hilfe des Modell geschätzte Zielgrößenwerte $\hat{y}_i$ Modellfehler $\epsilon_i = y_i - \hat{y}_i$ für n = 4 Versuche und jeweils 3 Wiederholungen (12 Einzelversuche)									
<b>Versuch i</b>	<b><math>x_1</math> - Normalkraft <math>F_N</math></b>	<b><math>x_2</math> - Rauheit Grundkörper <math>S_q</math></b>								
<b>1</b>	-1	-1								
<b>2</b>	+1	-1								
<b>3</b>	-1	+1								
<b>4</b>	+1	+1								
	Niveau -1 = 2 N	Niveau -1 = Scheibe 0,54 $\mu\text{m}$ / Kugel 0,15 $\mu\text{m}$								
	Niveau +1 = 15 N	Niveau +1 = Scheibe 2,26 $\mu\text{m}$ / Kugel 0,18 $\mu\text{m}$								
<b>konstante Einflussgrößen</b>	Druck: $5 \times 10^{-5}$ mbar	Gleitgeschwindigkeit $v_{GL}$ : 11 cm/s								
	Beanspruchungswiederholungen: 1000	Temperatur Fremderwärmung: -								

Abbildung 8.25: Modellermittlung für Zielgröße – Gesamtanzahl Partikel 0,1 bis  $\geq 63 \mu\text{m}$  (Normalkraft, Anfangsrauheit), Tribosystem Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe

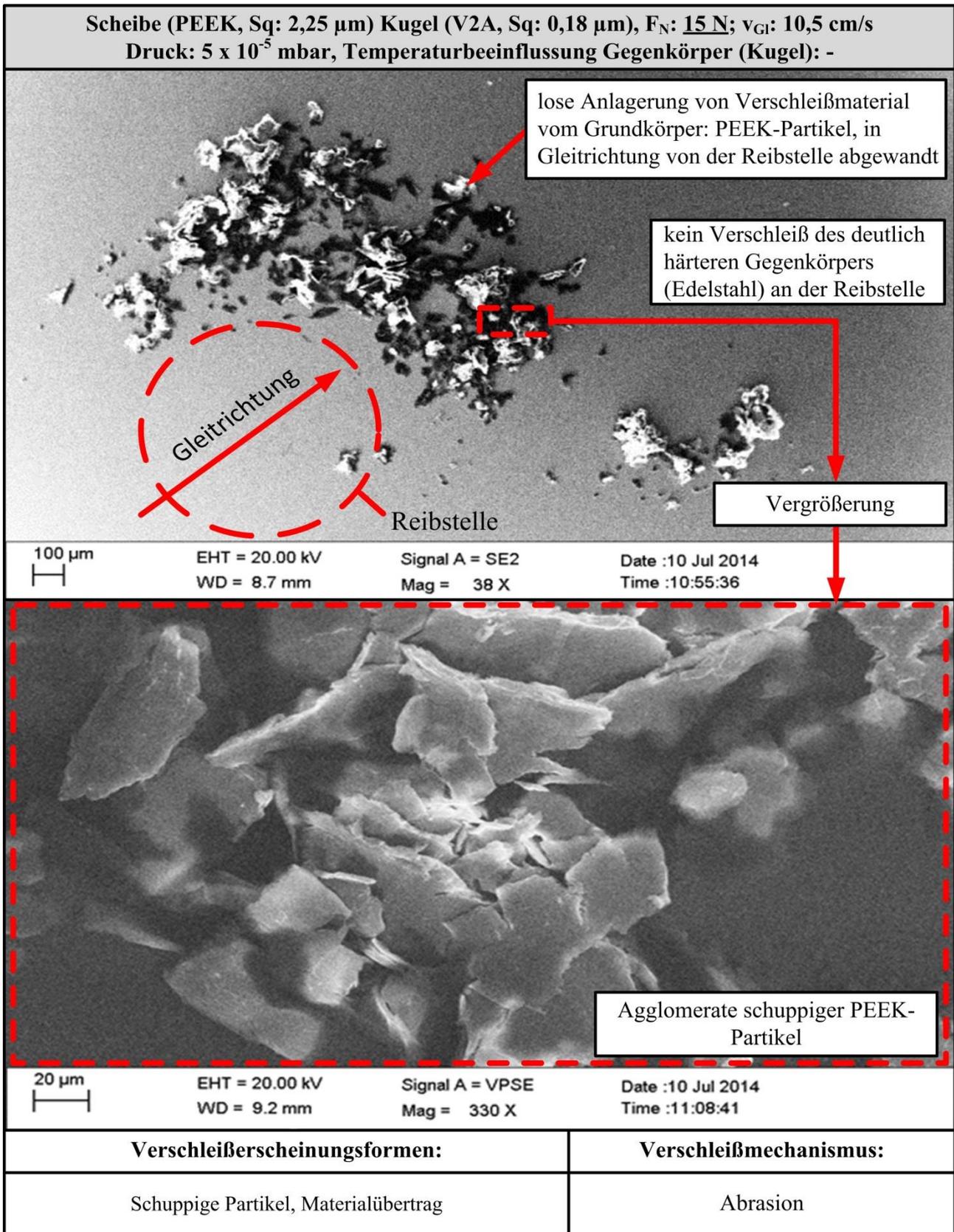


Abbildung 8.26: Rasterelektronenmikroskopaufnahmen – Reibstelle Gegenkörper des Tribosystems Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe bei Gleitreibung

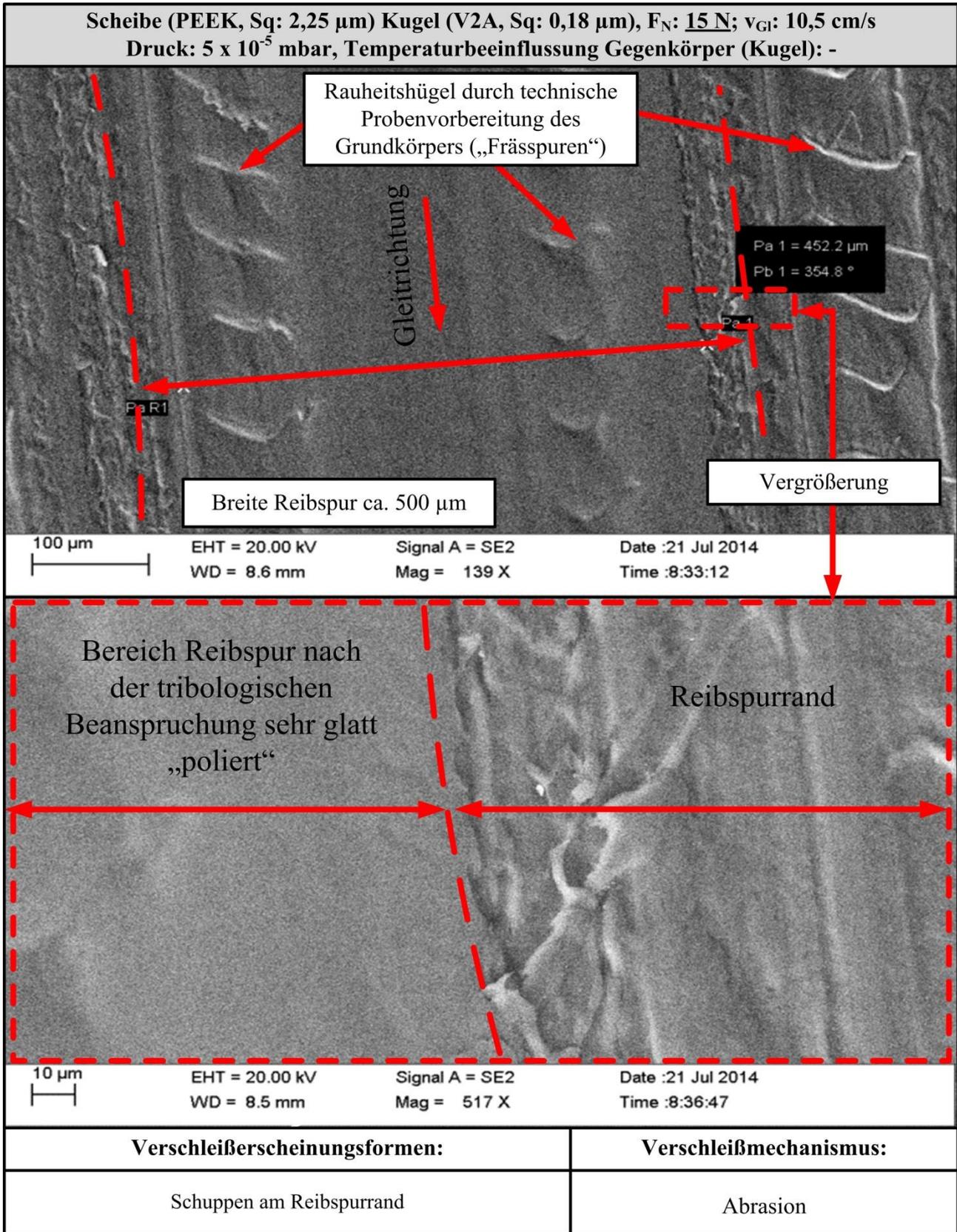


Abbildung 8.27: Rasterelektronenmikroskopaufnahmen – Reibspur Grundkörper des Tribosystems Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe bei Gleitreibung

### Versuchsplan – 3 Faktoren (Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit, Anfangsrauheit)

Die Ergebnisse der Modellbildung für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe sind für alle Zielgrößen in Abbildung 8.28 und detailliert für die Gesamtanzahl der Partikel in Abbildung 8.29 dargestellt. Die ausführliche Berechnung für die Gesamtanzahl der Partikel ist im Anhang der vorliegenden Arbeit dargestellt (Abbildungen 13.6, 13.7, 13.8, 13.9 und 13.10).

Generell steigt die **Gesamtanzahl der Partikel** ( $y_1, y_2, y_3$ ) größenunabhängig mit zunehmender Normalkraft. Höhere Normalkraft führt zu mehr Mikrokontakten (Van der Waals Wechselwirkungen (Czichos *et al.* 2010)) und somit zu mehr Verschleiß/mehr Partikeln. Bei kleinen Partikeln reduziert sich die Partikelgesamtanzahl mit zunehmender Rauheit durch weniger Mikrokontakte. Große Partikel nehmen mit Erhöhung der Gleitgeschwindigkeit zu. Außerdem existiert eine nennenswerte Wechselwirkung von Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit und Rauheit für kleine Partikel. Die Partikelanzahl 0,1 bis  $\geq 63 \mu\text{m}$  wird von der Partikelanzahl 0,1 bis  $1,6 \mu\text{m}$  dominiert und verhält sich damit ähnlich. Die an den Reibkörpern detektierten Partikel bestehen größtenteils aus Edelstahl und nur zu einem geringen Teil aus Silizium (Abbildung 8.31).

Die positive Modellkonstante der Rauheitsänderung ( $y_{12}$ ) bedeutet generell eine **Zunahme der Rauheit** durch die tribologische Beanspruchung. Mit Zunahme der Normalkraft erhöht sich die Rauheit. Ursache dafür ist der Verschleißmechanismus Adhäsion, der durch Kaltverschweißungen, Materialverschiebung und „Fressen“ zu höherer Rauheit führt (siehe Abbildung 8.31).

Die **Ausbreitungskennzahl** ( $y_4, y_5, y_6$ ) ist im Wesentlichen durch die Modellkonstante  $a_0$  bestimmt. Für kleine Partikel zeigt sich, dass im Mittel 86 % der detektierten Partikel auf dem unteren Wafer detektiert werden. Die Erhöhung der Normalkraft oder Gleitgeschwindigkeit kann eine Zunahme von jeweils ca. 7 % bewirken.

Das **Partikelvolumen** ( $y_7$ ) ist in starkem Maße durch die Normalkraft bestimmt. Dagegen lässt sich für das berechnete **Verschleißvolumen** ( $y_8$ ) kein statistisch gesicherter Zusammenhang mit der Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit und Anfangsrauheit ermitteln. Eine mögliche Ursache hierfür ist, dass das Verschleißvolumen über zwei Segmente von je  $0,6^\circ$  des Reibspurumfangs nicht repräsentativ erfasst wird. Aufnahmen mit dem Rasterelektronenmikroskop zeigen, dass die Reibspur inhomogen ist und deutliche Materialverschiebung aufweist (Abbildungen 8.31 und 8.31). Es kann davon ausgegangen werden, dass bei der Bestimmung des Verschleißvolumens über den gesamten Umfang der Reibspur Zusammenhänge ähnlich wie beim Partikelvolumen zu finden sind.

Die vergleichsweise hohe Modellkonstante der **Reibspurbreite** ( $y_9$ ) deutet auf eine starke Werkstoffabhängigkeit hin. Demgegenüber bewirkt eine Erhöhung der Normalkraft eine Verbreiterung von bis zu 25 %. Ursache hierfür ist der größere Energieeintrag bei steigender Normalkraft. Die Erhöhung der Gleitgeschwindigkeit führt zu einer Verringerung der Reibspurbreite von bis zu 10 %. Die gegenüber der Normalkraft gegenläufige Beeinflussung des Verschleißes durch die Gleitgeschwindigkeit wird in (Czichos *et al.* 2010) beschrieben. Außerdem besteht eine relativ große Wechselwirkung zwischen Normalkraft und Gleitgeschwindigkeit.

Das **Verhältnis der Anfangskontaktbreite zur Reibspurbreite** ( $y_{10}$ ) ist im Wesentlichen konstant. Eine geringe Wechselwirkung besteht zwischen Normalkraft und Gleitgeschwindigkeit.

Die **Reibungskraft** ( $y_{14}$ ) hängt im Wesentlichen von der Normalkraft und zu einem geringen Teil von der Gleitgeschwindigkeit ab. Dieses Versuchsergebnis stimmt mit Aussagen der Fachliteratur (Popov V. 2010) überein. Liegen mehrere Wechselwirkungen vor, dann heben sich diese in ihrer Wirkung auf die Zielgröße für den Großteil der Faktorstufenkombinationen auf.

Die **Reibungszahl** ( $y_{13}$ ) ist im Wesentlichen konstant. Dies entspricht den Bedingungen der Coulombschen Reibung, wonach in guter Näherung die Reibkraft proportional zur Normalkraft ist (Popov V. 2010). Eine geringe Erhöhung ist durch die Zunahme von Normalkraft und Gleitgeschwindigkeit vorhanden. Die Erhöhung der Normalkraft hat eine indirekte Wirkung über die Temperaturerhöhung auf die Reibungszahl. Die Temperatur erhöht sich durch die verminderte Wärmeabgabe im Vakuum stärker als unter Atmosphäre.

In Abbildung 8.30 (Kugel), und Abbildung 8.31 (Scheibe) sind Rasterelektronenmikroskopaufnahmen mit Verschleißerscheinungsformen und abgeleiteten **Verschleißmechanismen** für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/PEEK-Scheibe dargestellt. An der Siliziumnitrid-Kugel ist festhaftendes Verschleißmaterial aus Edelstahl in Gleitrichtung hinter der Reibstelle angelagert. Verschleißerscheinungen an der Siliziumnitrid-Kugel konnten jedoch nicht festgestellt werden. Allerdings sind auf der Edelstahlscheibe vereinzelte Submikrometerpartikel aus Siliziumnitrid nachweisbar. Die Partikel aus Edelstahl sind mit einer Größe von bis zu 40  $\mu\text{m}$  erheblich größer als die festgestellten Partikel aus Siliziumnitrid. Die Verschleißerscheinungsformen Schuppen, Löcher, Riefen, Materialauftrag, Materialverschiebung und schuppige Edelstahlpartikel an der Edelstahlkugel weisen auf eine Überlagerung der Verschleißmechanismen Abrasion und Adhäsion hin. Ursachen für die Überlagerung von Abrasionsverschleiß und Adhäsionsverschleiß sind die deutlich höhere Härte der Siliziumnitrid-Kugel gegenüber der Edelstahl-Scheibe und die Kaltverfestigung von Edelstahl (ausführliche Beschreibung zum Adhäsionsverschleiß siehe Kapitel 8.4.1 für das Tribosystem Edelstahl-Kugel/Edelstahl-Scheibe).

Die qualitativen Verschleißerscheinungsformen sind unabhängig von der Variation der mechanischen Beanspruchung. Demgegenüber nehmen Reibspurbreite und Materialverschiebung mit Erhöhung der Normalkraft stark zu. Damit kann die starke Abhängigkeit der Anzahl freigesetzter Partikel gemäß der Modellgleichungen ( $y_1$ ,  $y_2$ ,  $y_3$ ) in Abbildung 8.28 durch die Normalkraft erklärt werden.

Andererseits bewirkt die Variation der mechanischen Beanspruchung nur eine geringe Änderung der räumlichen Partikelverbreitung (Ausbreitungskennzahl). Dies lässt den Schluss zu, dass die Freisetzungsgeschwindigkeit der Partikel nahezu unabhängig von der mechanischen Beanspruchung ist.

Der starke Abbau der durch die mechanische Beanspruchung eingetragenen Energie in plastische Deformation und Materialverschiebung führt zu geringen Freisetzungsgeschwindigkeiten der Partikel und damit zu geringer räumlicher Ausbreitung.

Zielgröße	Modellgleichungen für normierte Einflussgrößen								
	$y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + a_4x_1x_2 + a_5x_1x_3 + a_6x_2x_3 + a_7x_1x_2x_3$								
		$a_0$	$a_1$	$a_2$	$a_3$	$a_4$	$a_5$	$a_6$	$a_7$
Gesamtanzahl Partikel 0,1 bis $\geq 63 \mu\text{m}$	$y_1$	1220	759	–	-153	-180	–	32	103
Gesamtanzahl Partikel 0,1 bis 1,6 $\mu\text{m}$	$y_2$	926	547	–	-134	-215	–	-10	–
Gesamtanzahl Partikel 1,6 bis $\geq 63 \mu\text{m}$	$y_3$	294	213	77	–	–	–	–	52
Ausbreitungskennzahl 0,1 bis $\geq 63 \mu\text{m}$	$y_4$	0,856	–	–	–	-0,071	–	–	–
Ausbreitungskennzahl 0,1 bis 1,6 $\mu\text{m}$	$y_5$	0,857	0,073	0,068	–	–	–	–	–
Ausbreitungskennzahl 1,6 bis $\geq 63 \mu\text{m}$	$y_6$ *)	0,949	0,04	0,035	–	–	–	–	–
Partikelvolumen [ $\text{mm}^3$ ]	$y_7$	0,015	0,01	0,0022	–	–	–	–	0,0022
Verschleißvolumen Grundkörper [ $\text{mm}^3$ ]	$y_8$	–	–	–	–	–	–	–	–
Breite Reibspur	$y_9$	0,375	0,089	-0,034	–	-0,061	–	0,041	0,041
Quotient: Kontaktbreite vor Vers./Reibspurbreite	$y_{10}$ *)	4,003	–	–	–	-0,583	–	–	–
Differenz $S_q$ (nach - vor Versuch)	$y_{12}$ *)	1,052	0,825	–	–	–	–	–	–
Reibzahl $\mu_{GI}$	$y_{13}$	0,463	0,035	0,044	–	0,018	-0,018	–	0,018
Reibkraft $F_R$	$y_{14}$	4,15	3,296	0,5	–	0,447	–	–	0,12
$x_1$ : Normalkraft				Niveau -1 = 2 N			Niveau +1 = 15 N		
$x_2$ : Gleitgeschwindigkeit				Niveau -1 = 11 cm/s			Niveau +1 = 59,3 cm/s		
$x_3$ : Quadratischer Mittenrauwert				Niveau -1 = 0,33 $\mu\text{m}$			Niveau +1 = 1,78 $\mu\text{m}$		
*) Normalverteilung der Zielgrößenmesswerte nicht gesichert									

Abbildung 8.28: Modellgleichungen für unterschiedliche Zielgrößen ermittelt aus vollständigem, orthogonalem Versuchsplan, Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung

<b>Zielgröße <math>y_1</math>: Partikelanzahl 0,1 bis <math>\geq 63 \mu\text{m}</math></b>									
<b>stat. gesicherte Modellgleichung</b>	$y_1 = 1220 + 759x_1 + 0x_2 - 153x_3 - 180x_1x_2 + 0x_1x_3 + 32x_2x_3 + 103x_1x_2x_3$								
<b>COCHAN Test</b>	Prüfung der Zielgrößenmesswerte auf Normalverteilung, Bedingung erfüllt, wenn $c_b < c_{\text{tab}} (t_1; t_2; \alpha = 5 \%)$								
	$c_{\text{tab}}$ : 0,52	$c_b$ : 0,401	Erfüllt: ja						
<b>Signifikanz Einflussgrößen</b>	Signifikanztests von Regressionsfaktoren bzw. Einflussgrößen/Wechselwirkungen mittels Student-Test signifikant, wenn $t_b \geq t_{\text{tab}} (\alpha; N) = t_{\text{tab}} (5\%; 8)$ $t_{\text{tab}}$ : 2,306								
		$t_{b0}$	$t_{b1}$	$t_{b2}$	$t_{b3}$	$t_{b4}$	$t_{b5}$	$t_{b6}$	$t_{b7}$
	Erfüllt:	<b>28,5</b>	<b>17,7</b>	1,2	<b>3,6</b>	<b>4,2</b>	0,7	<b>4,9</b>	<b>2,4</b>
<b>Adäquatheitstest</b>	Adäquatheitstest für die Modellgleichung mittels Fisher-Testgröße Bedingung erfüllt, wenn $T_b < T_{\text{tab}} (\alpha=5\%); f_1 = q - 1; f_2 = N$								
	$T_{\text{tab}}$ : 4,46	$T_b$ : 4,084	Erfüllt: ja						
<b>Bestimmtheitsmaß Modellgleichung</b>	B = 93,7 %								
<b>geschätzter Modellfehler</b>	gemessene Zielgrößenmittelwerte $y_i$ aus je drei Wiederholversuchen mit Hilfe des Modell geschätzte Zielgrößenwerte $\hat{y}_i$ Modellfehler $\epsilon_i = y_i - \hat{y}_i$ für n = 8 Versuche und jeweils 3 Wiederholungen (24 Einzelversuche)								
	<p>The graph displays three data series over 8 trials. The red line represents measured values <math>y_i</math>, the blue line represents estimated values <math>\hat{y}_i</math>, and the green line represents model errors <math>\epsilon_i</math>. The y-axis is labeled with values 0, 1000, and 2000. The x-axis is labeled 'Versuch (Bedingungskomplex) i' with values from 1 to 8. The measured values show a fluctuating pattern, while the estimated values follow a similar but smoother trend. The model errors are consistently small, staying near the zero line.</p>								
<b>Versuch i</b>	<b><math>x_1</math> - Normalkraft <math>F_N</math></b>	<b><math>x_2</math> - Gleitgeschwindigkeit <math>v_{GI}</math></b>	<b><math>x_3</math> - Rauheit Grundkörper <math>S_q</math></b>						
1	-1	-1	-1						
2	+1	-1	-1						
3	-1	+1	-1						
4	-1	-1	+1						
5	+1	+1	-1						
6	+1	-1	+1						
7	-1	+1	+1						
8	+1	+1	+1						
	Niveau -1 = 2 N Niveau +1 = 15 N	Niveau -1 = 11 cm/s Niveau +1 = 59,3 cm/s	Niveau -1 = 0,33 $\mu\text{m}$ Niveau +1 = 1,78 $\mu\text{m}$						
<b>konstante Einflussgrößen</b>	Druck: $5 \times 10^{-5}$ mbar, Beanspruchungswiederholungen: 1000								

Abbildung 8.29: Modellermittlung für die Zielgröße – Gesamtanzahl Partikel 0,1 bis  $\geq 63 \mu\text{m}$  (Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit, Anfangsrauheit), Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung

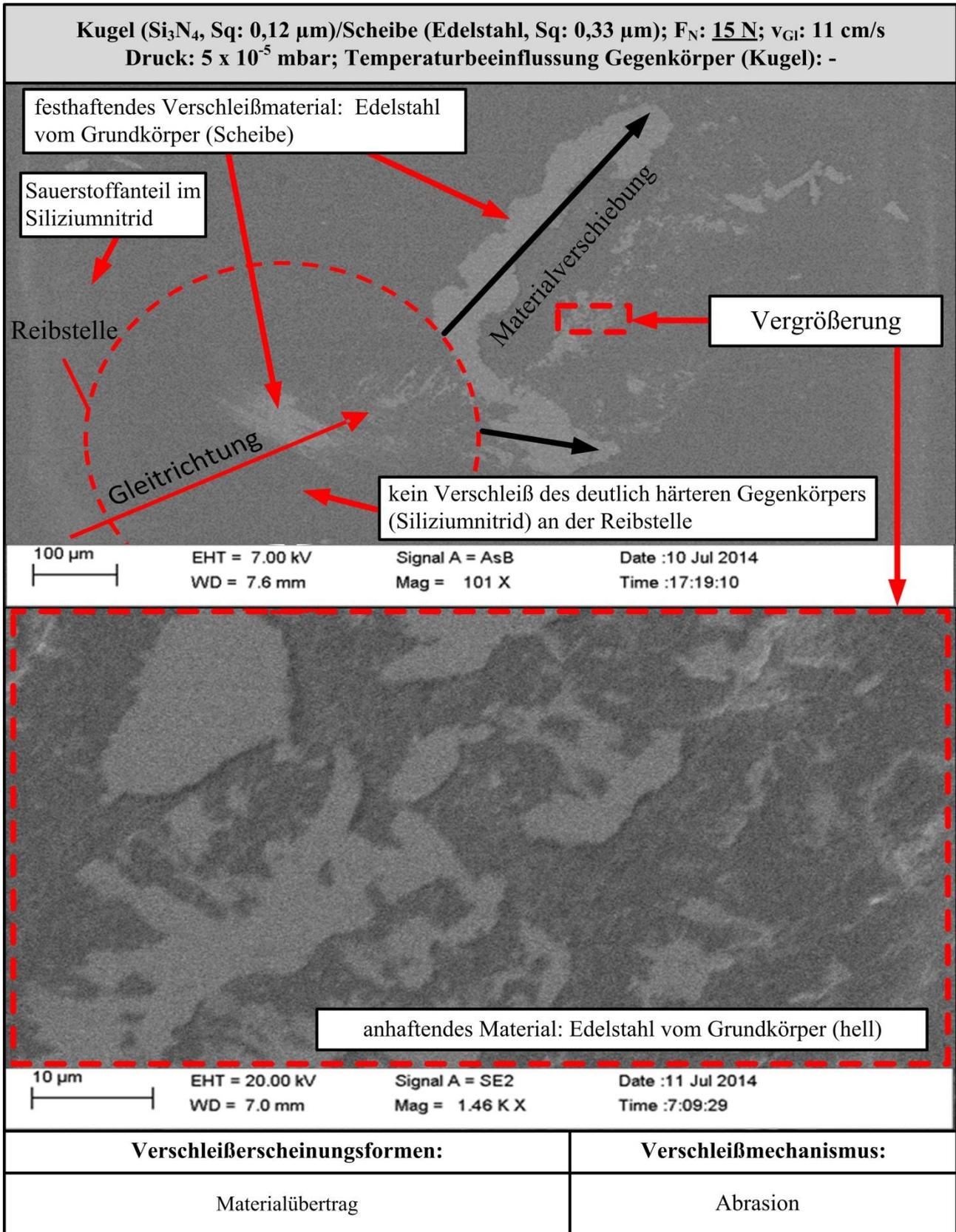


Abbildung 8.30: Rasterelektronenmikroskopaufnahmen – Reibbereiche Gegenkörper des Tribosystems Silizium-Kugel/Edelstahl -Scheibe bei Gleitreibung

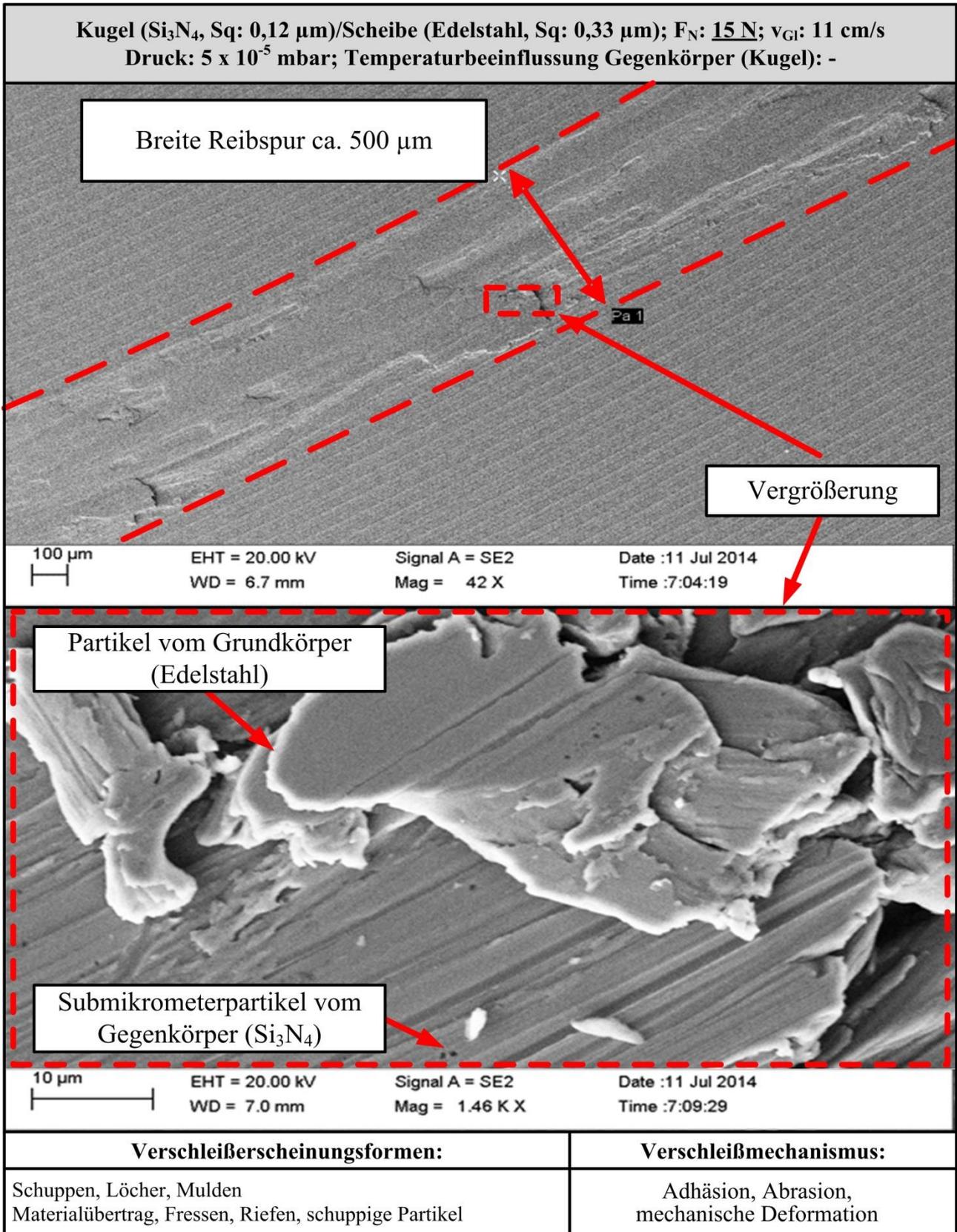


Abbildung 8.31: Rasterelektronenmikroskopaufnahmen – Reibbereiche Grundkörper des Tribosystems Silizium-Kugel/Edelstahl –Scheibe bei Gleitreibung

### **Versuchsplan – 4 Faktoren (Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit, Anfangsrauheit, Fremderwärmung)**

Die Ergebnisse der Modellbildung sind in Abbildung 8.32 und detailliert für die Gesamtpartikelanzahl in Abbildung 8.33 dargestellt. Ausgehend von Versuchsplan mit drei Faktoren erfolgte eine Erweiterung um den Faktor Fremderwärmung der Siliziumnitrid-Kugel auf 80°C. Zur Aufwandsminimierung wurde dieser als unvollständiger Plan realisiert, das heißt, für die Fremderwärmung wird nur die Hauptwirkung, jedoch keine Wechselwirkung bestimmt.

Mit der Normalkraft oder der Fremderwärmungstemperatur steigt die **Gesamtanzahl der Partikel** unabhängig von der Partikelgröße deutlich an. Die Modellgleichungen für  $y_1$ ,  $y_2$ ,  $y_3$  zeigen nahezu die gleiche starke Abhängigkeit der Gesamtanzahl der Partikel von der Normalkraft ( $a_1$ ) und Fremderwärmungstemperatur ( $a_7$ ). Auffällig bei Fremderwärmung ist die aufgeschäumte Struktur der generierten Partikel (Abbildungen 8.35 und 8.36). Im Vergleich zu den Versuchen ohne Fremderwärmung konnte an den Partikeln ein deutlich höherer Siliziumanteil und gebundener Sauerstoff nachgewiesen werden. Dies deutet auf die Entstehung von Siliziumdioxid unter Abgabe von Ammoniak hin (Kato 2008). Die Gasfreisetzung konnte am Ausregelverhalten des Drucks nicht festgestellt werden. Ursache für die chemische Reaktion ist die mechanische und thermische Aktivierung der an den Mikrokontaktstellen angrenzenden Oberflächenbereichen bei tribologischer Beanspruchung (Czichos *et al.* 2010). Der zur chemischen Reaktion notwendige Sauerstoff konnte an den nichtbeanspruchten Siliziumnitrid-Kugeln chemisch gebunden nachgewiesen werden (konform zu (Schilm 2004)).

Die **Ausbreitungskennzahl** ist wie bei den vorangegangenen Untersuchungen im Wesentlichen unabhängig von den Faktoren und somit tribosystemspezifisch.

Das **Partikelvolumen** steigt in starkem Maße mit der Normalkraft und der Fremderwärmungstemperatur.

Die **Reibungskraft** hängt wie im Versuchsplan ohne Fremderwärmung in starkem Maß von der Normalkraft, im geringen Maß von der Gleitgeschwindigkeit und Anfangsrauheit ab.

Die **Reibungszahl** ist im Wesentlichen eine Konstante. Geringe Abhängigkeiten von Gleitgeschwindigkeit und Anfangsrauheit sind zu verzeichnen.

In Abbildung 8.34 (Kugel), Abbildung 8.35 und Abbildung 8.36 (Scheibe) sind Rasterelektronenmikroskopaufnahmen mit Verschleißerscheinungsformen und abgeleiteten **Verschleißmechanismen** für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei einer Fremderwärmung von 80°C dargestellt. Gegenüber dem vorangegangenen Versuchsplan ohne Fremderwärmung ist an der Siliziumnitrid-Kugel festhaftendes Verschleißmaterial aus Edelstahl und Silizium an der Reibstelle angelagert. Besonders auffällig sind die bereits erwähnten porösen, schaumartigen Oberflächenbereiche an der Edelstahlscheibe. Der größte Bestandteil dieser Oberflächenbereiche ist Eisen, gefolgt von Chrom, Nickel, Mangan, Silizium und gebundenem Sauerstoff.

Die Verschleißerscheinungsformen Schuppen, Löcher, Riefen, Materialauftrag, Materialverschiebung, „Fressen“, schuppige Edelstahlpartikel und oxidische Partikel an der Edelstahlscheibe weisen auf eine Überlagerung der Verschleißmechanismen Abrasion, Adhäsion sowie tribochemische Reaktion hin. Damit erhärtet sich die Ursache für die tribochemische Reaktion, wie bereits bei den Erläuterungen zur Gesamtanzahl der Partikel angeführt.

Die große Anzahl der freigesetzten Partikel resultiert aus der höheren Bruchwahrscheinlichkeit von spröden Schichten, die durch die tribochemische Reaktion verursacht werden. Die tribochemische Reaktion hat allerdings keinen Einfluss auf die Ausbreitung der Partikel, da die Energieübertragung bei der Partikelfreisetzung nicht beeinflusst wird.

Der Anteil der porösen, schaumartigen Oberflächenbereiche ist nach Abschluss des tribologischen Versuchs kleiner als 3 % der Reibspurfläche. Demzufolge dominieren die Verschleißmechanismen Abrasion und Adhäsion. Reibungskraft und Reibungszahl sind damit nahezu unabhängig von der Fremderwärmung im untersuchten Bereich.

Zielgröße	Modellgleichungen für normierte Einflussgrößen								
	$y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + a_4x_1x_2 + a_5x_1x_3 + a_6x_2x_3 + a_7x_4$								
		$a_0$	$a_1$	$a_2$	$a_3$	$a_4$	$a_5$	$a_6$	$a_7$
Gesamtanzahl Partikel 0,1 bis $\geq 63 \mu\text{m}$	$y_1$	4143	2918	–	–	–	–	–	3022
Gesamtanzahl Partikel 0,1 bis $\geq 1,6 \mu\text{m}$	$y_2$	3510	2556	–	–	–	–	–	2637
Gesamtanzahl Partikel 1,6 bis $\geq 63 \mu\text{m}$	$y_3$	629	362	–	–	–	–	–	387
Ausbreitungskennzahl 0,1 bis $\geq 63 \mu\text{m}$	$y_4$	0,792	–	–	–	–	–	–	–
Ausbreitungskennzahl 0,1 bis $\geq 1,6 \mu\text{m}$	$y_5$	0,789	–	–	–	–	–	–	–
Ausbreitungskennzahl 1,6 bis $\geq 63 \mu\text{m}$	$y_6$	0,942	0,042	–	–	–	–	–	–
Partikelvolumen [ $\text{mm}^3$ ]	$y_7$	0,029	0,018	–	–	–	–	–	0,016
Reibzahl $\mu_{GI}$	$y_8$	0,436	–	0,045	-0,017	–	-0,017	-0,025	–
Reibkraft $F_N$	$y_9$	3,815	2,67	0,377	-0,233	0,275	-0,232	-0,251	–
$x_1$ : Normalkraft				Niveau -1 = 2 N			Niveau +1 = 15 N		
$x_2$ : Gleitgeschwindigkeit				Niveau -1 = 11 cm/s			Niveau +1 = 59,3 cm/s		
$x_3$ : Quadratischer Mittenrauwert				Niveau -1 = 0,33 $\mu\text{m}$			Niveau +1 = 1,78 $\mu\text{m}$		
$x_4$ : Temperaturbeeinflussung Gegenkörper				Niveau -1 = 22 °C			Niveau +1 = 80°C		

Abbildung 8.32: Modellgleichungen für unterschiedliche Zielgrößen ermittelt aus unvollständigem, orthogonalen Versuchsplan ( $x_4$  anstatt Wechselwirkung  $a_7x_1x_2x_3$ ), Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung

Zielgröße $y_1$ : Partikelanzahl 0,1 bis $\geq 63 \mu\text{m}$																																							
stat. gesicherte Modellgleichung	$y_1 = 4143 + 2918x_1 + 0x_2 + 0x_3 + 0x_1x_2 + 0x_1x_3 + 0x_2x_3 + 3022x_4$																																						
COCHAN Test	Prüfung der Zielgrößenmesswerte auf Normalverteilung; Bedingung erfüllt, wenn $c_b < c_{\text{tab}} (t_1; t_2; \alpha = 5 \%)$																																						
	$c_{\text{tab}}$ : 0,52	$c_b$ : 0,63	erfüllt: grenzwertig																																				
Signifikanz Einflussgrößen	Signifikanztests von Regressionsfaktoren bzw. Einflussgrößen/Wechselwirkungen mittels Student-Test signifikant, wenn $t_b \geq t_{\text{tab}} (\alpha; N) = t_{\text{tab}} (5\%; 8) t_{\text{tab}} = 2,31$																																						
		$t_{b1}$	$t_{b2}$	$t_{b3}$	$t_{b4}$	$t_{b5}$	$t_{b6}$	$t_{b7}$	$t_{b8}$																														
Erfüllt:	4,232	2,982	0,542	0,073	0,103	2,242	0,273	3,087																															
Adäquatheitstest	Adäquatheitstest für die Modellgleichung mittels Fisher-Testgröße Bedingung erfüllt, wenn $T_b < T_{\text{tab}} (\alpha = 5\%); f_1 = q-1; f_2 = N$																																						
	$T_{\text{tab}} = 4,46$	$T_b = 1,1$	Erfüllt: ja																																				
Bestimmtheitsmaß Modellgleichung	$B = 73,5 \%$																																						
geschätzter Modellfehler	gemessene Zielgrößenmittelwerte $y_i$ aus je drei Wiederholversuchen mit Hilfe des Modell geschätzte Zielgrößenwerte $\hat{y}_i$ Modellfehler $\epsilon_i = y_i - \hat{y}_i$ für $n = 8$ Versuche und jeweils 3 Wiederholungen (24 Einzelversuche)																																						
	<p>The graph displays three data series over 8 trials. The red line represents measured values <math>y_i</math>, the blue line represents estimated values <math>\hat{y}_i</math>, and the green line represents model errors <math>\epsilon_i</math>. The y-axis is labeled from 0 to 20000. The x-axis is labeled 'Versuch (Bedingungskomplex) i'.</p> <table border="1"> <caption>Data extracted from the graph</caption> <thead> <tr> <th>Versuch (i)</th> <th><math>y_i</math> (red)</th> <th><math>\hat{y}_i</math> (blue)</th> <th><math>\epsilon_i</math> (green)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>1</td><td>~1000</td><td>~1000</td><td>~0</td></tr> <tr><td>2</td><td>~11000</td><td>~10000</td><td>~1000</td></tr> <tr><td>3</td><td>~1000</td><td>~4000</td><td>~-3000</td></tr> <tr><td>4</td><td>~1000</td><td>~4000</td><td>~-3000</td></tr> <tr><td>5</td><td>~2000</td><td>~4000</td><td>~-2000</td></tr> <tr><td>6</td><td>~3000</td><td>~4000</td><td>~-1000</td></tr> <tr><td>7</td><td>~1000</td><td>~1000</td><td>~0</td></tr> <tr><td>8</td><td>~13000</td><td>~10000</td><td>~3000</td></tr> </tbody> </table>				Versuch (i)	$y_i$ (red)	$\hat{y}_i$ (blue)	$\epsilon_i$ (green)	1	~1000	~1000	~0	2	~11000	~10000	~1000	3	~1000	~4000	~-3000	4	~1000	~4000	~-3000	5	~2000	~4000	~-2000	6	~3000	~4000	~-1000	7	~1000	~1000	~0	8	~13000	~10000
Versuch (i)	$y_i$ (red)	$\hat{y}_i$ (blue)	$\epsilon_i$ (green)																																				
1	~1000	~1000	~0																																				
2	~11000	~10000	~1000																																				
3	~1000	~4000	~-3000																																				
4	~1000	~4000	~-3000																																				
5	~2000	~4000	~-2000																																				
6	~3000	~4000	~-1000																																				
7	~1000	~1000	~0																																				
8	~13000	~10000	~3000																																				
Versuch i	$x_1$ - Normalkraft $F_N$	$x_2$ -Gleitgeschwindigkeit $v_{Gl}$	$x_3$ - Rauheit Grundkörper $S_q$	$x_4$ - Beeinflussung Temperatur Gegenkörper $T_{GK}$																																			
1	-1	-1	-1	-1																																			
2	+1	-1	-1	+1																																			
3	+1	-1	+1	-1																																			
4	-1	-1	+1	+1																																			
5	+1	+1	-1	-1																																			
6	-1	+1	-1	+1																																			
7	-1	+1	+1	-1																																			
8	+1	+1	+1	+1																																			
	Niveau -1 = 2 N Niveau +1 = 15 N	Niveau -1 = 11 cm/s Niveau +1 = 59,3 cm/s	Niveau -1 = 0,33 $\mu\text{m}$ Niveau +1 = 1,78 $\mu\text{m}$	Niveau -1 = 22 $^{\circ}\text{C}$ Niveau +1 = 80 $^{\circ}\text{C}$																																			
konstante Einflussgrößen	Druck: $5 \times 10^{-5}$ mbar,		Beanspruchungswiederholungen: 1000																																				

Abbildung 8.33: Modellermittlung für Zielgröße – Gesamtanzahl Partikel 0,1 bis  $> 63 \mu\text{m}$  auf (Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit, Anfangsrauheit, Temperaturbeeinflussung), Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung

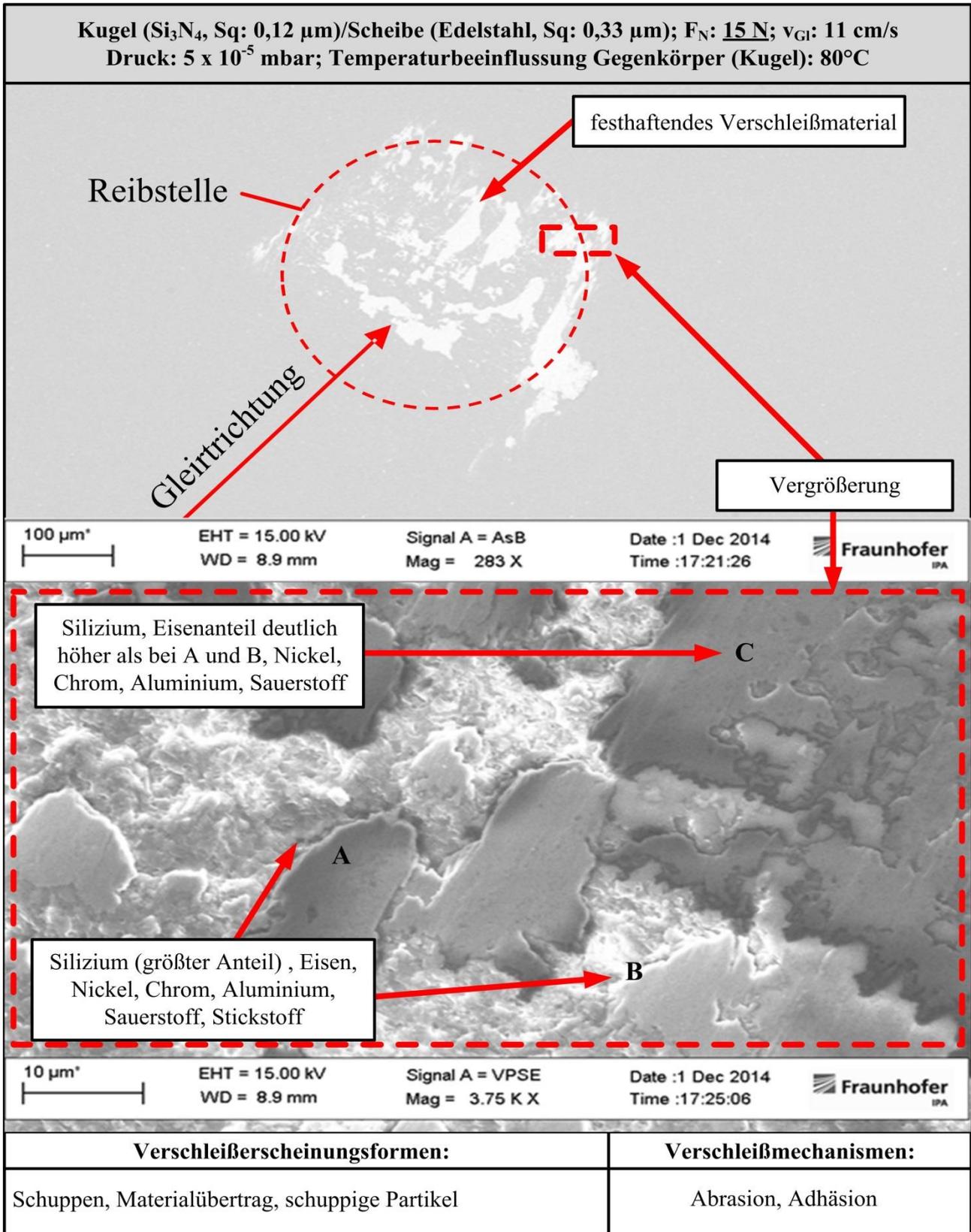


Abbildung 8.34: Rasterelektronenmikroskopaufnahmen – Reibbereiche Gegenkörper bei Gleitreibung des Tribosystems Silizium-Kugel/Edelstahl -Scheibe , Temperatur der Fremderwärmung des Gegenkörpers  $80^\circ\text{C}$

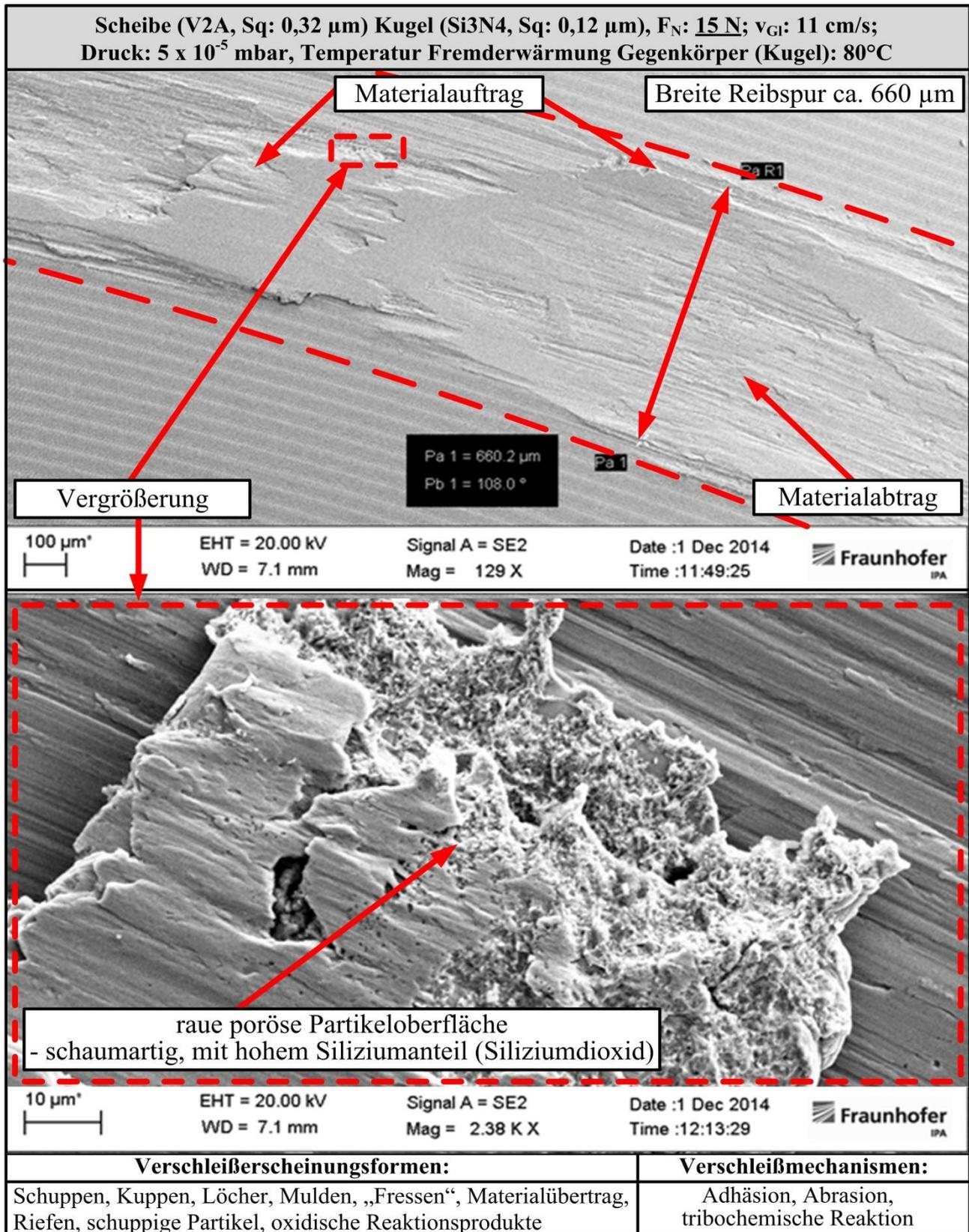


Abbildung 8.35: Rasterelektronenmikroskopaufnahmen – Reibspur Grundkörper bei Gleitreibung des Tribosystems Silizium-Kugel/Edelstahl -Scheibe , Temperatur der Fremderwärmung des Gegenkörpers 80°C (Darstellung I)

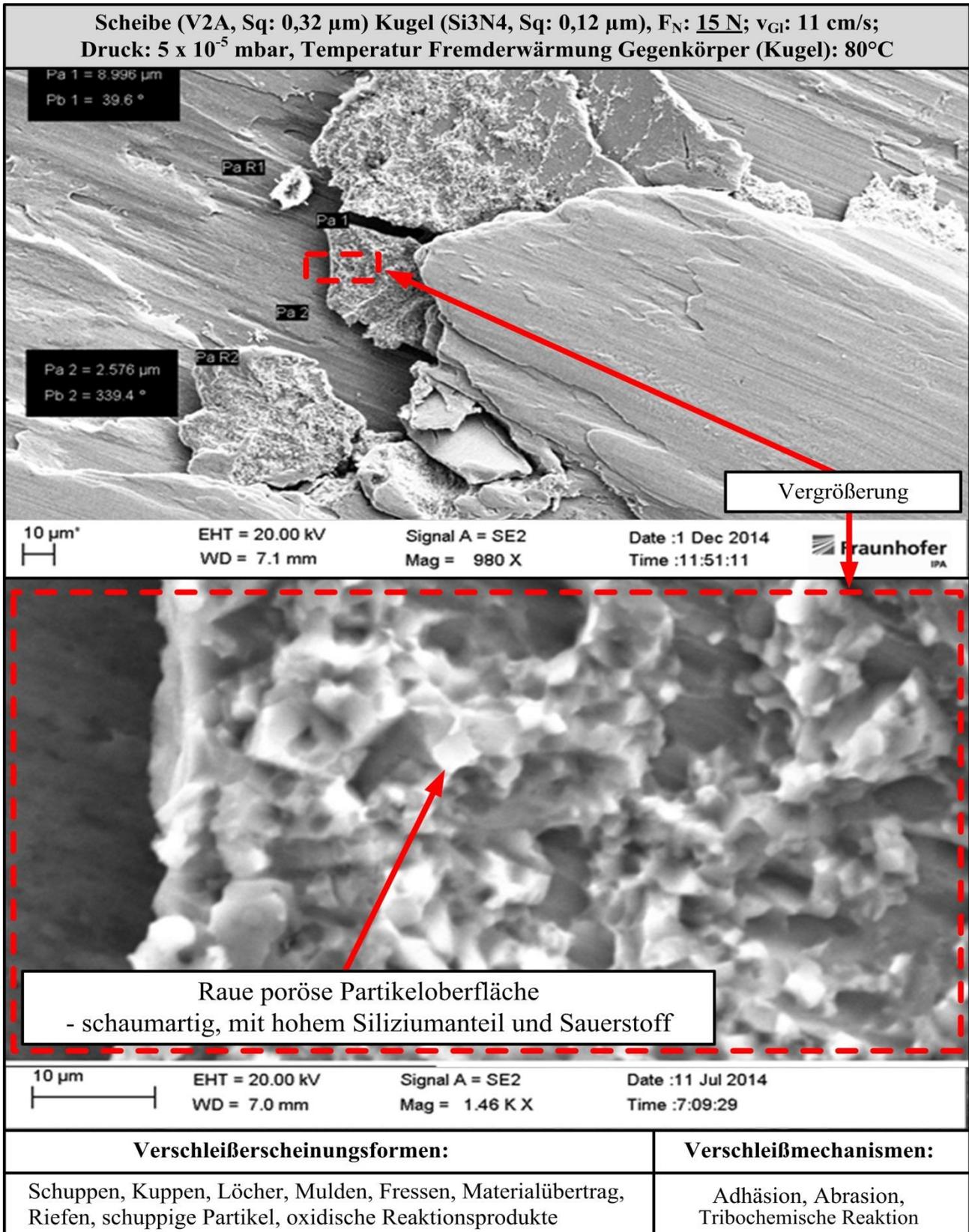


Abbildung 8.36: Rasterelektronenmikroskopaufnahmen – Reibbereiche Grundkörper bei Gleitreibung des Tribosystems Silizium-Kugel/Edelstahl -Scheibe , Temperatur der Fremderwärmung des Gegenkörpers 80°C (Darstellung II)

### 8.4.3 Mehrstufige Untersuchungen – 1 Faktor

Mit Hilfe mehrstufiger Untersuchungen soll festgestellt werden, ob lineare Zusammenhänge zwischen den Zielgrößen und Einflussgrößen vorliegen. Auf die Realisierung dreistufiger, mehrfaktorieller Versuchspläne wurde verzichtet, da diese erheblichen Aufwand bedeuten. Die Untersuchung erfolgte für jeweils einen Faktor:

- Normalkraft: vierstufig
- Beanspruchungswiederholungen: fünfstufig

Die Ergebnisauswertung erfolgt außerdem hinsichtlich der Größenverteilung, der räumlichen Verteilung der Partikel sowie der größenabhängigen Volumenanteile.

#### Versuchsplan – 1 Faktor (Normalkraft/Pressung)

Für die **Gesamtanzahl der Partikel** wurden die Regressionsgleichungen für kleine, große und Gesamtpartikel (größenunabhängig) ermittelt. Die dargestellten Regressionsfunktionen zeigen, dass sich die Messwerte in Abhängigkeit der Normalkraft durch lineare Ansätze gut approximieren lassen (Abbildung 8.37). Dies resultiert aus der Proportionalität zwischen Normalkraft und Verschleiß (Czichos *et al.* 2010), der mit der Partikelanzahl in Zusammenhang steht. Demgegenüber ist die Anzahl freigesetzter kleiner Partikel in Abhängigkeit von der Hertzschen Pressung ( $p_{\text{Hertz}} \sim \sqrt[3]{F_N}$ ) nicht linear (Abbildung 8.38).

In Abbildung 8.39 ist die **Partikelgrößenverteilung** für diese vier Stufen dargestellt. Es lässt daraus schließen, dass zwischen der Normalkraft 2 N und der Normalkraft 5 N ein Schwellwert liegt, ab dem der Anteil der Partikel kleiner als 0,2  $\mu\text{m}$  von ca. 30 % auf ca. 60 % ansteigt. Als Ursache dafür kommt die höhere Anzahl von Mikrokontakten bei zunehmender Normalkraft in Betracht.

Die **Anteile** der Partikelgrößen **am Gesamtvolumen** sind in Abbildung 8.40 enthalten. Ca. 80 % des Gesamtvolumens bilden Partikel  $\geq 63 \mu\text{m}$  nahezu unabhängig von der Normalkraft. Partikel kleiner als 20  $\mu\text{m}$  haben nahezu keinen Anteil am Gesamtvolumen, wie bereits bei den Voruntersuchungen in Kapitel 8.4.1 angeführt.

Die Abbildung 8.41 zeigt die **relative Partikeldichte** auf den acht Positionen der Detektorwafer. Generell sind auf allen Wafern Partikel zu finden. Für die Position „unten“ nimmt die relative Partikelanzahl mit der Normalkraft zu. Die höchste relative Partikeldichte ist an der Position „rechts hinten“, d. h. außerhalb der Reibebene festzustellen.

Die **Ausbreitungskennzahl** ist in Abhängigkeit der Normalkraft in Abbildung 8.42 dargestellt. Ähnlich wie bei der Partikelgrößenverteilung liegt hier ebenfalls ein Schwellwert bei einer Normalkraft, die sich zwischen den Normalkräften 2 N und 5 N befindet, ab der die Ausbreitungskennzahl mit 0,96 einen hohen Wert annimmt, d. h. dass die Partikel eine geringe Durchschnittsgeschwindigkeit haben. Dies weist auf einen normalkraftabhängigen Übergang des Freisetzungsmechanismus hin.

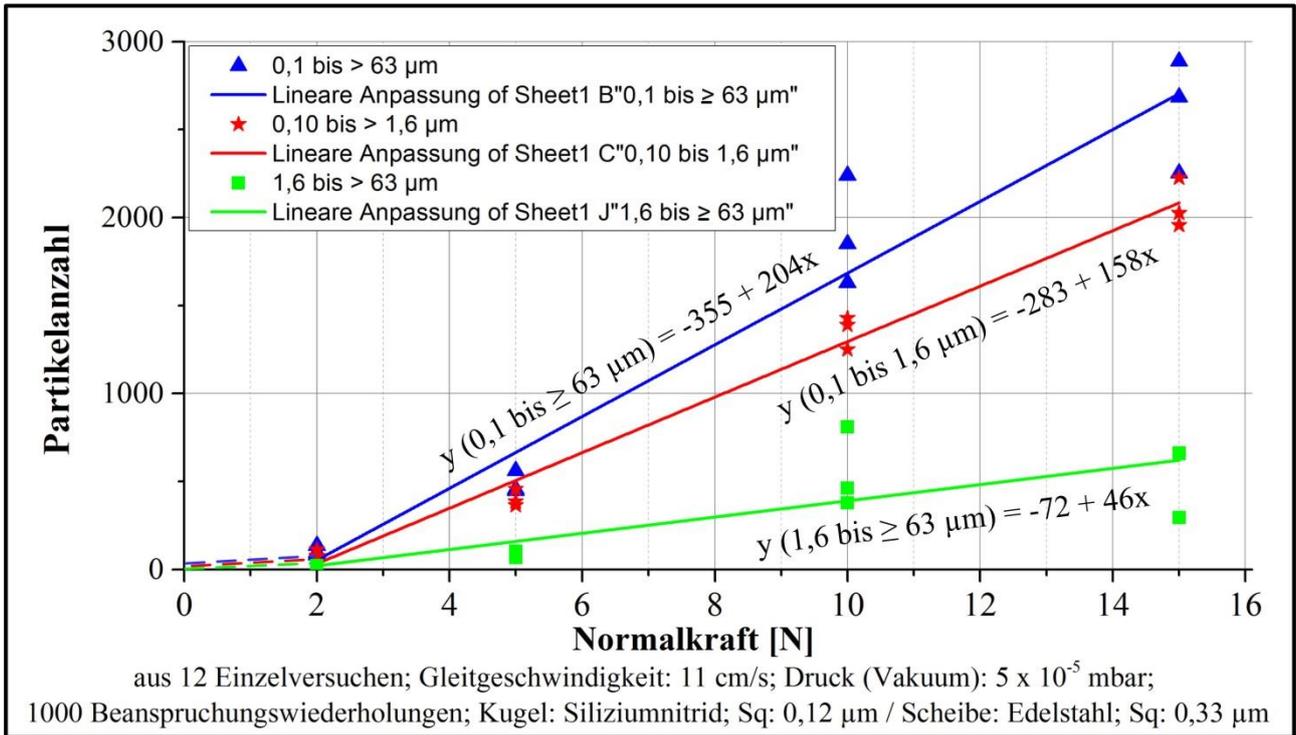


Abbildung 8.37: Regressionsfunktionen für den Zusammenhang von Gesamtanzahl der Partikel und Normalkraft für verschiedene Partikelgrößenklassen für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung

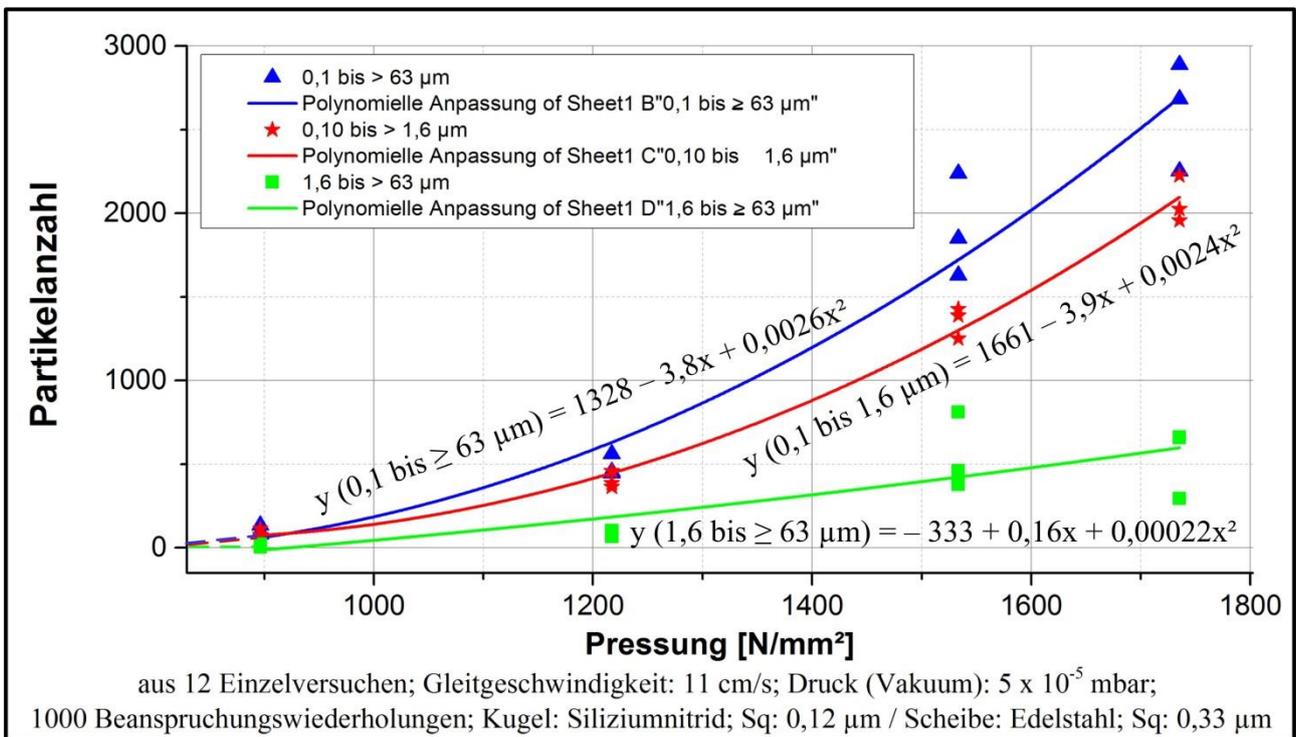


Abbildung 8.38: Regressionsfunktionen für den Zusammenhang von Gesamtanzahl der Partikel und Normalkraft für verschiedene Partikelgrößenklassen für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung

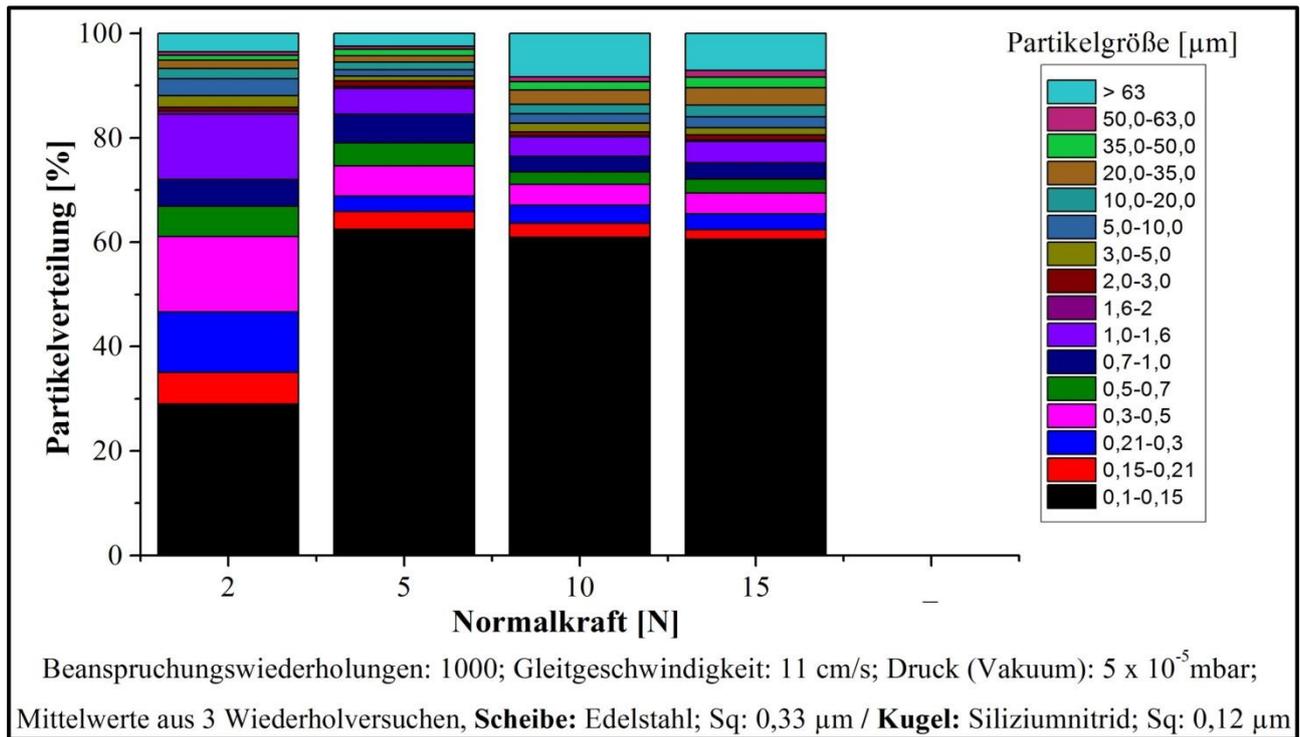


Abbildung 8.39: Verteilung der Größenhäufigkeit freigesetzter Partikel in Abhängigkeit der Normalkraft für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung

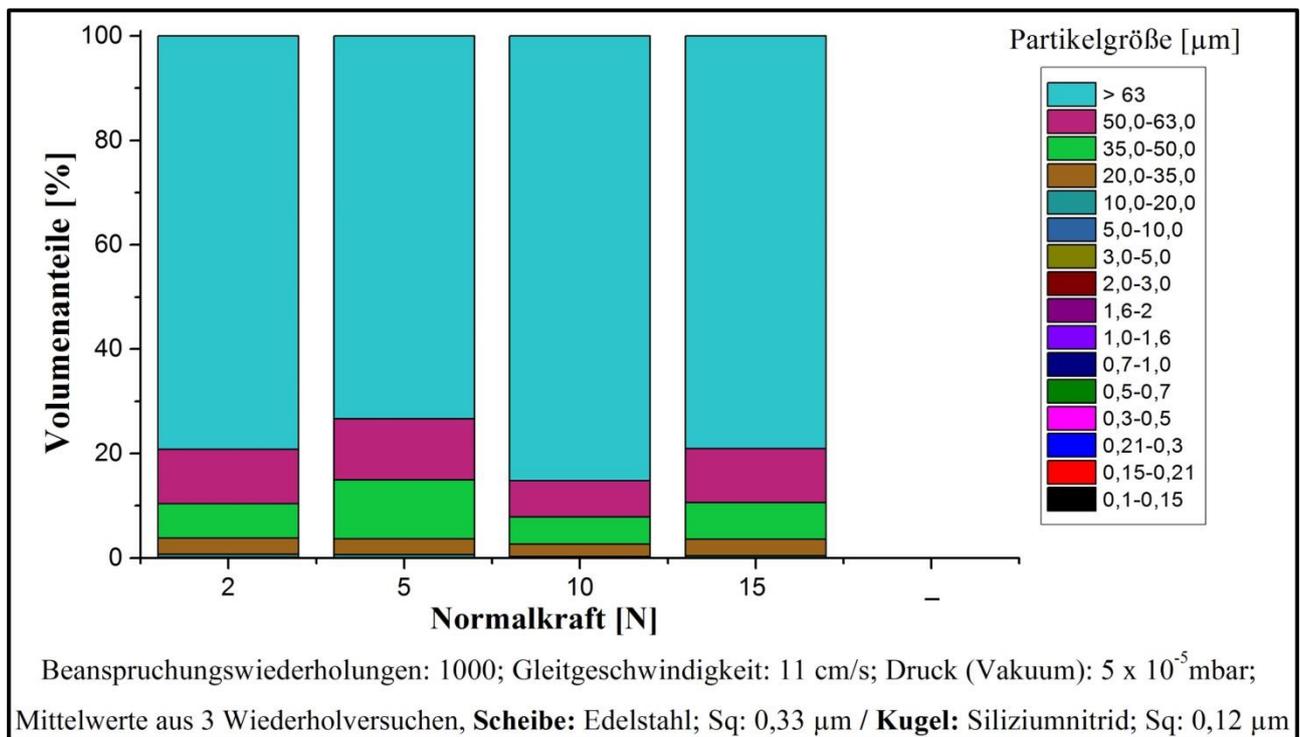


Abbildung 8.40: Volumenanteile für unterschiedliche Partikelgrößen in Abhängigkeit der Normalkraft für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung

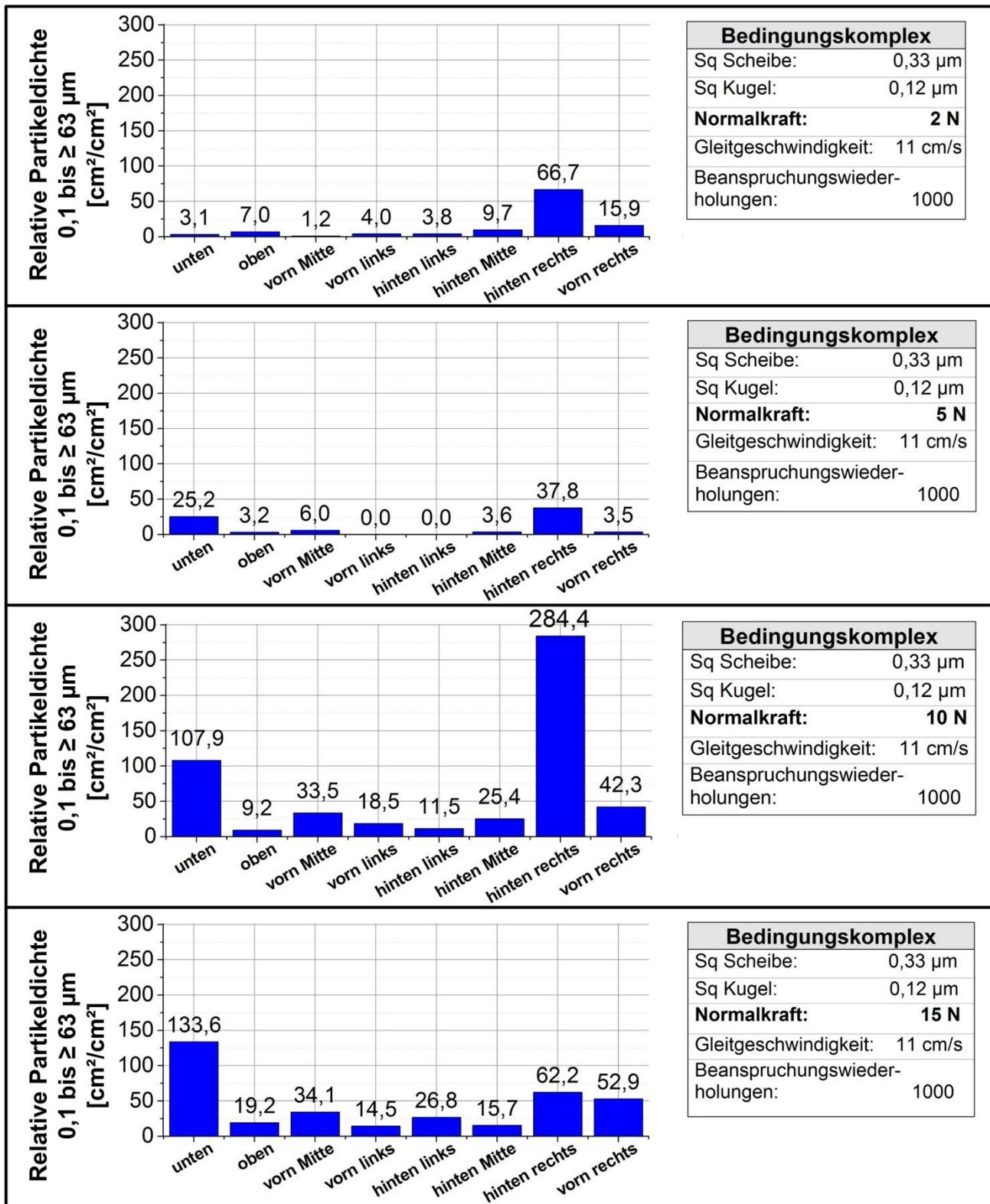


Abbildung 8.41: Räumliche Verteilung der relativen Partikeldichte mit Bezug zu den Positionen der acht Detektorwafer in Abhängigkeit der Normalkraft für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung

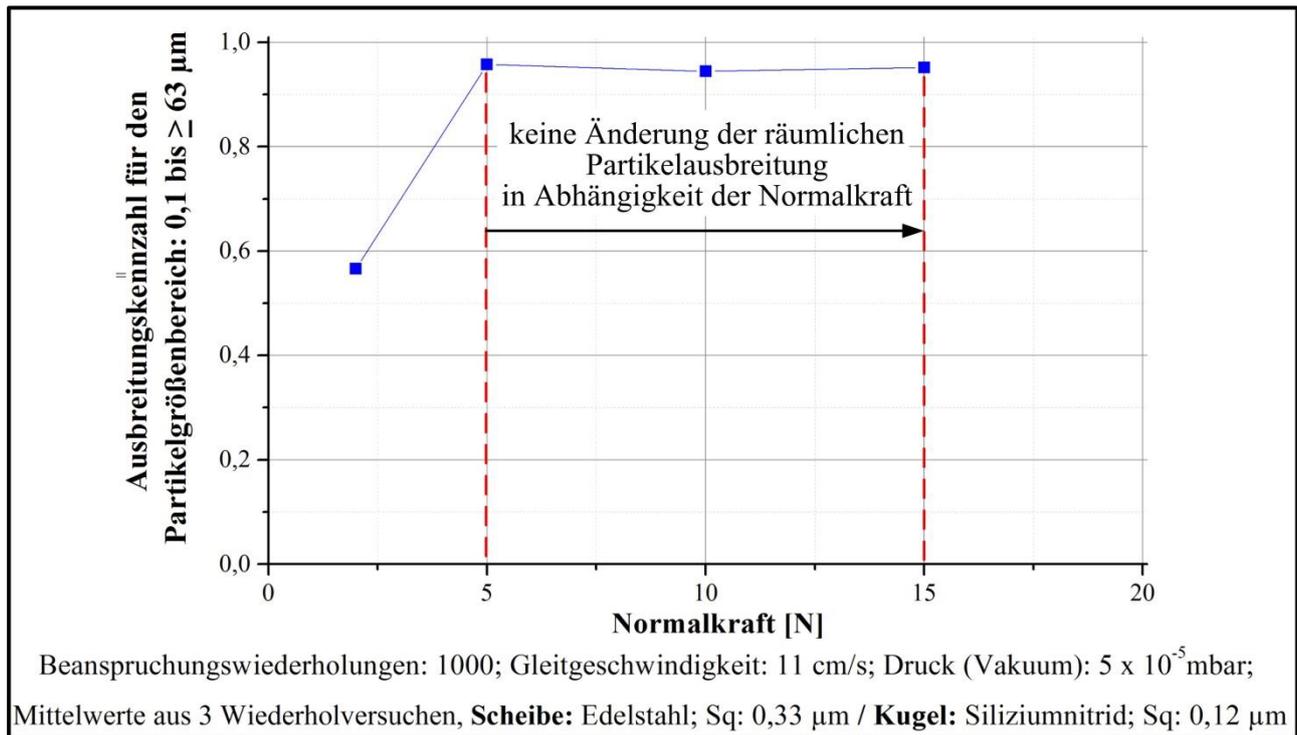


Abbildung 8.42: Ausbreitungskennzahl in Abhängigkeit der Normalkraft für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung

### Versuchsplan – 1 Faktor (Beanspruchungswiederholungen)

Für die Zielgröße **Gesamtanzahl der Partikel** wurden Regressionsfunktionen für unterschiedliche Partikelgrößenklassen in Abhängigkeit der Beanspruchungswiederholungen ermittelt. Die dargestellten Messwerte (Abbildung 8.43) zeigen, dass sich diese ab 100 Beanspruchungswiederholungen durch lineare Ansätze gut approximieren lassen. Im Bereich von Null bis zum ersten Versuchspunkt von 100 Beanspruchungswiederholungen ist ein steilerer Anstieg zu verzeichnen (gestrichelte Linien). Es lässt sich schlussfolgern, dass nach 100 Beanspruchungswiederholungen der Einlaufverschleiß abgeschlossen ist.

In Abbildung 8.44 ist die **Partikelgrößenverteilung** für fünf Stufen der Beanspruchungswiederholungen dargestellt. Bis zu 200 Beanspruchungswiederholungen haben die Partikel der Größe (0,1 bis 0,15  $\mu\text{m}$ ) mit ca. 35 % einen geringen Anteil. Ab 500 Beanspruchungswiederholungen dominiert der Anteil kleiner Partikel (0,1 bis 0,15  $\mu\text{m}$ ) mit über 60 %.

Die Anteile der Partikelgrößen am **Gesamtvolumen** sind in Abbildung 8.45 enthalten. Der Volumenanteil großer Partikel ( $\geq 63 \mu\text{m}$ ) steigt mit der Beanspruchungswiederholung von ca. 65 auf ca. 85 %.

Die **Ausbreitungskennzahl** ist nahezu unabhängig von der Beanspruchungswiederholung (Abbildung 8.46).

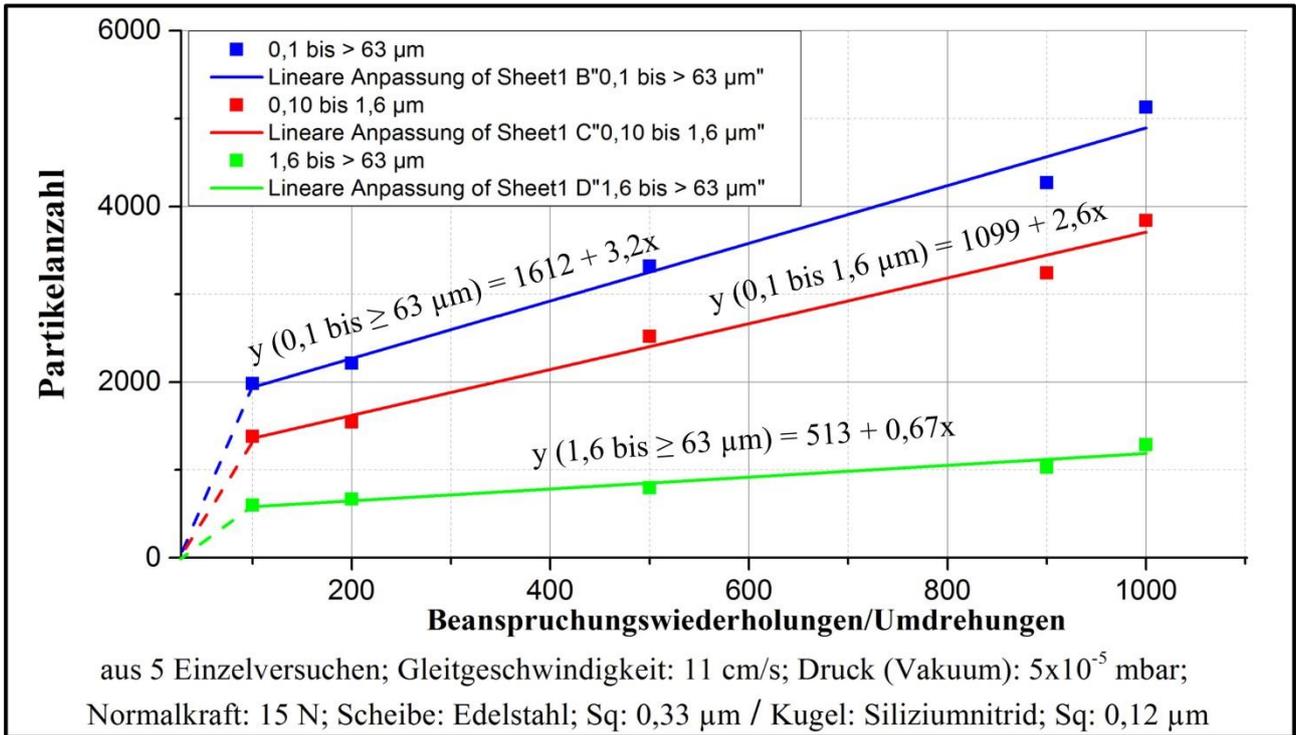


Abbildung 8.43: Regressionsfunktion für den Zusammenhang von Beanspruchungswiederholung und Gesamtanzahl der Partikel für unterschiedliche Größenklassen für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung

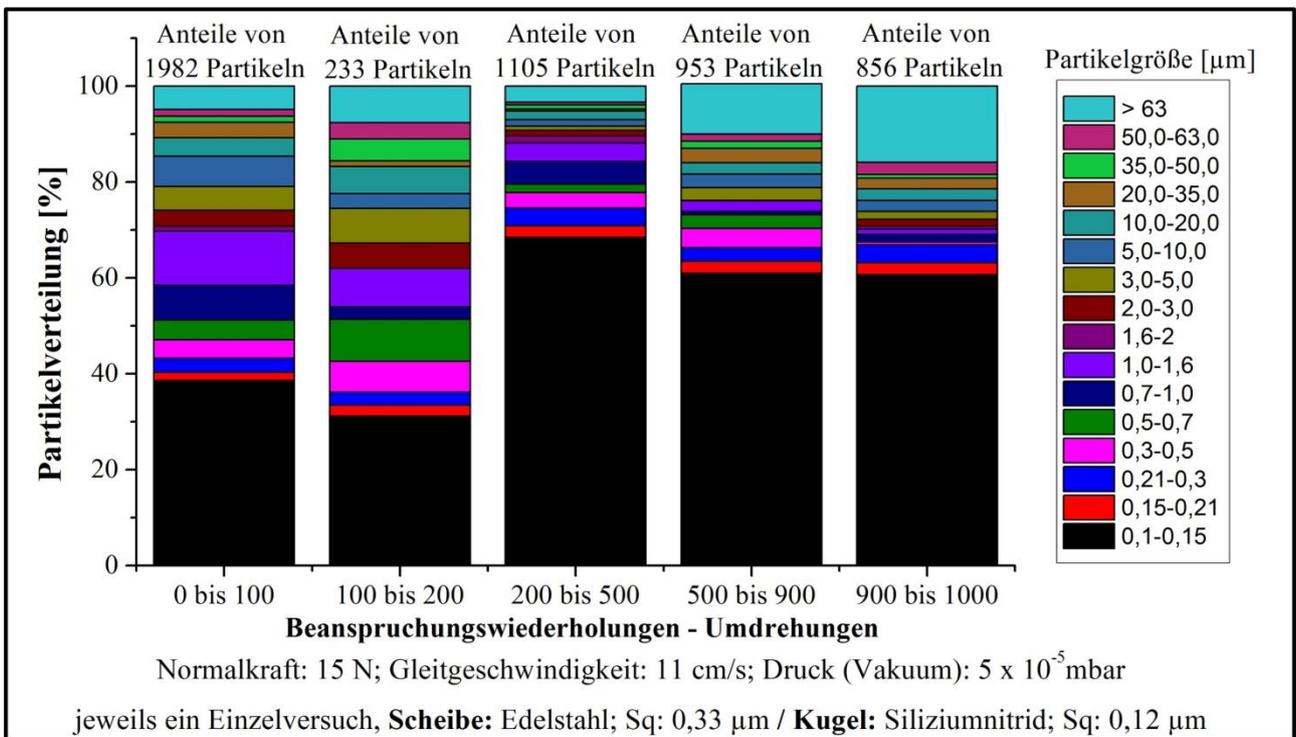


Abbildung 8.44: Größenverteilung der Partikel in Abhängigkeit der Beanspruchungswiederholung für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung

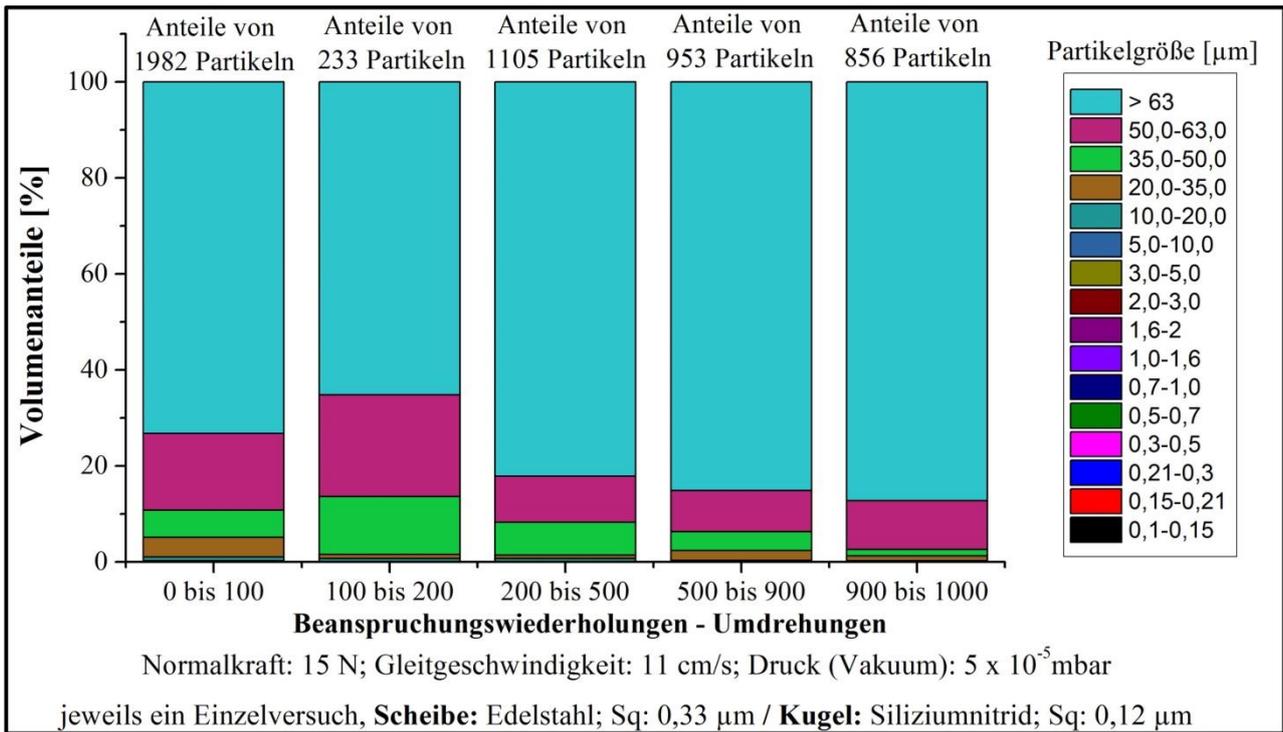


Abbildung 8.45: Volumenanteile für unterschiedliche Partikelgrößen in Abhängigkeit der Beanspruchungswiederholungen für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung

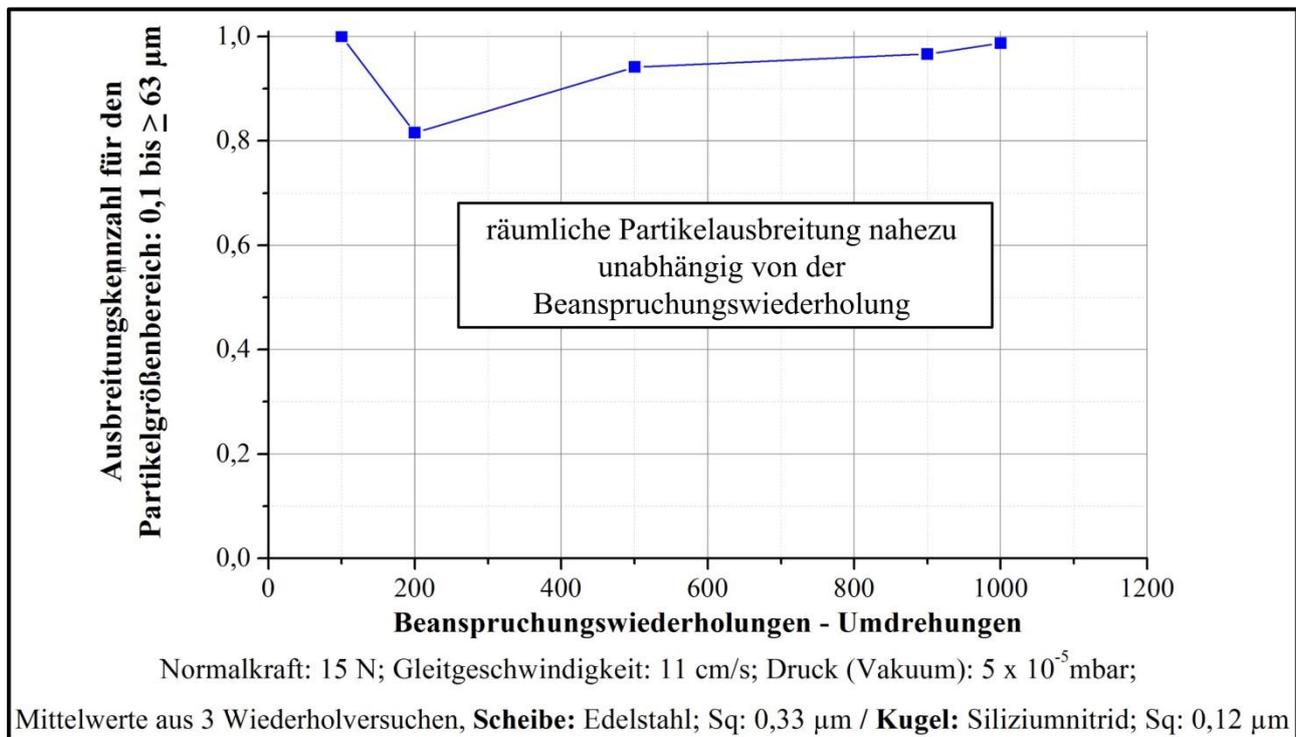


Abbildung 8.46: Ausbreitungskennzahl in Abhängigkeit der Beanspruchungswiederholung für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung

#### 8.4.4 Zweistufige Untersuchungen für den Faktor Druck (Vakuum)

Der Faktor Druck wurde zweistufig ( $5 \times 10^{-2}$  mbar,  $5 \times 10^{-5}$  mbar) bei Gleitreibung für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei dreifacher Wiederholung untersucht.

Aus Abbildung 8.47 geht hervor, dass die **Gesamtanzahl der Partikel** mit steigendem Druck deutlich zunimmt. Der Unterschied zwischen den Faktorstufen beträgt ca. das 16-fache. Dem gegenüber sind die Abweichungen der Wiederholversuche minimal. Als Ursache für das partikuläre Abgabeverhalten kommt eine tribochemische Reaktion in Abhängigkeit vom Restgasanteil in Betracht. Laut (Kato 2008) entsteht Ammoniak und Siliziumdioxid. Die Sauerstoffreaktion kann durch den hohen Restgasanteil beim vergleichsweise hohen Druckwert von  $5 \times 10^{-2}$  mbar (Feinvakuum) erfolgen, ohne dass eine Sauerstofffreisetzung durch Aktivierung aus dem Material der Siliziumnitrid-Kugel erforderlich ist. Die tetraederförmige Kristallstruktur von Siliziumdioxid (Kato 2008) führt zu erhöhtem Verschleiß und Freisetzung von Partikeln. Die Gasfreisetzung konnte am Ausregelverhalten des Drucks mit Beginn der Beanspruchung festgestellt werden.

Aus Abbildung 8.48 geht hervor, dass sich die **Größenverteilung der Partikel** deutlich ändert. Es ist zu erkennen, dass der Partikelanteil mit einer Größe von  $0,1 \mu\text{m}$  mit dem Druck von ca. 25 auf 50 % ansteigt.

Die partikelgrößenabhängigen Verläufe der **Ausbreitungskennzahl** in Abbildung 8.49 zeigen, dass sich bei geringem Druck (Hochvakuum) nahezu alle Partikel auf dem unteren Wafer befinden, also eine geringe räumliche Ausbreitung stattfindet. Bei höherem Druck (Feinvakuum) breiten sich Partikel kleiner als  $2 \mu\text{m}$  zunehmend im Raum aus. Wechselwirkungen mit deutlich mehr Gasteilchen bewirken die verstärkte Ausbreitung kleiner Partikel (geringe Masse).

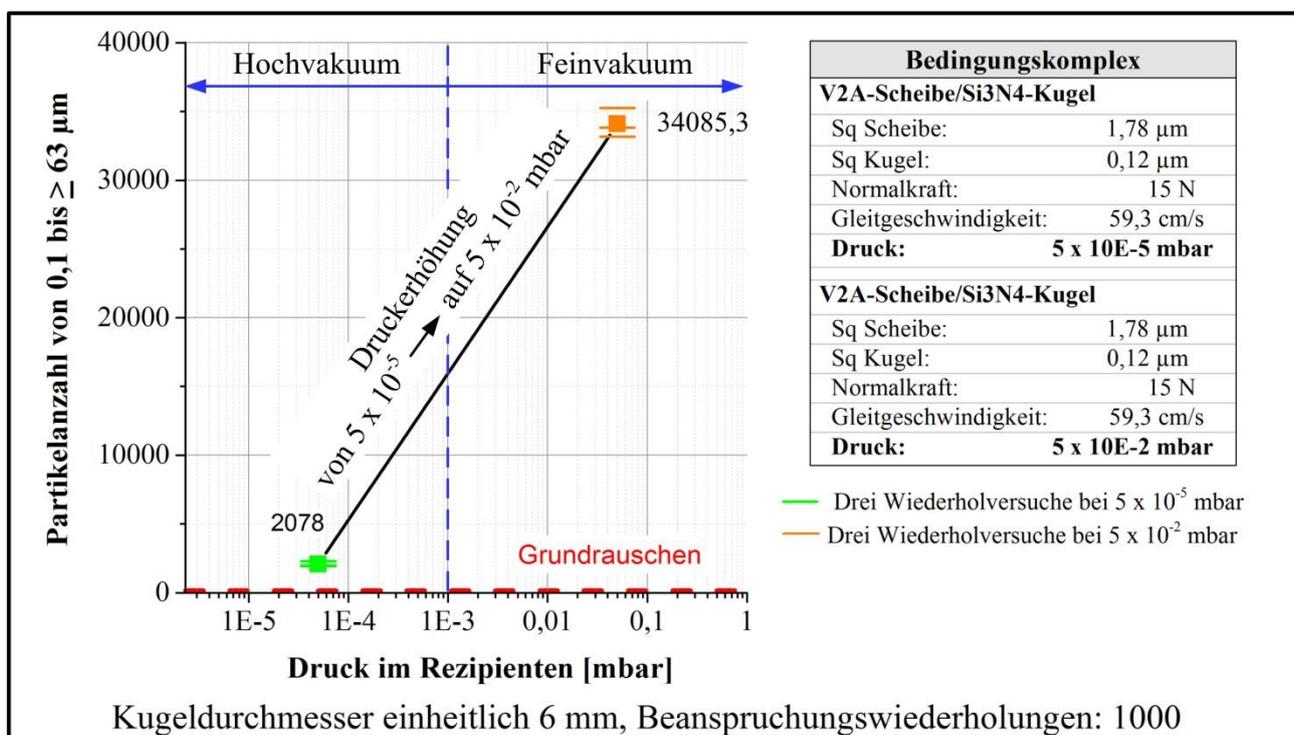


Abbildung 8.47: Gesamtanzahl der Partikel in Abhängigkeit des Drucks (Vakuum) für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung

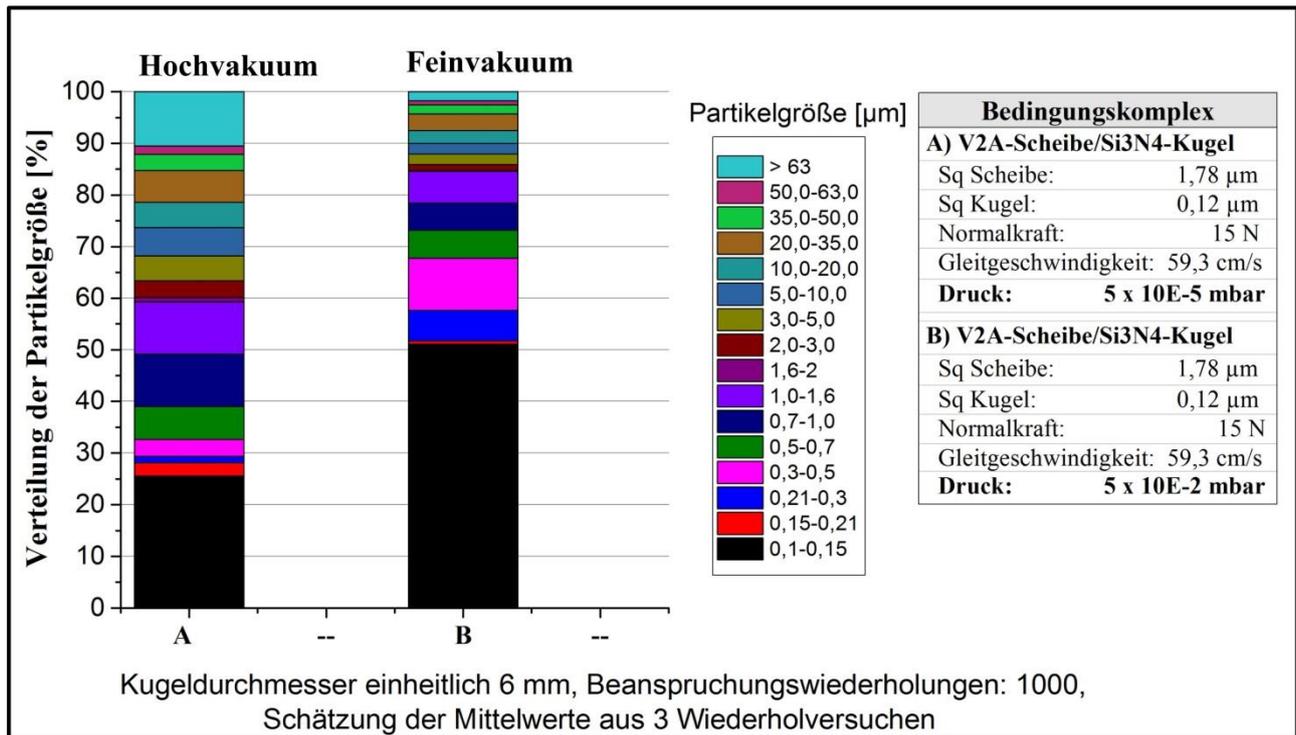


Abbildung 8.48: Partikelgrößenverteilung in Abhängigkeit des Drucks (Vakuum) für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung

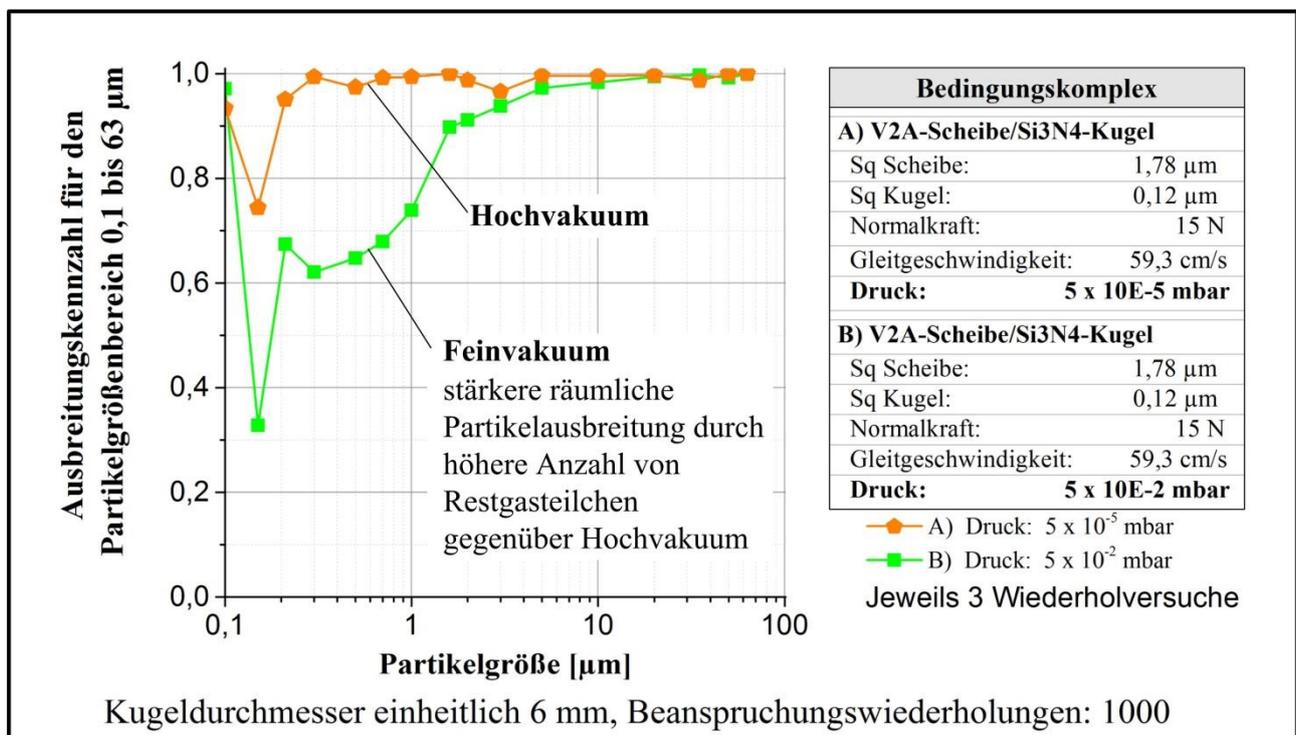


Abbildung 8.49: Ausbreitungskennzahl in Abhängigkeit des Drucks (Vakuum) für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung

## 8.5 Versuchsergebnisse zu typischen Bewegungsarten

Entsprechend der Multifunktionalität bezüglich unterschiedlicher Bewegungsarten wurden sondierende Versuche gemäß Abbildung 8.5 durchgeführt. Alle Versuche wurden dreifach wiederholt, ausgenommen zur Bewegungsart Wälzen für Rillenkugellager Typ II. Je nach Bewegungsart wurden zur Beurteilung geeignete Zielgrößen bestimmt. Außerdem erfolgten Merkmalsanalysen anhand von Aufnahmen mit dem Rasterelektronenmikroskop.

### 8.5.1 Stoß Kugel gegen Scheibe

In der Versuchsdurchführung wurde die Lineareinheit mit Gegenkörper (Kugel) mit 7 mm/s Auftreffgeschwindigkeit und werkstoffabhängiger Kraftbegrenzung von 2 bzw. 10 N tausendfach wiederholt auf dieselbe Stelle des Gegenkörpers gestoßen. Dabei wurden folgende Tribosysteme für unterschiedliche Anwendungen untersucht:

- als Beispiele für die Gerätekonstruktion: Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe und Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe
- als Beispiele für die Produkthandhabung: PEEK-Kugel/Silizium-Scheibe (Wafer) und Siliziumnitrid-Kugel/Quarzglas-Scheibe (Fotolithografiemaske)

Die Abbildung 8.51 zeigt die Ergebnisse zur **Gesamtanzahl der Partikel** für die vier genannten Tribosysteme. Die Einzelwerte der Wiederholversuche für PEEK/Silizium und Siliziumnitrid/Quarzglas liegen nahe beieinander, für Edelstahl/PEEK weichen sie etwas stärker und für Siliziumnitrid/Edelstahl deutlich voneinander ab. Unter diesen Bedingungen ist keine deutliche Zunahme der Partikelmittelwerte gegenüber dem Grundrauschen festzustellen. Bei der höheren Normalkraftbegrenzung (10 N) ergeben sich stärkere Abweichungen der Partikelanzahlen der Versuchswiederholungen bei beiden Tribosystemen. Eine mögliche Ursache sind Deformationen im Tribosystem als auch in der Krafteinleiteinheit. Die Kontaktstelle ist für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe in Abbildung 8.50, rechts für die weichere Edelstahlscheibe erkennbar. Für das Tribosystem PEEK-Kugel/Silizium-Scheibe lässt sich keine Veränderung der härteren Siliziumscheibe erkennen (Abbildung 8.50, links).

Bei der geringen Partikelanzahl lassen sich keine detaillierten Untersuchungen zu räumlichen Verteilung und Größenverteilung ermitteln.

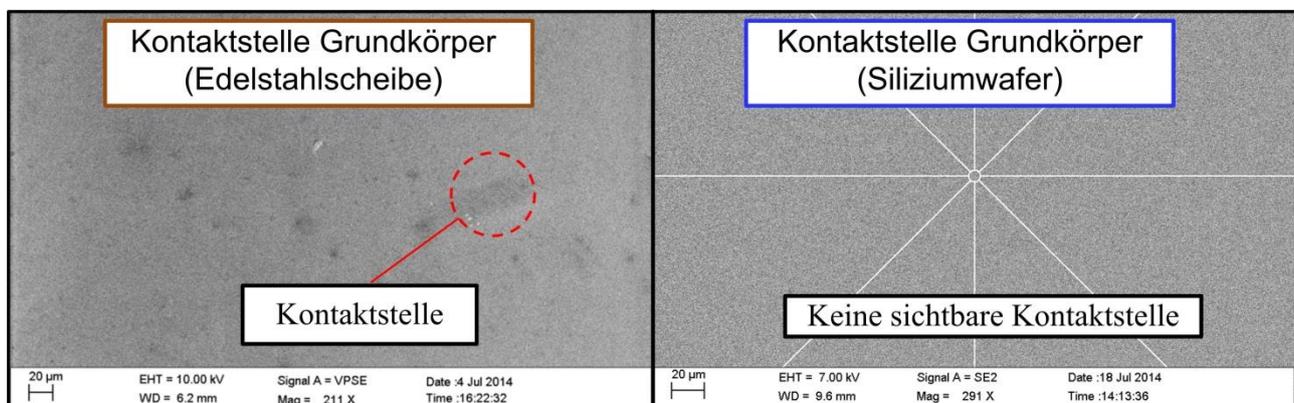


Abbildung 8.50: Rasterelektronenmikroskopaufnahmen - Darstellung der Stoßkontaktflächen, links Siliziumnitrid-Kugel gegen Edelstahl-Scheibe, rechts PEEK-Kugel gegen Siliziumwafer mit Fadenkreuz, aus Abbildung 8.51

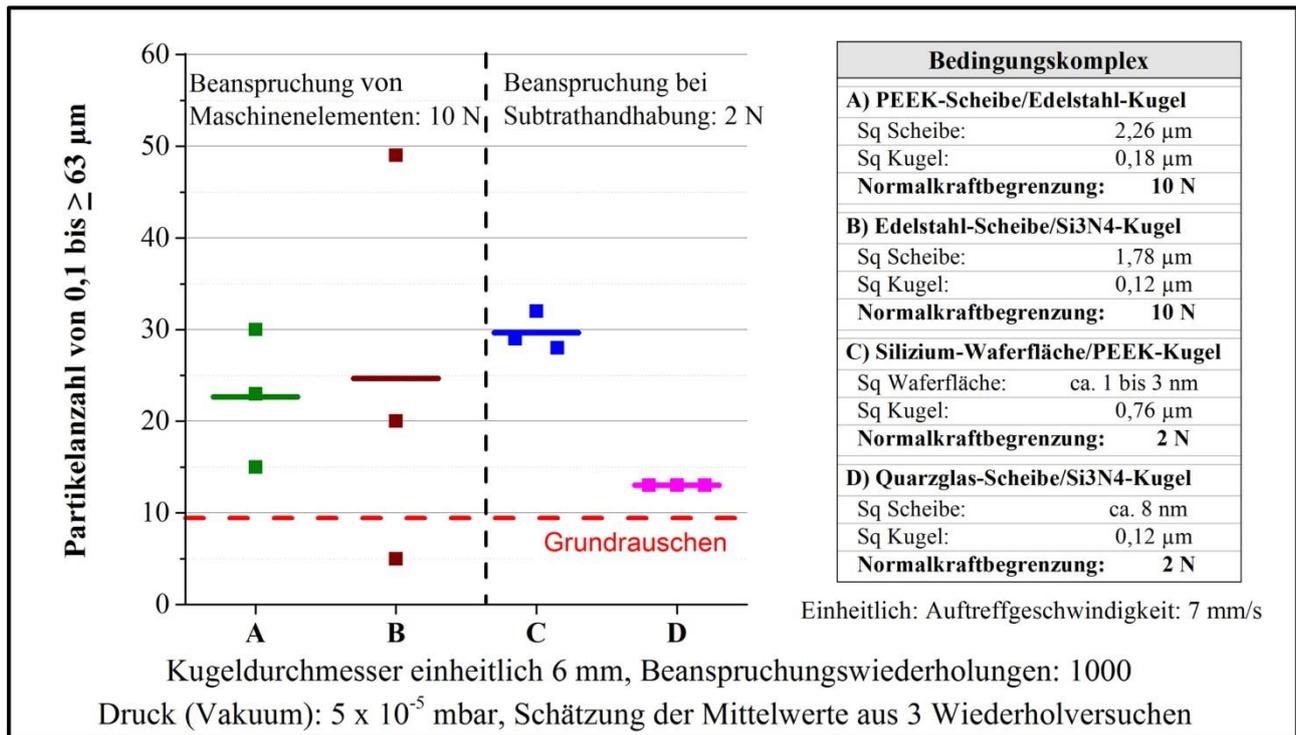


Abbildung 8.51: Stoß Kugel gegen Scheibe, durchschnittliche Partikelgesamtanzahl auf 8 Detektorwafern für unterschiedliche Werkstoffkombinationen

### 8.5.2 Stoß Plättchen gegen Waferkante

Im Versuch Kantenstoß wird das Greifen von Siliziumwafern nachgebildet. Dabei wird ein Plättchen aus dem Werkstoff PEEK (Greiferfunktion) mit  $45^\circ$  zur Bewegungsrichtung geneigt gegen die Kante eines Siliziumwafers (Durchmesser 50 mm) gestoßen. Dies erfolgte tausendfach mit einer Normalkraftbegrenzung von 2 N und einer Auftreffgeschwindigkeit von 7 mm/s. Die Abbildung 8.52 zeigt die Einzelwerte der Versuchswiederholungen und den Mittelwert der **Gesamtanzahl der Partikel** (B). Zum Vergleich sind außerdem im selben Diagramm die Ergebnisse für dieselbe Werkstoffkombination bei Stoß Kugel gegen Fläche aufgeführt (A). Der Mittelwert beim Kantenstoß ist geringfügig höher und die Abweichung der Wiederholversuche deutlich höher. Insgesamt liegen die Mittelwerte beim drei- bis vierfachen des Grundrauschens.

Die Gesamtanzahl der Partikel ist zu gering um die **Größenverteilung der Partikel** zu bewerten.

In Abbildung 8.53 sind Rasterelektronenmikroskopaufnahmen mit **Verschleißerscheinungsformen** für das Tribosystem PEEK-Plättchen/Waferkante bei Stoß dargestellt. Es ist zu erkennen, dass gegenüber dem Tribosystem PEEK-Kugel/Waferfläche ein Großteil des Materialabtrags an der Waferkante verblieben ist. Einzelpartikel bis zu einer Länge von  $40 \mu\text{m}$  sind festzustellen. Die EDX-Spektren der Verschleißpartikel weisen auf PEEK hin. Die Verschleißerscheinungsform schuppige Partikel weist auf den Verschleißmechanismus Abrasion hin und resultiert aus dem Abrieb des PEEK-Plättchens an der deutlich härteren rauen Waferkante.

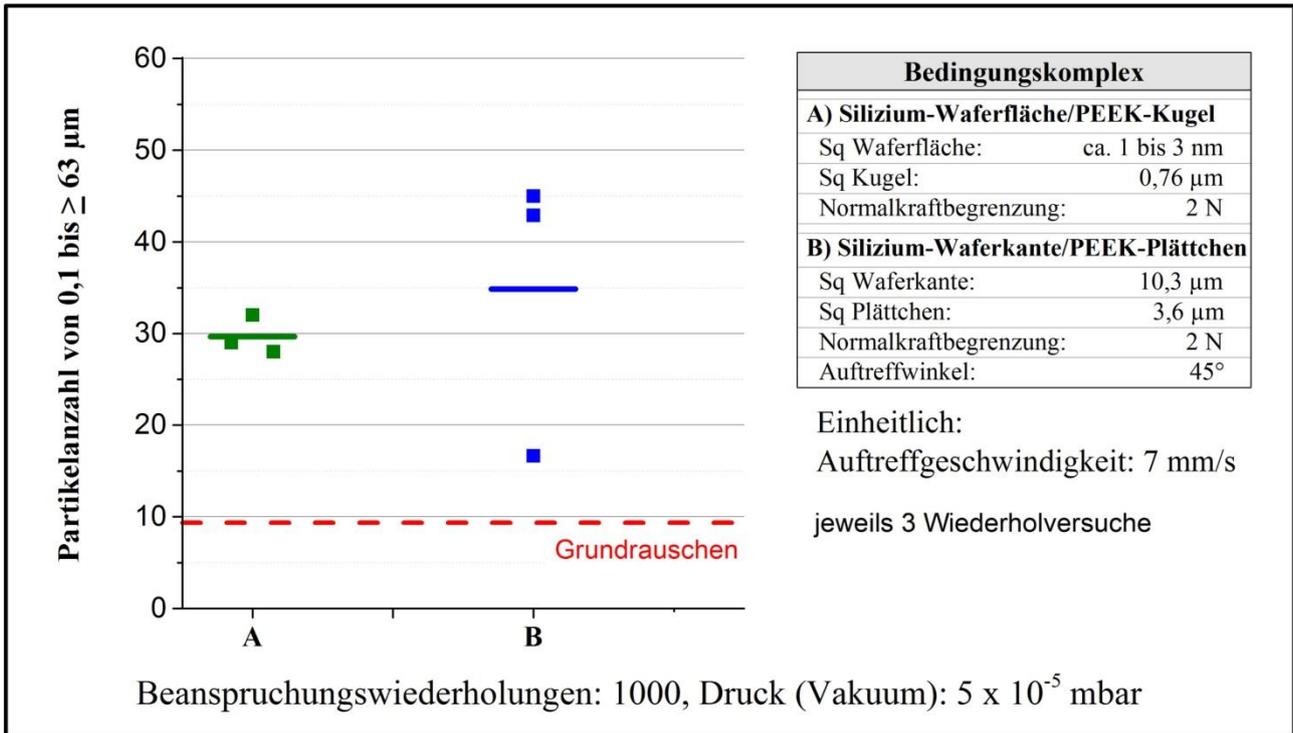


Abbildung 8.52: Gesamtanzahl der Partikel für Stoß, PEEK-Plättchen gegen Kante-Siliziumwafer im Vergleich zu PEEK-Kugel gegen Fläche-Siliziumwafer

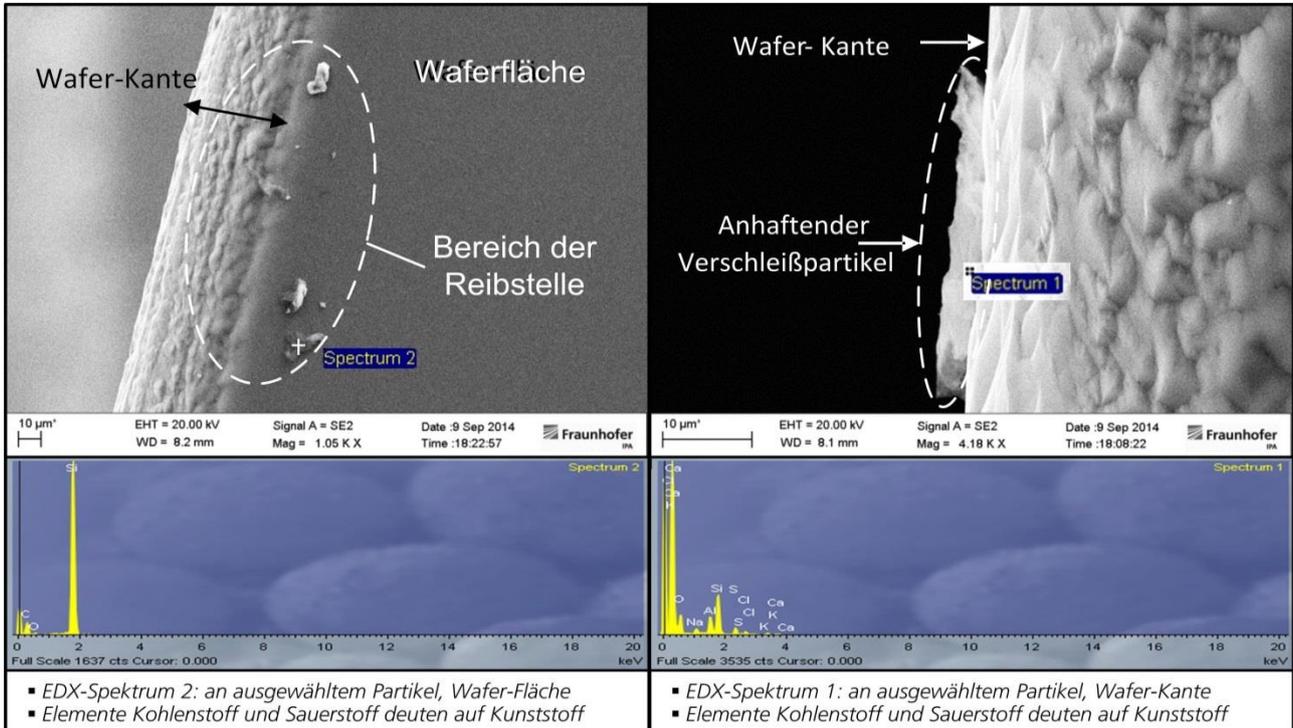


Abbildung 8.53: Rasterelektronenmikroskopaufnahmen - Darstellung der Stoßkontaktfläche an Kante-Siliziumwafer, Abrieb vom PEEK-Plättchen

### 8.5.3 Stoß – Gleiten Kugel gegen Scheibe

Der Versuch Stoß – Gleiten bildet typische reale Beanspruchungen beim Ablegen von Produkten (Wafer, Fotolithografiemasken) nach, die aus der begrenzten Positioniergenauigkeit von Handhabungssystemen resultieren. Besonderes Augenmerk gilt dem Einfluss des kurzen Gleitwegs im Vergleich zum idealen Stoß. Die kombinierte Bewegungsart wurde im Zyklus ausgeführt:

- Stoß der Kugel gegen die Scheibe mit einer Auftreffgeschwindigkeit von 7 mm/s
- unmittelbar nach dem Auftreffen Gleitbewegung von 2 mm mit einer Gleitgeschwindigkeit von 11 cm/s bei Aufrechterhaltung einer Normalkraft von 2 N
- nach Absolvierung des Gleitwegs Rückwärtspositionierung der Kugel und Rückstellung auf die Ausgangsposition ohne Materialkontakt

Die Beanspruchung erfolgte tausendfach. Untersucht wurden die Tribosysteme PEEK-Kugel/Silizium-Scheibe und Siliziumnitrid-Kugel/Quarzglas-Scheibe. Für beide Tribosysteme wurden die Einzelwerte der Versuchswiederholungen und die Mittelwerte für die **Gesamtanzahl der Partikelanzahl** gegenübergestellt (Abbildung 8.54). Die Gesamtanzahl der Partikel ist für das Tribosysteme Siliziumnitrid-Kugel/Quarzglas-Scheibe nahezu tausendfach höher als für Werkstoffpaarung PEEK-Kugel/Silizium-Scheibe, sodass ein logarithmischer Maßstab gewählt wurde und sich die weiteren Untersuchungen auf das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Quarzglas-Scheibe beschränken. Die Abbildung 8.55 zeigt die Gesamtpartikelanzahl der Stoß-Gleitversuche mit zyklischen Gleitwegen von 0,2 mm und 2 mm sowie Stoß ohne Gleitweg. Die Gesamtanzahl der Partikelanzahl nimmt deutlich überproportional mit dem Gleitweg zu.

Die durchschnittliche **Partikelgrößenverteilung** bei Gleitweg 2 mm zeigt, dass sich ca. 90 % der Partikel im Größenbereich von 0,1 µm bis 1,6 µm recht gleichmäßig verteilen (Abbildung 8.56).

Die **Ausbreitungskennzahl** in Abbildung 8.57 zeigt die deutliche räumliche Ausbreitung bereits für einen relativ kurzen zyklischen Gleitweg von 2 mm auch für große Partikel (bis ca. 50 µm). Mit abnehmender Partikelgröße steigt die räumliche Ausbreitung an. Aufgrund der stark steigenden Anzahl freigesetzter Partikel bei Verlängerung des zyklischen Gleitwegs gemäß Abbildung 8.55, kann davon ausgegangen werden, dass bereits bei kürzeren Gleitwegen als 2 mm eine deutliche räumliche Ausbreitung stattfindet. Die starke räumliche Ausbreitung führt in Verbindung mit der großen Anzahl freigesetzter Partikel zu einem erheblichen Kontaminationspotenzial.

In Abbildung 8.58 sind Rasterelektronenmikroskopaufnahmen mit Verschleißerscheinungsformen und abgeleiteten **Verschleißmechanismen** für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Quarzglas-Scheibe dargestellt. Die Aufnahmen zeigen die unterschiedlichen Bereiche der Reibspur mit der Ausprägung anhaftender Partikel. Es ist zu erkennen, dass Materialabtrag (Quarzglas) in Form einzelner Partikel und Agglomeraten an den Reibkörpern verbleibt. Einzelpartikel konnten in erheblicher Anzahl bis in den Submikrometerbereich festgestellt werden. Zu erkennen sind außerdem Agglomerate aus Einzelpartikeln. Gegenüber den vorangegangenen Untersuchungen werden hier zwei sehr harte Werkstoffe kombiniert. Die Verschleißerscheinungsformen kantige Partikel und Riefen weisen auf den Verschleißmechanismus Abrasion und Mikrobrechen hin. Die große Anzahl der freigesetzten Partikel resultiert somit aus den Mechanismen des spröden Bruchs. Der spröde Bruch ist auch die Ursache für die starke räumliche Ausbreitung der Partikel, hervorgerufen durch hohe Freisetzungsgeschwindigkeiten. Die Energieübertragung bei der Partikelfreisetzung ist impulsartig und deutlich höher als bei weicheren Werkstoffen.

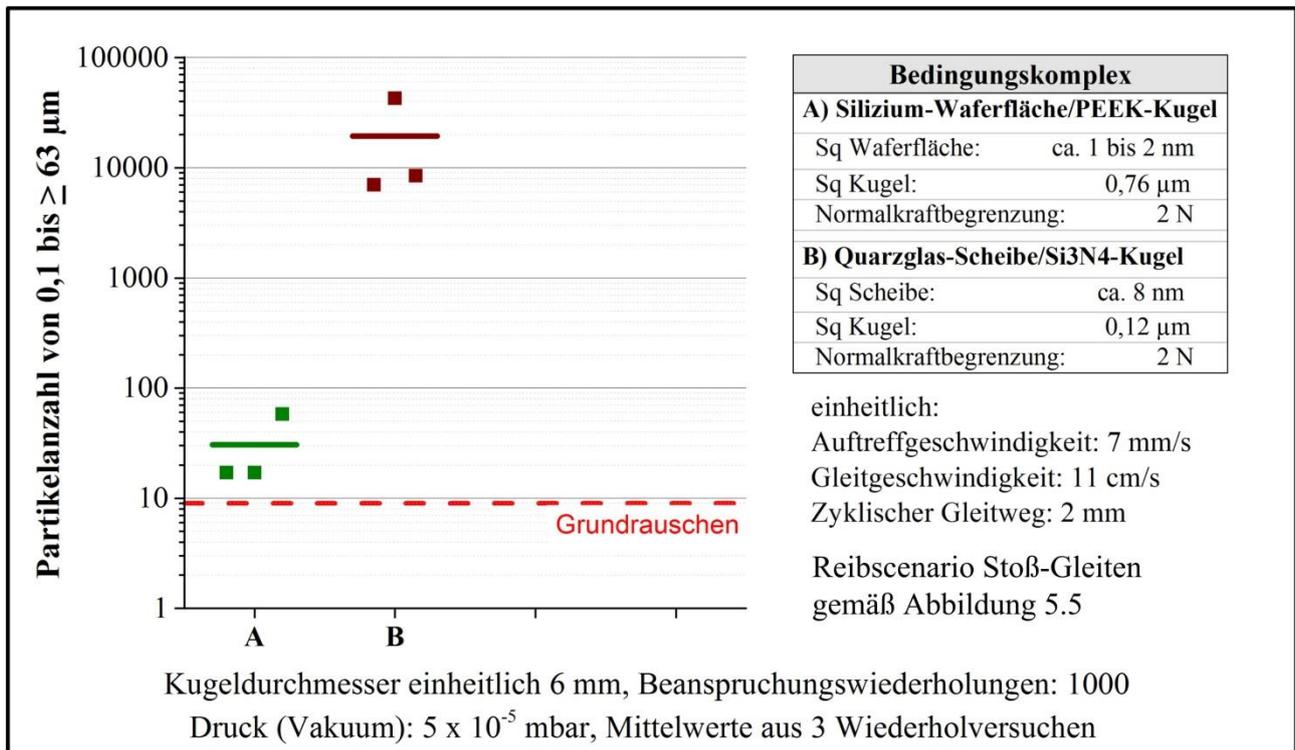


Abbildung 8.54: Gesamtanzahl der Partikel für die kombinierte Bewegungsart Stoß-Gleiten zweier Tribosysteme

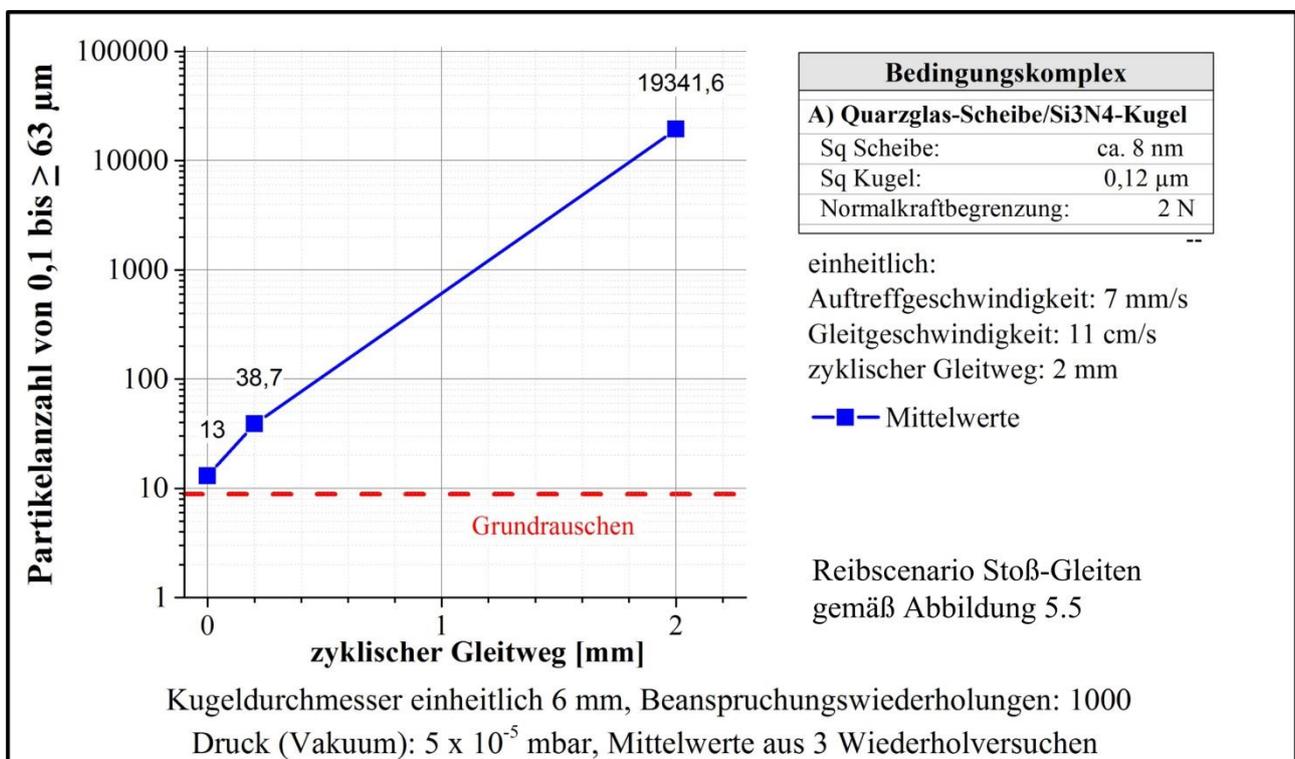


Abbildung 8.55: Gesamtanzahl der Partikel für die kombinierte Bewegungsart Stoß-Gleiten eines Tribosystems

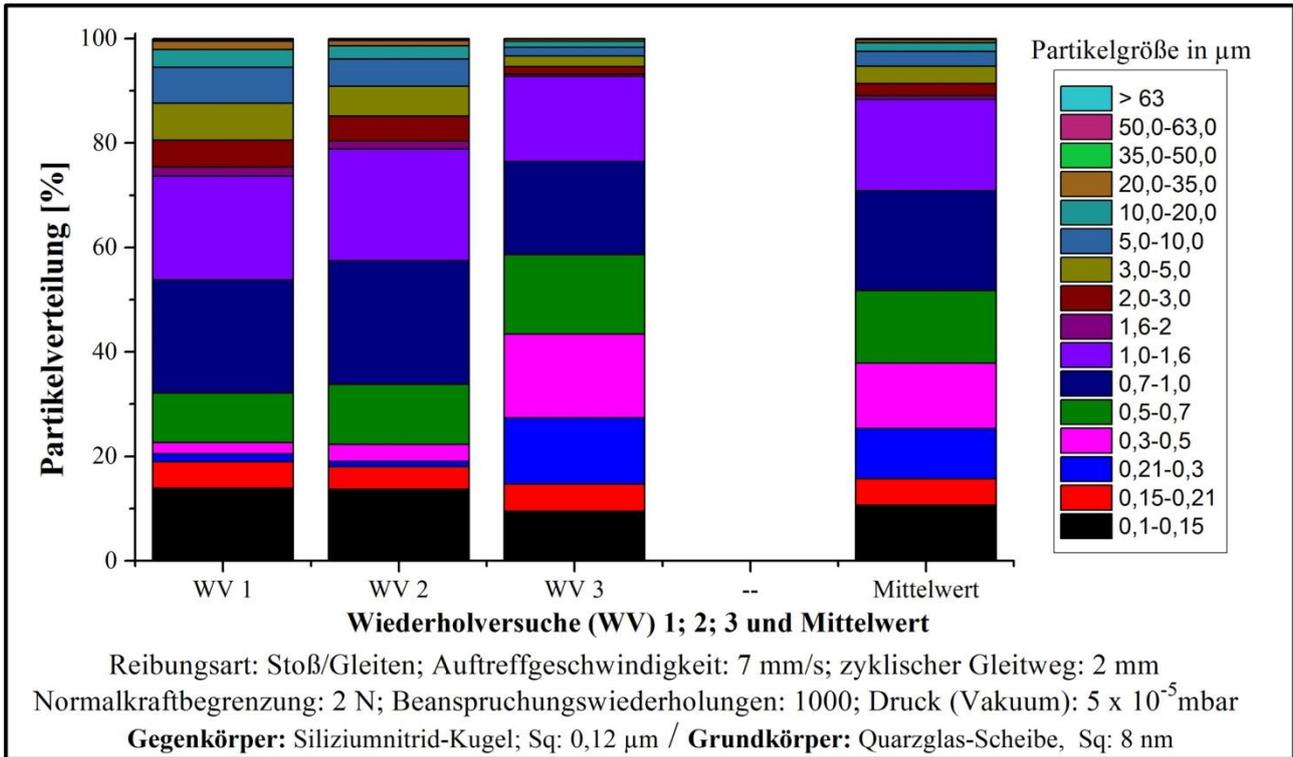


Abbildung 8.56: Partikelgrößenverteilung - in Abhängigkeit der Versuchswiederholungen für die kombinierte Bewegungsart Stoß-Gleiten eines Tribosystems

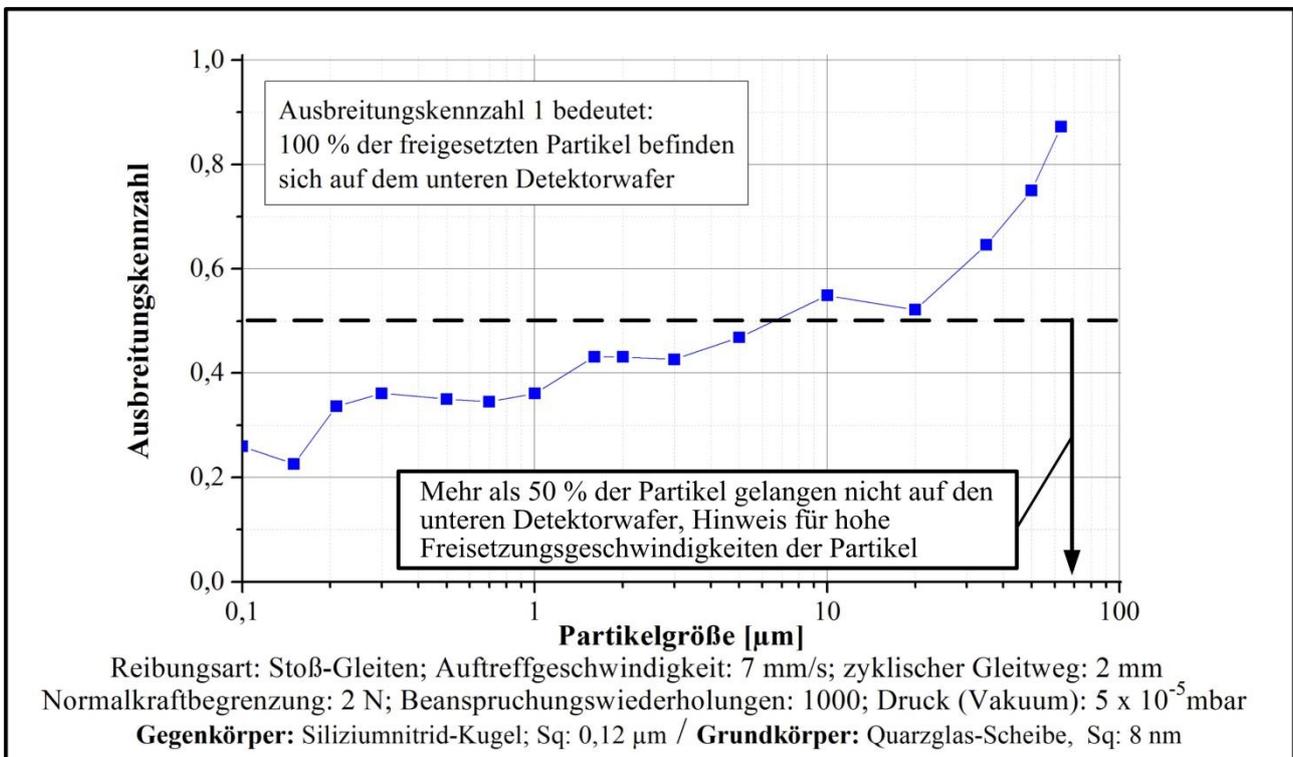


Abbildung 8.57: Ausbreitungskennzahl in Abhängigkeit der Partikelgröße bei Gleitreibung für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Quarzglas-Scheibe

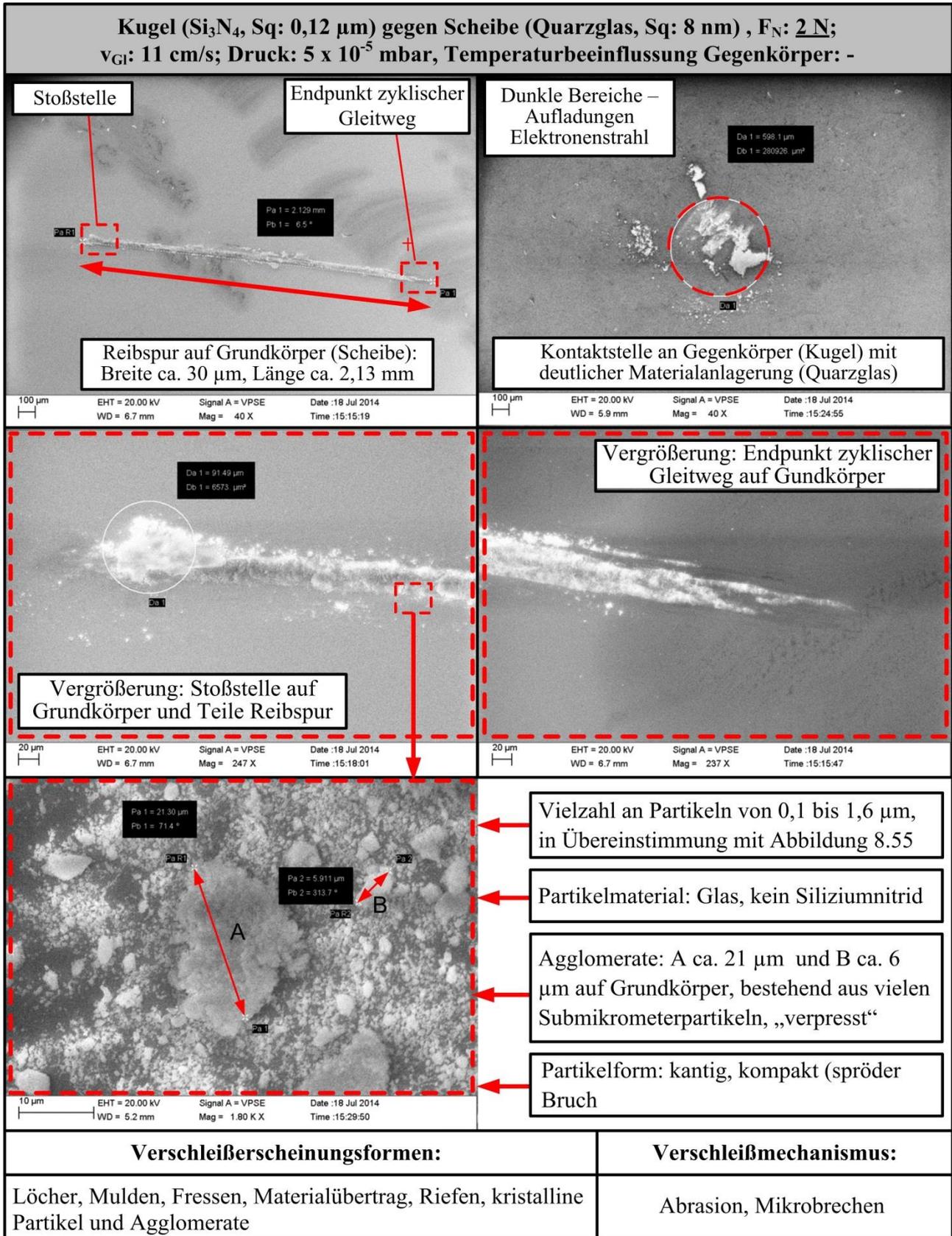


Abbildung 8.58: Rasterelektronenmikroskopaufnahmen - Darstellung der Reibstellen bei Stoß-Gleiten für das Tribosystem Quarzglas-Scheibe/Siliziumnitrid-Kugel

### 8.5.4 Wälzen

Ein häufig verwendetes Maschinenelement in Hochvakuumanlagen sind Kugellager. Untersucht wurden daher zwei Radialrillenkugellagertypen in vertikaler Position, die in industriellen Vakuumanlagen eingesetzt werden:

- Typ I – Kugeln (Siliziumnitrid), Laufringe und Käfige (Edelstahl), dreifache Wiederholung
- Typ II – Kugeln (Siliziumnitrid), Laufringe und Käfige (Zirconiumdioxid), ein Versuch

Die **Gesamtpartikelzahl** der beiden Lagertypen unterscheidet sich deutlich (Abbildung 8.59). Für den Lagertyp I beträgt der Mittelwert der Gesamtpartikelanzahl ca. 650, bei vergleichsweise geringerer Streuung. Demgegenüber beträgt der Einzelwert für Lager vom Typ II etwa das Achtfache. Das weist darauf hin, dass Werkstoffe mit ähnlichen Eigenschaften zu vergleichsweise höherem Verschleiß führen. Dies deckt sich mit den sehr hohen Partikelzahl des Tribosystems (Siliziumnitrid/Siliziumnitrid) bei Gleitreibung (siehe orientierende Versuche in Abbildung 8.7).

Dagegen verhalten sich die **Größenverteilungen der Partikel** der beiden Lagertypen ähnlich (Abbildung 8.60,).

Die **Ausbreitungskennzahlen** für beide Lagertypen sind sehr ähnlich und weisen eine starke Abhängigkeit von der Partikelgröße auf (Abbildung 8.61). Bei beiden Lagertypen breiten sich Partikel  $< 10 \mu\text{m}$  mit abnehmender Partikelgröße zunehmend räumlich gegenüber der Schwerkraft aus. Entsprechend des senkrechten Abstands der untersuchten Lager zum oberen Detektorwafer muss ein Anteil der Partikel mindestens eine Freisetzungsgeschwindigkeit von  $1,26 \text{ m/s}$  erreicht haben. Eine andere Orientierung der Lager kann zu einer anderen räumlichen Ausbreitung der Partikel führen.

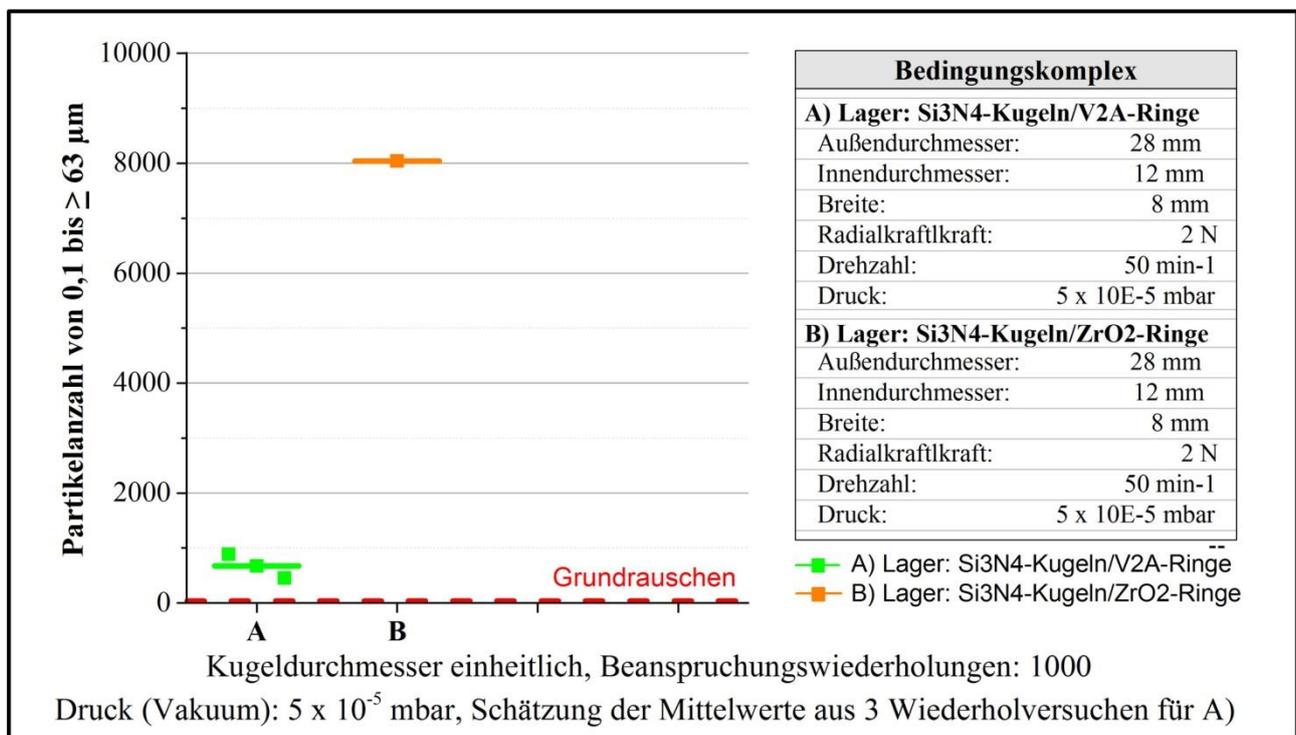


Abbildung 8.59: Gesamtanzahl der Partikel, Vergleich zweier Rillenkugellager bei gleicher Beanspruchung

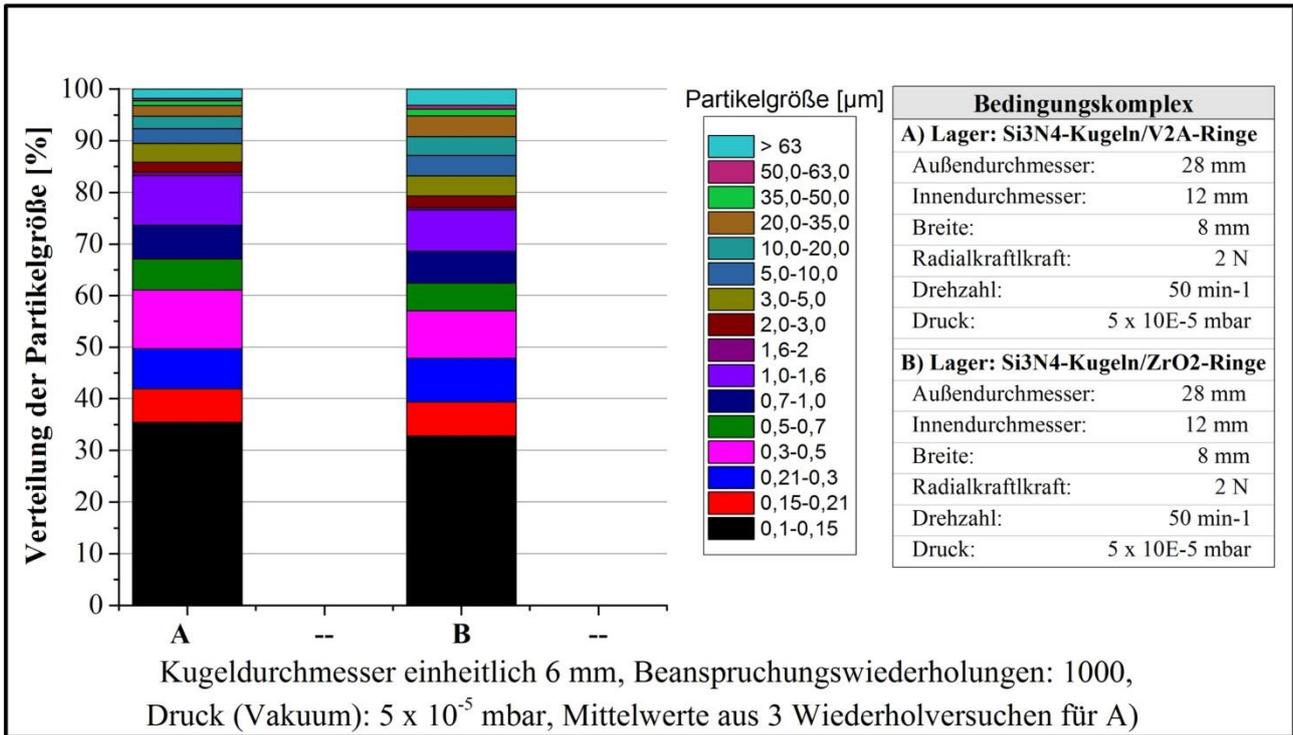


Abbildung 8.60: Größenverteilung der Partikel, Vergleich zweier Rillenkugellager bei gleicher Beanspruchung

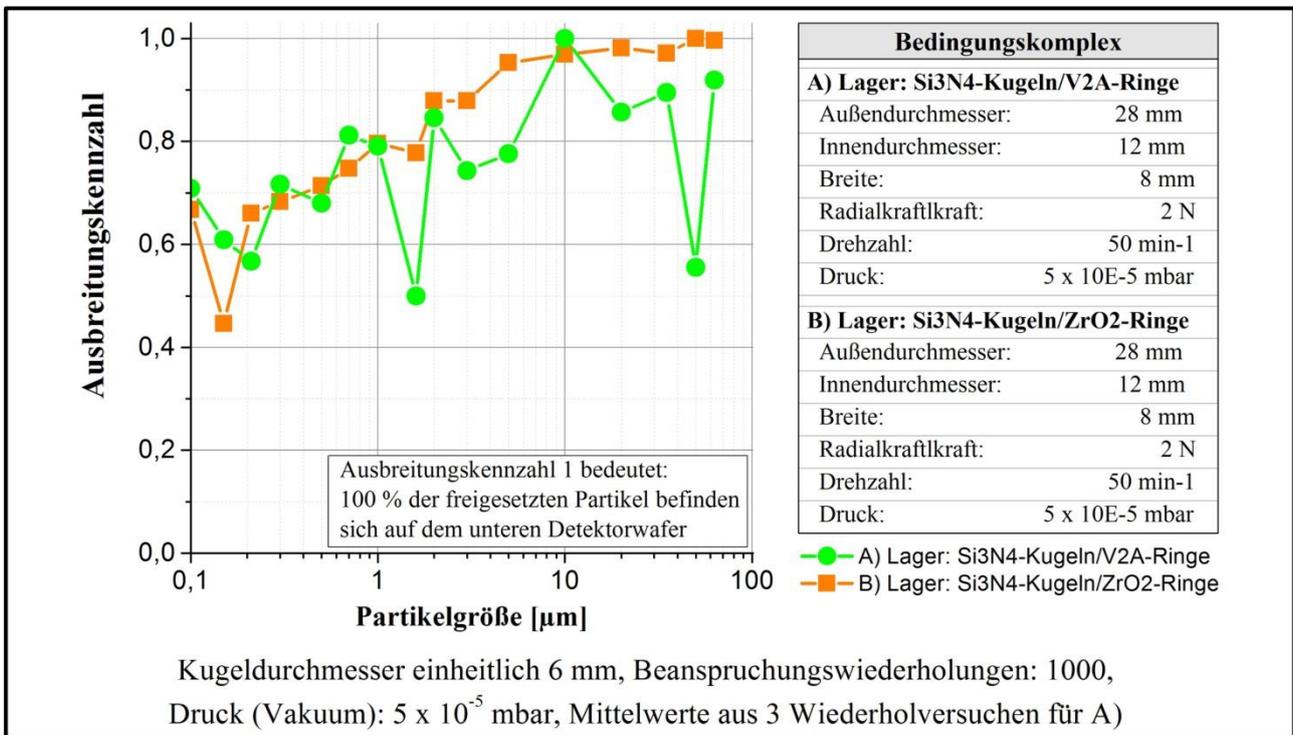


Abbildung 8.61: Ausbreitungskennzahl in Abhängigkeit der Partikelgröße, Vergleich zweier Rillenkugellager bei gleicher Beanspruchung

## 8.6 Ergebnisse spezieller Untersuchungen zur Partikelausbreitung

### 8.6.1 Wirksamkeit Partikelfalle

Partikelfallen (Partikellabyrinth) können verwendet werden, um die Ausbreitung freigesetzter Partikel zu minimieren. Ideal sind Partikelfallen, wie in Abbildung 5.3 dargestellt, die den Bereich der Lager gegenüber dem Rezipienten schließen und ein definierter Austrittspalt verbleibt.

Zum Nachweis der Wirksamkeit wurde das Lineargleitlager der Krafteinleiteinheit mit und ohne Partikelfalle untersucht (Abbildung 5.4). Mit Hilfe der Partikelfalle konnte die Gesamtpartikelzahl auf ein Viertel und damit auf einem Wert knapp über dem Grundrauschen reduziert werden (Abbildung 8.62).

Bei fachgemäßer Gestaltung können Partikelfallen insbesondere in Verbindung mit geschlossenen Tribosystemen wirksam vor der räumlichen Partikelausbreitung schützen. Entscheidend sind möglichst schmale Öffnungsspalte, die eine starke, ggf. mehrfache Umlenkung der Partikeltrajektorien zum Verlassen der Partikelfalle erfordern und die Gravitationswirkung auf die Partikel berücksichtigen.

Analysen zur räumlichen Ausbreitung konnten aufgrund der geringen verbleibenden Anzahl von Partikeln nicht durchgeführt werden.

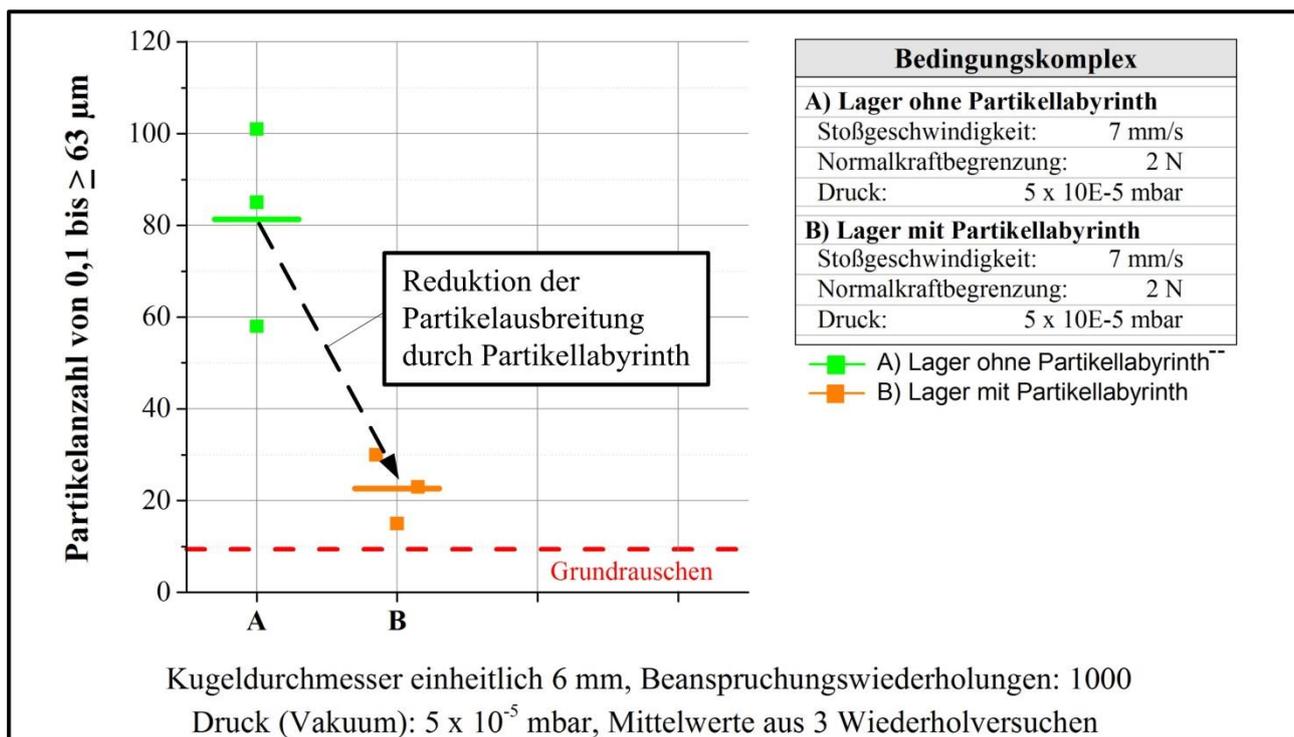


Abbildung 8.62: Gesamtanzahl der Partikel, Vergleich mit und ohne Partikelfalle bei gleicher Beanspruchung

### 8.6.2 Messung im Ausbreitungsschatten der Partikelquelle

Zum Schutz von kontaminationskritischen Produkten bzw. Bereichen in Vakuumanlagen kann häufig nicht auf eine vollständige Kapselung durch Partikelfallen, wie in Kapitel 8.6.1 untersucht, zurückgegriffen werden, da die Funktionen technischer Einrichtungen eingeschränkt würden. Alternativ können Blenden zum Schutz vor kontaminationskritischer Partikelausbreitung eingesetzt werden, die einen Teilbereich abdecken. Im Ausbreitungsschatten der Partikelblenden soll die Partikelausbreitung begrenzt werden.

Zur Bestimmung der Wirksamkeit von Blenden wurden bei gleicher Beanspruchung gegenüberstehend untersucht:

- Detektierseite der Detektorwafer der Reibstelle „zugewandt“
- Detektierseite der Detektorwafer der Reibstelle „abgewandt“ (umgedreht)

Die Gesamtanzahl der freigesetzten Partikel „zugewandt“ beträgt ca. 700 und „abgewandt“ ca. 30 (Abbildung 8.63). Bei allen Untersuchungen wurden alle acht Detektorwaferpositionen berücksichtigt. Die auf der abgewandten Seite festgestellte Partikelanzahl (ausschließlich Partikeln kleiner als  $0,2 \mu\text{m}$ ) ist gering, aber ca. dreifach höher als das Grundrauschen. In der Untersuchung zur Partikelausbreitung in Kapitel 8.4.1 (Abbildung 8.18) wurde festgestellt, dass ein geringer Anteil der Partikel im Hochvakuum abgelenkt und hinter der Reibebene detektiert wird. Mit den Partikeln auf der Rückseite der Detektorwafer wird festgestellt, dass die Ablenkung der Partikel im Ausbreitungsschatten sogar zu einer Richtungsumkehr führen kann. Am ehesten ist dieser Sachverhalt durch elektrostatische Wirkungen zu begründen. Eine vakuumdruckabhängige Partikelanzahl im Ausbreitungsschatten wurde nicht untersucht. Entsprechende Untersuchungen wären geeignet, die Partikelausbreitung auf Restgasanteile zurückzuführen.

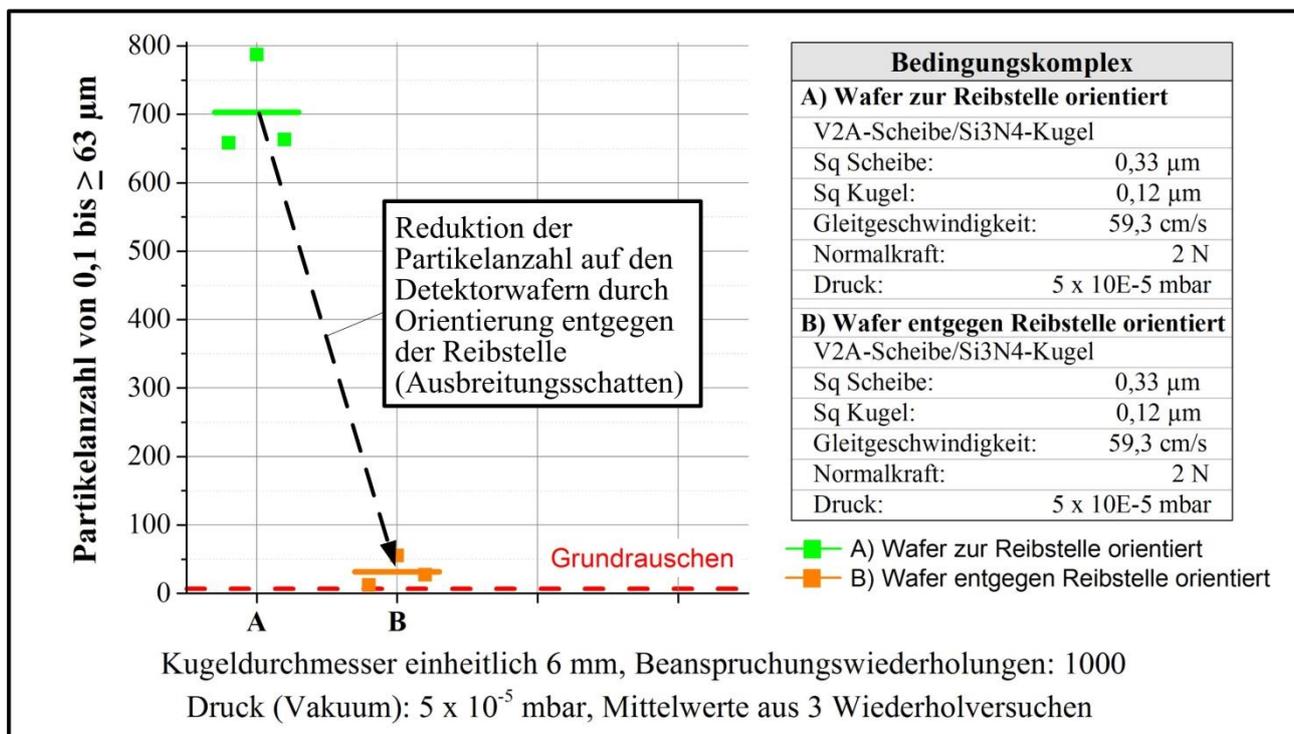


Abbildung 8.63: Gesamtanzahl der Partikel, Vergleich Detektion Partikelquelle zu- und abgewandt

### 8.6.3 Mindestfreisetzungsgeschwindigkeit

Die Freisetzungsgeschwindigkeit ist ein Maß, inwieweit sich Partikel räumlich ausbreiten können. Die Ermittlung der Mindestfreisetzungsgeschwindigkeit der Partikel erfolgte durch zweistufige Variation des Abstands des oberen Detektorwafers zur Partikelquelle (Abbildung 7.14). Um die Abstände 81 mm und 120 mm zu überwinden, müssen mindestens die Geschwindigkeiten 1,26 m/s sowie 1,53 m/s erreicht worden sein. Unter den Versuchsbedingungen gemäß Abbildung 8.64 haben durchschnittlich 15 % der Gesamtpartikelzahl den geringen und 4 % den größeren Abstand überwunden. Bei einer weiteren Abstandsverdopplung ist davon auszugehen, dass kaum Partikel den oberen Wafer erreichen.

Die so ermittelten Freisetzungsgeschwindigkeiten betragen das Doppelte bis 2,5-fache der Umfangsgeschwindigkeit. Es ist davon auszugehen, dass durch Bruchmechanik auftretende Beschleunigung zu den hohen Freisetzungsgeschwindigkeiten führen.

Bei entgegengesetzter Drehrichtung und sonst gleichen Bedingungen beträgt der durchschnittliche Partikelanteil beim Abstand 120 mm 2,7 %. Mitnahmeeffekte durch die Drehbewegung haben somit einen geringeren Einfluss.

Die Partikel, die die Abstände nach oben überwinden, sind zumeist kleiner als 2 µm.

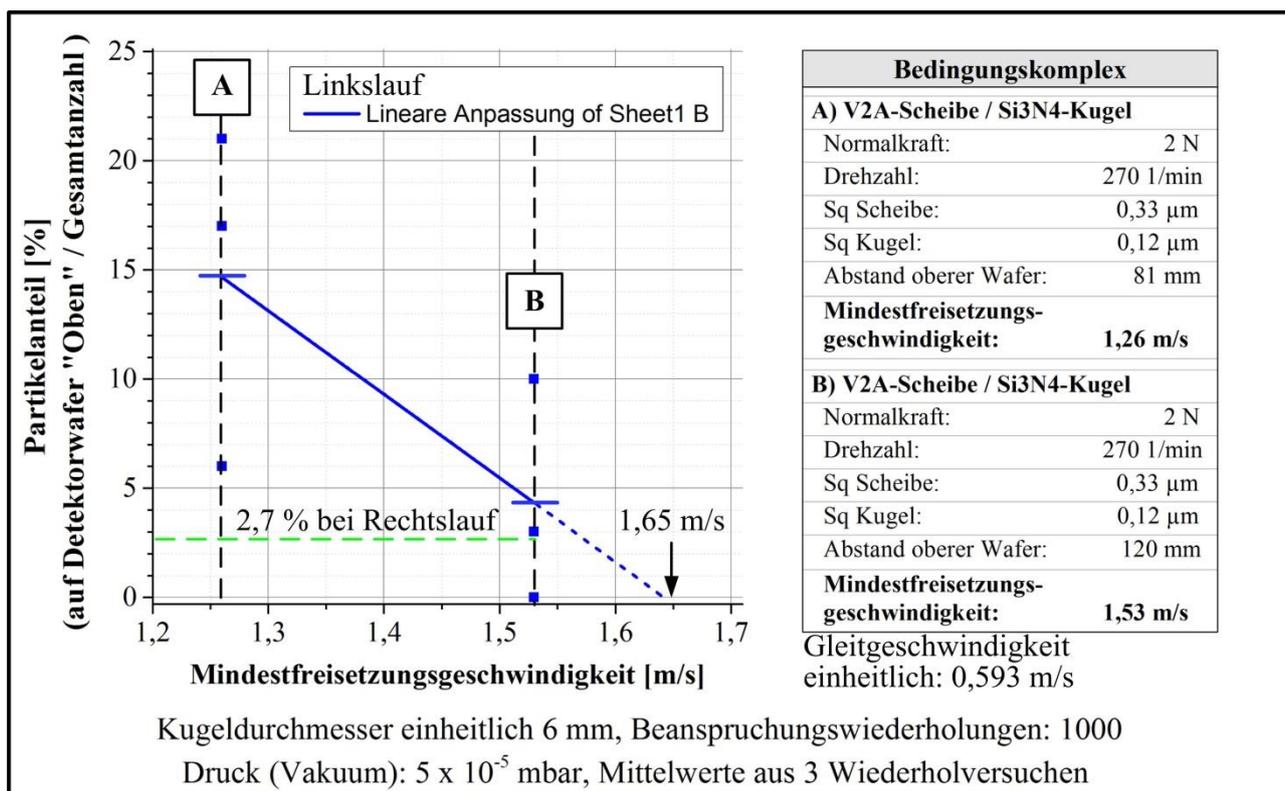


Abbildung 8.64: Anteile der freigesetzten Partikel auf oberem Detektorwafer in Abhängigkeit der Mindestgeschwindigkeit, Trendbestimmung durch lineare Regression

#### 8.6.4 Verteilung der Freisetzungsgeschwindigkeit

Zur Bestimmung der Verteilung der Freisetzungsgeschwindigkeit kommt ein Richtungsfilter zum Einsatz (Abbildung 5.12). Die Konstruktion ermöglicht die Bestimmung der Freisetzungsgeschwindigkeitsverteilung bei Gleitreibung. Der Spalt der Blende horizontal zur Partikelquelle grenzt die Freisetzungsrichtung auf den Streuwinkel von ca.  $\pm 5^\circ$  ein, sodass Partikel, bedingt durch Freisetzungsgeschwindigkeit und Gravitation, vorzugsweise auf den unteren und seitlichen Detektorwafer gelangen (Abbildung 7.15). Unter Berücksichtigung der detektierten Partikel, deren Koordinaten, der Partikelgrößen und der Ballistik ergeben sich die Verteilungen der Freisetzungsgeschwindigkeit. Untersucht wurden die Tribosysteme Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe (Abbildung 8.65) und Siliziumnitrid-Kugel/Quarzglas-Scheibe (Abbildung 8.66). Die Darstellungen beinhalten die Freisetzungsgeschwindigkeiten in fünf Größenklassen.

Für das Tribosystems **Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe** ließen sich Geschwindigkeiten ab 1,8 m/s Partikel nicht mehr gesichert nachweisen. In Einzelversuchen für höhere Geschwindigkeiten vereinzelt gemessene Partikel wurden dem Grundrauschen zugeordnet. Die maximale Freisetzungsgeschwindigkeit liegt zwischen 1,3 und 1,8 m/s. Beim dem Mittel von 1,55 m/s beträgt dieser Wert damit das ca. 14-fache der Umfangsgeschwindigkeit. Der größte Partikelanteil weist eine Freisetzungsgeschwindigkeit zwischen 0,5 und 1 m/s auf und ist somit ca. vier- bis neunfach so hoch wie die Umfangsgeschwindigkeit. Wird die maximale Freisetzungsgeschwindigkeit aus dem Verlauf der Mindestfreisetzungsgeschwindigkeit durch Verlängerung der Geraden abgeleitet, ergibt sich ein Wert von 1,65 m/s (Abbildung 8.64). Im Vergleich dazu beträgt die maximale Freisetzungsgeschwindigkeit 1,55 m/s (Abbildung 8.65). Die Werte liegen nah beieinander, obwohl diese über die unterschiedlichen Verfahren ermittelt wurden. Damit ist die Eignung beider Verfahren nachgewiesen. Die unterschiedlichen Gleitgeschwindigkeiten von 0,11 m/s und 0,593 m/s haben nahezu keinen Einfluss auf die maximale Freisetzungsgeschwindigkeit.

Für das Tribosystem **Siliziumnitrid-Kugel/Quarzglas-Scheibe** (Abbildung 8.66) sind bei kleinen Partikeln deutlich höhere Freisetzungsgeschwindigkeiten festzustellen als für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe (Abbildung 8.65). Aus Abbildung 8.66 geht hervor, dass kleine Partikel eine Freisetzungsgeschwindigkeit bis zu 7 m/s und somit ca. das 60-fache der Gleitgeschwindigkeit aufweisen. Der größte Partikelanteil weist eine Freisetzungsgeschwindigkeit zwischen 0,5 und 4 m/s auf und ist somit ca. vier- bis 36-fach so hoch wie die Umfangsgeschwindigkeit. Die Anzahl der Partikel größer als 5  $\mu\text{m}$  ist gering, es treten maximal Geschwindigkeiten von 1,3 m/s auf. Ursache für die deutlich höheren Freisetzungsgeschwindigkeiten ist die Impulswirkung der Bruchmechanik der harten, spröden Werkstoffe des Tribosystems.

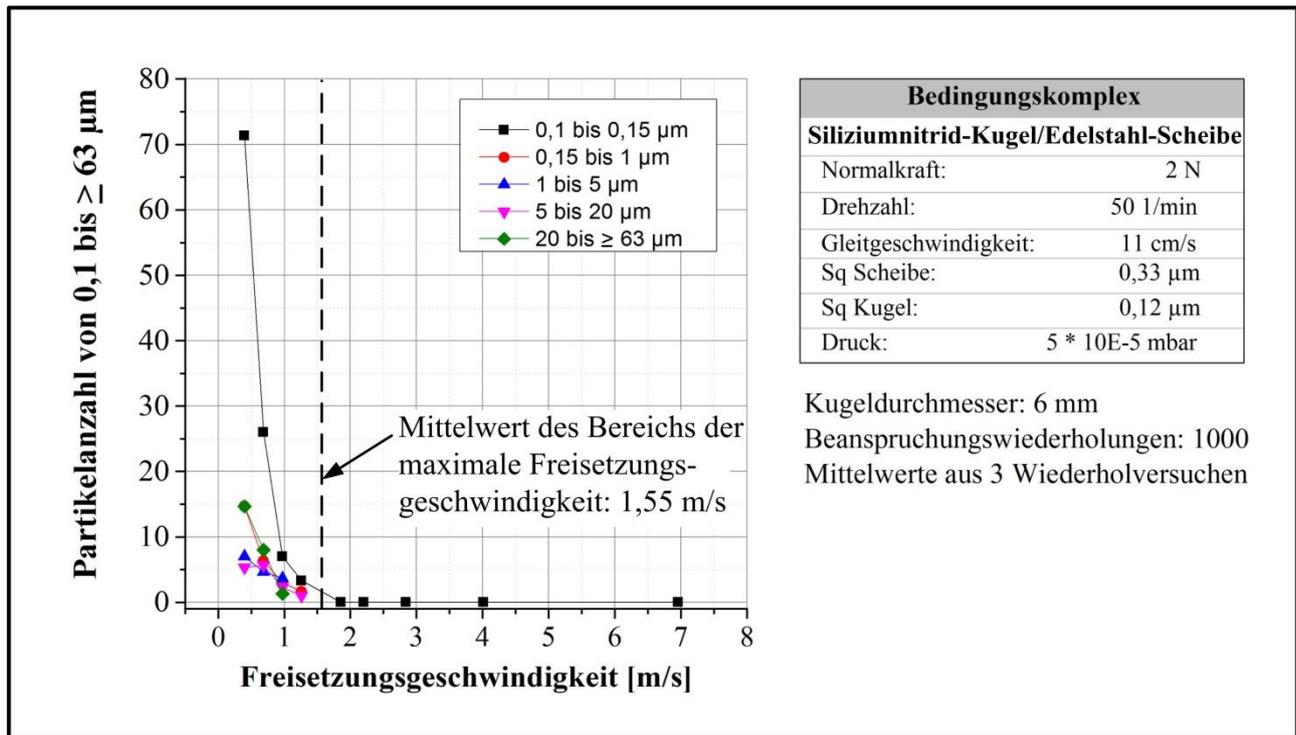


Abbildung 8.65: Verteilung der Freisetzungsgeschwindigkeit der Partikel für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe für verschiedene Größenklassen bei Gleitreibung

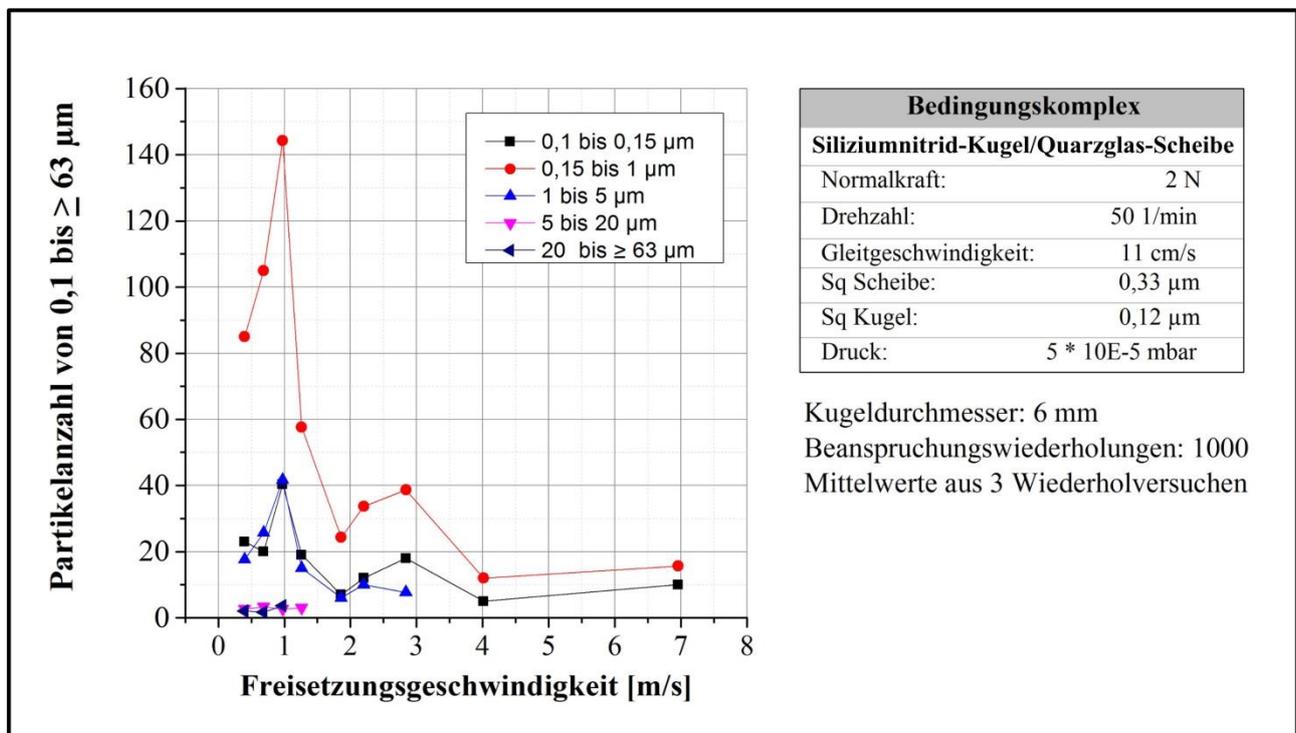


Abbildung 8.66: Verteilung der Freisetzungsgeschwindigkeit der Partikel für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Quarzglas-Scheibe für verschiedene Größenklassen bei Gleitreibung

### 8.6.5 Partikeldichteverteilung im Detektionsumfang

Das Prinzip zur Bestimmung der Partikeldichteverteilung ist in Abbildung 7.12 dargestellt. Nach diesem Prinzip wurden Versuche für unterschiedliche Bedingungen durchgeführt.

#### Drehrichtungsänderung

Für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe wurden jeweils drei Versuche in beiden Drehrichtungen durchgeführt. Die für Rechts- und Linkslauf aus je drei Wiederholversuchen ermittelten durchschnittlichen Partikeldichteverteilungen über den Detektionsumfang der Reibebene sind in Abbildung 8.67 gegenübergestellt. Die Drehrichtung entgegen der Schwerkraft (Rechtslauf) bewirkt eine deutlich größere Streuung. Dies resultiert aus einer verstärkten Freisetzung der Partikel in Bewegungsrichtung. Die drehrichtungsabhängigen Ausbreitungsprinzipie in Abbildung 8.67 veranschaulichen die Ursachen der unterschiedlichen Streuungen, bedingt durch die richtungsabhängige Freisetzung. Zur Verringerung der Partikelausbreitung kann eine Drehrichtungsänderung allerdings nicht wirksam angewendet werden.

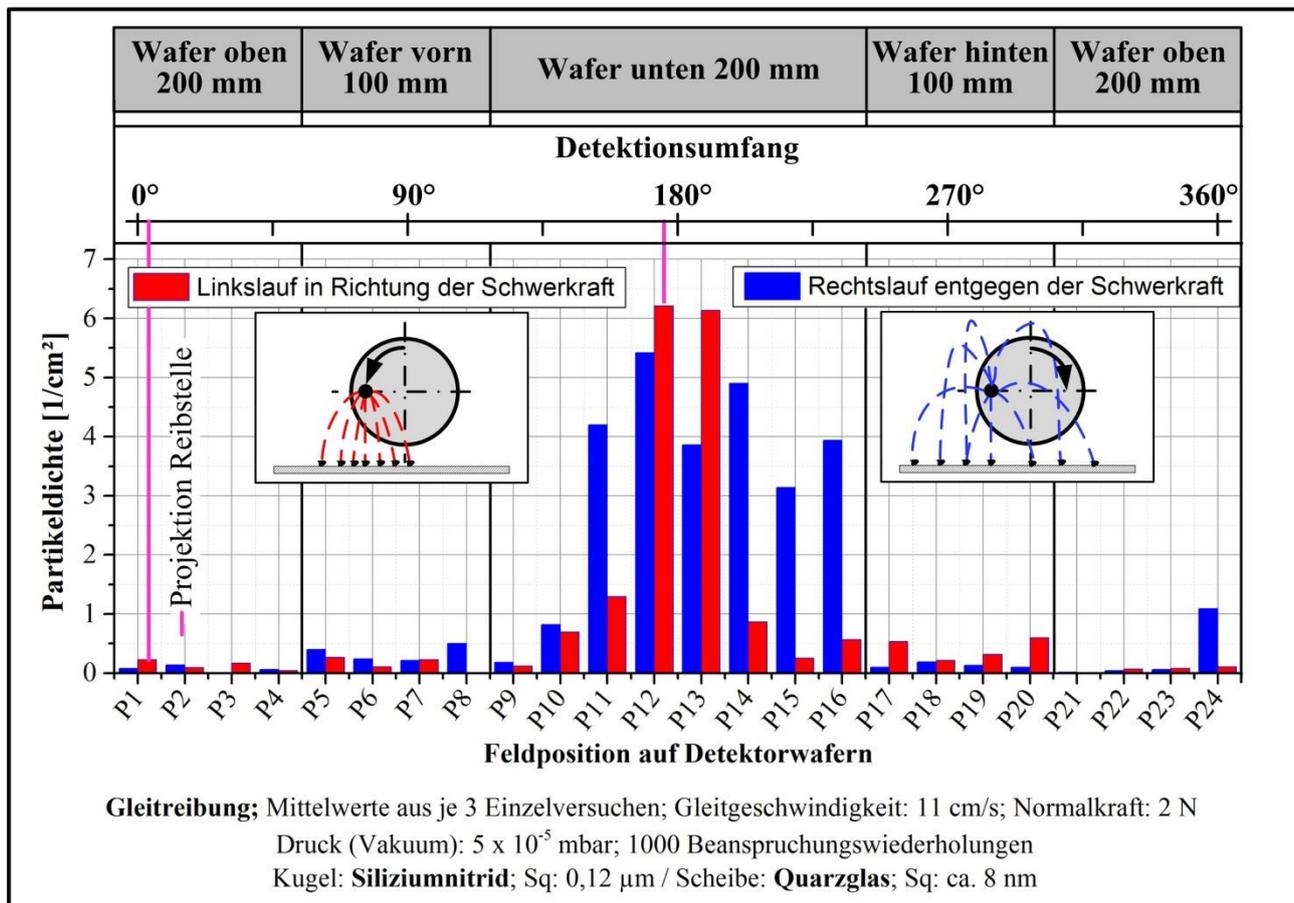


Abbildung 8.67: Partikeldichteverteilung über den Detektionsumfang der Reibebene für das Tribosystem Edelstahl-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleiten, Vergleich Rechts-/Linkslauf



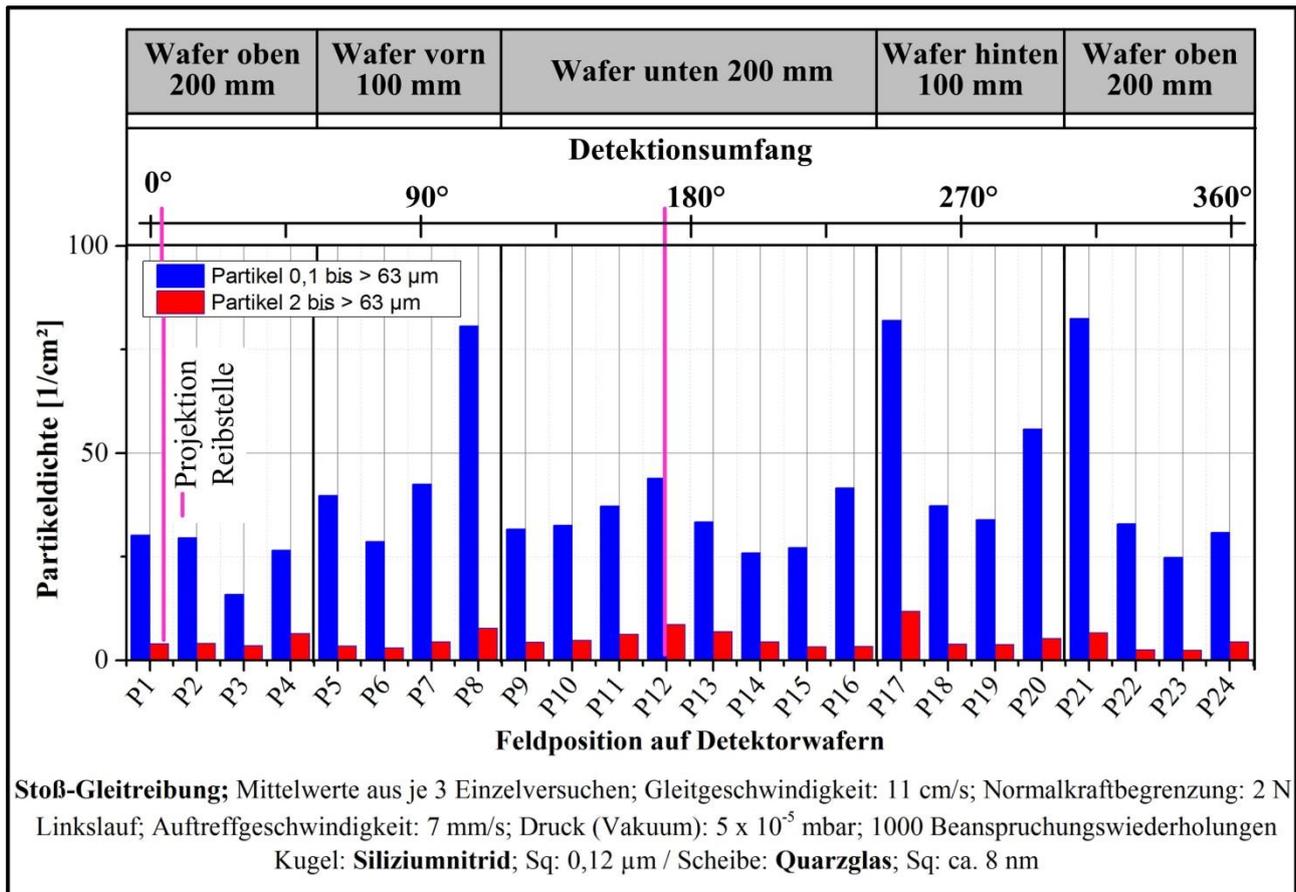


Abbildung 8.69: Partikeldichteverteilung im Detektionsumfang der Reibebene für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Quarzglas-Scheibe bei Stoß-Gleitreibung für zwei Größenklassen

### 8.6.6 Elektrisches Feld – 1 Faktor

Untersucht wurde der Einfluss des elektrischen Felds auf die Ausbreitung der Partikel für die Tribosysteme Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe und Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahlscheibe für die Bewegungsart Gleiten. Dafür wurde eine Spannung am oberen und unteren Detektorwafer angelegt. Bei der Anordnung der Detektorwafer mit dem Durchmesser 200 mm wird ein homogenes Feld in Schwerkrafttrichtung mit einer Feldstärke von 16,9 V/cm erzeugt. Die Polung wurde in beiden Richtungen vorgenommen. Aus der Abbildung 8.70 geht hervor, dass bei positivem Potenzial am oberen Detektorwafer die Anzahl der Partikel am oberen Detektorwafer für beide Werkstoffpaarungen von ca. 3 auf 10 % erhöht und damit um das Dreifache steigt. Die gegenpolige Orientierung des elektrischen Felds wirkte sich dagegen nicht auf die Ausbreitung der Partikel aus.

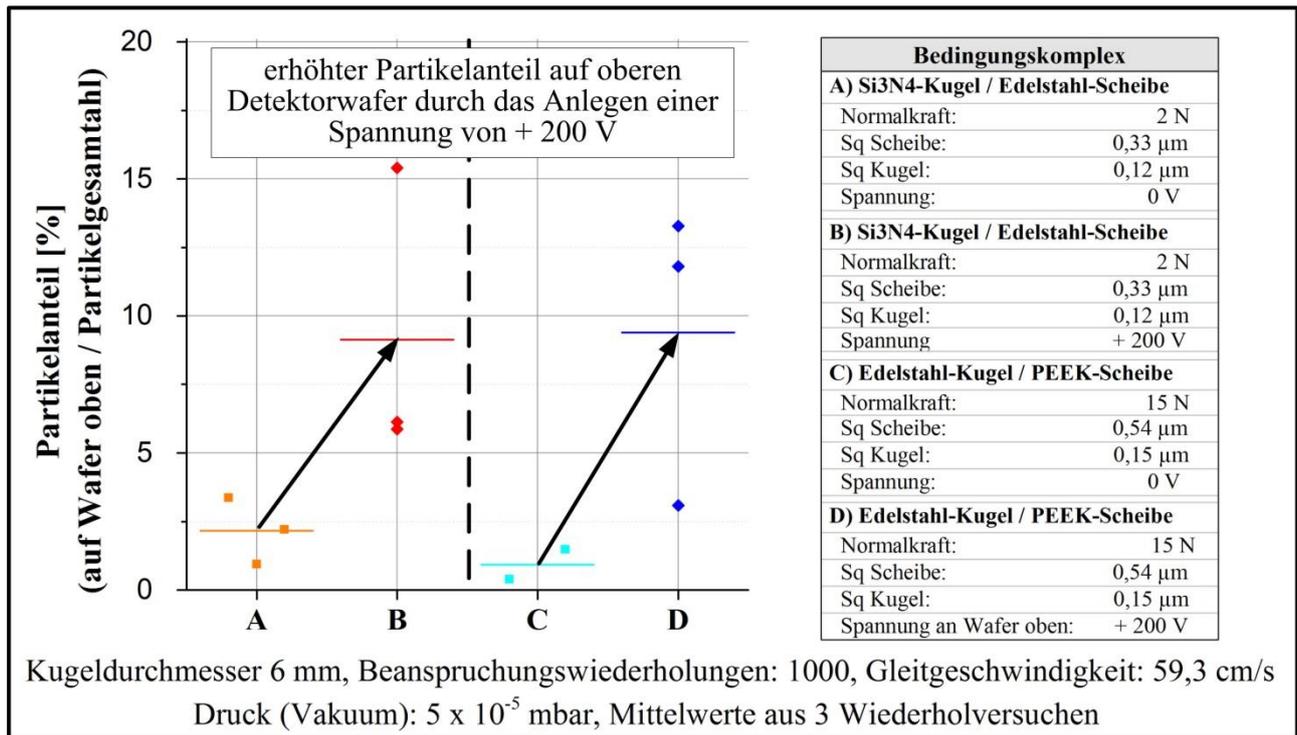


Abbildung 8.70: Partikelanteile auf oberem Detektorwafer für zwei Werkstoffkombinationen bei Gleitreibung, Vergleich mit und ohne elektrisches Feld

### 8.7 Zusammenfassung der Versuchsergebnisse

Die in Verbindung mit dem Prüfstand entwickelten Zielgrößen beziehen sich insbesondere auf reinheitstechnische und auf tribologische Größen. Für jeden Versuch steht ein Satz von Zielgrößendaten zur Verfügung. Alle Versuche wurden zur statistischen Absicherung dreifach wiederholt.

Die Ergebnisse resultieren im Wesentlichen aus zweistufigen Versuchsplänen mit unterschiedlichen Einflussgrößen/Faktorstufenkombinationen für das tribologische Modell Kugel-Scheibe. Die Pläne wurden zum Teil als orthogonale/optimale Pläne durchgeführt. Für Zielgrößen, die sich durch Zahlenwerte ausdrücken lassen, erfolgte die Auswertung auf Basis von linearen Modellgleichungen (funktionale Zusammenhänge) und unter Berücksichtigung der dafür üblichen Teststatistiken. Für Versuchsergebnisse, die durch Verteilungen der Partikelgrößen, der räumliche Verteilung und der Verteilung der Freisetzungsgeschwindigkeit beschrieben wurden, erfolgte die Auswertung durch Vergleich der ermittelten Verteilungen zwischen ausgewählten Einflussgrößen- / Faktorstufenkombinationen. Darüber hinaus wurden für einzelne Einflussgrößen ein- bis fünfstufige Untersuchungen unter Konstanthalten der restlichen Einflussgrößen durchgeführt. In speziellen Untersuchungen zur Ausbreitungsgeschwindigkeit wurden die Gesetzmäßigkeiten der Ballistik berücksichtigt. Für ausgewählte Faktorstufenkombinationen wurden die Verschleißerscheinungsformen an den Reibkontaktflächen, wie z. B. die Formen entstandener Partikel, bestimmt und Verschleißmechanismen abgeleitet, um Ursachen der Effekte bei der Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung zu bestimmen.

Die von den Einflussgrößen abhängenden Versuchsergebnisse sind grundsätzlich bewegungsart- und werkstoffbezogen. Das Niveau der Partikelfreisetzung ist, bezogen auf die einzelnen Werkstoffpaarungen, generell sehr unterschiedlich.

Die Wirkungen der Einflussgrößen unterscheiden sich bei verschiedenen Tribosystemen zum Teil deutlich. Besonders hervorzuhebende Einflussgrößen sind neben der Normalkraft, die Temperaturerhöhung durch Fremderwärmung und der Vakuumdruck.

Generell ist festzustellen, dass sich bei Bewegungsarten mit Gleitreibungsanteilen die Versuchsergebnisse von dem partikulären Grundrauschen des Prüfstands deutlich abheben. Bei gleicher Anzahl von Umdrehungen (Gleiten) und Stößen, werden bei Stoß deutlich weniger Partikel freigesetzt, die jedoch über dem Grundrauschen liegen. Gleiten ist ein kontinuierlicher Vorgang mit Partikelfreisetzung, bei dem vergleichsweise große Bereiche des Gegenkörpers erfasst werden. Stoß ist dagegen ein diskontinuierlicher Vorgang, mit Partikelfreisetzung, kurzer Kontaktdauer und geringer Relativbewegung im Verformungsbereich beim Kontakt der Reibkörper. Der zum Verschleiß notwendige Energieeintrag ist bei Stoß gegenüber Gleiten deutlich geringer.

Die Kombination der Bewegungsarten Stoß und Gleiten wird vom Gleitanteil dominiert und liefert ebenfalls statisch auswertbare Partikelanzahlen. Die dargestellten Ergebnisse beziehen sich vornehmlich auf Gleitreibung. Gleitreibung liefert Partikelanzahlen, die sich einerseits hinsichtlich der Faktorstufenkombination deutlich unterscheiden und andererseits die Ermittlung von Verteilungen zulassen. Die durchgeführten Untersuchungen und Auswertungen führen im Wesentlichen zu folgenden Ergebnissen:

### **Partikelfreisetzung**

- Für unterschiedliche **Werkstoffkombinationen** unterscheidet sich die Anzahl freigesetzter Partikel bei Gleitreibung deutlich stärker als durch Variation der mechanischen Beanspruchung. Tendenziell werden bei der Kombination gleicher Werkstoffe, sowohl harter, spröder (Siliziumnitrid/Siliziumnitrid) als auch nicht spröder, nicht harter (Edelstahl/Edelstahl) mehr Partikel freigesetzt als bei Kombinationen unterschiedlicher Werkstoffe, bei denen ein oder beide Werkstoffe weicher sind (Edelstahl/PEEK, Siliziumnitrid/Edelstahl).
- „**Innerhalb**“ eines Tribosystems wird bei Gleitreibung das partikuläre Abgabeverhalten (Partikelfreisetzung) bei Raumtemperatur im Wesentlichen von der Normalkraft und in deutlich geringerem Maße von der Anfangsrauheit der Reibkörper bestimmt. Ursache dafür ist die höhere Anzahl von Mikrokontakten, die aus höheren Normalkräften resultieren und mehr Verschleiß verursachen. Demgegenüber nimmt die Anzahl der Mikrokontakte mit zunehmender Rauigkeit ab.
- Bei einem **Druckanstieg im Vakuum** von  $5 \cdot 10^{-5}$  auf  $5 \cdot 10^{-2}$  mbar erhöht sich bei Gleitreibung das partikuläre Abgabeverhalten für das untersuchte Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe um das vierzehnfache. Die Ursache dafür sind chemische Reaktionen, die tribomechanisch unter Nutzung von Sauerstoff des Restgases bei höherem Vakuumdruck (Feinvakuum) verstärkt angeregt werden. Die Reaktionsprodukte sind Siliziumdioxid als Partikel und Ammoniak.
- Die **Fremderwärmung** der Reibkörper auf  $80 \text{ }^\circ\text{C}$  hat bei Gleitreibung im Hochvakuum ( $5 \cdot 10^{-5}$  mbar) einen erheblichen Einfluss auf das partikuläre Abgabeverhalten des Tribosystems Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe. Die Ursache dafür ist eine thermisch und tribomechanisch aktivierte chemische Reaktion, bei der in technisch verfügbarem Siliziumnitrid enthaltener Sauerstoff in das Reaktionsprodukt Siliziumdioxid übergeht und Ammoniak freigesetzt wird. Die abgegebene Gasmenge ist im Vergleich zum Restgas so hoch, dass sie im Ausregelverhalten des Drucks im Rezipienten festgestellt werden konnte.

- Die **Größenverteilung** der freigesetzten Partikel ist insbesondere von der Werkstoffkombination der Tribosysteme und bei einzelnen Tribosystemen in unterschiedlichem Maß von der Normalkraft und der Beanspruchungsdauer abhängig. Generell dominieren Partikel kleiner  $0,5\ \mu\text{m}$  mit einem Anteil von 60 bis 70 % der Gesamtpartikelzahl. Für die Tribosysteme Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe, Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe und Edelstahl-Kugel/Edelstahl-Scheibe beträgt der Anteil der Partikel im Größenbereich  $0,1$  bis  $0,15\ \mu\text{m}$  30 bis 50 % und für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Siliziumnitrid-Scheibe ca. 8 %. Die Größenverteilung der Partikel des Tribosystems Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe ist nahezu unabhängig von der mechanischen Beanspruchung. Beim Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe steigt der Anteil der Partikelgröße  $0,1$  bis  $0,15\ \mu\text{m}$  mit Erhöhung der Normalkraft von 2 auf 5 N von 30 bis auf 70 %. Eine weitere Erhöhung der Normalkraft bis auf 15 N bewirkt keine weitere Veränderung der Partikelgrößenverteilung. Mit der Zunahme der Beanspruchungswiederholungen verschiebt sich die Partikelverteilung in die Randbereiche mit hohen Anteilen besonders kleiner und großer Partikel. Das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Quarzglas-Scheibe weist bei der Bewegungsart Stoß-Gleiten weniger kleine Partikel ( $0,1$  bis  $0,15\ \mu\text{m}$ ) auf.

### Partikelausbreitung

- Die in der vorliegenden Arbeit neu eingeführte **Partikelausbreitungskennzahl** beschreibt die räumliche Ausbreitung der Partikel und damit die Wirksamkeit der Anfangsgeschwindigkeit der freigesetzten Partikel gegenüber der Gravitationswirkung. Die Versuchsergebnisse für die Tribosysteme Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe, Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung zeigen eine Unabhängigkeit der Partikelausbreitung von den Einflussgrößen Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit, Oberflächenrauheit und Fremderwärmungstemperatur. Die Partikelausbreitungskennzahl ist jedoch in starkem Maße von der jeweiligen Werkstoffkombination der Tribosysteme abhängig und hat für die jeweilige Werkstoffkombination und Partikelgröße einen nahezu konstanten Wert, d.h. die die Ausbreitungskennzahl ist unter diesen Bedingungen eine Konstante des Tribosystems. Hervorzuheben ist die Abhängigkeit der räumlichen Ausbreitung von der Partikelgröße. Tendenziell breiten sich Partikel mit abnehmender Partikelgröße zunehmend räumlich aus. Das betrifft insbesondere den Submikrometerbereich. Das resultiert aus der werkstoffspezifischen der Bruchmechanik, die die Freisetzungsrichtung und die Freisetzungsgeschwindigkeit der Partikel bestimmt sowie der Relation Partikelmasse zur Freisetzung kinetischer Energie durch Bruch. Außerdem zeigen die partiellen Untersuchungen hinsichtlich des Vakuumdrucks am Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe, dass dieser die Ausbreitungskennzahl deutlich beeinflusst.

Vakuumdruckerhöhung verursacht eine deutlich stärkere räumliche Ausbreitung der Partikel  $< 3\ \mu\text{m}$  entgegen der Schwerkraft. Ursache sind Wechselwirkungen mit deutlich mehr Gasteilchen, die eine verstärkte Ausbreitung kleiner Partikel (geringe Masse) bewirken.

- Die **Mindestfreisetzungsgeschwindigkeit** tribologisch generierter Partikel wurde neu über die Partikelanzahl auf dem oberen Detektorwafer unter Berücksichtigung des Abstands zur Reibstelle bestimmt. Sie beträgt unter Berücksichtigung der gewählten Abstände (81 mm und 120 mm) 1,26 m/s und 1,53 m/s. Beim Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe reduziert sich gegenüber der geringeren Geschwindigkeit die Anzahl der Partikel bei der höheren Geschwindigkeit auf ein Drittel. Diese Mindestfreisetzungsgeschwindigkeiten lassen sich nicht aus der Gleitgeschwindigkeit von 0,59 m/s ableiten. Demzufolge hat die Bruchmechanik einen erheblichen Anteil an der Freisetzungsgeschwindigkeit. Die durch Extrapolation abgeleitete maximale Freisetzungsgeschwindigkeit beträgt 1,65 m/s.
- Die **Verteilung der Freisetzungsgeschwindigkeit** tribologisch generierter Partikel wurde mit dem in der vorliegenden Arbeit neuen entwickelten Ansatz der Partikelblende bestimmt. Die Einschränkung der Partikelausbreitung mit Hilfe der Partikelblende auf den horizontalen Austritt (waagerechter Wurf) ergibt für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung Freisetzungsgeschwindigkeiten von 0 bis 1,55 m/s. Die Werte der nach beiden Verfahren ermittelten Maximalgeschwindigkeiten liegen nah beieinander. Damit ist die Eignung beider Verfahren zur Bestimmung der Freisetzungsgeschwindigkeit nachgewiesen. Für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe beträgt die maximale Freisetzungsgeschwindigkeit ca. das 14-fache der gewählten Gleitgeschwindigkeit. Für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Quarzglas-Scheibe ergibt sich bei Gleitreibung mit Freisetzungsgeschwindigkeiten von 0 bis 7 m/s eine deutlich höhere maximale Geschwindigkeit. Für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Quarzglas-Scheibe beträgt die maximale Freisetzungsgeschwindigkeit ca. das 60-fache der gewählten Gleitgeschwindigkeit. Bei diesen Werkstoffen mit hoher Härte und Sprödhheit ist die Energiefreisetzung durch Bruchmechanik deutlich größer.
- Neu ist die Erkenntnis, dass die **Freisetzungsgeschwindigkeit** mit abnehmender **Partikelgröße** zunimmt. Dies kann auf die unmittelbare Freisetzung kleiner Partikel beim Bruch zurückgeführt werden. Bei Agglomeration erfolgt die Partikelfreisetzung nicht unmittelbar nach dem Bruch. So unterschiedlich wie Bruch, Deformation und Agglomeration der Partikel in Tribosystemen erfolgt, so verschieden sind die Beschleunigungen bei der Freisetzung.
- Die **Freisetzungsrichtung** erfolgt in allen Richtungen vornehmlich in der Reibebene. Über dem Umfang der Reibebene sind die Partikel ungleich verteilt. Die nach unten zunehmende Partikeldichte lässt sich hauptsächlich auf die Wirkung der Schwerkraft zurückführen.
- Die **Änderung der Bewegungsrichtung** an der Reibstelle von Linkslauf (mit Schwerkraft) zu Rechtslauf (entgegen der Schwerkraft) bewirkt beim Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe eine größere Streuung der Partikel auf dem unteren Detektorwafer. Dies resultiert aus einer verstärkten Freisetzung der Partikel in Bewegungsrichtung.
- Die Wirkung des **elektrischen Feldes** auf die Ausbreitung tribologisch generierter Partikel konnte nachgewiesen werden. Entgegen der Schwerkraft wurden am oberen Wafer beim Anlegen von 200 V 7 % mehr Partikel als ohne elektrisches Feld detektiert.
- Im Hochvakuum können Partikel aus Tribosystemen in den **Ausbreitungsschatten** von Partikelblenden gelangen. Der Nachweis dafür konnte für sehr hohe Freisetzungsraten von Partikeln erbracht werden.  
Die dafür notwendige Ablenkung der Partikel mit Richtungsumkehr gegenüber der Freisetzung kann am ehesten durch elektrostatische Wirkungen begründet werden.

### Tribologische Zielgrößen

- Die tribologische Größe Reibungskraft ist erwartungsgemäß von der Normalkraft und der Werkstoffkombination abhängig.
- Die Reibungszahl ist ebenfalls erwartungsgemäß eine werkstoffabhängige Konstante (näherungsweise). Es wurden außerdem geringe Abhängigkeiten von der Normalkraft und der Gleitgeschwindigkeit festgestellt. Beim Tribosystem Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe wurde eine Verringerung der Reibungszahl von ca. 20 % bei Normkrafteerhöhung von 2 auf 15 N festgestellt. Die Ursache dafür ist die höhere plastische Deformation bei größer Normalkraft (Normalspannung) (Mäurer 2002). Die Partikelanzahl steigt bei diesem Tribosystem nicht mit der Normkrafteerhöhung an.

Für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe wurde bei der Erhöhung der Normalkraft von 2 auf 15 N eine Zunahme der Reibungszahl um ca. 10 % festgestellt. Dabei steigt die Partikelanzahl mit der Normkrafteerhöhung deutlich an. Die erhöhte Partikelanzahl ist ein Nachweis für den höheren Energieeintrag, um Bruch zu generieren.

- Das durch geometrische Ausmessung berechnete Verschleißvolumen der Grundkörper zeigte keine gesicherten Zusammenhänge mit den Einflussfaktoren. Ursache dafür ist das Auftreten von Materialverschiebung neben dem Materialabtrag innerhalb der Reibspuren und die begrenzte Erfassung über zwei Segmente der Reibspuren.
- Eine Beurteilung des Materialverlusts kann über die Volumina der detektierten Partikel erfolgen. Das Partikelvolumen steht in Zusammenhang mit den Faktoren Normalkraft, Fremderwärmungstemperatur und Vakuumdruck.
- Speziell für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe steht die Reibspurbreite neben der Normalkraft nachweislich mit der Fremderwärmung und dem Vakuumdruck in engem Zusammenhang. Fremderwärmung und Vakuumdruck beeinflussen das Ablaufen einer tribochemischen Reaktion, die zu erhöhtem Verschleiß führt. Der Einfluss von Gleitgeschwindigkeit und Anfangsrauheit ist vergleichsweise so gering, dass er teilweise nicht nachweisbar ist.
- Die über die durchgeführten Versuche bestimmte Korrelation zwischen dem Gesamtvolumen freigesetzter Partikel und dem Verschleißvolumen der Grundkörper ist mit 0,21 für das Tribosystem Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe (sechs verschiedene Versuche mit dreifacher Wiederholung) und 0,16 für Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahlscheibe (zehn verschiedene Versuche mit dreifacher Wiederholung) zu gering, um diese statistisch gesichert nachweisen zu können. Daraus kann abgeleitet werden, dass die klassische tribologische Verschleißvolumenbestimmung nicht geeignet ist, um die Partikelfreisetzung zu beurteilen.
- Für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung (zehn verschiedene Versuche mit dreifacher Wiederholung) wurde die statistisch gesicherte Korrelation von 0,66 zwischen dem Gesamtvolumen der freigesetzten Partikel und der Reibspurbreite ermittelt. Die Reibspurbreite ist somit nur bedingt ein Anhaltspunkt für die Anzahl der freigesetzten Partikel.

Die verwendeten tribologischen Zielgrößen können gut für Vergleiche mit den reinheitstechnischen Zielgrößen herangezogen werden. Die Beurteilung der reinheitstechnischen Eigenschaft von Tribosystemen mit Hilfe der klassischen tribologischen Bewertungsgrößen ist jedoch nicht möglich.

### **Radialrillenkugellager**

Die untersuchten Lager (Lagertyp I: Siliziumnitrid-Kugeln/Edelstahlringe; Lagertyp II: Siliziumnitrid -Kugeln/Zirkonoxid-Ringe) setzen bei gleicher Beanspruchung Partikel im Verhältnis eins zu zehn frei. Kombinationen unterschiedlicher Werkstoffe, die jedoch ähnlich hart und spröde sind (Lagertyp II) führen zu einer deutlich höheren Partikelfreisetzung gegenüber Werkstoffkombinationen bei denen ein Werkstoff hart und spröde und der andere Werkstoff nicht hart und nicht spröde ist (Lagertyp I).

Bei gleicher Radialkraft (Normalkraft) ist die Anzahl der freigesetzten Partikel des Lagertyps I etwa anderthalbfach so hoch wie bei Gleitreibung des Tribosystems Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe. In einem Radialrillenkugellager findet Reibung gleichzeitig an vielen Stellen statt. Außer Roll- und Gleitreibung in der Kugellaufbahn - Kontakten tritt Gleitreibung zwischen Kugeln und Käfig auf.

Große Partikel ( $> 10 \mu\text{m}$ ) werden mit geringer Geschwindigkeit freigesetzt und sind somit hinsichtlich der Ausbreitung nur schwerkraftbestimmt. Kleine Partikel ( $< 10$ ) werden mit hohen Geschwindigkeiten freigesetzt, da sich diese im gesamten Erfassungsraum ausbreiten.

### **Stoß**

Hinsichtlich der Bewegungsart Stoß (Kugel gegen Scheibe) und Reibkörpergeometrien sind die unterschiedlichsten Kombinationen möglich. Bei Stoßbeanspruchung wurde für die Tribosysteme Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe, Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe, PEEK-Kugel/Silizium-Scheibe (Wafer) und Siliziumnitrid-Kugel/Quarzglas-Scheibe (Fotolithografiemaske) eine geringe Partikelfreisetzung festgestellt, die zwei- bis dreifach so hoch ist wie das Grundrauschen.

Die Anzahl der Partikel bei Kantenstoß am Tribosystem PEEK-Plättchen/Silizium-Kante (Wafer) ist ähnlich wie beim Stoß Kugel gegen Fläche. Dagegen sind die Partikel bei Kantenstoß deutlich größer, verursacht durch Abrasion am PEEK-Plättchen an der deutlich härteren Waferkante.

### **Stoß-Gleiten**

Beim Stoß-Gleiten ist die Partikelfreisetzung im Wesentlichen vom Gleitanteil abhängig und deutlich höher als beim Stoß. Die starke Abhängigkeit vom Gleitanteil wurde bei den untersuchten bis zu 2 mm langen zyklischen Gleitwegen am Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Quarzglas-Scheibe deutlich. Die Kombination dieser harten und spröden Werkstoffe führt zu einer sehr hohen Freisetzungsrates und starker räumlicher Ausbreitung der Partikel. Aufgrund der stark steigenden Anzahl freigesetzter Partikel bei Verlängerung des zyklischen Gleitwegs von 0,2 mm auf 2 mm kann davon ausgegangen werden, dass bereits bei kürzeren Gleitwegen als 2 mm eine deutliche räumliche Ausbreitung stattfindet. Die starke räumliche Ausbreitung führt in Verbindung mit der großen Anzahl freigesetzter Partikel zu einem erheblichen Kontaminationspotenzial.

---

## 9 Bewertung des Verfahrens

### 9.1 Industrielle Anwendbarkeit

Das neue Verfahren hat sich bei der Arbeit am Prüfstand, bei der Planung, Durchführung und Auswertung von Experimenten bewährt, die Wirksamkeit konnte mit 19 durchgeführten Untersuchungen zur Partikelfreisetzung und zur Partikelausbreitung von Tribosystemen nachgewiesen werden.

Am neu entwickelten Vakuumtribometer ist die multivariable Beanspruchung unterschiedlicher Modelltribosysteme (z. B. Kugel/Scheibe) und typischer technischer Tribosysteme (z. B. Wälzlager) in Kombinationen mit der robusten räumlichen Partikelerfassung mittels Detektorwafern hervorzuheben. Neben den tribologischen Beanspruchungsgrößen lassen sich industrietypische Einsatzbedingungen, wie Fremderwärmung, elektrostatische Felder im Ausbreitungsraum und Vakuumbedingungen, variieren. Der neue Ansatz mittels Richtungsfilter kann effektiv zur Bestimmung der Freisetzungsrichtung und Freisetzungsgeschwindigkeit der Partikel verwendet werden. Das sehr geringe partikuläre Eigenemissionsverhalten des Vakuumtribometers ermöglicht die Untersuchung technischer Tribosysteme mit höchsten partikulären Reinheitsanforderungen (wie z. B. Greifelement/Siliziumwafer, Fotolithografiemaske/Ablageelement). Außerdem können Partikelfallen zur Minimierung der Partikelausbreitung in Verbindung mit Tribosystemen untersucht werden.

Die messtechnische Erfassung der auf den Detektorwafern befindlicher Partikel ist mit dem verwendeten Waferscanner zeiteffizient und reproduzierbar. Die folgenden Maßnahmen gewähren eine effektive Versuchsdurchführung:

- rechnergestützte, menügeführte Versuchsdurchführung
- komplette Einstellung des Versuchsszenarios vor Beginn des Versuchs
- Regelung der Einstellgrößen, die über den Versuchszeitraum konstant zu halten sind
- automatisierte Messwerterfassung und Protokollierung der Versuchsbedingungen
- Verarbeitung von Messdatenfiles als Grundlage zur individuellen statistischen Auswertung

Die Dauer einer Einzeluntersuchung einschließlich Basismessung mit Waferscanner beträgt ca. zwei bis drei Stunden und ist damit überschaubar.

Die neu eingeführten Bewertungsgrößen (Zielgrößen) zur Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung auf Basis der räumlichen Partikeldetektion und der neu erstellten Modelle ermöglichen die eindeutige Beurteilung der Tauglichkeit von Tribosystemen hinsichtlich der Partikelabgabe.

Die verwendeten tribologischen Bewertungsgrößen können für Vergleiche herangezogen werden, insbesondere bezüglich der Bewertungsgrößen zur Partikelfreisetzung.

Die statistische Versuchsplanung mit mehrfaktoriellen Untersuchungen ist für die Ermittlung der komplexen Zusammenhänge zwischen tribologischer Beanspruchung, Bedingungen im Vakuum und Partikelfreisetzung sowie Partikelausbreitung geeignet und effektiv. Die mit Hilfe der statistischen Versuchsplanung erstellten mathematische Modelle (Regressionsgleichungen) zeigen die Wirksamkeit der einzelnen Einflussgrößen (Faktoren) sowie deren Wechselwirkungen auf die Bewertungsgrößen.

**Hervorzuheben ist, dass mit Hilfe der erstellten mathematischen Modelle erstmalig die Partikelfreisetzung aus und Partikelausbreitung von Tribosystemen berechnet werden kann.** Unter Berücksichtigung technisch relevanter Randbedingungen liefert das Verfahren damit neue Voraussetzungen zur gezielten Auswahl und Optimierung von Tribosystemen.

In der Abbildung 9.1 sind die wesentlichen Elemente des entwickelten Verfahrens entsprechend der in Kapitel 3.4 abgeleiteten Anforderungen zusammengefasst.

<b>Vakuumtribometer</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Erzeugung konstanter Drücke, von Normdruck bis zum Übergang zum Ultrahochvakuum</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Aufnahme unterschiedlicher Tribosysteme (Modelltribosysteme: Kugel-Scheibe, Stift-Scheibe; technische Tribosysteme: Kantengreifen Wafer-Plättchen, Ablage von Siliziumwafern/Fotolithografiemasken auf kugelförmigen Kontaktflächen, Wälzlager</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Erzeugung verschiedener Reibungsarten (Gleiten, Stoß, Stoß-Gleiten, Wälzen)</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Steuerung der Intensität mechanischer Beanspruchung (Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit, Stoßgeschwindigkeit, Drehzahl), Überprüfbarkeit durch messtechnische Erfassung</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Erfassung freigesetzter Partikel mit räumlicher Anordnung von Detektorwafern mit dem zu untersuchende Tribosystem im Zentrum, Partikelblende zur definierten Begrenzung der Partikelfreisetzung und Bestimmung der Geschwindigkeitsverteilung der Partikel</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Reinheitsanforderungen: geringes Eigenemissionsverhalten des Prüfstands gegenüber den untersuchten Tribosystemen, kontaminationsarme Verknüpfung mit externer Analysetechnik</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Einkopplung definierter Kraftwirkungen: elektrisches Feld, Einfluss auf Partikelausbreitung</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Variable Einsatzbedingungen: Fremderwärmung der Reibkörper, Belüftung mit Reinstluft oder hochreinem Stickstoff zur Minimierung vom Sauerstoffanteil in Restgasteilchen</li> </ul>
<b>Messtechnik zur Partikeldetektion und Verschleißanalyse</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Bestimmung der aus Tribosystemen freigesetzten Partikel auf Detektorwafern hinsichtlich: Anzahl, Größe, Größenverteilung, räumliche Korrelation zur Reibstelle mit Waferscanner</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Erstellung, Speicherung und Übertragung der Partikel-Datenfiles zur Weiterverarbeitung</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Untersuchung von Proben und deren Archivierung: Siliziumwafer mit akkumulierten Partikeln vom tribologischen Versuch, Reibkörper der untersuchten Tribosysteme</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Verschleißanalyse der Reibstellen und ausgewählter, freigesetzter Partikel mit REM/EDX</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Bestimmung Oberflächenrauheit und Verschleißvolumen mit Weißlichtinterferometer</li> </ul>
<b>Bewertungsmethodik</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Nutzung der umfangreichen Möglichkeiten des Prüfstands und der Messtechnik zur effektiven Planung, Durchführung und Auswertung der Versuche</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Erstellung von Modellen zur Bildung reinheitstechnischer Bewertungsgrößen; <b>Partikelfreisetzung:</b> Gesamtanzahl, Partikelgröße, Größenverteilung, Gesamtpartikelvolumen, Freisetzungsrate; <b>Partikelausbreitung:</b> räumliche Verteilung, Häufigkeitsdichteverteilung, Freisetzungsrichtung, Freisetzungsgeschwindigkeit; Nutzung für statistische Versuchsplanung</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Nutzung der statistischen Versuchsplanung zur Erstellung mathematischer Modelle für die Beschreibung der funktionalen Zusammenhänge zwischen der Beanspruchung tribologischer Systeme und Partikelfreisetzung sowie Partikelausbreitung im Hochvakuum, mit Bezug zu tribologischen Bewertungsgrößen</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Einbeziehung statischer Verfahren zur Ermittlung der signifikanten Beanspruchungsgrößen</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Schaffung der Voraussetzungen zur gezielten reinheitstechnischen Optimierung von tribologischen Systemen im Hochvakuum</li> </ul>

Abbildung 9.1: Zusammenfassung der wesentlichen Elemente des Verfahrens

Die Anforderungen an das Verfahren wurden umfassend erfüllt. Begrenzt erfüllt wurden:

- Vakuumdruck bis  $1,3 \times 10^{-7}$  mbar und damit knapp über Ultrahochvakuum ( $< 10^{-7}$  mbar)
- messtechnisch erfassbarer Partikelgrößenbereich 100 nm bis 63  $\mu\text{m}$  gegenüber 15 nm (höchste technologische Anforderungen der Halbleiterindustrie prognostiziert für 2015) bis 500  $\mu\text{m}$

Deutliche Unterschiede der Freisetzung und Ausbreitung von Partikeln, infolge geringer Drücke als  $1,3 \times 10^{-7}$  mbar, sind aufgrund der bereits geringen Anzahl von Restgasteilchen nicht zu erwarten.

Der verwendete Waferscanner löst mit drei Größenordnungen Unterschied einen erheblichen Partikelgrößenbereich auf. Insbesondere die Relation der kleinsten auflösbaren Partikelgröße von 100 nm in Bezug zur Gesamtfläche der Detektorwafer von ca. 0,1 m<sup>2</sup> und der gesamten Messdauer von ca. 1 Stunde für einen Versuch ist als sehr gut zu bewerten. Für Partikel  $> 63 \mu\text{m}$  ist keine Größenauflösung möglich. Größere Partikel werden ohne das Verfahren zu verändern, kann zukünftig hochauflösende Messtechnik für Partikel  $< 100$  nm eingesetzt werden. Die Wirksamkeit des Verfahrens wird dadurch nicht eingeschränkt.

Das Vakuumtribometer und die Methodik erfüllen die gegenwärtigen Anforderungen der Industrie und haben Potenziale zur Anpassung an zukünftige Anforderungen. Damit wird zugleich der Anspruch des Verfahrens auf Industrietauglichkeit erfüllt.

### 9.2 Erkenntnisse aus den durchgeführten Untersuchungen

Die umfangreichen durchgeführten Untersuchungen an Tribosystemen führen zu folgenden Erkenntnissen, großenteils mit Neuheitscharakter:

- Die Generierung, Freisetzung und Ausbreitung von Partikel an Tribosystemen sind ein nicht vermeidbarer Gesamtprozess, der durch tribologische Beanspruchung hervorgerufen wird und von den Eigenschaften des Tribosystems sowie den Umgebungsbedingungen beeinflusst wird. Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung sind somit Systemeigenschaften, die im Zusammenhang betrachtet werden müssen.
- Die Partikelfreisetzungsraten bei Gleitreibung sind erwartungsgemäß durch den größeren Energieeintrag deutlich höher als bei Stoßbeanspruchung.
- Die Partikelfreisetzungsraten bei Gleitreibung unterscheiden sich erwartungsgemäß für verschiedene Werkstoffpaarungen. Bei gleicher Beanspruchung sind bei unterschiedlichen Werkstoffpaarungen die Unterschiede der Partikelfreisetzungsraten erheblich und betragen bis zu drei Größenordnungen.
- Die Partikelfreisetzung bei Gleitreibung wird im Wesentlichen durch die Normalkraft bestimmt und verhält sich damit ähnlich wie das Verschleißvolumen in der klassischen Tribologie. Neu ist die Erkenntnis, dass näherungsweise lineare Zusammenhänge zwischen Normalkraft und Partikelfreisetzung werkstoffspezifisch bestehen können. Dies resultiert aus der Proportionalität zwischen Normalkraft und Verschleiß (Czichos *et al.* 2010), der mit der Partikelanzahl der Mikrokotakte in Zusammenhang steht. Demgegenüber ist die Anzahl freigesetzter kleiner Partikel in Abhängigkeit von der Hertzschen Pressung nicht linear ( $p_{\text{Hertz}} \sim \sqrt[3]{(F_N)}$ ).

- Die Einflüsse von Anfangsrauheiten und Gleitgeschwindigkeit auf die Partikelfreisetzung sind gering. Höhere Anfangsrauheit kann zu kleineren Freisetzungsraten führen und resultiert aus der geringeren Anzahl von Mikrokontakten an der Reibstelle.
- Neu ist der Nachweis von Wechselwirkungen zwischen Einflussgrößen der Beanspruchung und der Partikelfreisetzung. Werden Normalkraft und Gleitgeschwindigkeit gleichzeitig erhöht, dann verursacht deren Wechselwirkung eine geringere Partikelfreisetzungsrates.
- Hervorzuheben ist der deutliche Einfluss von Fremderwärmung (80 °C) auf die Partikelfreisetzung am Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung. Der deutliche Effekt kann auf eine tribochemische Reaktion von Siliziumnitrid zu Siliziumdioxid unter Abgabe von Ammoniak zurückgeführt werden, verursacht durch thermische und tribo-mechanische Aktivierungsenergie.
- Entgegen der Vermutung, dass bei Vakuumdruckreduzierung zunehmend mehr Partikel freigesetzt werden, kann auch eine Vakuumdruckerhöhung zu einer wesentlichen Erhöhung der Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung führen. Als Ursache hierfür konnte am Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe bei Gleitreibung eine chemische Reaktion von Siliziumnitrid zu Siliziumdioxid unter Ausnutzung von Sauerstoff im Restgas nachgewiesen werden.
- Das in Richtlinie VDI 2083 Blatt 9.1 beschriebene Einlaufverhalten von Betriebsmitteln unter atmosphärischen Bedingungen, verbunden mit erhöhter Partikelfreisetzung zu Beginn der tribologischen Beanspruchung, konnte für Hochvakuumbedingungen exemplarisch bestätigt werden.
- Die Abhängigkeit der Größenverteilung der freigesetzten Partikel von Werkstoffpaarung und der Beanspruchung konnte nachgewiesen werden. Mit zunehmender Normalkraft werden verstärkt kleine Partikel freigesetzt, was aus höheren Pressungen und steigender Anzahl von Mikrokontakten resultiert.
- Neu ist die Erkenntnis, dass Verschleißpartikel unabhängig von der Richtung der Relativbewegung räumlich in alle Richtungen freigesetzt werden können. Bei Gleitreibung tritt die Ausbreitung verstärkt im Bereich der Reibebene auf. Ursache für die räumliche Partikelausbreitung ist die Energiefreisetzung bei Bruch.
- Die räumliche Partikelausbreitung bei Gleitreibung ist nahezu unabhängig von der Variation der Normalkraft, der Gleitgeschwindigkeit und der Fremderwärmungstemperatur. Die Partikelausbreitung ist jedoch in starkem Maße von der jeweiligen Werkstoffpaarung der Tribosysteme abhängig und hat für die jeweilige Werkstoffpaarung und Partikelgröße einen nahezu konstanten Wert, d.h. sie ist eine Konstante des Tribosystems. Dies ist eine Erkenntnis mit Neuheitscharakter. Ursache dafür ist die Unabhängigkeit der Verschleißmechanismen von Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit und Fremderwärmungstemperatur im untersuchten Bereich.
- Die räumliche Partikelausbreitung bei Gleitreibung kann bereits bei kurzen Gleitwegen im Millimeterbereich auftreten, da die Verschleißmechanismen vollständig ausgeprägt sind.
- Die Partikelausbreitung steht in direktem Zusammenhang mit der Freisetzungsgeschwindigkeit. Höhere Freisetzungsgeschwindigkeiten führen zu verstärkter Ausbreitung.

- Die Kombination harter, spröder Werkstoffe führt zum Verschleißmechanismus Abrasion in Verbindung mit Mikrobrechen, impulsartiger Energiefreisetzung und damit zu hohen Freisetzungsgeschwindigkeiten der Partikel. Demgegenüber weisen die Kombinationen weicher Werkstoffe geringere Freisetzungsgeschwindigkeiten auf. Ursache dafür ist der der starke Energieabbau durch plastische Deformation und Materialverschiebung bei den Verschleißmechanismen Abrasion und Adhäsion.
- Neu ist, dass die Freisetzungsgeschwindigkeiten so hoch sind, dass sich Partikel entgegen der Schwerkraft nach oben ausbreiten.
- Tendenziell weisen Partikel mit abnehmender Partikelgröße zunehmend höhere Freisetzungsgeschwindigkeiten auf und breiten sich somit stärker räumlich aus. Das gilt insbesondere für den Submikrometerbereich. Ursache dafür sind die unterschiedlichen Relationen zwischen der partikelgrößenabhängigen Masse und der Freisetzung kinetischer Energie bei Bruch.
- Die Freisetzungsgeschwindigkeiten der Partikel sind stark werkstoffabhängig und konnten bis zu 7 m/s nachgewiesen werden. Die Freisetzungsgeschwindigkeiten sind damit deutlich höher als die Gleitgeschwindigkeit.
- Elektrische Felder können eine Beeinflussung der Ausbreitung von Verschleißpartikeln bewirken.
- Kugellager weisen werkstoffabhängig geringe bis hohe Partikelfreisetzungsraten bei großen Freisetzungsgeschwindigkeiten auf.
- Formausprägungen der Verschleißpartikel auf den Reibkörpern und Detektorwafern sind hauptsächlich werkstoff-, jedoch kaum beanspruchungsabhängig und resultieren aus den Verschleißmechanismen.
- Die tribologischen Bewertungsgrößen Verschleißvolumen und Reibspurbreite sind nicht geeignet, die Partikelfreisetzung an Tribosystemen zu beurteilen, da Verschleiß beispielsweise durch Materialverschiebung verursacht werden kann, wobei nur begrenzt Partikel freigesetzt werden.
- Für Untersuchungen zur Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung empfiehlt es sich, alle Einflussgrößen einzubeziehen und „Screening-Pläne“ vorzuschalten, um die wesentlichen Einflussgrößen effizient zu bestimmen.

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass sich mit den gewonnenen Erkenntnissen die wesentlichen Eigenschaften der von Tribosystemen ausgehenden Partikelströme beschreiben lassen.

### 9.3 Schlussfolgerungen für Auslegung und Betrieb von Tribosystemen

Tribosysteme weisen erhebliche Optimierungspotenziale hinsichtlich der reinheitstechnischen Anforderungen auf. Die Auslegung und Optimierung von Tribosystemen muss immer für die konkreten Randbedingungen der Beanspruchung und den Umgebungseinflüssen erfolgen. Die Methodik und die Ergebnisse der durchgeführten Versuche zeigen Wege zur Analyse und Ansätze zur Optimierung von Tribosystemen sowie Maßnahmen zur Einschränkung der Partikelausbreitung auf.

Die reinheitstechnische Auslegung und Optimierung von Tribosystemen kann mit Hilfe der in der vorliegenden Arbeit neu erstellten Modelle, eingeführten Bewertungsgrößen und abgeleiteten mathematischen Modelle zur Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung zielgerichtet erfolgen.

Die aus den Untersuchungen gewonnen Erkenntnisse lassen folgende Schlussfolgerungen für die Auslegung und den Betrieb von reinheitstauglichen Tribosystemen zu:

- Bei der Entwicklung von Vakuumsystemen mit partikulären Reinheitsanforderungen muss bei beanspruchten Tribosystemen generell von der Freisetzung von Verschleißpartikeln ausgegangen werden.
- Tribologische Beanspruchung mit Gleitreibungsanteilen ist idealerweise zu vermeiden bzw. real zu minimieren, um die Partikelfreisetzung gering zu halten. Beispiele dafür sind kurze Gleitwege beim Greifen und Positionieren von Produkten, wie Wafer und Fotolithografiemasken, mit Manipulatoren.
- Die Werkstoffauswahl ist hinsichtlich der Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung entscheidend für die Entwicklung von Tribosystemen. Die Anzahl hochvakuumtauglicher Werkstoffe ist stark begrenzt. Empfohlen werden generell Werkstoffe unterschiedlicher Härte. Die Kombination harter, spröder und gleicher Werkstoffe sollte vermieden werden.
- Innerhalb einer festgelegten Werkstoffpaarung ist eine Minimierung der Partikelfreisetzung durch Reduzierung der Kraft bzw. Pressung und der Vermeidung von Temperaturerhöhungen möglich. Dagegen sind Effekte durch Variation von Anfangsrauheit und Gleitgeschwindigkeit gering.
- Technologisch bedingte Fremderwärmung ist zu vermeiden oder durch Kühlung zu kompensieren. Die zulässige Fremderwärmungstemperatur ist werkstoffspezifisch. Beispielweise sind 80°C bei Siliziumnitrid deutlich zu hoch.
- Außerdem führt für die Werkstoffpaarung Siliziumnitrid/Edelstahl die Reduzierung des Vakuumdrucks zur Minimierung der Partikelfreisetzung.
- Dem Einsatz von Tribosystemen sollte eine Einlaufphase vorangestellt werden, um die erhöhte Partikelfreisetzungsrates zu Beginn der Beanspruchungsdauer zu vermeiden.
- Die Partikelausbreitung an Tribosystemen ist als räumliche Eigenschaft zu betrachten.
- Reinheitskritische Bereiche und Produkte könnten prinzipiell durch Schwerkraftwirkung und ausreichenden Abstand nach oben wirkungsvoll geschützt werden. Beispielsweise beträgt der Abstand für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe ca. 0,12 m und für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Quarzglas-Scheibe ca. 2,5 m. Unter begrenzten Raumverhältnissen in Vakuumsystemen lassen sich die erforderlichen Abstände nicht immer realisieren.
- Die Freisetzungsgeschwindigkeit/Partikelausbreitung lässt sich nicht durch die Verringerung der Gleitgeschwindigkeit, Anfangsrauheit und Pressung herabsetzen. Abhilfe kann durch die Auswahl geeigneter Werkstoffpaarungen geschaffen werden.
- Partikelblenden können die Partikelausbreitung in kritische Bereiche verhindern. Dabei ist die räumliche Partikelausbreitung in alle Richtungen zu berücksichtigen.
- Partikellabyrinth, die Tribosysteme umschließen, können freigesetzte Partikel wirkungsvoll zurückhalten.
- Die abgewandte Orientierung von reinheitskritischen Wafern, Glassubstraten und optischen Bauteilen gegenüber Tribosystemen kann zur Minimierung der Partikelkontamination beitragen.

- Reinheitstechnische Anforderungen können geringere Vakuumdrücke (kleiner als  $10^{-3}$  mbar) erfordern als durch die Technologie vorgegeben, um die Partikel ausbreitung besser zu beherrschen. Im Grob- und Feinvakuum breiten sich Partikel durch die Wechselwirkungen mit Restgasteilchen räumlich stärker aus als im Hochvakuum.
- In speziellen Fällen können elektrische Felder mit negativer Polung im zu schützenden Bereich zur Vermeidung partikulärer Kontamination eingesetzt werden. Zu beachten sind jedoch mögliche Schädigungen, die von elektrischen Feldern ausgehen können.
- Tribologische Kennwerte sind nicht ausreichend, um tribologische Systeme reinheitstechnisch auszulegen.

### Modell zur Partikel ausbreitung und Minimierung der Schädigung

Die Schädigung von Partikeln hängt neben der Anzahl der freigesetzten Partikel insbesondere von der Partikel ausbreitung und der räumlichen Anordnung des Tribosystems gegenüber technologisch empfindlichen Objekten ab. In Abbildung 9.2 werden deshalb die wesentlichen Schlussfolgerungen zur Beherrschung der Partikel ausbreitung in einem Modell zusammengefasst.

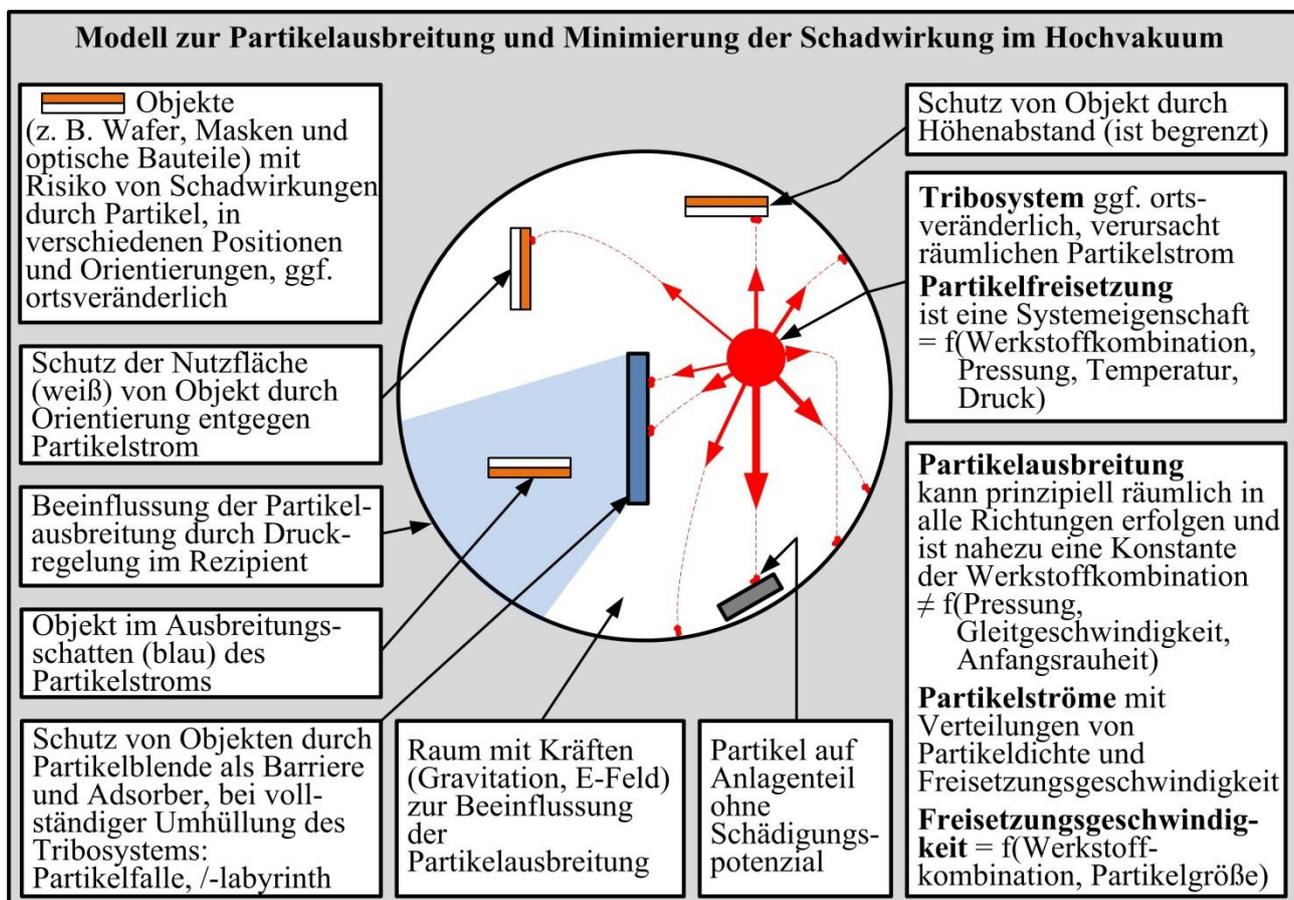


Abbildung 9.2: Modell zur Partikel ausbreitung und Minimierung der Schädigung durch Partikel im Hochvakuum

Zur Optimierung von kompletten Vakuumanlagen lassen sich die Prinzipie des entwickelten Verfahrens anwenden, insbesondere die räumliche Anordnungen von Detektorwafern, die Variation der Versuchsbedingungen nach zweistufigen orthogonalen Versuchsplänen und die Bewertungsmethodik.

### 9.4 Ausblick zur reinheitstechnischen Optimierung von Tribosystemen

In Bezug auf verschiedene technische Aufgabenstellungen ergeben sich unterschiedliche Versuchszielstellungen. Die Versuchszielstellungen unterscheiden sich bezüglich reinheitstechnischer und tribologischer Zielgrößen, operativer Größen/Einflussgrößen, Bewegungsarten, Werkstoffkombinationen und Kontaktformen der Reibkörper. Zur Optimierung des Tribosystems können die Bewertungsgrößen (Zielgrößen) zur Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung verwendet werden. Die Optimierung (der Zielgrößen) eines Tribosystems kann auf folgende Weisen erfolgen:

- Variierung der Einflussgrößen an realen technischen Systemen (aufwendige Versuche)
- Nachbildung technischer Systeme im Vakuumtribometer und Variation der Einflussgrößen
- Optimierung anhand mathematischer Modelle (physikalisch-analytisch oder experimentell):  
**Identifikation:** experimentelle Ermittlung eines mathematischen Modells (Regressionsgleichung)  $\hat{y} = f(x)$  für ein im Vakuumtribometer nachgebildetes System  
**Optimierung einer Zielgröße:** Bestimmung des Optimums durch rechnerische Variierung der Einflussgrößen im identifizierten Modell (Regressionsgleichung), wie in (Abbildung 9.3) dargestellt.

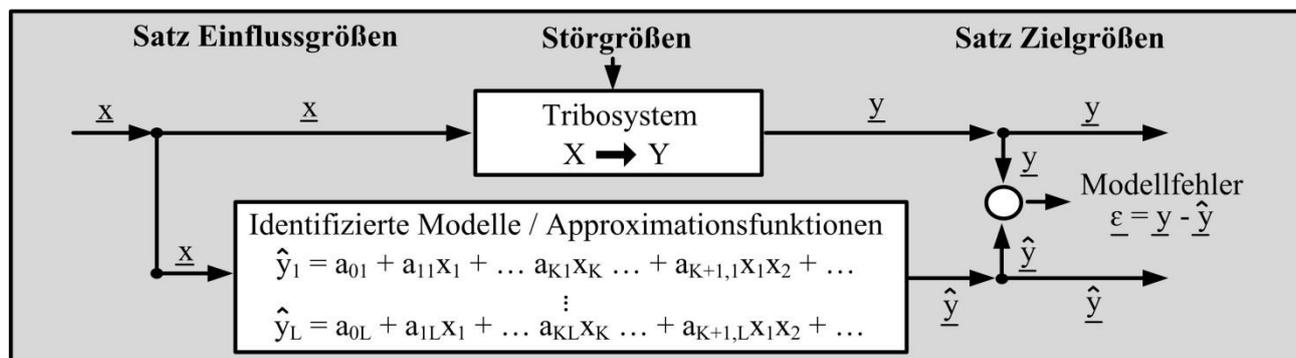


Abbildung 9.3: Vergleich experimentell – und durch Modelle ermittelte Werte für Zielgrößen

#### Schrittfolge für ein Optimierungsbeispiel

Grundsätzlich hängt die Schrittfolge von der konkreten Optimierungsaufgabe ab. In einer beispielhaften Aufgabenstellung sind alternative Tribosysteme/Werkstoffkombinationen, Zielgrößengrenzen (z. B. maximale Partikelgesamtanzahl < 400 bei 5000 Beanspruchungswiederholungen) und zulässige Variationsbereiche für Einflussgrößen (z. B. Normalkraft von 5 bis 10 N) vorgegeben. Gesucht wird das geeignetste Tribosystem und die optimale Einstellkombination der Einflussgrößen (z. B. Normalkraft, Vakuumdruck, Fremderwärmungstemperatur). Die Optimierung erfolgt in folgenden Schritten:

1. Festlegung der Testbeanspruchung
2. Vorauswahl eines Tribosystems, das für die Testbeanspruchung die besten Ergebnisse zeigt
3. Bildung eines Versuchsplanes unter Einbeziehung der vorgegebenen Einflussgrößen
4. Versuchsdurchführung, Eliminierung nichtsignifikanter Einflussgrößen und Ermittlung der Modellgleichungen für die vorgegebenen Zielgröße mit den signifikanten Einflussgrößen
5. Variierung der signifikanten Einflussgrößen in den Modellgleichungen so, dass die für die Zielgrößen vorgegebenen Grenzen nicht verletzt werden
6. experimentelle Überprüfung des Optimierungsergebnisse

Erforderlichenfalls sind Wiederholungen mit anderer Tribosystemen durchzuführen.

---

## 10 Zusammenfassung und Ausblick

Die Beherrschung partikulärer Kontaminationen in Hochvakuumanlagen, verursacht durch tribotechnische Systeme (Tribosysteme), ist für wesentliche Hochtechnologiebereiche von zunehmender Bedeutung. Das Schadenspotenzial durch partikuläre Kontamination ist beträchtlich. Demgegenüber sind die komplexen Zusammenhänge zwischen tribologischen Bedingungen, tribologischer Beanspruchung, Verschleiß, Partikelgenerierung, Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung im Hochvakuum, die in dieser Abfolge zu Schadwirkungen führen können, bisher wenig erforscht. Die wesentlichen Unterschiede im Vergleich zu atmosphärischen Bedingungen sind fehlende Feuchtigkeitsfilme auf Oberflächen, keine Neubildung von Oxidschichten und die geringe Anzahl von Restgasteilchen. Aufgrund dieser Unterschiede können bestehende Erkenntnisse und Optimierungsansätze, die für atmosphärische Bedingungen gelten, nicht auf das Hochvakuum übertragen werden.

Die Hauptschadenswirkung durch Verschleiß entsteht an reinheitskritischen Objekten durch Kontamination freigesetzter Partikel. Die Reduzierung der Funktionstüchtigkeit von Betriebsmitteln durch Verschleiß ist demgegenüber untergeordnet.

Ausgehend von der Beanspruchung eines tribologischen Systems in einem Hochvakuumsystem und dem damit verbundenen Verschleiß erfolgen in einem Gesamtprozess Generierung, Freisetzung, Ausbreitung sowie Ablagerung von Partikeln. Die Partikelausbreitung im Hochvakuum resultiert im Wesentlichen aus den Startbedingungen im Moment der Partikelfreisetzung (Freisetzungsrichtung und Freisetzungsgeschwindigkeit) sowie überlagerten Kraftwirkungen. Kraftwirkungen sind insbesondere Gravitation und elektrostatische Felder. Die Partikelausbreitung erfolgt auf ballistischen Flugbahnen. Diese enden beim Auftreffen auf Oberflächen. Damit ist der freie Aufenthalt der Partikel im Raum zeitlich stark begrenzt. Unter den beengten Verhältnissen in Vakuumsystemen besteht ein erhebliches Gefährdungspotenzial für kontaminationskritische Strukturen, die sich im Bereich der Flugbahnen befinden.

Das Ziel der vorliegenden Arbeit war die Entwicklung eines Verfahrens zur Untersuchung der Partikelfreisetzung in Zusammenhang mit der Partikelgenerierung und der Partikelausbreitung aus Tribosystemen im Hochvakuum. Damit sollen die Voraussetzungen für die gezielte reinheitstechnische Gestaltung und Optimierung von Tribosystemen und damit der Bau hochreiner Anlagentechnik geschaffen werden.

Im Gegensatz zu den umfangreichen Definitionen der Reinraumtechnik existieren in der Vakuumtechnik keine speziellen Definitionen, die das partikuläre Abgabeverhalten und Ausbreitungsverhalten systematisch beschreiben. Unter Berücksichtigung von Definitionen der Reinheitstechnik und Tribologie wurden neue reinheitstechnische Definitionen eingeführt, die eine systematische Beschreibung der verknüpften Prozesse Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung ermöglichen.

Zunächst wurden die Randbedingungen der wesentlichen Hochtechnologiebereiche hinsichtlich der kritischen Partikelgrößen mit resultierenden Schadwirkungen und technologischen Randbedingungen, wie Vakuumdruck, Temperatur, Werkstoffe und mechanischer Beanspruchung neu ermittelt.

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden dazu auch Gespräche mit 25 Experten der Bereiche Halbleiter, Flachbildschirm, Optik, Photovoltaik, Präzisionswerkzeuge, Raumfahrt und Elementarteilchenphysik (siehe Literaturliste, Hinweis: Expertengespräch) durchgeführt. Einbezogen wurden repräsentative europäische Industrieunternehmen und Forschungsinstitute sowie die europäische Raumfahrtbehörde ESA. Als die entscheidende bzw. eine wesentliche Ursache für partikuläre Kontamination wurden Verschleißpartikel von Tribosystemen festgestellt.

Die Anforderungen an das Verfahren wurden unter Berücksichtigung der technologischen Randbedingungen abgeleitet. Berücksichtigt wurden verschiedene Reibungsarten und operative Größen für unterschiedliche Tribosysteme, variable Umgebungsbedingungen, die räumliche Erfassung freigesetzter Partikel sowie statistische Methoden zur Analyse der Messwerte.

Die Verfahrensentwicklung beinhaltet ein neues Hochvakuumtribometer mit raumbezogener Detektion freigesetzter Partikel und deren messtechnischen Erfassung sowie eine Methodik zur Bewertung der Freisetzung und Ausbreitung von Partikeln sowie des Verschleißes.

Das Hochvakuumtribometer ermöglicht die definierte Beanspruchung von Modelltribosystemen (z. B. Kugel/Scheibe, Stift/Scheibe), technischen Tribosystemen mit höchsten Reinheitsanforderungen (z. B. Greifelement/Siliziumwafer, Glassubstrat/Ablageelement) bei Gleiten, Stoßen, deren Kombinationen und häufig verwendeten Tribosystemen, wie Wälzlagern. Außerdem lassen sich die Temperatur des Gegenkörpers, Vakuumdruck und elektrostatische Felder definiert einstellen. Mit Hilfe eines Richtungsfilters kann die Verteilung der Partikelfreisetzungsgeschwindigkeit ermittelt werden. Die Möglichkeit zur Kombination von Tribosystemen mit Partikelfallen/-labyrinthen und Blenden ermöglicht Untersuchungen zur Begrenzung der Partikelausbreitung. Alle Vorgänge im Vakuumtribometer erfolgten nach der Bestückung (Wafer, Tribosysteme) mit Hilfe einer neu entwickelten Prüfstandsoftware und menügeführter Vorgabe der Versuchsparameter automatisch. Gleichzeitig wurden die Beanspruchungsgrößen geregelt und elektronisch aufgezeichnet.

Das Erfassungssystem zur Partikelausbreitung besteht aus acht Detektorwafern, in dessen Zentrum sich das zu untersuchende Tribosystem befindet. Die Detektorwafer enthalten Informationen über Anzahl, Größe (100 nm bis 65  $\mu\text{m}$ ) und Position der über die Versuchsdauer freigesetzten Partikel. Die messtechnische Erfassung dieser Information erfolgt mit einem Waferscanner unmittelbar neben dem Tribometer in einem Reinraum der Klasse 1 nach DIN EN ISO 14644-1. Die Daten des Waferscanners fließen in die neu definierten reinheitstechnischen Bewertungsgrößen (Zielgrößen) ein, die die Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung qualitativ und quantitativ beschreiben.

Durch die reinheitstechnische Gestaltung des Vakuumtribometers und die ortsnahe Verknüpfung mit dem Waferscanner wurde ein geringes partikuläres Grundrauschen erreicht. Beispielsweise beträgt das Grundrauschen für alle acht Detektorwafer zusammen bei Gleitreibung und 1000 Umdrehungen 3,7 Partikel. Im Vergleich zum untersuchten Tribosystem mit der geringsten Partikelfreisetzungsrate (Edelstahl-Kugel/PEEK-Scheibe) sind das ca. 4 %. Damit lassen sich Tribosysteme mit sehr geringen Freisetzungsraten untersuchen.

Die Bestimmung von tribologischen Zielgrößen, wie Oberflächenrauheit und Verschleißvolumen an den Reibkörpern, erfolgte mit Hilfe eines Weißlichtinterferometers. Zur Bestimmung von Verschleißmerkmalen an den beanspruchten Reibstellen der Tribosysteme und für die Elementanalyse der Partikel wurde ein Rasterelektronenmikroskop mit integrierter EDX-Einheit verwendet.

Damit konnten die Verschleißmechanismen abgeleitet, Ursachen für die Ausprägungen Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung bestimmt und Vergleiche zwischen verschiedenen Tribosystemen hergestellt werden.

Die entwickelte Methodik beinhaltet mehrere Einzelmethoden für die effektive Planung und Durchführung von Versuchen unter Einbeziehung der statistischen Versuchsplanung (DOE). Die Methodik dient der Überführung stochastischer Messdaten mit Massencharakter der Partikel in verwertbare Bewertungsgrößenergebnisse und Verteilungsdarstellungen.

Ausgehend von der räumlichen Anordnung der acht Detektorwafer und der planaren Partikelerfassung unter Verwendung des Waferscanners wurden bei dreifacher Versuchswiederholung die jeweils 24 Messfiles vor und 24 Messfiles nach dem tribologischen Versuch zur Bestimmung des Partikelzuwachses genutzt. Die 24 Messfiles des Partikelzuwachses wurden in ein räumliches Koordinatensystem transformiert, in dessen Ursprung sich die Reibstelle befindet.

Für die so gewonnenen Daten mit räumlicher Position und Größe der einzelnen Partikel wurden Modelle erstellt, aus denen neue reinheitstechnische Bewertungsgrößen (Zielgrößen) abgeleitet wurden, die eine Beurteilung der Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung ermöglichen. Bewertungsgrößen für die Partikelfreisetzung sind Gesamtanzahl, Partikelgröße, Größenverteilung, Gesamtpartikelvolumen und Freisetzungsrate der Partikel. Bewertungsgrößen der Partikelausbreitung sind insbesondere Freisetzungsgeschwindigkeit, Freisetzungsrichtung, größenabhängige und räumliche Verteilung der Partikel, abstandsbezogen zur Reibstelle des Tribosystems.

Diese Bewertungsgrößen können für Vergleiche unterschiedlicher Tribosysteme bei gleicher Beanspruchung und zu Untersuchungen der Einflüsse der Beanspruchungen von Tribosystemen sowie für die statistische Versuchsplanung genutzt werden.

Auf Basis der statistischen Versuchsplanung wurden erstmalig mathematische Modelle für die Beschreibung der funktionalen Zusammenhänge zwischen der Beanspruchung tribologischer Systeme und der Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung im Hochvakuum hergestellt. Die mathematischen Modelle basieren auf der zweistufigen orthogonalen Versuchsplanung, die die effektive Erfassung des Experimentierraums zum Erhalt repräsentativer Aussagen ermöglicht. Auf diese Weise ließen sich bezüglich der einzelnen Bewertungsgrößen lineare Regressionsmodelle mit signifikanten Einflussgrößen und Wechselwirkungen bilden. Im Umkehrschluss konnte die Wirksamkeit nicht signifikanter Einflussgrößen und Wechselwirkungen ausgeschlossen werden.

Konkrete Untersuchungen wurden für typische Werkstoffkombinationen durchgeführt, die in geschlossenen hochvakuumtauglichen Tribosystemen eingesetzt werden oder an offenen Tribosystemen in Hochvakuumprozessen beteiligt sind. Das Versuchsspektrum beinhaltet Untersuchungen bei Gleitreibung, spezielle Versuche zu Bewegungsarten und Besonderheiten der Partikelausbreitung. Die mit den umfangreichen Untersuchungen erzielten quantitativen und qualitativen Ergebnisse haben größtenteils Neuheitscharakter und wurden ausführlich dargestellt.

Die Untersuchungen bei Gleitreibung erfolgten am Modell Kugel/Scheibe in den Schritten orientierende Versuche, zweistufige orthogonale Versuchspläne und mehrstufige Untersuchungen.

Die orientierenden Versuche zeigten einen deutlichen Einfluss der Werkstoffkombination und der Beanspruchung auf die reinheitstechnischen Bewertungsgrößen und rechtfertigten weitere umfangreiche Untersuchungen.

Orthogonale Versuchspläne wurden in Abhängigkeit von verschiedenen Einflussgrößen für die Tribosysteme PEEK-Kugel/Edelstahl-Scheibe (Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit), PEEK-Kugel/Edelstahl-Scheibe (Normalkraft, Oberflächenrauheit), Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe (Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit, Oberflächenrauheit) und Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe (Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit, Oberflächenrauheit, Fremderwärmungstemperatur) durchgeführt. Mit den zweistufigen orthogonalen Versuchsplänen wurden für die reinheitstechnischen und tribologischen Bewertungsgrößen lineare, mathematische Modelle mit den signifikanten Einflussgrößen und Wechselwirkungen gebildet. Die übersichtliche Darstellung der so ermittelten funktionalen Zusammenhänge zwischen der Beanspruchung und Eigenschaften von Tribosystemen, der Partikelfreisetzung, der Partikelausbreitung und tribologischer Bewertungsgrößen erfolgte in Ergebnistabellen. Die Ergebnistabellen können als Basis für die reinheitstechnische Optimierung von Tribosystemen verwendet werden. Die normierte Darstellung der mathematischen Modelle ermöglicht den direkten Vergleich der Wirkungen der Einflussgrößen für die reinheitstechnischen und tribologischen Bewertungsgrößen.

Insgesamt wurde festgestellt, dass sich das partikuläre Verhalten von tribologischen Systemen unterschiedlicher Werkstoffkombinationen deutlich unterscheidet (Partikelanzahl 30 bis 30.000 bei gleichen Versuchsbedingungen). Aussagen zwischen verschiedenen Tribosystemen sind somit nicht übertragbar. Tribosysteme beinhalten außerdem deutliche Optimierungspotenziale (Partikelanzahl im Verhältnis 1:20) hinsichtlich der jeweils signifikanten Einflussgrößen (Beanspruchung und Umgebungsbedingungen).

Die Erhöhung von Normalkraft bzw. Pressung bewirkt bei den untersuchten Tribosystemen einen Anstieg der Partikelfreisetzung. Demgegenüber ist der Einfluss der Gleitgeschwindigkeit und Anfangsrauheit so gering, dass er teilweise statistisch nicht nachweisbar war. Außerdem konnte festgestellt werden, dass eine vergleichsweise geringe Fremderwärmung des Gegenkörpers auf 80°C die Partikelfreisetzung genauso stark beeinflusst wie die Normalkraft. Die mehrstufigen Untersuchungen zeigen eine deutliche lineare Abhängigkeit der Partikelanzahl von der Normalkraft. Die Freisetzungsrates der Partikel ist in Abhängigkeit der Beanspruchungswiederholungen zu Beginn der Beanspruchung sehr hoch und danach auf niederem Niveau konstant. Das Verschleißvolumen der Grundkörper wurde durch partielle Vermessung mit einem Weißlichtinterferometer bestimmt. Alternativ erfolgte die Verschleißbestimmung über das Volumen der freigesetzten Partikel. Eine Korrelation zwischen Verschleißvolumen und Partikelvolumen konnte über die Gesamtzahl der Versuche nicht nachgewiesen werden. Dagegen wurde eine Korrelation zwischen Partikelvolumen und Reibspurbreite festgestellt. Die Vakuumdruckerhöhung von  $5 \times 10^{-5}$  auf  $5 \times 10^{-2}$  mbar führte beim Tribosystem Siliziumnitrid/Edelstahl zu einer 16-fachen Erhöhung der Partikelanzahl. Weitere Werkstoffe wurden allerdings nicht untersucht.

Spezielle Untersuchungen erfolgten zu Bewegungsarten (Gleiten, Stoß-Fläche, Stoß-Kante, Stoß-Gleiten, Wälzen). Es wurden partielle Untersuchungen bei maximal einstellbarer Beanspruchung durchgeführt. Bei Stoß-Fläche (PEEK-Kugel/Wafer-Fläche, Siliziumnitrid-Kugel/Quarzglas-Scheibe) und Stoß-Kante (PEEK-Plättchen/Wafer-Kante) wurden geringe Partikelzahlen festgestellt, die nur etwa dreifach höher sind als das Grundrauschen der Versuchseinrichtung. Bei Stoß-Gleiten (Siliziumnitrid-Kugel/Quarzglas-Scheibe) dominiert der Gleitanteil und führt zu entsprechend höheren Partikelanzahlen. Die räumliche Partikelausbreitung prägt sich bereits bei Gleitwegen im Submillimeterbereich aus.

Wälzen mit Standarddrillen-Kugellagern (Siliziumnitrid/Edelstahl, Siliziumnitrid/Zirkoniumdioxid) setzt ebenfalls, abhängig von den Werkstoffpaarungen, viele Partikel frei. Trotz geringer Drehzahl breiten sich die Partikel deutlich räumlich aus, was auf eine hohe Freisetzungsgeschwindigkeit schließen lässt.

Die Untersuchungen zur Partikelausbreitung zeigten, dass sich Partikel prinzipiell unabhängig von der Beanspruchung (Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit, Oberflächenrauheit und Fremderwärmungstemperatur) räumlich in alle Richtungen ausbreiten können. Die Partikelausbreitung im Hochvakuum ist stark werkstoffspezifisch und nahezu eine Konstante des Tribosystems. Mit Blenden lässt sich der Ausbreitungsraum der Partikel einschränken und in Labyrinthen lassen sich Partikel festhalten. Die Verteilung der Freisetzungsgeschwindigkeit wurde mit Hilfe eines Richtungsfilters bestimmt. Die Verteilung der Freisetzungsgeschwindigkeit und damit die räumliche Ausbreitung der Partikel sind im Wesentlichen werkstoffspezifisch und für das Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Quarzglas-Scheibe mit bis zu 7 m/s 60-fach höher als die Umfangsgeschwindigkeit. Dies kann auf die Energiefreisetzung beim Bruch zurückgeführt werden. Mit zunehmender Härte und Sprödeheit der Werkstoffe steigen tendenziell die Freisetzungsgeschwindigkeiten. Neu ist die Erkenntnis, dass die Freisetzungsgeschwindigkeit mit abnehmender Partikelgröße zunimmt. Dies kann auf die unmittelbare Freisetzung kleiner Partikel beim Bruch zurückgeführt werden. Bei Agglomeration erfolgt die Partikelfreisetzung nicht unmittelbar nach dem Bruch. So unterschiedlich wie Bruch, Deformation und Agglomeration der Partikel in Tribosystemen erfolgt, so verschieden sind die Beschleunigungen bei der Freisetzung.

So unterschiedlich wie die Umwandlung von Partikeln in Tribosystemen erfolgt, so unterschiedlich sind die Beschleunigungen bei der Freisetzung der Partikel. Die erreichbare Höhe freigesetzter Partikel wurde mit bis zu 2,5 m ermittelt. Damit ist die Anordnung von Tribosystemen unterhalb oder seitlich von kontaminationskritischen Bereichen in Vakuumsystemen nicht immer ein wirksamer Schutz vor Schadwirkungen. Die Wirksamkeit des elektrischen Felds auf die Partikelausbreitung konnte nachgewiesen werden.

Aus den Erkenntnissen der durchgeführten Untersuchungen wurden Schlussfolgerungen für die Auslegung und den Betrieb von Tribosystemen mit geringer Partikelabgabe abgeleitet. Die Auslegung und Optimierung von Tribosystemen muss unter Berücksichtigung der konkreten Randbedingungen erfolgen. In einem Modell wurden außerdem die wesentlichen technischen Maßnahmen zur Minimierung der Partikelausbreitung zusammengefasst.

Die Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung von Tribosystemen resultiert aus den Systemeigenschaften, der Beanspruchung, den Umgebungsbedingungen und damit aus den Verschleißmechanismen. Allerdings können die klassischen tribologischen Methoden und Kenngrößen nicht dazu verwendet werden, die Reinheitstauglichkeit von Tribosystemen abzuleiten.

Mit den durchgeführten Versuchen konnte die Wirksamkeit des Verfahrens nachgewiesen werden, es ist damit für Untersuchungen von konkreten industriellen Fragestellungen geeignet, wobei sich neue Perspektiven in deren Behandlung ergeben.

Das Verfahren leistet einen Beitrag zur Entwicklung und Optimierung reinheitstauglicher Tribosysteme für Hochvakuumanwendungen. Es schafft Voraussetzungen für die Anordnung kontaminationsempfindlicher Strukturen in Raumbezug zu Tribosystemen unter Berücksichtigung der Partikelausbreitung. Partikelfallen und Labyrinth lassen sich in Verbindung mit Tribosystemen gestalten und optimieren.

Zukünftige Untersuchungen unter Anwendung des neu entwickelten Verfahrens werden zu weiteren Erkenntnissen führen. Über die in der vorliegenden Arbeit durchgeführten Untersuchungen hinaus können weitere technisch interessante Tribosysteme/Werkstoffpaarungen untersucht werden. Untersuchungen in Verbindung mit Entwicklungen von Beschichtungen zur Verschleißreduzierung erweitern den Untersuchungsbedarf. Außerdem sind Untersuchungen mit Waferscannern, die Partikel kleiner als 100 nm detektieren können, für die Entwicklungen in Halbleiterindustrie interessant. Untersuchungen mit der Bewegungsart Stoß sollten über das Maß der durchgeführten Untersuchungen hinaus mit höheren Beanspruchungen erfolgen, bis sich stärkerer Verschleiß und Partikelfreisetzung einstellt und statistische Aussagen ermöglicht werden. Fremderwärmung liefert noch viel Raum für werkstoffspezifische Untersuchungen.

Die Untersuchung der Partikelausbreitung bei höheren Vakuumdrücken (Feinvakuum, Grobvakuum) insbesondere zur Partikelausbreitung erscheinen technologisch interessant, um Grenzverhalten zu bestimmen.

Die Kombination von Prozessgasen mit Werkstoffen (z.B. Polymerdichtungen) zur Untersuchung chemische Einflüsse auf das Alterungsverhalten und die alterungsbedingte Partikelabgabe ist von hoher Bedeutung und in zukünftige Aufgabenstellungen einzubeziehen.

Die Untersuchungen liefern Ansatzpunkte für eine Datenbank zur Auswahl von reinheitstauglichen Tribosystemen.

Die ermittelten Modellgleichungen können zur Erstellung einer Software genutzt werden, mit deren Hilfe die Entwicklung von reinheitstauglichen Anlagen unterstützt werden kann. Mit der Eingabe von Werkstoffpaarungen, Beanspruchungsparametern und Systemeigenschaften und den bestimmten Ergebnissen können reinheitstechnische Tribosysteme und Anlagen gezielt ausgelegt und deren Betrieb optimiert werden.

Die neu definierten Zielgrößen zur Beurteilung der Freisetzung und Ausbreitung von Partikeln sind nicht auf das Partikelerfassungssystem mittels Detektorwafern beschränkt. Sie können somit auch als Grundlage für eine Verallgemeinerung dienen.

Es wird eingeschätzt, dass die Verschleißbestimmung mit Hilfe des Volumens freigesetzter Partikel insbesondere Optimierungspotenziale zur Früherkennung von Verschleißerscheinungen birgt und zur Weiterentwicklung empfohlen wird.

Der Prüfstand eignet sich auch zur Untersuchung der Verschleppung von partikulären Kontaminationen bei mechanischem Kontakt. Die Prinzipien des Verfahrens können dafür angewendet werden.

Temperaturerfassung bei der Freisetzung und Ausbreitung von Partikeln ist ein wesentlicher zukünftiger Untersuchungsgegenstand. Die tribologische Beanspruchung im Hochvakuum bietet günstige Bedingungen, um Effekte wie z. B. Blitztemperaturen bei Bruch, unbeeinflusst von Atmosphäre qualitativ und quantitativ nachzuweisen. .

---

## 11 Literaturverzeichnis

- Ackermann 2004** Ackermann, J. 2004.  
*Handbuch für die Rasterelektronenmikroskope SUPRA(VP) und ULTRA.*  
Oberkochen : Carl Zeiss NTS GmbH
- Archard 1959** Archard, J. F. 1959.  
The Temperature of Rubbing Surfaces.  
*Wear: an international journal on the science and technology of friction, lubrication and wear* **1959** (v. 1- ; Aug.), S. 438–455
- Asbach et al. 2005** Asbach, C., Kim, J. H., Yook, S. J., Pui, D. Y. H. & Fissan, H. 2005.  
Analytical modeling of particle stopping distance at low pressure to evaluate protection schemes for extreme ultraviolet lithography masks.  
*Applied Physics Letters* **87** (23), S. 234111 1-3.  
DOI: 10.1063/1.2140475
- Asbach et al. 2006** Asbach, C., Fissan, H., Kim J. H., Se-Jin Y & Pui D. Y. H. 2006.  
Technical Note: Concepts for protection of EUVL masks from particle contamination.  
*Journal of Nanoparticle Research* **8** (5), S. 705–708.  
DOI: 10.1007/s11051-006-9080-y
- Asbach et al. 2007** Asbach, C., Fissan, H., Kim, J. H. & Yook, S. J. P., Pui D. Y. H. 2007.  
Simple theoretic approach to estimate the effect of gravity and thermophoresis on the diffusional nanoparticle contamination under low pressure conditions.  
*Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures* **25** (1), S. 47–53.  
DOI: 10.1116/1.2404685
- Asbach et al. 2007** Asbach, C., Fissan, H., Wang, J. & Pui D. Y. H. 2007.  
*Analytical Modeling of Diffusional Nanoparticle Deposition under Low Pressure Conditions: European Aerosol Conference 2007, Salzburg, Abstract T12A042*
- Asbach et al. 2008** Asbach, C., Fissan, H., Kuhlbusch, T. A. J., Wang, J. & Pui, D. Y. H. 2008.  
Model for the combination of diffusional and inertial particle deposition on inverse surfaces at low pressure.  
*Applied Physics Letters* **93** (5), S. 054104 1-3.  
DOI: 10.1063/1.2967874
- Atkinson et al. 2007** Atkinson, A. C., Donev, A. N. & Tobias, R. D. 2007.  
*Optimum Experimental Designs.*  
Oxford : Oxford Univ. Press, UK.  
ISBN 978-0-19-929660-6
- Barth 2015** Barth, E. 2015.  
*SEMATECH Realizes Defect-free EUV Mask Blank Goal: Achievement shifts focus from R&D to manufacturing supply chain for continued success, zuletzt geprüft am 7. August 2015.*  
Verfügbar: <http://public.sematech.org/pages/CaseStudy.aspx?CaseStudyID=3>
- Bauer 2007** Bauer, N. 2007.  
*Handbuch zur industriellen Bildverarbeitung: Qualitätssicherung in der Praxis.*  
Stuttgart : Fraunhofer-IRB-Verl.  
ISBN 3816773869

- Bergrath et al. 2012** Bergrath, B. & Bürger, F. 2012.  
*Expertengespräch zu Lagern, Werkstoffen in reinheitskritischen Vakuumanwendungen: Telefonat am 11.09.2012, 10:00 Uhr, Stuttgart mit Bergrath, B. von der Cerobear GmbH*
- Booth et al. 2006** Booth, J. E., Nelson, K. D., Harvey, T. J., Wood, R. J. K., Wang, L., Powrie, H. E. G. & Martinez, J. G. 2006.  
The feasibility of using electrostatic monitoring to identify diesel lubricant additives and soot contamination interactions by factorial analysis (12).  
*Tribology international*, (39), S. 1564-1575.
- Brinkmann et al. 2004** Brinkmann, A., Iversen, J., Reschke, D. & Ziegler, J. 2004.  
Further Improvements with Dry-Ice Cleaning on SRF-Cavities, Proceedings of the 12th International Workshop on RF Superconductivity, Cornell University, Ithaca, New York, USA, THP09.  
<http://www-mhf.desy.de/~brinkma/int/ThP09.pdf>, S. 473–474
- Brinkmann et al. 2008** Brinkmann, A., Reschke, D. & Ziegler, J. 2008.  
Various Applications of Dry-Ice Cleaning in the Field of Accelerator Components at DESY, Proceedings of LINAC08, Victoria, BC, Canada.  
*Technologie THP013, 3A - Superconducting RF*, S. 803–805
- Brinkmann et al. 2010** Brinkmann, A., Flöttmann, K. & Reschke, D. 2010.  
Conditioning of a New Gun at PITZ Equipped with an Upgraded RF Measurement System, Proceedings of FEL2010, Malmö, Sweden, WEPB05, FEL Technology I: Injector and Linac, S. 398–401
- Brinkmann et al. 2013** Brinkmann, A. & Bürger, F. 2013.  
*Expertengespräch zu Vakuum und Partikeln in Teilchenbeschleunigern: Interview zu Vakuum und Partikeln in Teilchenbeschleunigern, Telefonat am 14.08.2013, 9:00 Uhr, Stuttgart mit Brinkmann, A. vom Deutschen Elektronen Synchrotron, ein Forschungszentrum der Helmholtz Gemeinschaft in Hamburg*
- Brückner et al. 2014** Brückner, M. & Bürger, F. 2014.  
Dreidimensionale Erfassung von Partikeln.  
*ReinRaumTechnik* **16** (3), S. S.52
- Bruker 2015** Bruker. 2015.  
*Technical Details, Definitive Results from High-Density, 3D Areal Information*, zuletzt geprüft am 12. August 2015.  
Verfügbar: <https://www.bruker.com/de/products/surface-analysis/3d-industrial-optical-microscopy/npflex/technical-details.html>
- Buckley 1971** Buckley, D. H. 1971.  
*Friction, wear, and lubrication in vacuum* : National Aeronautics and Space Administration. (Vol. 277)
- Bürger 2008** Bürger, F. 2008.  
Reines Equipment - Mit Strömungssimulation Kontaminationsquellen vermeiden.  
*ReinRaumTechnik* **3** (3), S. 18–19
- Bürger 2011** Bürger, F. 2011.  
*Contamination control during substrate handling, Workshop on Handling and Automation of Solar Wafer and Cells <1, 13th January 2011, Stuttgart*
- Bürger 2012** Bürger, F. 2012.,  
*VDI 2083 Blatt 9.2: "Reinraumgerechte Verbrauchsmaterialien": Vortrag zum neuen Regelwerk, Lounges 2012, Vision Pharma 28.02.2012., Karlsruhe*

- Bürger et al. 2008** Bürger, F. & Gommel, U. 2008.  
Reinraumgerechtes Anlagen- und Equipment Design / Computational Fluid Dynamics (CFD).  
*reinraum online Newsletter*. 2008
- Bürger et al. 2009** Bürger, F. & Schweizer, M. 2009.  
Design von Equipment im reinen und hygienischen Bereich.  
In: Gail, L., Gommel, U., & Weißsieker, H. (Hrsg.): *Projektplanung Reinraumtechnik*.  
Heidelberg : Hüthig, S. 79–107 (Kap. 3.1).  
ISBN 978-3-7785-4004-6
- Bürger et al. 2010** Bürger, F. & Gommel, U. 2010.  
*Clean Technology for the Ultra Barrier Layer Production*, Presentation held at Flat Panel Display Materials and Manufacturing Equipment; 36th Working Group Meeting of the German Flat Panel Display Forum (DFP), December 8/9, 2010, Stuttgart;.  
Stuttgart
- Bürger et al. 2011** Bürger, F., Wertz, R. & Verl, A. 2011.  
Detection and Avoidance of Contaminations on Solar Wafer and Cells.  
In: *26th European Photovoltaic Solar Energy Conference and Exhibition, EU PVSEC*,  
5th to 9th September 2011, S. 2112–2113, Hamburg
- Bürger et al. 2011** Bürger, F. & Gommel, U. 2011.  
Verbrauchsmaterialien: Reinraum- und Reinheitstauglichkeit - Begriffe, Testverfahren, Prüfungen.  
In: *Reinraumtechnik : 14. VDI-Tagung*,  
26. und 27. Oktober, Nürtingen, S. 191–206
- Bürger et al. 2011** Bürger, F., Gröning, M. & Engelsberger, E. 2011.  
*Kohlenstoffbasierte Beschichtungen für tribologische Anwendungen im Vakuum und trockenen: Vortrag auf AiF-Projekttreffen, 21.06.2011, Dresden*
- Bürger et al. 2013** Bürger, F., Brückner, M. & Gommel, U. 2013.  
*Kritische Kontaminationen in Zukunftsindustrien: Vortrag gehalten auf der Lounges 2013/Vision Pharma 2013, 5. bis 7. Februar 2013, Karlsruhe;*
- Carl Zeiss Microscopy GmbH 2015** Carl Zeiss Microscopy GmbH. 2015.  
*ZEISS GeminiSEM Family: Your Field Emission SEMs for High Contrast, LOW Voltage Image From Any Sample. Handbook*.  
Oberkochen : Carl Zeiss Microscopy GmbH
- Childs et al. 1996** Childs, K. D., Narum, D., LaVanier, L. A., Lindley, P. M. & Schueler, B. W. 1996.  
Comparison of submicron particle analysis by Auger electron spectroscopy, time-of-flight secondary ion mass spectrometry, and secondary electron microscopy with energy dispersive x-ray spectroscopy.  
*Journal of Vacuum Science and Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films* **14** (Issue 4), S. 2392–2404.  
DOI: 10.1116/1.580027
- Christof et al. 2007** Christof, A., Fissan, H., Wang, J. & Pui D. Y. H. 2007.  
*Analytical Modeling of Diffusional Nanoparticle Deposition under Low Pressure, Conditions*, European Aerosol Conference September 9 through 14 2007, Salzburg
- Crean et al. 2012** Crean, G.M., Stuck, R. & Woollam, J.A. 2012.  
*Semiconductor Materials Analysis and Fabrication Process Control*.  
North Holland : Elsevier Science.  
ISBN 9780444596918

- Czichos et al. 2010** Czichos, H. & Habig, K. H. 2010.  
*Tribologie Handbuch: Tribometrie, Tribomaterialien, Tribotechnik.*  
3. Aufl.  
Wiesbaden : Vieweg+Teubner.  
ISBN 978-3-8348-0017-6
- Dedrick et al. 2005** Dedrick, D. E., Beyer, E. W., Rader, D. J., Klebanoff, L. E. & Leung, A. H. 2005.  
Verification studies of thermophoretic protection for extreme ultraviolet masks.  
*Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures* **23** (1), S. 307–317.  
DOI: 10.1116/1.1856463
- Dedrick et al. 2005** Dedrick, D.E., Beyer, E.W., Rader, D.J., Klebanoff, L.E. & Leung, A.H. 2005.  
Verification studies of thermophoretic protection for extreme ultraviolet masks.  
*Journal of Vacuum Science & Technology (B 23)*, S. 307–317
- Derjaguin B. 1934** Derjaguin B. 1934.  
Untersuchungen über die Reibung und Adhäsion, IV, Theorie des Anhaftens kleiner Teilchen. (Institute für angewandte Mineralogie. Laboratorium für physiomechanische Eigenschaftendisperser Systeme und Oberflächenschichten der Physio-Chemischen Abteilung.) eingegangen am 19. Juni 1934, S. 155–164, Moskau
- Derjaguin et al. 1954** Derjaguin, B. V., Titijevskaia, A.S., Abriscossova, I. I. & Malkina, A.D. 1954.  
Investigations od the forces of interaction of surfaces in different media and their application to the problem of colloid stability, Academy of Sciences of U.S.S.R., Institute of -Physical Chemistry, Laboratory of Surface Phenomena, Received 3rd August, 1954, S. 74–76, Moskau
- Deters et al. 2012** Deters, L., Fischer, A., Santner, E. & Stolz, U. 2012.  
*Tribologie Definitionen, Begriffe, Prüfung; Gesellschaft für Tribologie; Arbeitsblatt 7 (Das Arbeitsblatt dient der Vereinheitlichung des Sprachgebrauchs auf dem Gebiet von Reibung, Verschleiß und Schmierung und soll so zur Vermeidung von Verständigungsschwierigkeiten beitragen. Die Zusammenstellung enthält überwiegend Begriffe, Definitionen und Vorschriften aus DIN-Normen. Sie ist erforderlich geworden, da die entsprechenden Normen wegen fehlender turnusmäßiger Überarbeitung zurückgezogen worden sind (DIN 50281, DIN 50320, DIN 50322, DIN 50323, DIN 50324).)*
- DIN 28400-1: 1990-05** DIN. 28400-1: 1990.  
*Vakuumtechnik; Benennung und Definitionen; Allgemeine Benennungen.*  
Berlin : Beuth
- DIN 28404: 1986** DIN. DIN 28404: 1986.  
*Vakuumtechnik; Flansche; Maße.*  
Berlin : Beuth
- DIN EN ISO 14644-1:2014-11** DIN. EN ISO 14644-1:2014.  
*Reinräume und zugehörige Reinraumbereiche - Teil 1: Klassifizierung der Luftreinheit anhand der Partikelkonzentration (ISO/DIS 14644-1:2014); Deutsche Fassung EN ISO 14644-1:2014.*  
Berlin : Beuth

- DIN EN ISO 14644-4:2003-06**      DIN. EN ISO 14644-4:2003.  
*Reinräume und zugehörige Reinraumbereiche - Teil 4: Planung, Ausführung und Erst-Inbetriebnahme (ISO 14644-4:2001); DIN EN ISO 14644-1:2014-11 Deutsche Fassung EN ISO 14644-4:2001.*  
Berlin : Beuth
- DIN EN ISO 25178-602**      DIN. EN ISO 25178-602.  
*Geometrische Produktspezifikation (GPS) - Oberflächenbeschaffenheit: Flächenhaft - Teil 602: Merkmale von berührungslos messenden Geräten (mit chromatisch konfokaler Sonde) (ISO 25178-602:2010); Deutsche Fassung EN ISO 25178-602:2010.*  
Berlin : Beuth
- DIN EN ISO 25178-603**      DIN. EN ISO 25178-603.  
*Geometrische Produktspezifikation (GPS) - Oberflächenbeschaffenheit: Flächenhaft - Teil 603: Merkmale von berührungslos messenden Geräten (phasenschiebende interferometrische Mikroskopie) (ISO 25178-603:2013); Deutsche Fassung EN ISO 25178-603:2013.*  
Berlin : Beuth
- DIN EN ISO 25178-Reihe**      DIN. EN ISO 25178-Reihe.  
*Produktabbildung - Geometrische Produktspezifikation (GPS) - Oberflächenbeschaffenheit: Flächenhaft.*  
Berlin : Beuth
- Dorier et al. 1998**      Dorier, J.-L. & Hilleret, N. 1998.  
Description of a dust particle detection system and measurements of particulate contamination from shock, gate valve, and ion pump under ultrahigh vacuum conditions.  
*Review of Scientific Instruments* **69** (11), S. 3818.  
DOI: 10.1063/1.1149184
- Dowson et al. 1992**      Dowson, D., Dalmaz, G., Childs, T.H.C., Taylor, C.M. & Godet, M. 1992.  
*Wear Particles: From the Cradle to the Grave.*  
21. Aufl.  
Amsterdam : Elsevier.  
ISBN 0080875858, 9780080875859
- Eisenkrämer et al. 2013**      Eisenkrämer, H. & Bürger, F. 2013.  
*Expertengespräch zu Kontaminationen, Partikeln und Herausforderungen in Vakuumprozessen in der optischen Industrie: Telefonat am 7.05.2013, 15:00 Uhr, Stuttgart mit Eisenkrämer, H. von der Leica Microsystems CMS GmbH*
- Engelsberger 2010**      Engelsberger, E. 2010.  
*Konzeption eines Vakuumtribometers zur Bestimmung der Reinheitstauglichkeit von Werkstoffpaarungen.*  
Stuttgart, Studienarbeit
- Engelsberger 2011**      Engelsberger, E. 2011.  
*Optimierung des Vakuumherstellungssystems eines Werkstoffprüfstandes.*  
Stuttgart, Diplomarbeit
- Erdemir 2004**      Erdemir, A. 2004.  
Diamond-like carbon films. In Tribology of mechanical systems.  
*ASME Press, New York.*  
DOI: 10.1115/1.802094
- Esser H. et al. 2013**      Esser H. & Bürger, F. 2013.  
*Expertengespräch zu Kontaminationen und Partikeln in der Halbleiterindustrie: Gespräch am 8.05.2013, 15:00 Uhr, Dresden mit Esser, H. von der Roth und Rau Ortner GmbH*

- Fahrmeir et al. 2011** Fahrmeir, L., Künstler, R., Pigeot, I. & Tutz, G. 2011. *Statistik, Der Weg zur Datenanalyse*. 7. Auflage. Berlin, Heidelberg : Springer. ISBN 978-3-642-01938-8
- Fischbacher 1998** Fischbacher, C. 1998. *Chemometrische Datenanalyse: in Analytiker-Taschenbuch*. Berlin, Heidelberg : Springer. ISBN 9783642721687
- Fissan et al. 2005** Fissan, H., J.H Kim, S.J Yook, D.Y.H Pui, T. van der Zwaag & T. Engelke. 2005. Basic Solutions for Nanoparticle Contamination In EUV-Lithography. *VDI Berichte Nr. 1920*, S. 11–14
- Fissan et al. 2012** Fissan, H., Trampe, A. & Asbach, C. 2012. Physikalische Grundlagen gesetztragener partikulärer Kontaminationen. In: Gail, L., Gommel, U., & Hortig, H. P. (Hrsg.): *Reinraumtechnik*. 3. Berlin : Springer, S. 37–65. ISBN 3-642-19434-6
- Frank et al. 2014** Frank, W. & Bürger, F. 2014. *Expertengespräch zu partikulärem Verschleiß und Positioniergenauigkeit von Automatisierungskomponenten in der industriellen Waferherstellung: Telefonat am 14.08.2014, 8:15 Uhr, Stuttgart mit Frank, W. von der Siltronic AG*
- Fraunhofer IPA 2016** Fraunhofer IPA. 2016. *Modernste Reinräume am Fraunhofer IPA* : Fraunhofer IPA, Abteilung Reinst- und Mikroproduktion. Verfügbar: <https://www.ipa.fraunhofer.de/de/Kompetenzen/reinst--und-mikroproduktion.html>
- Free 2008** Free, M. L. 2008. The use of Sufactance to Enhance Particle Removal from Surfaces. In: Kohli, R. & Mittal, K. L. (Hrsg.): *Developments in Surface Contamination and Cleaning*. Norwich, NY, U.S.A : W. Andrew Pub., S. 727–753. ISBN 978-0-8155-1555-5
- Gaglin et al. 2014** Gaglin, A. & Bürger, F. 2014. *Expertengespräch zur Handhabung von Wafern und Kontaminationen in Vakuumprozessen der Halbleiterindustrie: Telefonat am 14.08.2014, 8:15 Uhr, Stuttgart mit Gaglin, A. von der Kocos Automation GmbH*
- Gail et al. 2009** Gail, L., Gommel, U. & Weißsieker, H. 2009. *Projektplanung Reinraumtechnik*. Heidelberg : Hüthig. ISBN 978-3-7785-4004-6
- Gail et al. 2012** Gail, L., Gommel, U. & Hortig, H. P. 2012. *Reinraumtechnik*. 3. Aufl. Berlin : Springer. ISBN 3-642-19434-6

- Giger 2016** Giger, B. 2016.  
*Design of Experiments: Einführung in die statistische versuchsplanung (DoE)*.  
Winterthur.  
Verfügbar: [http://www.tqu-group.com/we-dokumente/Downloads/design\\_of\\_experiments.pdf](http://www.tqu-group.com/we-dokumente/Downloads/design_of_experiments.pdf)
- Gommel 2005** Gommel, U. 2005.  
Reinraumtaugliche Werkstoffe, Test- und Klassifizierungsverfahren.  
*wt Werkstattstechnik online* (95 H. 3), S. 150–155
- Gommel 2006** Gommel, U. 2006.  
*Verfahren zur Bestimmung der Reinraumtauglichkeit von Werkstoffpaarungen*.  
Stuttgart, Dissertation
- Gommel et al. 2008** Gommel, U., Bürger, F., Keller, M. & Kreck, G. 2008.  
*Equipment Design for Clean Room Use, European Compliance Academy - ECA-; Concept, Heidelberg: Clean Rooms - European GMP Course 2008 : FDA and GMP-compliant design, layout and operation, 10-12 June 2008, Barcelona*
- Gommel et al. 2010** Gommel, U. & Bürger, F. 2010.  
Cleanroom Suitability of Equipments.  
In: Japan Air Cleaning Association - JACA (Hrsg.): *International Committee on Contamination Control Societies -ICCCS-: ISCC 2010, International Symposium on Contamination Control. Proceedings*, S. 28–33, zuletzt geprüft am 19. Juni 2015.  
Verfügbar: <http://publica.fraunhofer.de/dokumente/N-154200.html>
- Gommel et al. 2011** Gommel, U. & Bürger, F. 2011.  
*Werkstoffe für den Einsatz unter sauberkeitskritischen Bedingungen*.  
Düsseldorf : VDI-Verlag.  
ISBN 978-3-18-092125-9
- Gommel et al. 2012** Gommel, U., Bürger, F. & Keller, M. 2012.  
Reinraum- und Reinheitstauglichkeit - Begriffe, Testverfahren, Prüfungen.  
In: Gail, L., Gommel, U., & Hortig, H. P. (Hrsg.): *Reinraumtechnik*.  
3.  
Berlin : Springer.  
ISBN 3-642-19434-6
- Gommel, U. et al. 2010** Gommel, U. & Bürger, F. 2010.  
*Japan Air Cleaning Association -JACA-; International Committee on Contamination Control Societies -ICCCS-:*  
October 5th - 9th.,  
Tokyo
- Goto et al. 2002** Goto, M., Kasahara, A., Tosa, M. & Yoshihara, K. 2002.  
Control of frictional force on coating films of boron nitride–copper complex in ultra high vacuum.  
*Thin Solid Films* **405** (1-2), S. 300–303.  
DOI: 10.1016/S0040-6090(01)01727-8
- Gradt 2010** Gradt, T. 2010.  
Vakuumtribologie. Kap. 16.,  
In: Czichos, H. & Habig, K. H. (Hrsg.): *Tribologie Handbuch*.  
3.  
Wiesbaden : Vieweg+Teubner, S. 586–596.  
ISBN 978-3-8348-0017-6

- Grohmann et al. 2011** Grohmann, H., Krämer, W. & Steger, A. 2011.  
*Statistik in Deutschland: 100 Jahre Deutsche Statistische Gesellschaft.*  
Berlin, Heidelberg : Springer.  
ISBN 9783642156359
- Haas U. 2002** Haas U. 2002.  
*Physik für Pharmazeuten und Mediziner.*  
6. Auflage.  
Stuttgart : Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft mbH.  
ISBN 978-3804718234
- Habig 2013** Habig, K. H. 2013.  
*Tribologie: in DUBBEL - Taschenbuch für den Maschinenbau, Wolfgang Beitz, U. Jarecki (HG).*  
Berlin : Springer.  
ISBN 3662115751
- Heinrich 2011** Heinrich, I. M. 2011.  
*Quantitative Analyse der Haftkraft von Partikeln im Mikrometerbereich auf technischen Oberflächen, Bachelorthesis, Stuttgart*
- Hensel et al. 2013** Hensel, C. & Bürger, F. 2013.  
*Expertengespräch zu partikulären Kontaminationen in der Raumfahrt und Satellitentechnik: Telefonat am 18.06.2013, 11:15 Uhr, Stuttgart mit Hensel, C. der Astrium GmbH - Space Transportation*
- Hirt 2012** Hirt, M. 2012.  
*Kontaminationsmessungen an einem Vakuumtribometer.*  
Stuttgart, Bachelorthesis
- Hoffmann et al. 2003** Hoffmann, B., Kubier, B. & Husemann, K. 2003.  
Haftkraftmessungen an Modifizierten Oberflächen - Eine AFM-Anwendung.  
*Chemie Ingenieur Technik* **75**, S. 742–749
- Isev 2012** Isev, I. 2012.  
*Dark current measurment at PITZ,, Unwanted Beam Workshop 2012 17-18.12.2012, Humboldt-University Berlin.*  
Verfügbar:  
[http://pitz.desy.de/sites2009/site\\_pitz/content/e145700/e146919/e146921/infoBoxContent146976/UBW12\\_Isaev\\_DC\\_measurements\\_at\\_PITZ.pdf](http://pitz.desy.de/sites2009/site_pitz/content/e145700/e146919/e146921/infoBoxContent146976/UBW12_Isaev_DC_measurements_at_PITZ.pdf)
- ISO 3529-1:1981-12** ISO. 3529-1:1981.  
*Vakuumtechnik; Verzeichnis von Fachausdrücken und Definitionen; Teil 1: Allgemeine Ausdrücke.*  
Berlin : Beuth
- ITRS 2013** ITRS. 2013.  
*International Technology Roadmap for Semiconductors, zuletzt geprüft am 2. August 2015.*  
Verfügbar: <http://www.itrs.net/ITRS%201999-2014%20Mtgs,%20Presentations%20&%20Links/2013ITRS/Summary2013.htm>
- Johnson 1998** Johnson, K. L. 1998.  
Mechanics of adhesion.  
*Tribology International* **31**, S. 413–418
- Jousten 2010** Jousten, K. 2010.  
*Wutz Handbuch Vakuumtechnik.*  
Wiesbaden : Vieweg+Teubner.  
ISBN 3834806951

- Kasperczyk et al. 2015** Kasperczyk, M. & Bürger, F. 2015.  
*Expertengespräch zu partikulären Kontaminationen in Vakuumsystemen der Fotovoltaik: Gespräch am 22.06.2015, 14:00 Uhr, Stuttgart mit Kasperczyk, M. vom Fraunhofer IPA*
- Kato 2008** Kato, K. 2008.  
Tribological Implication of Particles.  
In: Kohli, R. & Mittal, K. L. (Hrsg.): *Developments in Surface Contamination and Cleaning*.  
Norwich, NY, U.S.A : W. Andrew Pub., S. 299–325.  
ISBN 978-0-8155-1555-5
- Kemps et al. 2013** Kemps, T. & Bürger, F. 2013.  
*Expertengespräch: contamination control needs of EUV photolithography systems: Gespräch am 31.10.2013, 15:00 Uhr, Veldhoven, Niederlande mit Kemps, T. von der ASML Holding B.V*
- Kesel et al. 1999** Kesel, A. B., Junge, M. M. & & Nachtigall, W. 1999.  
*In Einführung in die angewandte Statistik für Biowissenschaftler*.  
Basel: Springer.  
ISBN 978-3-7643-5953-9
- Kielbaso 2012** Kielbaso, T. 2012.  
EUV Reticle Handling The Challenge of “Zero”.  
*Entegris, Inc.: Zero Defects Europe Newsletter* **11** (2)
- Kim et al. 2005** Kim, Jung Hyeun, Asbach, Christof, Yook, Se-Jin, Fissan, Heinz, Orvek, Kevin J., Ramamoorthy, Arun, Yan, Pei-Yang & Pui, David Y. H. 2005.  
Protection schemes for critical surface in vacuum environments.  
*Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films* **23** (5), S. 1319–1324.  
DOI: 10.1116/1.1978890
- Kim et al. 2006** Kim, Jung Hyeun, Fissan, Heinz, Asbach, Christof, Yook, Se-Jin, Wang, Jing & Pui, David Y. H. 2006.  
Effect of reverse flow by differential pressure on the protection of critical surfaces against particle contamination.  
*Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures* **24** (4), S. 1844–1849.  
DOI: 10.1116/1.2214712
- Kim et al. 2006** Kim, J. H., Fissan, H., Asbach, C., Yook, S., J. & David Y. H. Pui, D. Y. H. 2006.  
Speed-controlled particle injection into a low-pressure system.  
*Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films* **24** (2), S. 229–234.  
DOI: 10.1116/1.2165660
- Kleppmann 2008** Kleppmann, W. 2008.  
*Taschenbuch Versuchsplanung*.  
5 Aufl.  
München : Hanser.  
ISBN 978 3 446 41595 9
- Klocke et al. 2012** Klocke, F., Maier, B. & Tönissen, S. 2012.  
*Methodik zur Identifizierung von funktionsrelevanten Oberflächen- und Randzoneneigenschaften in der Hartfeinbearbeitung: Ergebnisbericht des BMBF-Verbundprojektes PlanPP*.  
Apprimus : Aachen.  
ISBN 9783863590802

- Klumpp 2013** Klumpp, B. 2013.  
*Prüfverfahren zur Untersuchung der Partikelreinheit technischer Oberflächen*, Band 182 von IPA-IAO - Forschung und Praxis.  
Berlin, Heidelberg : Springer-Verlag.  
ISBN 9783642478680
- Kohli et al. 2008** Kohli, R. & Mittal, K. L. 2008.  
*Developments in Surface Contamination and Cleaning*.  
Norwich, NY, U.S.A : W. Andrew Pub.  
ISBN 978-0-8155-1555-5
- Konrad 2012** Konrad, K. 2012.  
*Verfahren zum semantisch unterstützten Anlagenanlauf von Montagesystemen*.  
Stuttgart, Dissertation
- Kreck. G. et al. 2008** Kreck. G., Schmauz, G. & Wolze. P. 2008.  
*Partikelhaftkräfte auf Oberflächen, Studie der Fraunhofer-Technologie-Entwicklungsgruppe*.  
Nobelstr. 12, Stuttgart 70569
- Kuhlmann-Wilsdorf 1986** Kuhlmann-Wilsdorf, D. 1986.  
Sample Calculations of Flash Temperatures at a Silver-Graphite Electric Contact Sliding on Copper.  
*Wear: an international journal on the science and technology of friction, lubrication and wear* (107, Issue 1), S. 71–90.  
DOI: 10.1016/0043-1648(86)90047-5
- Lieberman 2012** Lieberman, A. 2012.  
*Contamination Control and Cleanrooms: Problems, Engineering Solutions, and Applications*.  
Berlin, Heidelberg : Springer Science & Business Media.  
ISBN 1468465120
- Lindenberg et al. 2012** Lindenberg, R. & Bürger, F. 2012.  
*Expertengespräch zur Kontaminationskontrolle bei der Flachbildschirmfertigung: Telefonat am 12.09.2012, 10:00 Uhr, Stuttgart mit Lindenberg, R. von der Applied Materials GmbH & Co. KG*
- Linß 2011** Linß, G. 2011.  
*Qualitätsmanagement für Ingenieure*.  
Wien : Hanser.  
ISBN 978-3-446-42809-6
- Logan et al. 1992** Logan, J. S. & McGill, J. J. 1992.  
Study of particle emission in vacuum from film deposits.  
*Journal of Vacuum Science and Technology*.  
DOI: 10.1116/1.578108
- Maeba et al. 1990** Maeba, Y., Minamigawa, Y. & Yamakawa, H. 1990.  
Measurement of Dust Particles Generated From Vacuum Components, Research and Development Division, ULVAC Corporation 2500 Hagisono, Chigasaki, Kanagawa, 253 Japan.  
*Journal of Vacuum Science & Technology*, S. 91–96
- Mathia 2010** Mathia, K. 2010.  
*Robotics for Electronics Manufacturing: Principles and Applications in Cleanroom Automation*.  
Cambridge : Cambridge University Press.  
ISBN 9780521876520

- Mattox 2010** Mattox, D. M. 2010.  
*Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing*.  
Amsterdam : Elsevier.  
ISBN 978-0-8155-2037-5
- Mäurer 2002** Mäurer, M. 2002.  
*Tribologische Untersuchungen an Radialgleitlagern aus Kunststoffen*.  
Chemnitz, Dissertation
- May et al. 2006** May, G.S. & Spanos, C.J. 2006.  
*Fundamentals of Semiconductor Manufacturing and Process Control*.  
Hoboken, New Jersey, Vereinigte Staaten : Wiley.  
ISBN 9780471790273
- Meunier et al. 2005** Meunier, C., Alers, P., Marot, L., Stauffer, J., Randall, N. & Mikhailov, S. 2005.  
Friction properties of ta-C and a-C:H coatings under high vacuum.  
*Surface and Coatings Technology* **200** (5-6), S. 1976–1981.  
DOI: 10.1016/j.surfcoat.2005.08.013
- Michalke et al. 2014** Michalke, T. & Bürger, F. 2014.  
*Expertengespräch zu partikulären Kontaminationen in der Hochleistungs-  
werkzeugindustrie, Beschichtung im Vakuum: Telefonat am 19.03.2014, 9:00  
Uhr, Stuttgart mit Michalke, T. von der Oerlikon Balzers AG*
- Minamigawa et al. 1989** Minamigawa, Y., Maeba, Y. & Yamakawa, H. 1989.  
Distribution of dust particles generated from a ball bearing in vacuum.  
*Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*  
(Volume 7, Issue 3 , May), S. 2508–2511
- Mitrach et al. 2012** Mitrach, D. & Bürger, F. 2012.  
*Expertengespräch zu kontaminationskritischen Prozessen und Werkstoffaus-  
wahl in der Halbleiterindustrie: Telefonat am 12.09.2012, 11:00 Uhr, Stutt-  
gart mit Mitrach, D. von der Infineon Technologies Dresden GmbH & Co.  
OHG*
- Miyoshi 1999** Miyoshi, K. 1999.  
Consideration in vacuum tribology (adhesion, friction, wear, and solid lubrication in vacuum).  
*Tribology International* **32**, S. 605–616
- Mizumoto et al. 1990** Mizumoto, M. & Kato, K. 1990.  
The principal characteristics of wear particle generation observed by the SEM-Tribosystem.  
*Proceedings of the Japan International tribology Conference, Nagoya, S.*  
899–904
- Mizumoto et al. 1992** Mizumoto, M. & Kato, K. 1992.  
*Size Distribution and Number of Wear Particles Generated by the Abrasive  
Sliding of a Model Asperity in the SEM-Tribosystem: in Dowson, D. et al.  
(Hrsg): Wear Particles: From the Cradle to the Grave.*  
Amsterdam : Elsevier.  
ISBN 9780080875859
- Mortimer et al. 2003** Mortimer, C. E. & Müller, U. 2003.  
*Das Basiswissen der Chemie.*  
8 Aufl.  
Stuttgart : Georg Thieme Verlag.  
ISBN 3134843080

- Müller et al. 2014** Müller, A. & Bürger, F. 2014.  
*Expertengespräch zu partikulären Kontaminationen in der Raumfahrt: Telefonat am 18.03.2014, 15:00 Uhr, Stuttgart mit Müller, A. von der Kayser-Threde GmbH (OHB)*
- O'Hanlon 1989** O'Hanlon, J. F. 1989.  
Contamination reduction in vacuum processing systems.  
*Journal of Vacuum Science and Technology*.  
DOI: 10.1116/1.575885
- O'Hanlon et al. 1992** O'Hanlon, J. F. & Parks, H. G. 1992.  
Impact of vacuum equipment contamination on semiconductor yield.  
*Journal of Vacuum Science and Technology*.  
DOI: 10.1116/1.577760
- Ouellette 1997** Ouellette, J. 1997.  
Contamination Control in Vacuum.  
*The Industrial Physicist* (3:4), S. 7–11
- Pollak et al. 2013** Pollak, S. & Bürger, F. 2013.  
*Expertengespräch zu Kontaminationen und Partikeln in der Halbleiterindustrie: Telefonat am 27.05.2013, 9:30 Uhr, Stuttgart mit Pollak, S. von der HAP Handhabungs-, Automatisierungs- und Präzisionstechnik GmbH Dresden*
- Popov V. 2010** Popov V. 2010.  
*Kontaktmechanik und Reibung*.  
2 Aufl.  
Berlin, Heidelberg : Springer.  
ISBN 978-3-642-13302-2
- Potter 2015** Potter, G. 2015.  
*Nano Bits & Pieces: Overcoming Particle Defect Challenges in Advanced Nodes Using Ultra-High Frequency Acoustic Cleans*, zuletzt geprüft am 7. August 2015.  
Verfügbar: <https://sematech-public.sharepoint.com/pages/article.aspx?BlogID=39>
- Powrie, H. R. T. L. S. et al. 2002** Powrie, H. R. T. L. S., Wood, R., Harvey, T., Wang, L. & Morris, S. 2002.  
Electrostatic charge generation associated with machinery component deterioration. In Aerospace Conference Proceedings, 2002. IEEE (Vol. 6, pp. 6-2927). IEEE. 9-16 March 2002, Big Sky, Montana, USA
- Preining 2008** Preining, O. 2008.  
The Physical Nature of Very, Very Small Particles and its Impact on Their Behavior.  
In: Kohli, R. & Mittal, K. L. (Hrsg.): *Developments in Surface Contamination and Cleaning*.  
Norwich, NY, U.S.A : W. Andrew Pub., S. 3–23.  
ISBN 978-0-8155-1555-5
- Quesnel et al. 2008** Quesnel, D. J., Rimai, D. S. & Schaefer, D. M. 2008.  
Aspects of Particle Adhesion and Removal.  
In: Kohli, R. & Mittal, K. L. (Hrsg.): *Developments in Surface Contamination and Cleaning*.  
Norwich, NY, U.S.A : W. Andrew Pub., S. 475–498.  
ISBN 978-0-8155-1555-5
- Reschke 2004** Reschke, D. 2004.  
*Field Emission Overview: Cleanliness and processing: Vortragsfolien*.  
Argonne : DESY

- Reschke 2005** Reschke, D. 2005. 2005. Cleanliness Techniques. In: Padamsee, H. (Hrsg.): *Proceedings of the 12th International Workshop on RF Superconductivity*. Amsterdam : Elsevier, S. 71–77
- Reschke et al. 2007** Reschke, D., Brinkmann, A., Floettmann, A., Klinke, D., Ziegler, J., Werner, D., Grimme, R. & Zorn, C. 2007. Dry-ICE Cleaning: The Most Effective Cleaning Process for SRF Cavities, Proceedings of 13th International Workshop on RF Superconductivity 2007, Peking Univ., Oct. 14-19, Beijing, China
- Rochowicz 2010** Rochowicz, M. 2010. *Filterzentrifuge zur gravimetrischen Analyse von Partikeln in Suspensionen*. Stuttgart, Dissertation
- Rochowicz et al. 2012** Rochowicz, M., Keller, M. & Bürger, F. 2012. Reinheitsgerechte Auslegung von Maschinen und Anlagen. *TechnoPharm 2 (2012) (6)*, S. S.394
- Rohr et al. 2013** Rohr, T. & Bürger, F. 2013. *Expertengespräch zu Kontaminationen in der Raumfahrt: Telefonat am 14.06.2013, 9:00 Uhr, Stuttgart mit Rohr, T. von der Europäischen Raumfahrtbehörde (ESA)*
- Schilm 2004** Schilm, J. 2004. *Korrosion von gasdruckgesinterten Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-Keramiken in Säuren*. Freiberg, Dissertation
- Schleifenbaum et al. 2013** Schleifenbaum, C. & Bürger, F. 2013. *Expertengespräch zu Kontaminationen in der Raumfahrt: Telefonat am 14.08.2013, 14:00 Uhr, Stuttgart mit Schleifenbaum, C. von der EADS Astrium GmbH*
- Schmauz 2010** Schmauz, G. 2010. *Verfahren zur Klassifizierung von Partikeln in der Automobilindustrie mittels Lumineszenzspektroskopie*. Stuttgart, Dissertation
- Schmidt et al. 1996** Schmidt, F., Fissan, H. & Schmidt, K.G. 1996. Transport of submicron particles from a leak to a perpendicular surface in a chamber at reduced pressure. *Journal of Aerosol Science* **27** (5), S. 739–750. DOI: 10.1016/0021-8502(96)00023-7
- Schneider et al. 2013** Schneider, R. & Bürger, F. 2013. *Expertengespräch zu Kontaminationen und Partikeln in der Photovoltaik und Displayfertigung: Telefonat am 27.05.2013, 16:30 Uhr, Stuttgart mit Schneider, R. von der Manz Coating GmbH*
- Schober et al. 2013** Schober, K. & Bürger, F. 2013. *Expertengespräch zu Partikeln und Vakuumprozessen in der Waferherstellung: Telefonat am 1.03.2013, 10:30 Uhr, Stuttgart mit Schober, K. von der Siltronik AG*
- Schubert 1979** Schubert, H. 1979. Grundlagen des Agglomerierens. *Chem. Ing. Tech.* (51, Nr. 4), S. 266–277
- Schulze et al. 2012** Schulze, K. & Bürger, F. 2012. *Expertengespräch zu Automatisierung, Komponenten zur Waferhandhabung in Vakuumprozessen der Halbleiterindustrie: Telefonat am 12.09.2012, 14:00 Uhr, Stuttgart mit Schulze, K. von der Brooks Automation GmbH*

- SEMI E14-93 Withdrawn 0303 2015** SEMI E14-93 Withdrawn 0303. 2015.  
- *Measurement of Particle Contamination Contributed to the Product from the Process or Support Tool* : Semiconductor Equipment and Materials International, zuletzt geprüft am 31. Juli 2015.  
Verfügbar:  
<http://ams.semi.org/ebusiness/standards/SEMISTandardDetail.aspx?ProductID=211&DownloadID=1429>
- SEMI E152-0709 - 2009** SEMI E152-0709 -. 2009.  
*Mechanical Specification of EUV Pod for 150 mm EUVL Reticles*
- SEMI E78-0309 2009** SEMI E78-0309. 2009.  
- *Guide to Assess and Control Electrostatic Discharge (ESD) and Electrostatic Attraction (ESA) for Equipment*
- SEMI P37-1101 2001** SEMI P37-1101. 2001.  
- *Specification for Extreme Ultraviolet Lithography Mask Substrates*
- Semiconductor Industry Association 2015** Semiconductor Industry Association. 2015.  
*International Technology Roadmap for Semiconductors (ITRS)*.  
Verfügbar: <http://www.itrs.net/reports.html>
- Siebertz et al. 2010** Siebertz, K., Bebber, D. & Hochkirchen, T. 2010.  
*Statistische Versuchsplanung, Design of Experiments (DoE)*.  
1. Juni 2010.  
Berlin, Heidelberg : Springer; VDI-Buch.  
ISBN 978-3-642-05493-8
- Steinhilper et al. 2012** Steinhilper, W. & Sauer, B. 2012.  
*Konstruktionselemente des Maschinenbaus 2: Reibung, Verschleiß und Schmierung*.  
Berlin, Heidelberg : Springer.  
ISBN 978-3-642-24303-5
- Stephan et al. 2008** Stephan, F., Asova, G. I., Bähr, J. W., Boulware, C. H., Flöttmann, K., Grabosch, H.-J., Hakobyan, L., Hänel, M., Ivanisenko, Ye., Jackson, F., Khojayan, M. K., Krasilnikov, M., Lederer, S., Michelato, P. M., Monaco, L., Pagani, C., Petrosyan, B., Richter, R., Riemann, S., Rimjaem, S., Rönsch, J., Scholz, T. A., Sertore, D., Shapovalov, A., Spesyvtsev, R. & Staykov, L. 2008.  
New Experimental Results from PITZ, Electron Accelerators and Applications, TUP035, Proceedings of LINAC08, Victoria, BC, Canada, S. 474–476
- Strasser et al. 1990** Strasser, G., Bader, H. P. & Bader, M. E. 1990.  
Reduction of particle contamination by controlled venting and pumping of vacuum loadlocks.  
*Journal of Vacuum Science and Technology* (8, 4092).  
DOI: 10.1116/1.576445
- Sullivan 2008** Sullivan, C. P. 2008.  
<30nm: *Beyond the Leading Edge of Defect Sensitivity*, zuletzt geprüft am 2. August 2015.  
Verfügbar: <http://www.kla-tencor.com/Wafer-Manufacturing/surfscan-series.html#1>
- Summer et al. 2012** Summer, K. & Bürger, F. 2012.  
*Expertengespräch zu Ventilen, Werkstoffen, Reibung und Kontaminationen im Vakuum: Telefonat am 22.11.2012, 13:00 Uhr, Stuttgart mit Summer, K. von der VAT Vakuumventile AG*

- Sun et al. 2005** Sun, J., Wood, R. J. K., Wang, L., Care, I. & Powrie, H. E. G. 2005. Wear monitoring of bearing steel using electrostatic and acoustic emission techniques. *Wear*, 259(7) 2005, S. 1482–1489
- Tanzer 2013** Tanzer, H. 2013. *Messtechnische Untersuchungen an einem Vakuumtribometer*. Stuttgart, Bachelorthesis
- The Tauri Group 2014** The Tauri Group. 2014. *State of the Satellite Industry Report, The Tauri Group 6361 Walker Lane Alexandria, VA 22310*, zuletzt geprüft am 16. September 2015. Verfügbar: [http://www.sia.org/wp-content/uploads/2014/05/SIA\\_2014\\_SSIR.pdf](http://www.sia.org/wp-content/uploads/2014/05/SIA_2014_SSIR.pdf)
- The Working Group of the International Statistics on Vacuum Technology 2004** The Working Group of the International Statistics on Vacuum Technology (ISVT). 2004. Vacuum components and equipment subsystems markets total \$2.6B in 2003. 2004. Verfügbar: <http://electroiq.com/blog/2004/09/vacuum-components-and-equipment-subsystems-markets-total-26b-in-2003/>
- Tian et al. 1994** Tian, X. & Kennedy, F. E. 1994. Maximum and Average Flach Tempertures un Sliding Contacts, Thayer School of Engineering, Dartmouth College Hanover, NH 03755. *Journal of Tribology* 1994 (116), S. 167–174
- Tomas 2007** Tomas, J. 2007. Adhesion of ultrafine particles—A micromechanical approach. *Chemical Engineering Science* 62, S. 1997–2010. DOI: 10.1016/j.ces.2006.12.055
- Tomas 2007** Tomas, J. 2007. Adhesion of ultrafine particles—Energy absorption at contact. *Chemical Engineering Science* 62, S. 5925–5939. DOI: 10.1016/j.ces.2007.06.036
- Trabert et al. 2012** Trabert, A. & Bürger, F. 2012. *Expertengespräch zu Robotern und zum Greifen von Wafern in der Halbleiterindustrie: Telefonat am 12.09.2012, 10:00 Uhr, Stuttgart mit Trabert, A. von der Isel Robotic GmbH*
- Tu et al. 2005** Tu, J.P., Jiang, C.X., Guo, S.Y., Zhu, L.P., Fu, F.M. & Zhao, X.B. 2005. Friction and wear properties of aligned film of amorphous carbon nanorods on anodic aluminum oxide template in vacuum. *Surface and Coatings Technology* 198 (1-3), S. 464–468. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2004.10.061
- Turner et al. 2015** Turner, N., Morales, M., Dugar, A., Palma, M. J., Rau, S., Santiago, L. & Kim, S. K. 2015. *Worldwide Semiconductor 2015–2019 Forecast*, zuletzt geprüft am 15. September 2015. Verfügbar: <https://www.idc.com/getdoc.jsp?containerId=254548>
- VDI-Gesellschaft Bauen und Gebäudetechnik 2013** VDI-Gesellschaft Bauen und Gebäudetechnik. 2013. *VDI 2083 Blatt 17 Reinraumtechnik - Reinheitstauglichkeit von Werkstoffen*. Düsseldorf : VDI-Verlag
- VDI-Gesellschaft Bauen und Gebäudetechnik: 2006** VDI-Gesellschaft Bauen und Gebäudetechnik:. 2006. *VDI-Richtlinie: VDI 2083 Blatt 9.1 Reinraumtechnik - Reinheitstauglichkeit und Oberflächenreinheit*. Düsseldorf: VDI-Verlag

- VDI-Gesellschaft Bauen und Gebäudetechnik: 2011** VDI-Gesellschaft Bauen und Gebäudetechnik: 2011.  
*Reinraumtechnik : 14. VDI-Tagung.*  
Düsseldorf : VDI-Verlag.  
ISBN 978-3-18-092125-9
- Völlinger et al. 2014** Völlinger, T. & Bürger, F. 2014.  
*Expertengespräch zur Kontaminationskontrolle an Robotern für Vakuumanwendungen: Telefonat am 27.01.2014, 14:00 Uhr, Stuttgart mit Völlinger, T. von der isel Germany AG*
- Walter et al. 2012** Walter, H. & Bürger, F. 2012.  
*Expertengespräch zu Partikeln in EUV-Anwendungen: Telefonat am 17.10.2012, 10:00 Uhr, Stuttgart mit Walter, H. von der Entegris GmbH*
- Wang et al. 2008** Wang, Z. L. & Lee, J. L. 2008.  
Electron Microscopy Techniques for Imaging and Analysis of Nanoparticles.  
In: Kohli, R. & Mittal, K. L. (Hrsg.): *Developments in Surface Contamination and Cleaning.*  
Norwich, NY, U.S.A : W. Andrew Pub., S. 531–583.  
ISBN 978-0-8155-1555-5
- Wang et al. 2008** Wang, J., Pui, D. Y. H., Qi, C., Yook, S. J., Fissan, H., Ultanir, E. & Liang, T. 2008.  
Controlled Deposition of NIST-traceable Nanoparticles as Additional Size Standards for Photomask Applications.  
*Metrology, Inspection, and Process Control for Microlithography XX11.*  
DOI: 10.1117/12.756741
- Watanabe et al. 2004** Watanabe, S., J. Noshiro & S. Miyake. 2004.  
Friction properties of WS<sub>2</sub>/MoS<sub>2</sub> multilayer films under vacuum environment.  
*Surface and Coatings Technology*, S. 644–648.  
DOI: 10.1016/j.surfcoat.2004.07.029
- Weihnacht et al. 2009** Weihnacht, V., Gommel, U., Gradt, T., Brückner, A., Bürger, F. & Theiler, G. 2009 bis 2011.  
*Kohlenstoffbasierte Beschichtungen für tribologische Anwendungen im Vakuum und in trockenen Atmosphären.* Schlussbericht der Forschungsstellen 1 und 2 zum geförderten Vorhaben 15983 BG
- Xing-Dong Yuana et al. 2010** Xing-Dong Yuana & Xiao-Jie Yang. 2010.  
A study on friction and wear properties of PTFE coatings under vacuum conditions.  
*Wear* (269, Issues 3-4), S. 291–297.  
DOI: 10.1016/j.wear.2010.04.014
- Zeugin et al. 2014** Zeugin, F. & Bürger, F. 2014.  
*Expertengespräch zur Kontaminationskontrolle in der Vakuumprozessen in der Werkzeugherstellung: Telefonat am 13.02.2014, 15:00 Uhr, Stuttgart mit Zeugin, F. von der Z.E.C. AG*
- Zimmermann 1998** Zimmermann, I. 1998.  
*Pharmazeutische Technologie, Industrielle Herstellung und Entwicklung von Arzneimitteln.*  
Berlin, Heidelberg: Springer.  
ISBN 978-3-642-72090-1

## 12 Anhang

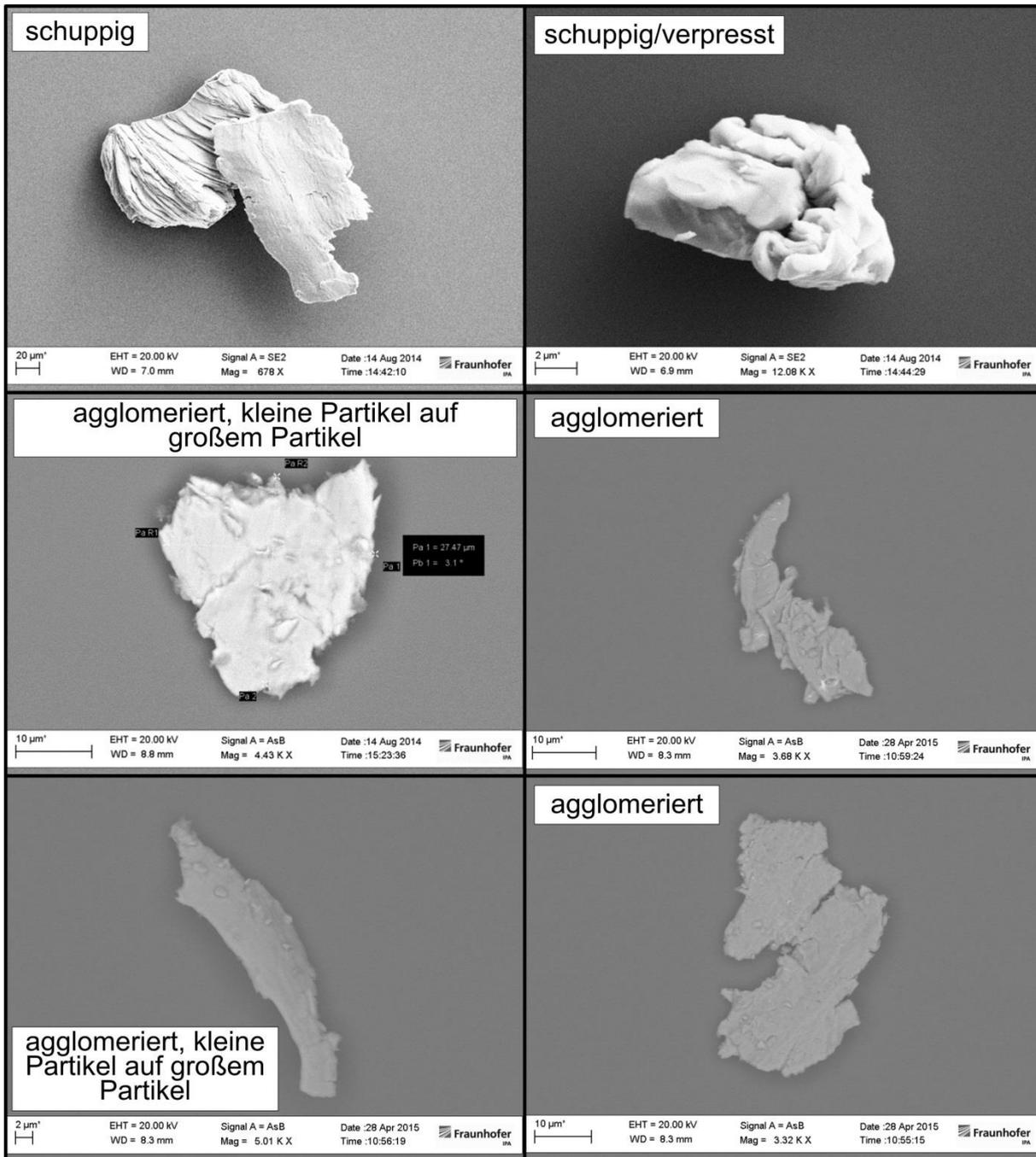


Abbildung 12.1: Rasterelektronenmikroskopaufnahmen von Edelstahlpartikeln auf Detektorwafern ausgehend vom Tribosystem Siliziumnitrid-Kugel/Edelstahl-Scheibe

		Werkstoff Grundkörper (Scheibe)				
		V2A	Si3N4	PEEK	Siliziumwafer	Quarzglas
Werkstoff Gegenkörper (Kugel)	V2A	800,3	-	88,7	-	-
	Si3N4	896,4	1028,6	-	-	538,3
	PEEK	-	-	-	85,7	-

Abbildung 12.2: Hertz'sche Pressung [MPa] für verschiedene Tribosysteme bei FN = 2 N

		Werkstoff Grundkörper (Scheibe)				
		V2A	Si3N4	PEEK	Siliziumwafer	Quarzglas
Werkstoff Gegenkörper (Kugel)	V2A	1086,2	-	120,4	-	-
	Si3N4	1217,1	1396,1	-	-	730,5
	PEEK	-	-	-	116,3	-

Abbildung 12.3: Hertz'sche Pressung [MPa] für verschiedene Tribosysteme bei FN = 5 N

		Werkstoff Grundkörper (Scheibe)				
		V2A	Si3N4	PEEK	Siliziumwafer	Quarzglas
Werkstoff Gegenkörper (Kugel)	V2A	1368,5	-	151,6	-	-
	Si3N4	1533,4	1758,9	-	-	920,4
	PEEK	-	-	-	146,6	-

Abbildung 12.4: Hertz'sche Pressung [MPa] für verschiedene Tribosysteme bei FN = 10 N

		Werkstoff Grundkörper (Scheibe)				
		V2A	Si3N4	PEEK	Siliziumwafer	Quarzglas
Werkstoff Gegenkörper (Kugel)	V2A	1566,6	-	173,6	-	-
	Si3N4	1755,3	2013,5	-	-	1053,6
	PEEK	-	-	-	167,8	-

Abbildung 12.5: Hertz'sche Pressung [MPa] für verschiedene Tribosysteme bei FN = 15 N

Versuchsplan			Eingänge: => Einstellungen X	Ausgänge: => Beobachtungen Y:																										
<p><b>Versuchsplan Typ: <math>k^n \implies N = 8</math>, mit <math>n = 3</math> Einflussgrößen und <math>k = 2</math> Stufen</b>  <b>Eingabe Beobachtungen mit <math>W = 3</math> Wiederholungen und <math>N = 8</math> Versuchen ergibt</b>  <b>24 Einzelversuche für die Zielgröße „Gesamtpartikelanzahl (0,1 bis <math>\geq 63 \mu\text{m}</math>)“</b></p>																														
<table border="1"> <tr><th><math>x_1</math></th><th><math>x_2</math></th><th><math>x_3</math></th></tr> <tr><td>+1</td><td>+1</td><td>+1</td></tr> <tr><td>-1</td><td>+1</td><td>+1</td></tr> <tr><td>+1</td><td>-1</td><td>+1</td></tr> <tr><td>+1</td><td>+1</td><td>-1</td></tr> <tr><td>-1</td><td>-1</td><td>+1</td></tr> <tr><td>-1</td><td>+1</td><td>-1</td></tr> <tr><td>+1</td><td>-1</td><td>-1</td></tr> <tr><td>-1</td><td>-1</td><td>-1</td></tr> </table>	$x_1$	$x_2$	$x_3$	+1	+1	+1	-1	+1	+1	+1	-1	+1	+1	+1	-1	-1	-1	+1	-1	+1	-1	+1	-1	-1	-1	-1	-1	<p><b>für <math>x_1</math> (<math>F_N</math>):</b>  <math>\implies x_{1,\text{max}} = 15 \text{ N}</math>  <math>\implies x_{1,\text{min}} = 2 \text{ N}</math></p> <p><b>für <math>x_2</math> (<math>v_{GI}</math>):</b>  <math>\implies x_{2,\text{max}} = 59,3 \text{ cm/s}</math>  <math>\implies x_{2,\text{min}} = 11 \text{ cm/s}</math></p> <p><b>für <math>x_3</math> (<math>S_q</math>):</b>  <math>\implies x_{3,\text{max}} = 1,78 \mu\text{m}</math>  <math>\implies x_{3,\text{min}} = 0,33 \mu\text{m}</math></p>	$X = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}$	$Y = \begin{pmatrix} 1493 & 1716 & 1648 \\ 646 & 530 & 859 \\ 1818 & 1837 & 1178 \\ 220 & 392 & 473 \\ 1996 & 1930 & 2308 \\ 787 & 658 & 663 \\ 2252 & 2889 & 2684 \\ 135 & 94 & 82 \end{pmatrix}$
$x_1$	$x_2$	$x_3$																												
+1	+1	+1																												
-1	+1	+1																												
+1	-1	+1																												
+1	+1	-1																												
-1	-1	+1																												
-1	+1	-1																												
+1	-1	-1																												
-1	-1	-1																												
Mittel aus den 3 Wiederholungen der Beobachtungen																														
<p><math>W = 3</math></p> <p><math>N = \text{Länge (X)} = 8</math></p> <p><math>j = 1 \dots N</math></p>	$\text{Mittelwert } j = \frac{\sum_{t=1}^W y(j, t)}{W}$	$Y: \text{Mittelwert} = \begin{pmatrix} 1619 \\ 678,3 \\ 1611 \\ 361,7 \\ 2078 \\ 702,7 \\ 2608 \\ 103,7 \end{pmatrix}$																												
Prüfung der Versuchsbeobachtungen Y auf Normalverteilung mit COCHRAN Test																														
$S_j = \frac{\sum_{t=1}^W [(y_{j,t}) - \text{Mittelwert}_j]^2}{W - 1}$	$S = \begin{pmatrix} 1,306 \times 10^4 \\ 2,784 \times 10^4 \\ 1,407 \times 10^5 \\ 1,669 \times 10^4 \\ 4,076 \times 10^4 \\ 5,340 \times 10^3 \\ 1,057 \times 10^5 \\ 7,723 \times 10^2 \end{pmatrix}$	$SS = \sum_{j=1}^N S_j = 3,509 \times 10^5$ $S_{\text{max}} = \max(S) = 1,407 \times 10^5$ $C_b = \frac{S_{\text{max}}}{SS} = 0,401$																												
<p><b>Prüfungsbedingung des COCHRAN Test <math>c_{\text{tab}}(f_1; f_2; \alpha) = 0,52</math></b>  <b>für <math>f_1 = (W-1) = 2; f_2 = N = 8; \alpha = 5 \%</math></b>  <b>Ergebnis: <math>D_a C_b &lt; C_{\text{tab}} \implies</math> Datenmaterial Normalverteilung o. K.</b></p>																														

Abbildung 12.6: Berechnungsbeispiel zur statistischen Versuchsplanung für die Zielgröße Gesamtpartikelanzahl aus Kapitel 8.4.2 mit drei Einflussgrößen 1/5

VP_Matrix - U - vom Typ n = 3 und k = 2 (zweistufig) => Länge 8 (Versuchskombinationen)		
$Y = \begin{bmatrix} 1619 \\ 678,3 \\ 1611 \\ 361,7 \\ 2078 \\ 702,7 \\ 2608 \\ 103,7 \end{bmatrix}$	$U = \begin{bmatrix} +1 & +1 & +1 & +1 & +1 & +1 & +1 & +1 \\ +1 & -1 & +1 & +1 & -1 & -1 & +1 & -1 \\ +1 & +1 & -1 & +1 & -1 & +1 & -1 & -1 \\ +1 & -1 & -1 & +1 & +1 & -1 & -1 & +1 \\ +1 & +1 & +1 & -1 & +1 & -1 & -1 & -1 \\ +1 & -1 & +1 & -1 & -1 & +1 & -1 & +1 \\ +1 & +1 & -1 & -1 & -1 & -1 & +1 & +1 \\ +1 & -1 & -1 & -1 & +1 & +1 & +1 & -1 \end{bmatrix}$	$U^T = \begin{bmatrix} +1 & +1 & +1 & +1 & +1 & +1 & +1 & +1 \\ +1 & -1 & +1 & -1 & +1 & -1 & +1 & -1 \\ +1 & +1 & -1 & -1 & +1 & +1 & -1 & -1 \\ +1 & +1 & +1 & +1 & -1 & -1 & -1 & -1 \\ +1 & -1 & -1 & +1 & +1 & -1 & -1 & +1 \\ +1 & -1 & +1 & -1 & -1 & +1 & -1 & +1 \\ +1 & +1 & -1 & -1 & -1 & -1 & +1 & +1 \\ +1 & -1 & -1 & +1 & -1 & +1 & +1 & -1 \end{bmatrix}$
Bestimmung der Einheitsmatrix $E = U * U^T$		
$E = U \cdot U^T = \begin{bmatrix} 8 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 8 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 8 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 8 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 8 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 8 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 8 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 8 \end{bmatrix}$		
Bestimmung der Lösung des Normal-Gleichung $Y = (1/N) * U^T Y$		
<p><b>Bestimmung der Schätz-Parameter nach Norm.-Gleichung <math>A_{\text{Schätz}} = (1/N) * U^T \cdot Y</math></b></p>		
$A = \frac{1}{N} U^T \cdot Y$		
$A = \begin{bmatrix} 1,22 \times 10^3 \\ 7,59 \times 10^2 \\ 4,92 \times 10^1 \\ -1,53 \times 10^2 \\ -1,80 \times 10^2 \\ 2,11 \times 10^2 \\ 3,20 \times 10^1 \\ 1,03 \times 10^2 \end{bmatrix}$	$a_0 = A_1 = 1,22 \times 10^3$	$a_4 = A_5 = -1,80 \times 10^2$
	$a_1 = A_2 = 7,59 \times 10^2$	$a_5 = A_6 = 2,11 \times 10^2$
	$a_2 = A_3 = 4,92 \times 10^1$	$a_6 = A_7 = 3,20 \times 10^1$
	$a_3 = A_4 = -1,53 \times 10^2$	$a_7 = A_8 = 1,03 \times 10^2$

Abbildung 12.7: Berechnungsbeispiel zur statistischen Versuchsplanung für die Zielgröße Gesamtpartikelanzahl aus Kapitel 8.4.2 mit drei Einflussgrößen 2/5

Prüfung der Regressionskoeffizienten $a_j$ mit Student - Test			
$S_e = \frac{SS}{N} = 4,386 \times 10^4$	$W = 3$	$N = 8$	$j = 1 \dots N$
$S_a = \frac{S_e}{N \cdot W} = 1,828 \times 10^3$	$S = \sqrt{S_a} = 42,752$		
$T_{b1} = \frac{ A_1 }{\sqrt{S_a}} = 28,545$	$T_{b2} = \frac{ A_2 }{\sqrt{S_a}} = 17,748$	$T_{b3} = \frac{ A_3 }{\sqrt{S_a}} = 1,15$	
$T_{b4} = \frac{ A_4 }{\sqrt{S_a}} = 3,575$	$T_{b5} = \frac{ A_5 }{\sqrt{S_a}} = 4,205$	$T_{b6} = \frac{ A_6 }{\sqrt{S_a}} = 0,749$	
$T_{b7} = \frac{ A_7 }{\sqrt{S_a}} = 4,941$	$T_{b8} = \frac{ A_8 }{\sqrt{S_a}} = 2,4$		
<p><b>Der normierte Schätzparameter <math>A_3</math> (<math>a_2</math>) und <math>A_7</math> (<math>a_6</math>) sind mit <math>T_{bj} &lt; 2,31</math> und <math>\alpha = 5\%</math> bei <math>N = 8</math> statistisch nicht gesichert</b></p> <p><b><math>\implies</math> Es gilt : <math>T_b &gt; T_{tab}(\alpha ; N) = 2,306</math> und wird aus <math>y_{\text{schätz}}</math> entfernt.</b></p> <p><b><math>\implies a_2 = 0; a_6 = 0</math></b></p>			
Bestimmung normierten Schätzungen $y_{\text{schätz}}$			
$N = \text{Zeilenanzahl}, j = \text{Zeileindex}, n = \text{Spaltenanzahl}, i = \text{Spaltenindex}$			
$N = 8$	$j = 1 \dots N$	$n = 8$	$a_0 = 1,22 \times 10^3$
$y_{\text{schätz } j} = a_0 \cdot U_{j,1} + a_1 \cdot U_{j,2} + \del a_2 \cdot U_{j,3} + a_4 \cdot U_{j,5} + a_5 \cdot U_{j,6} + \del a_6 \cdot U_{j,7}$			
Bestimmung des Schätzfehlers $e_j$ und der MSE/Reststreuung SE			
$e = y - y_{\text{schätz}}$			
$Y = \begin{bmatrix} 1619 \\ 678,3 \\ 1611 \\ 361,7 \\ 2078 \\ 702,7 \\ 2608 \\ 103,7 \end{bmatrix}$	$Y_{\text{schätz}} = \begin{bmatrix} 1,588 \times 10^3 \\ 8,526 \times 10^2 \\ 1,948 \times 10^3 \\ 4,931 \times 10^2 \\ 2,011 \times 10^3 \\ 4,301 \times 10^2 \\ 2,370 \times 10^3 \\ 7,059 \times 10^1 \end{bmatrix}$	$\varepsilon = \begin{bmatrix} 30,917 \\ -174,250 \\ -336,583 \\ -131,417 \\ 67,417 \\ 272,583 \\ 238,250 \\ 33,083 \end{bmatrix}$	

Abbildung 12.8: Berechnungsbeispiel zur statistischen Versuchsplanung für die Zielgröße Gesamtpartikelanzahl aus Kapitel 8.4.2 mit drei Einflussgrößen 3/5

$$Y_{\text{quer}} = \frac{\sum_{j=1}^N y_j}{N} = 1,22 \times 10^3$$

$$S_E = \frac{S_{QE}}{N-2} = 4,976 \times 10^4$$

$$S_{QE} = \left[ \sum_{j=1}^N (y_j - y_{\text{schätz},j})^2 \right] = 2,986 \times 10^5$$

$$S_Y = \frac{S_{QY}}{N-1} = 7,885 \times 10^5$$

$$M_{SE} = \frac{\sum_{j=1}^N (e_j)^2}{N} = 3,732 \times 10^4$$

$$B = 1 - \frac{S_E}{S_Y} = 0,937$$

**Bestimmtheitsmaß für die Schätzung ( $a_0, a_1, a_2, a_3, \dots$ )**

**Bestimmung der Gaußen Matrix C und der Hauptdiagonalelemente  $C_{j,j}$**

$$C = (U^T \cdot U)^{-1} = \begin{bmatrix} 0,125 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0,125 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0,125 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0,125 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0,125 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0,125 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0,125 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0,125 \end{bmatrix}$$

$$C_{j,i} = \begin{bmatrix} 0,125 \\ 0,125 \\ 0,125 \\ 0,125 \\ 0,125 \\ 0,125 \\ 0,125 \\ 0,125 \end{bmatrix}$$

$$m = 3$$

$$N = 8$$

$$W = 3$$

$$S_{a,j} = \sqrt{S_R} \cdot C_{jj}$$

$$S_R = \frac{W \cdot \sum_{j=1}^N (y_j - y_{\text{schätz},j})^2}{N - m} = 1,791 \times 10^5$$

$$S_a = \begin{bmatrix} 52,908 \\ 52,908 \\ 52,908 \\ 52,908 \\ 52,908 \\ 52,908 \\ 52,908 \\ 52,908 \end{bmatrix}$$

Abbildung 12.9: Berechnungsbeispiel zur statistischen Versuchsplanung für die Zielgröße Gesamtpartikelanzahl aus Kapitel 8.4.2 mit drei Einflussgrößen 4/5

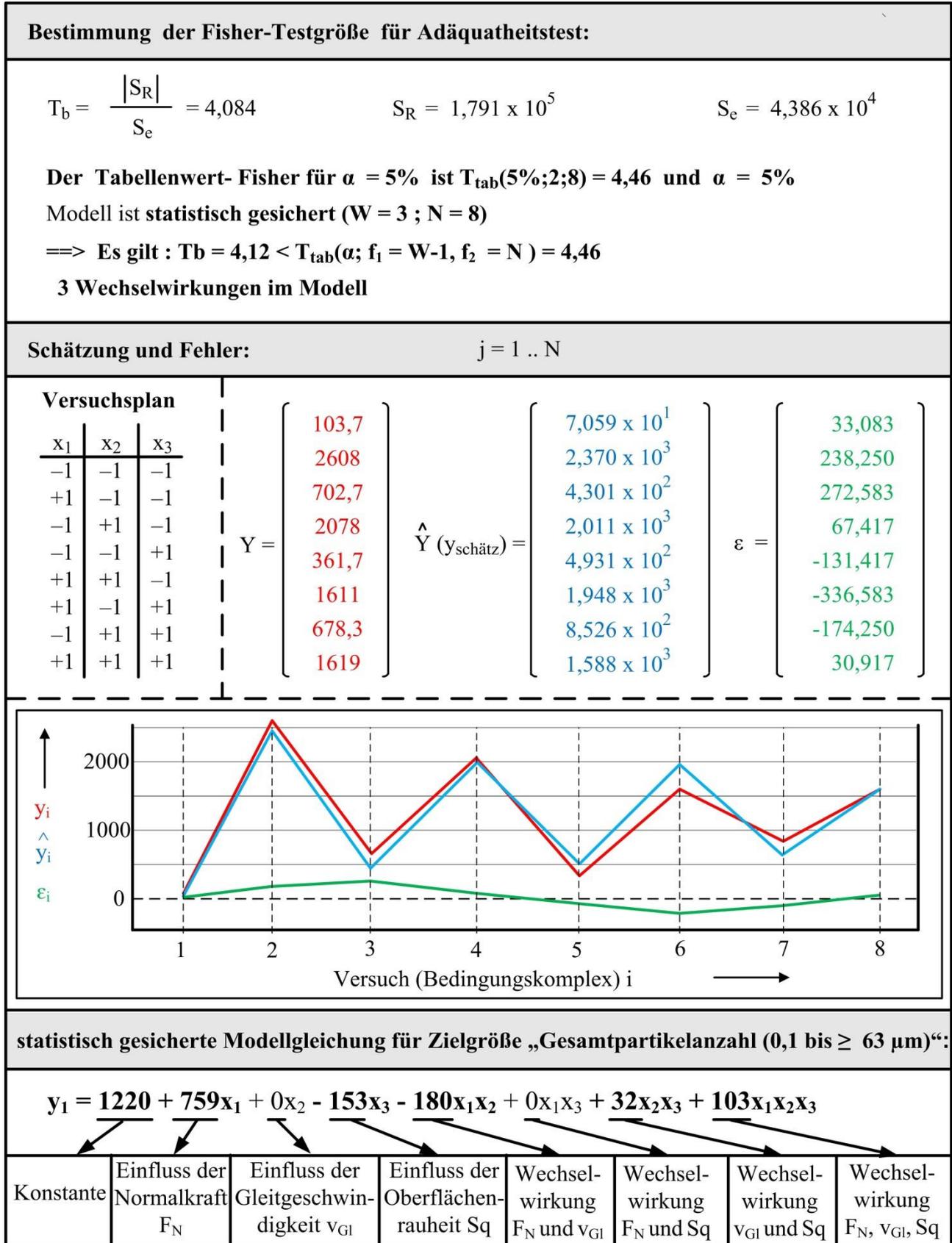


Abbildung 12.10: Berechnungsbeispiel zur statistischen Versuchsplanung für die Zielgröße Gesamtpartikelanzahl aus Kapitel 8.4.2 mit drei Einflussgrößen 5/5

Einflussgrößen			Zielgrößen								
$F_N$	$v_{GI}$	Partikelanzahl 0,1 bis > 63 $\mu\text{m}$			Partikelanzahl 0,1 bis 1,6 $\mu\text{m}$			Partikelanzahl 1,6 bis > 63 $\mu\text{m}$			
-1	-1	111	195	188	90	163	144	21	32	44	
1	-1	208	501	390	178	436	362	30	65	28	
-1	1	392	532	161	330	439	123	62	93	38	
1	1	61	159	305	55	128	263	6	31	42	
$F_N$	$v_{GI}$	Ausbreitungskennzahl 0,1 bis > 63 $\mu\text{m}$			Ausbreitungskennzahl 0,1 bis 1,6 $\mu\text{m}$			Ausbreitungskennzahl 1,6 bis > 63 $\mu\text{m}$			
-1	-1	0,52	0,67	0,60	0,49	0,65	0,62	0,67	0,75	0,55	
1	-1	0,57	0,71	0,38	0,58	0,69	0,35	0,53	0,83	0,71	
-1	1	0,46	0,72	1	0,40	0,71	1	0,80	0,77	0,87	
1	1	0,44	0,85	0,86	0,36	0,82	0,82	1	0,97	1	
$F_N$	$v_{GI}$	Volumen detektierter Partikel [ $\text{mm}^3$ ]			Verschleißvolumen Grundkörper [ $\text{mm}^3$ ]			Verhältnis: $V_{\text{Partikel}} / V_{\text{Grundkörper}}$			
-1	-1	0,00065	0,00113	0,00204	0,0000	0,0000	0,0090	oo	oo	0,2272	
1	-1	0,00078	0,00196	0,00075	0,0229	0,0217	0,0476	0,0342	0,0903	0,0157	
-1	1	0,00225	0,00302	0,00087	0,0157	0,0031	0,0106	0,1436	0,9589	0,0816	
1	1	0,00043	0,00092	0,00248	0,0144	0,0230	0,0204	0,0298	0,0401	0,1214	
$F_N$	$v_{GI}$	Sq der Reibspur vor Versuch			Sq der Reibspur nach Versuch			Verhältnis: $Sq_{\text{vorher}} / Sq_{\text{nachher}}$			
-1	-1	0,52	0,61	0,71	0,58	0,53	0,59	0,90	1,14	1,19	
1	-1	0,56	0,56	0,54	0,54	0,61	1,81	1,03	0,92	0,30	
-1	1	0,59	0,86	1,14	0,56	0,56	0,54	1,03	1,55	2,11	
1	1	1,23	0,48	0,53	0,46	0,40	0,42	2,66	1,21	1,26	
$F_N$	$v_{GI}$	Reibspurbreite am Grundkörper [mm]			Gemessene Reibspurbreite / Breite Kontaktfläche						
-1	-1	0,24	0,21	0,22	1,13	1,01	1,06				
1	-1	0,39	0,41	0,40	0,96	1	0,98				
-1	1	0,31	0,29	0,28	1,49	1,41	1,33				
1	1	0,4	0,4	0,42	0,98	0,98	1,02				
$F_N$	$v_{GI}$	Sq	Reibungszahl $\mu_{GI}$			Reibungskraft $F_{RGI}$					
-1	-1	-1	0,086	0,099	0,115	0,17	0,19	0,23			
1	-1	-1	0,085	0,093	0,097	1,28	1,40	1,47			
-1	1	-1	0,080	0,116	0,14	0,16	0,23	0,28			
1	1	-1	0,051	0,056	0,044	0,78	0,85	0,66			

Abbildung 12.11: Datenbasis für Versuchsplan – 2 Faktoren (Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit)

Einflussgrößen			Zielgrößen								
$F_N$	$S_q$	Partikelanzahl 0,1 bis > 63 $\mu\text{m}$			Partikelanzahl 0,1 bis 1,6 $\mu\text{m}$			Partikelanzahl 1,6 bis > 63 $\mu\text{m}$			
-1	-1	111	195	188	90	163	144	21	32	44	
1	-1	208	501	390	178	436	362	30	65	28	
-1	1	127	222	112	99	197	94	28	25	18	
1	1	495	265	184	426	178	158	69	87	26	
$F_N$	$S_q$	Ausbreitungskennzahl 0,1 bis > 63 $\mu\text{m}$			Ausbreitungskennzahl 0,1 bis 1,6 $\mu\text{m}$			Ausbreitungskennzahl 1,6 bis > 63 $\mu\text{m}$			
-1	-1	0,52	0,67	0,60	0,49	0,65	0,62	0,67	0,75	0,55	
1	-1	0,57	0,71	0,38	0,58	0,69	0,35	0,53	0,83	0,71	
-1	1	0,54	0,87	0,66	0,51	0,87	0,68	0,68	0,92	0,56	
1	1	0,77	0,54	0,78	0,79	0,50	0,78	0,64	0,63	0,69	
$F_N$	$S_q$	Volumen detektierter Partikel [ $\text{mm}^3$ ]			Verschleißvolumen Grundkörper [ $\text{mm}^3$ ]			Verhältnis: $V_{\text{Partikel}} / V_{\text{Grundkörper}}$			
-1	-1	0,00065	0,00113	0,00204	0,0000	0,0000	0,0090	-	-	0,2272	
1	-1	0,00078	0,00196	0,00075	0,0229	0,0217	0,0476	0,0342	0,0903	0,0157	
-1	1	0,00030	0,00145	0,00087	0,0112	-0,0017	-0,0064	0,0270	-0,8620	-0,1334	
1	1	0,00243	0,00187	0,00039	0,0088	0,0323	0,0383	0,2757	0,0578	0,0101	
$F_N$	$S_q$	Sq der Reibspur vor Versuch			Sq der Reibspur nach Versuch			Verhältnis: $S_{q\text{vorher}} / S_{q\text{nachher}}$			
-1	-1	0,52	0,61	0,71	0,58	0,53	0,59	0,90	1,14	1,19	
1	-1	0,56	0,56	0,54	0,54	0,61	1,81	1,03	0,92	0,30	
-1	1	2,40	2,33	2,11	2,65	2,25	1,96	0,91	1,04	1,08	
1	1	2,17	2,46	2,19	1,91	2,02	2,22	1,13	1,22	0,98	
$F_N$	$S_q$	Reibspurbreite am Grundkörper [mm]			Gemessene Reibspurbreite / Breite Kontaktfläche						
-1	-1	0,24	0,21	0,22	1,13	1,01	1,06				
1	-1	0,39	0,41	0,40	0,96	1	0,98				
-1	1	0,20	0,09	0,14	0,96	0,43	0,98				
1	1	0,41	0,44	0,37	1,01	1,08	0,92				
$F_N$	$v_{GI}$	$S_q$	Reibungszahl $\mu_{GI}$			Reibungskraft $F_{RGI}$					
-1	-1	-1	0,086	0,099	0,115	0,17	0,19	0,23			
1	-1	-1	0,085	0,093	0,097	1,28	1,40	1,47			
-1	-1	1	0,137	0,162	0,231	0,28	0,32	0,46			
1	-1	1	0,19	0,18	0,15	2,88	2,76	2,26			

Abbildung 12.12: Datenbasis für Versuchsplan – 2 Faktoren (Normalkraft, Anfangsrauheit)

Einflussgrößen			Zielgrößen								
$F_N$	$v_{Gl}$	$S_q$	Partikelanzahl 0,1 bis > 63 $\mu\text{m}$			Partikelanzahl 0,1 bis 1,6 $\mu\text{m}$			Partikelanzahl 1,6 bis > 63 $\mu\text{m}$		
-1	-1	-1	135	94	82	113	73	77	22	21	5
1	-1	-1	2252	2889	2684	1957	2227	2026	295	662	658
-1	1	-1	787	658	663	681	504	569	106	154	94
-1	-1	1	220	392	473	186	354	352	34	38	121
1	1	-1	1996	1930	2308	1288	1449	1757	708	481	551
1	-1	1	1818	1837	1178	1528	1584	974	290	253	204
-1	1	1	646	530	859	551	419	696	95	111	163
1	1	1	1493	1716	1648	918	1039	931	575	686	717
$F_N$	$v_{Gl}$	$S_q$	Ausbreitungskennzahl 0,1 bis > 63 $\mu\text{m}$			Ausbreitungskennzahl 0,1 bis 1,6 $\mu\text{m}$			Ausbreitungskennzahl 1,6 bis > 63 $\mu\text{m}$		
-1	-1	-1	0,57	0,85	0,23	0,55	0,85	0,23	0,68	0,95	0,60
1	-1	-1	0,98	0,96	0,91	0,98	0,95	0,89	0,99	0,99	0,98
-1	1	-1	0,98	0,95	0,97	0,98	0,94	0,96	0,99	0,97	1
-1	-1	1	0,76	0,64	0,98	0,73	0,61	0,97	0,91	0,92	1
1	1	-1	0,94	0,61	0,93	0,92	0,95	0,91	0,99	1	0,99
1	-1	1	0,96	0,88	0,90	0,96	0,87	0,88	0,99	0,98	0,98
-1	1	1	0,80	0,94	0,90	0,77	0,92	0,90	0,97	1	0,92
1	1	1	0,97	0,95	0,99	0,95	0,93	0,98	1	0,98	1
$F_N$	$v_{Gl}$	$S_q$	Volumen detektierter Partikel [ $\text{mm}^3$ ]			Verschleißvolumen Grundkörper [ $\text{mm}^3$ ]			Verhältnis: $V_{\text{Partikel}} / V_{\text{Grundkörper}}$		
-1	-1	-1	0,00054	0,00086	0,00042	0,0039	0,0020	0,0031	0,1389	0,4376	0,1383
1	-1	-1	0,02020	0,03876	0,03255	0,0316	0,0143	0,0535	0,6383	2,7099	0,6083
-1	1	-1	0,00949	0,00960	0,00300	-0,0067	0,0040	0,0041	-1,4245	2,4248	0,7244
-1	-1	1	0,00194	0,00607	0,00335	0,0056	0,0046	0,0036	0,3459	1,3186	0,9195
1	1	-1	0,02929	0,02661	0,02529	-0,0495	-0,0152	-0,0141	-0,5919	-1,7544	-1,7925
1	-1	1	0,01994	0,01677	0,01452	0,10016	0,0504	-0,0174	0,1962	0,3327	-0,8349
-1	1	1	0,00673	0,00603	0,00900	0,0265	0,0121	0,0101	0,2540	0,4985	0,8928
1	1	1	0,02187	0,03098	0,03139	-0,0107	0,0713	-0,0012	-2,0485	0,4345	-26,7

Abbildung 12.13: Datenbasis I/II für Versuchsplan – 3 Faktoren (Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit, Anfangsrauheit)

Einflussgrößen			Zielgrößen								
$F_N$	$v_{Gl}$	Sq	Sq der Reibspur vor Versuch			Sq der Reibspur nach Versuch			Verhältnis: $Sq_{vorher} / Sq_{nachher}$		
-1	-1	-1	0,34	0,33	0,30	0,61	0,65	0,61	0,56	0,51	0,50
1	-1	-1	0,15	0,32	0,36	2,98	2,99	2,49	0,05	0,12	0,15
-1	1	-1	0,20	0,16	0,32	0,89	0,87	0,91	0,23	0,18	0,35
-1	-1	1	2,23	1,51	1,85	2,07	1,51	1,85	1,08	0,98	0,95
1	1	-1	0,33	0,37	0,32	3,67	1,94	2,04	0,09	0,19	0,16
1	-1	1	2,80	1,95	1,56	3,54	2,62	2,90	0,79	0,74	0,54
-1	1	1	1,90	2,53	1,95	1,90	2,45	2,13	1,00	1,03	0,92
1	1	1	1,83	1,99	2,57	5,54	2,83	4,65	0,33	0,70	0,55

$F_N$	$v_{Gl}$	Sq	Reibspurbreite am Grundkörper [mm]			Gemessene Reibspurbreite / Breite Kontaktfläche					
-1	-1	-1	0,290	0,255	0,265	4,44	3,91	4,06			
1	-1	-1	0,675	0,620	0,610	5,28	4,85	4,77			
-1	1	-1	0,380	0,360	0,230	5,82	5,52	3,52			
-1	-1	1	0,355	0,205	0,180	5,44	3,14	2,76			
1	1	-1	0,295	0,260	0,280	2,31	2,04	2,19			
1	-1	1	0,580	0,315	0,560	4,54	2,47	4,38			
-1	1	1	0,310	0,28	0,315	4,75	4,29	4,83			
1	1	1	0,450	0,515	0,410	3,52	4,03	3,21			

$F_N$	$v_{Gl}$	Sq	Reibzahl $\mu_{Gl}$			Reibkraft $F_{RGl}$					
-1	-1	-1	0,35	0,34	0,38	0,70	0,67	0,76			
1	-1	-1	0,48	0,43	0,48	7,07	6,46	7,07			
-1	1	-1	0,43	0,45	0,47	0,86	0,9	0,94			
-1	-1	1	0,42	0,46	0,46	0,85	0,92	0,91			
1	1	-1	0,59	0,56	0,52	8,90	8,43	7,77			
1	-1	1	0,41	0,41	0,41	6,10	6,19	6,10			
-1	1	1	0,46	0,46	0,45	0,91	0,93	0,90			
1	1	1	0,56	0,57	0,56	8,37	8,52	8,37			

Abbildung 12.14: Datenbasis II/II für Versuchsplan – 3 Faktoren (Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit, Anfangsrauheit)

Einflussgrößen				Zielgrößen								
$F_N$	$v_{GI}$	Sq	$t_{GK}$	Partikelanzahl 0,1 bis > 63 $\mu\text{m}$			Partikelanzahl 0,1 bis 1,6 $\mu\text{m}$			Partikelanzahl 1,6 bis > 63 $\mu\text{m}$		
-1	-1	-1	-1	135	94	82	113	73	77	22	21	5
1	-1	-1	1	24389	4821	5746	21389	3872	4611	3000	949	1135
-1	1	-1	1	3945	3502	1615	3154	2874	1289	791	628	326
-1	-1	1	1	837	802	1605	532	436	1236	305	366	369
1	1	-1	-1	1996	1930	2308	1288	1449	1757	708	481	551
1	-1	1	-1	1818	1837	1178	1528	1584	974	290	253	204
-1	1	1	-1	646	530	859	551	419	696	95	111	163
1	1	1	1	21851	8678	8180	19374	8111	6895	2477	567	1285
$F_N$	$v_{GI}$	Sq	$t_{GK}$	Ausbreitungskenn- zahl 0,1 bis > 63 $\mu\text{m}$			Ausbreitungskenn- zahl 0,1 bis 1,6 $\mu\text{m}$			Ausbreitungskenn- zahl 1,6 bis > 63 $\mu\text{m}$		
-1	-1	-1	-1	0,57	0,85	0,23	0,55	0,85	0,23	0,68	0,95	0,60
1	-1	-1	1	0,50	0,91	0,91	0,44	0,90	0,90	0,98	0,96	0,98
-1	1	-1	1	0,82	0,86	0,95	0,78	0,86	0,95	0,99	0,85	0,99
-1	-1	1	1	0,92	0,99	0,70	0,94	0,99	0,62	0,89	1	0,96
1	1	-1	-1	0,94	0,61	0,93	0,92	0,95	0,91	0,99	1	0,99
1	-1	1	-1	0,96	0,88	0,90	0,96	0,87	0,88	0,99	0,98	0,98
-1	1	1	-1	0,80	0,94	0,90	0,77	0,92	0,90	0,97	1	0,92
1	1	1	1	0,83	0,15	0,95	0,82	0,09	0,94	0,97	0,99	1
$F_N$	$v_{GI}$	Sq	$t_{GK}$	Volumen detektierter Partikel [ $\text{mm}^3$ ]			Verschleißvolumen Grundkörper [ $\text{mm}^3$ ]			Verhältnis: $V_{\text{Partikel}} / V_{\text{Grundkörper}}$		
-1	-1	-1	-1	0,00054	0,00086	0,00042	0,0039	0,0020	0,0031	0,1389	0,4376	0,1383
1	-1	-1	1	0,13007	0,04209	0,05797	0,0316	0,0143	0,0535	0,6383	2,7099	0,6083
-1	1	-1	1	0,03008	0,02431	0,01216	-0,0067	0,0040	0,0041	-1,4245	2,4248	0,7244
-1	-1	1	1	0,01423	0,01291	0,01423	0,0056	0,0046	0,0036	0,3459	1,3186	0,9195
1	1	-1	-1	0,02929	0,02661	0,02529	-0,0495	-0,0152	-0,0141	-0,5919	-1,7544	-1,7925
1	-1	1	-1	0,01994	0,01677	0,01452	0,1002	0,0504	-0,0174	0,1962	0,3327	-0,8349
-1	1	1	-1	0,00673	0,00603	0,00900	0,0265	0,0121	0,0101	0,2540	0,4985	0,8928
1	1	1	1	0,11903	0,03233	0,06099	-0,0107	0,0713	-0,0012	-2,0485	0,4345	-26,7

Abbildung 12.15: Datenbasis I/II für Versuchsplan – 4 Faktoren (Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit, Anfangsrauheit, Fremderwärmung)

Einflussgrößen				Zielgrößen								
$F_N$	$v_{Gl}$	Sq	$t_{GK}$	Sq der Reibspur vor Versuch			Sq der Reibspur nach Versuch			Verhältnis: $Sq_{vorher} / Sq_{nachher}$		
-1	-1	-1	-1	0,34	0,33	0,30	0,61	0,65	0,61	0,56	0,51	0,50
1	-1	-1	1	0,15	0,32	0,36	2,98	2,99	2,49	0,05	0,12	0,15
-1	1	-1	1	0,20	0,16	0,32	0,89	0,87	0,91	0,23	0,18	0,35
-1	-1	1	1	2,23	1,51	1,85	2,07	1,51	1,85	1,08	0,98	0,95
1	1	-1	-1	0,33	0,37	0,32	3,67	1,94	2,04	0,09	0,19	0,16
1	-1	1	-1	2,80	1,95	1,56	3,54	2,62	2,90	0,79	0,74	0,54
-1	1	1	-1	1,90	2,53	1,95	1,90	2,45	2,13	1,00	1,03	0,92
1	1	1	1	1,83	1,99	2,57	5,54	2,83	4,65	0,33	0,70	0,55

$F_N$	$v_{Gl}$	Sq	$t_{GK}$	Reibspurbreite am Grundkörper [mm]			gemessene Reibspurbreite / Breite Kontaktfläche					
-1	-1	-1	-1	0,290	0,255	0,265	4,44	3,91	4,06			
1	-1	-1	1	0,675	0,620	0,610	5,28	4,85	4,77			
-1	1	-1	1	0,380	0,360	0,230	5,82	5,52	3,52			
-1	-1	1	1	0,355	0,205	0,180	5,44	3,14	2,76			
1	1	-1	-1	0,295	0,260	0,280	2,31	2,04	2,19			
1	-1	1	-1	0,580	0,315	0,560	4,54	2,47	4,38			
-1	1	1	-1	0,310	0,28	0,315	4,75	4,29	4,83			
1	1	1	1	0,450	0,515	0,410	3,52	4,03	3,21			

$F_N$	$v_{Gl}$	Sq	$t_{GK}$	Reibzahl $\mu_{Gl}$			Reibkraft $F_{RGl}$		
-1	-1	-1	-1	0,35	0,34	0,38	0,70	0,67	0,76
1	-1	-1	1	0,40	0,42	0,41	5,99	6,28	6,12
-1	1	-1	1	0,49	0,47	0,51	0,99	0,94	1,03
-1	-1	1	1	0,34	0,38	0,45	0,68	0,75	0,91
1	1	-1	-1	0,59	0,56	0,52	8,90	8,43	7,77
1	-1	1	-1	0,41	0,41	0,41	6,10	6,19	6,10
-1	1	1	-1	0,46	0,46	0,45	0,91	0,93	0,90
1	1	1	1	0,36	0,45	0,54	5,23	6,61	7,67

Abbildung 12.16: Datenbasis II/II für Versuchsplan – 4 Faktoren (Normalkraft, Gleitgeschwindigkeit, Anfangsrauheit, Fremderwärmung)

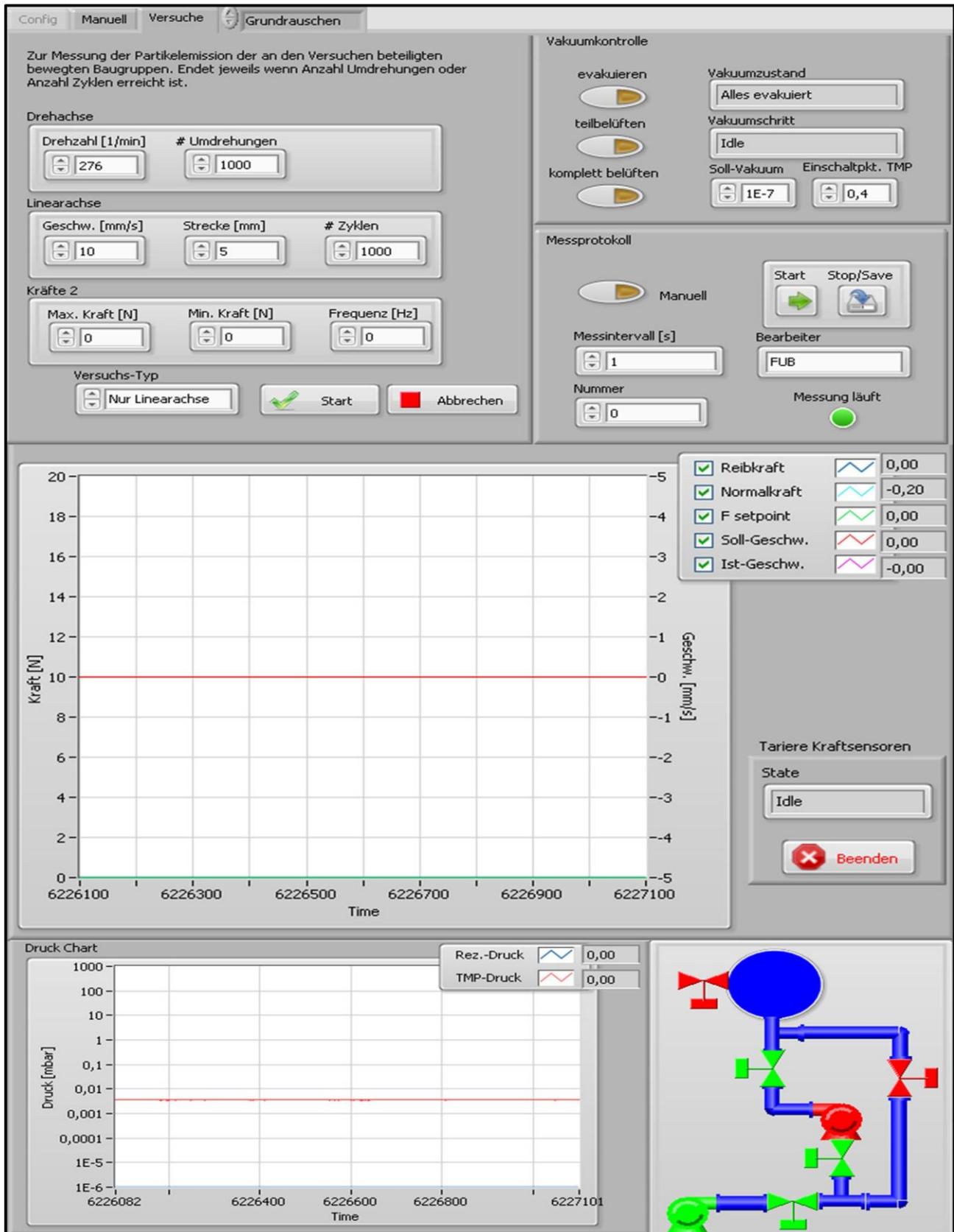


Abbildung 12.17: Zusammenstellung der Bedienoberfläche am Vakuumtribometer

Das Verfahren zur Bestimmung der Partikelfreisetzung und -ausbreitung aus Tribosystemen im Hochvakuum unterstützt die reinheitstechnische Auslegung und Optimierung tribotechnischer Systeme in Hochvakuumanlagen. Die Verfahrensentwicklung beinhaltet ein neues Hochvakuumtribometer mit raumbezogener Partikeldetektion, eine Methodik zur Bewertung der Freisetzung und Ausbreitung von Partikeln und des Verschleißes. Die Methodik beinhaltet die effektive Planung von Versuchen unter Einbeziehung der statistischen Versuchsplanung (DOE) zur Ermittlung komplexer Zusammenhänge zwischen den Einflussgrößen am Vakuumtribometer und neu eingeführten Zielgrößen. Zielgrößen sind Gesamtanzahl, Größe, Größenverteilung, Gesamtvolumen, Freisetzungsrate, Freisetzungsgeschwindigkeit, Freisetzungsrichtung und räumliche Verteilung der Partikel. Die mit Hilfe des Verfahrens durchgeführten Versuche haben eine Vielzahl neuer Erkenntnisse hervorgebracht. Erstmals werden Modellgleichungen zur Berechnung der Partikelfreisetzung und Partikelausbreitung an Tribosystemen in Abhängigkeit von Beanspruchungs- und Systemgrößen ermittelt. Die Arbeit zeigt Kontaminierungsrisiken, Optimierungspotentiale und Empfehlungen zur Gestaltung und zum Betrieb von Tribosystemen auf.

ISBN 978-3-8396-1227-9



FRAUNHOFER VERLAG