

### **Abscheidung hochverschleißfester dotierter Titan-Aluminiumnitrid-Schichten mittels Hochleistungsimpuls-Magnetronsputters**

AiF-Nr.:  
17666 N

Obmann:  
Dr. Tim Hosenfeldt

beteiligte Unternehmen  
A+S Oberflächentechnik, CemeCon,  
Kennametal, Stelzer Zahnradfabrik

Laufzeit:  
01.01.2013 – 31.12.2014

Erstelldatum:  
23.06.2015

Forschungsstelle:  
Stiftung Institut für Werkstofftechnik Bremen

Projektleiter:  
Dr. Andreas Mehner

Sachbearbeiter:  
Helge Decho

Forschungsvereinigung:  
AWT

Projektbegleitender Fachausschuss  
FA 10 (Funktionelle Schichten)

#### Zielsetzung und Lösungsweg

Die Ziel des Projektes war die Entwicklung eines Titanaluminiumnitrid-basierten (TiAlN) Schichtsystems für Fräswerkzeuge, das die Fräsleistung bzw. die Standzeit der derzeit industriell eingesetzten TiAlN-Schichtsysteme bei der Bearbeitung schwer zerspanbarer Werkstoffe, wie hochwärmefeste Legierungen (u.a. Titan) und rostfreie Stähle, übertrifft. Für die Erreichung dieses Ziels wurden folgende Ansätze verfolgt:

- Änderung der chemischen Zusammensetzung durch Zugabe der Elemente: Chrom, Zirkonium und Silizium (Dotierung).
- Kombination des Hochleistungsimpuls-Magnetronsputters (HiPIMS) und des Gleichstrom-Magnetronsputters (DCMS) in einem DCMS-HiPIMS-Hybridprozess.
- Optimierung des Schichtdesigns der dotierten TiAlN-Schichten hinsichtlich der Schichthaftung.

Für einen optimalen Transfer der Ergebnisse in die Industrie erfolgte das experimentelle Vorgehen in

enger Kooperation mit dem projektbegleitenden Ausschuss. Die Schichtabscheidung am IWT wurde in einer industriellen Magnetronsputter-Anlage des Typs CemeCon CC800@/9 HiPIMS durchgeführt (Abbildung 1a). Als Substratwerkstoffe dienen der Schnellarbeitsstahl HS6-5-2 (WKN 1.3343) und Wolframcarbid/Cobalt-Hartmetalle (WC/Co) mit Cobaltanteilen von 6 und 12 At.-%. Die Schichtentwicklung und -charakterisierung erfolgte an Scheibenproben. Für die quantitative Bestimmung der Fräsleistung wurden gestrahlte Hartmetall-Wendeschneidplatten (WSP) der Typen HNGJ und XPHT von der Firma Kennametal beschichtet (Abbildung 1b). Durch das Strahlen der WSP mit Aluminiumoxidpartikeln wurde ein WSP-spezifischer Oberflächen-/Kantenzustand zur Schichthaftungsoptimierung eingestellt. Die Frästests wurden bei Kennametal an 42CrMo4 und GGG60 durchgeführt. Als Referenz diente eine von Kennametal industriell eingesetzte TiAlN-Schicht mit einem Ti/Al-Verhältnis von ca. 1:1 und einer Sollschichtdicke von 6 µm.

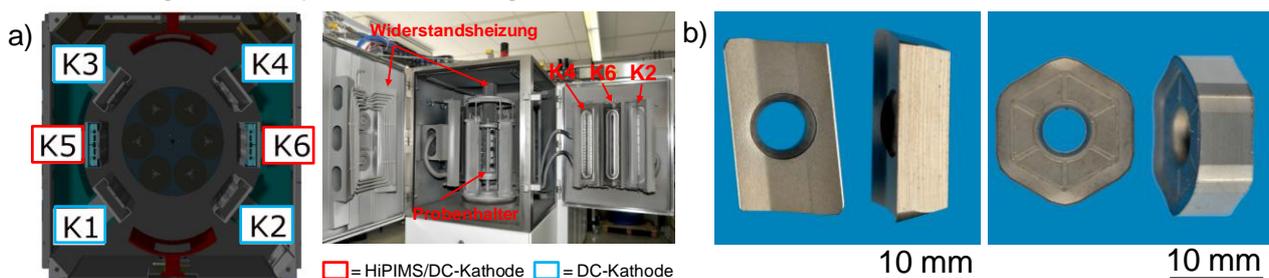


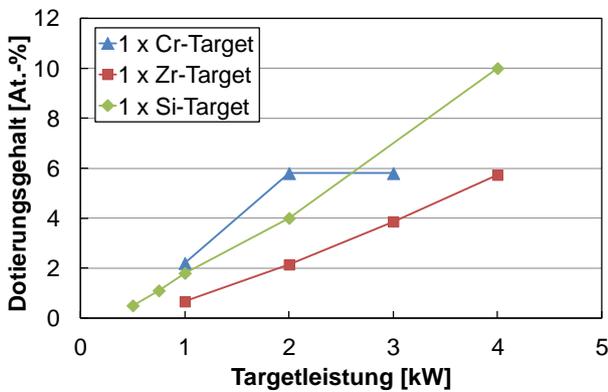
Abbildung 1: a) CemeCon CC800@/9 HiPIMS; b) WSP-Typen HNGJ und XPHT

**Ergebnisse**

**Dotierte DCMS-Schichten**

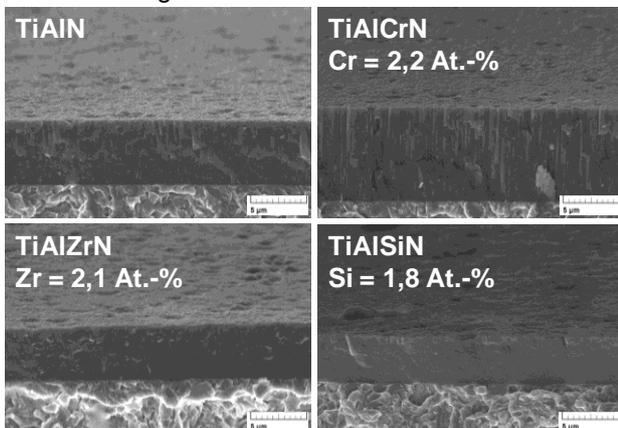
Zunächst wurde der Einfluss der Dotierungselemente auf die Verschleißigenschaften von DCMS-TiAlN-Schichten untersucht. Die Zugabe der Dotierungselemente erfolgte über reine Metalltargets, die im DC-Modus betrieben wurden. Die Targetkonfiguration der übrigen Kathoden und die Prozessparameter entsprachen jeweils dem Referenzprozess.

Mit steigender Leistung der Dotierungstargets erhöht sich die Sputterrate und damit der Gehalt der Dotierungselemente in den TiAlN-Schichten (Abbildung 2). Auf diese Weise wurden Cr-Gehalte von 2,2 bis 5,8 At.-%, Zr-Gehalte von 0,7 bis 5,6 At.-% sowie Si-Gehalte von 0,5 bis 10 At.-% in den TiAlN-Schichten eingestellt.



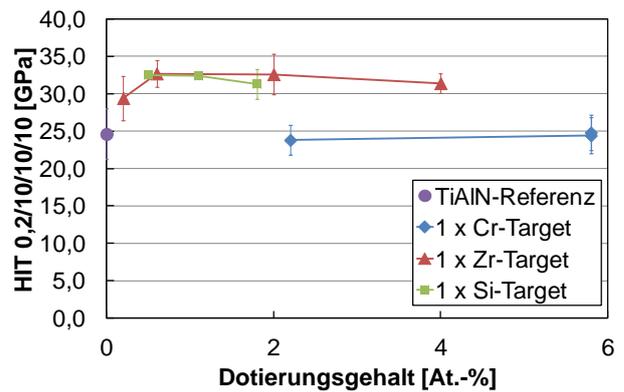
**Abbildung 2: Mittels GDOES bestimmte Gehalte der Dotierungselemente in Abhängigkeit der Targetleistung**

Abbildung 3 zeigt SE-REM-Bruchbilder dotierter DCMS-TiAlN-Schichten mit einem Dotierungsgehalt von jeweils ca. 2 At.-%. Die Cr-dotierte Schicht zeigt tendenziell ein verstärktes kolumnares Wachstum, während die Zr- und Si-dotierten Schichten eine feinere Schichtmorphologie im Vergleich zur Referenz aufweisen. Die Si-dotierte Schicht zeigt dabei die dichteste Schichtmorphologie mit dem feinsten Gefüge.



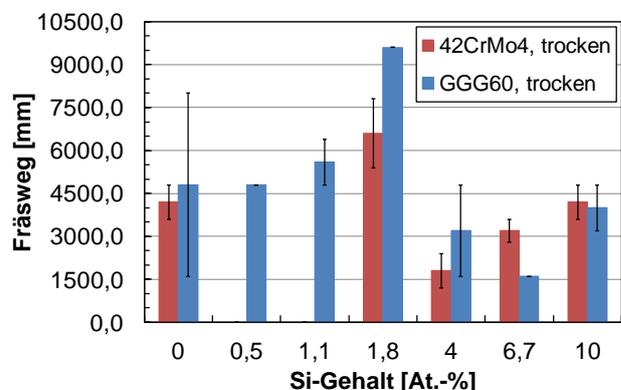
**Abbildung 3: SE-REM-Bruchbilder der TiAlN-Referenzschicht und der verschiedenen dotierten TiAl(X)N-Schichten mit jeweils ca. 2 At.-% der Dotierungselemente Cr, Zr oder Si**

Die Zr- und Si-dotierten TiAlN-Schichten zeigten im Vergleich zur Referenzschicht eine deutlich höhere Eindringhärte, wobei jedoch keine Abhängigkeit vom Dotierungsgehalt zu beobachten war. Bei der Cr-Dotierung wurde kein Einfluss auf die Eindringhärte  $H_{IT}$  (bei Raumtemperatur) festgestellt (Abbildung 4). Das Verhältnis aus Eindringhärte zu Eindringmodul ( $H_{IT}/E_{IT}$ ) war für alle Dotierungen etwa proportional zur Eindringhärte. Ein Einfluss der Targetkonfiguration auf die Eindringhärte wurde nicht festgestellt.



**Abbildung 4: Eindringhärten in Abhängigkeit vom Dotierungsgehalt**

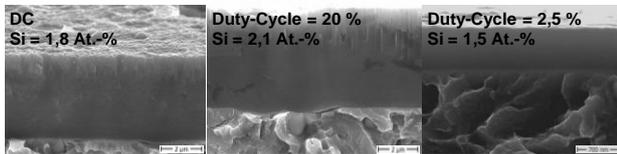
Für die Si-dotierten TiAlN-Schichten stiegen die ermittelten Fräsleistungen sowohl für 42CrMo4 als auch für GGG60 tendenziell bis zu einem Si-Gehalt von 1,8 At.-% an (Abbildung 5). Im Maximum wurde eine Steigerung der Fräsleistung von 57 % für 42CrMo4 und von 100 % für GGG60 bei 1,8 At.-% Silizium erreicht. Die Schichten mit Si-Gehalten  $\geq 4$  At.-% zeigten dagegen einen drastischen Abfall der Fräsleistung, der mit einer deutlichen Abnahme der Haftfestigkeit der Schichten korrelierte. Die Fräsleistungen der Cr- und Zr-dotierten Schichten lagen etwa auf bzw. geringfügig unter dem Niveau der Referenz.



**Abbildung 5: Ergebnisse der bei Kennametal durchgeführten Frästests für die DCMS-TiAlSiN-Schichten**

## DCMS-HiPIMS-Hybridprozesse

In einem zweiten Schritt wurde der Einfluss einer Plasmaintensivierung durch Hochleistungsimpuls-Magnetronspütern (HiPIMS) in einem DCMS-HiPIMS-Hybridprozess untersucht. Durch den Einsatz der HiPIMS-Technologie gelang es, die Schichtmorphologie mit abnehmenden Puls/Pause-Verhältnis (Duty-Cycle) zu verdichten (Abbildung 6).

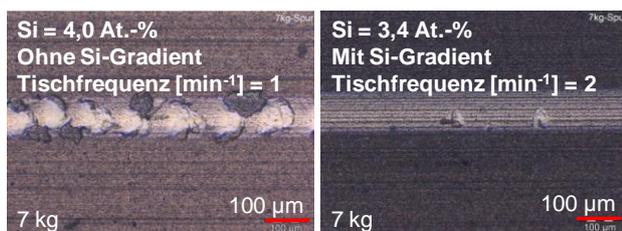


**Abbildung 6:** SE-FEM-Aufnahmen einer DCMS-TiAlSiN und DCMS-HiPIMS-TiAlSiN-Schichten mit einem Duty-Cycle von 20 % und 2,5 %

Unabhängig vom eingestellten HiPIMS-Duty-Cycle wurde für die undotierten und die Si-dotierten TiAlN-Schichten kein Einfluss auf die Schichthärte beobachtet. Nur bei der Verwendung von TiAl48-Targets auf den HiPIMS-Kathoden stieg die Härte an. Bei Verwendung einer Targetkombination von einem Titan- und einem Aluminium-Target auf den HiPIMS-Kathoden lag bei den undotierten Schichten die Fräsleistung etwa auf dem Niveau der Referenz. Dagegen nahm die Fräsleistung für die undotierten Schichten bei Verwendung von zwei TiAl48-Targets auf den HiPIMS-Kathoden ab. Die Fräsleistung der Si-dotierten DCMS-HiPIMS-TiAlN-Schichten lag ebenfalls unter dem Niveau der Referenz. Die beobachtete Abnahme der Fräsleistung korrelierte dabei jeweils mit einer abnehmenden Haftfestigkeit.

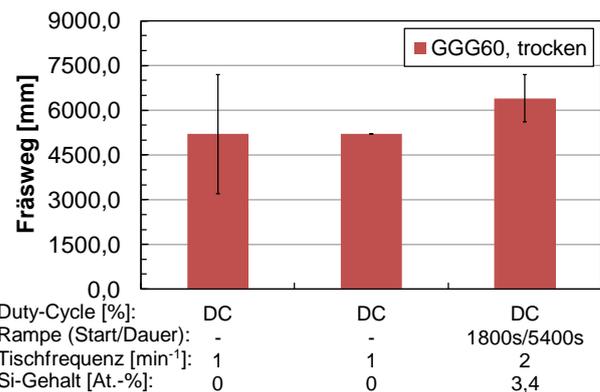
## Optimierung der Haftfestigkeit bei DCMS-TiAlSiN-Schichten

Um haftfeste TiAlSiN-Schichten auch für Si-Gehalte > 1,8 At.-% abscheiden zu können, wurde eine gezielte Schichtoptimierung durchgeführt. Die Schichthaftung und die Fräsleistung sollten insbesondere durch eine gradierte Siliziumzugabe und der Variation der Tischfrequenz erhöht werden. Haftfestigkeit und Fräsleistung nahmen bei verzögerter Si-Zugabe und abnehmendem Si-Gradienten zu. Die (Oberflächen-)Härte wurde hierdurch nicht beeinflusst.



**Abbildung 7:** Ergebnisse der bei Kennametal auf den HM-WSP durchgeführten Ritztests von der hinsichtlich Tischfrequenz und den Si-Gradienten optimierten DCMS-TiAlSiN-Schicht im Vergleich zur nicht optimierten TiAlSiN-Schicht

Durch die Erhöhung der Tischfrequenz konnte eine signifikante Steigerung der Haftfestigkeit, der Härte und auch der Fräsleistung erreicht werden, was dadurch erklärt wird, dass bei höherer Tischfrequenz die Dicke der relativ spröden Silizium(nitrid)-Einzellagen im TiAlSiN-Multilagenschichtsystem abnimmt. Die Kombination eines gradierten Siliziumgehalts mit einer höheren Tischfrequenz ergab Schichten mit einer sehr guten Haftfestigkeit (Abbildung 7) und einer erhöhten Fräsleistung (Abbildung 8). Eine signifikante weitere Steigerung der Fräsleistung im Vergleich zur Referenzschicht bzw. zur TiAlN-Schicht mit 1,8 At.-% wurde aber nicht erreicht.



**Abbildung 8:** Ergebnisse der bei Kennametal durchgeführten Frästests mit der hinsichtlich Tischfrequenz und Si-Gradienten optimierten DCMS-TiAlSiN-Schicht

## Zusammenfassung

Das Ziel des Vorhabens war es, durch die Variation der chemischen Schichtzusammensetzung und des Beschichtungsprozesses ein TiAlN-basiertes Schichtsystem für Schneidwerkzeuge zu entwickeln, das die Fräsleistung der aktuell industriell eingesetzten TiAlN-Schichtsysteme bei der Bearbeitung schwer zerspanbarer Werkstoffen übertrifft. Dieses Ziel wurde erreicht. Durch Dotierung mit 1,8 At.-% Silizium konnte die Fräsleistung im Vergleich zu der kommerziell erhältlichen DCMS-TiAlN-Referenzschicht um 57 % für 42CrMo4 und 100 % für GGG60 angehoben werden. Weitere wichtige Ergebnisse sind:

- Ermittlung des Einflusses von Chrom, Zirkonium bzw. Silizium auf die Schichtmorphologie, Härte und Fräsleistung von TiAlN-Schichten.
- Erhöhung der Haftfestigkeit von Si-dotierten TiAlN-Schichten durch Anpassung der Tischfrequenz und des Si-Gradienten.
- Einfluss des Puls/Pause-Verhältnisses (Duty-Cycle) und der Targetkonfiguration in einem DCMS-HiPIMS-Hybridprozess auf die Schichtmorphologie, Härte und Fräsleistung von undotierten und Si-dotierten TiAlN-Schichten.
- Durch die höhere Komplexität des HiPIMS-Prozesses ist eine tiefer gehende Betrachtung notwendig, um das HiPIMS-Potenzial für die

Schichtoptimierung erfolgreich einsetzen zu können. Dabei ist für die weitere Entwicklung insbesondere die Optimierung des Schichtaufbaus anhand der im Projekt gezeigten Ansätze, die Steigerung des HiPIMS-Anteils im Prozess, die tiefer gehende Analyse der real auftretenden Verschleißmechanismen, die separate Betrachtung des Oxidationswiderstandes, die Ermittlung von Zähigkeits-

eigenschaften und die Ausweitung der Fräستests auf andere Anwendungsgebiete (u.a. das Finishing) von hohem Interesse.

### **Danksagung**

Das IGF-Vorhaben Nr. 17666 N der Arbeitsgemeinschaft Wärmebehandlung und Werkstofftechnik e. V. wurde über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Die Autoren bedanken sich für die Förderung des Projekts durch das Bundesministerium für Wirtschaft und Energie über die AiF sowie für die administrative Unterstützung durch die Arbeitsgemeinschaft Wärmebehandlung und Werkstofftechnik e.V. und dem AWT-Fachausschuss 10 „Funktionelle Schichten“, der das Projekt fachlich begleitet hat.

Kontakt:

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

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

Gefördert durch:



aufgrund eines Beschlusses  
des Deutschen Bundestages