

TiAlN-Beschichtungen mittels hochenergetischer Kathodenzerstäubung

Eine Studie zur Auswirkung von Eigenspannungen auf die Leistungsfähigkeit von TiAlN-Dünnschichtsystemen

Wolfgang Tillmann, Dominic Stangier und Diego Grisales

Einleitung

TiAlN-Dünnschichten stellen seit vielen Jahren einen etablierten Ansatz zum Schutz von tribologisch beanspruchten Werkzeugoberflächen sowie zur Steigerung der Leistungsfähigkeit von Produktionsprozessen dar. Die Vielzahl der existierenden Untersuchungen fokussiert dabei den Einsatz der Dünnschichtsysteme als Schneidstoff in der Zerspanungstechnik, wobei als zu beschichtender Substratwerkstoff primär Hartmetalle auf WCCo-Basis eingesetzt werden [1]. Die in diesem Zusammenhang durchzuführenden mechanischen oder plasmagestützten Vorbehandlungen sowie die Beschichtungsprozesse sind weitestgehend bekannt und als gängige industrielle Praxis einzustufen [2]. Die Nutzung der Potentiale von TiAlN-Dünnschichten für andere fertigungstechnologische Anwendung im Bereich der Verarbeitung von Kunststoffen oder der Umformtechnik erfolgt jedoch bislang nur eingeschränkt. Aufgrund der steigenden Bedeutung der beiden Technologien durch die Substitution von metallischen Bauteilen durch neue Polymerwerkstoffe sowie die Möglichkeit zur endkonturnahen Fertigung komplexer Werkstücke aus höherfesten Blechwerkstoffen mittels umformender Verfahren reichen konventionelle unbeschichtete Werkzeugkonzepte zum Schutz vor der tribologischen Beanspruchung nicht mehr aus.

Bedingt durch die großen Abmessungen sowie aus Kostengründen erfolgt eine Fertigung von Werkzeugen für Anwendungen in der Umformtechnik oder Kunststoffverarbeitung nicht aus Vollhartmetall, sondern primär aus wärmebehandelten Werkzeugstählen. Aufgrund der

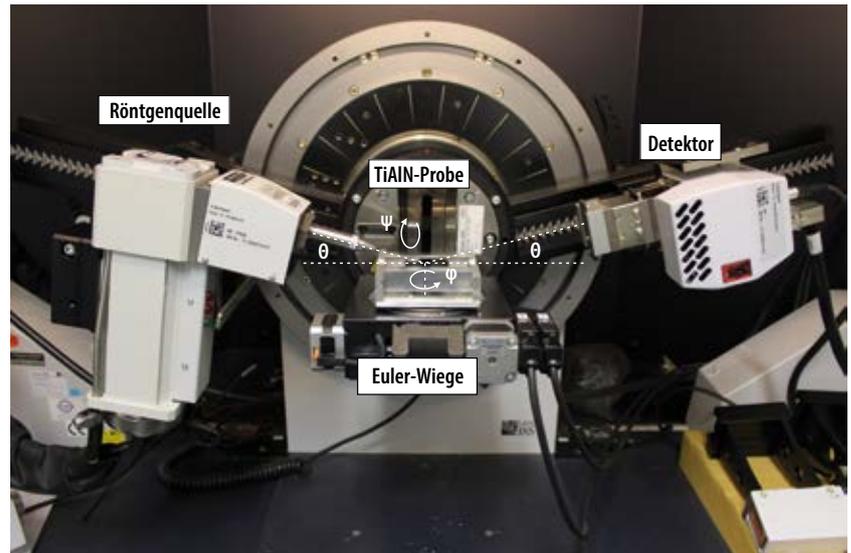


ABBILDUNG 1: XRD-Messungen zur Bestimmung des Eigenspannungszustands.

unterschiedlichen Konstitution der Werkstoffe stellen diese somit für die plasmagestützten Beschichtungstechnologien und insbesondere für die Haftung der Dünnschichten neue Herausforderungen dar. Das durch die Ätzbehandlungen erhöhte Rauheitsprofil bei Hartmetallen, welches auf der selektiven Auflösung der Co-Matrix

resultiert, bewirkt neben der Reinigung der Oberfläche ebenfalls eine mechanische Verklammerung der Beschichtung mit der Oberfläche und somit eine verbesserte Haftung [3]. Dieser Mechanismus kann für die PVD-Beschichtung von Werkzeugstählen nicht genutzt werden, da durch eine Ätzbehandlung ein homogener Abtrag des Stahlgefü-

ZUSAMMENFASSUNG

Hochenergetische Plasmen stellen nach aktuellen Erkenntnissen ein vielversprechendes tribologisches Eigenschaftsprofil für nitridische Hartstoffschichten und deren Anwendungen dar. Jedoch resultiert aus der gesteigerten Ionisationsrate ein hohes Niveau an Druckeigenspannungen in TiAlN-Dünnschichten ($\sigma_{\text{TiAlN}} \sim -6000$ MPa), welches die Haftung zwischen Substrat und Beschichtung negativ beeinflussen und zu Delamination und Schädigung führen kann. In diesem Zusammenhang belegen die durch-

geführten Untersuchungen, dass durch eine hybride Prozessführung, die aus der synchronen Verwendung von Gleichstrom (DC)- und Hochleistungs-Impuls-Kathodenzerstäubung (HiPIMS) besteht, eine Reduktion des Eigenspannungszustands in der Schicht erfolgen kann. Dies ermöglicht die Vorteile beider Technologien zu vereinen und somit TiAlN-Dünnschichten für ein erweitertes Einsatzspektrum als tribologische Beschichtung für wärmebehandelte Werkzeugstähle zu qualifizieren.

This is an open access article under the terms of the Creative Commons Attribution-NonCommercial-NoDerivs License, which permits use and distribution in any medium, provided the original work is properly cited, the use is non-commercial and no modifications or adaptations are made.

ges stattfindet. Aus diesem Grund spielt ein abgestimmter Eigenspannungszustand zwischen PVD-Beschichtung und dem gewählten Substratwerkstoff für die Gewährleistung einer ausreichenden Schichthaftung eine zentrale Rolle. Dieser Wirkzusammenhang wurde von den Autoren für wärmebehandelte Warmarbeitsstähle bereits nachgewiesen [4].

Vor diesem Hintergrund stellen hochenergetischer Kathodenzerstäubungsverfahren (HPPMS), die in jüngster Vergangenheit viel Aufmerksamkeit erlangt haben, zwar ein verbessertes mechanisches und tribologisches Eigenschaftsprofil bei Dünnschichten bereit, sind jedoch in Hinblick auf deren Eigenspannungszustand unter mechanischer Belastung kritisch zu hinterfragen. Bedingt durch die gesteigerte Ionisationsrate des gesputterten Materials ergeben sich hohe Druckeigenspannungen in der PVD-Dünnschicht, welche sich negativ auf die Haftung wärmebehandelter Werkzeugstähle auswirken können. Darüber hinaus stellen die geringen Abscheideraten aufgrund der gepulsten Kondensatorentladung eine verminderte Wirtschaftlichkeit der Prozesse dar. Um diesen Herausforderungen zu begegnen, stellen hybride Beschichtungsverfahren, die aus einer Überlagerung von hochenergetischen Impulsen und Gleichstromkathodenzerstäubung bestehen, einen vielversprechenden Lösungsansatz dar. Diese Prozessvariante vereint eine reduzierte Prozessdauer bei gleichzeitig hoher Ionisationsrate durch die Superposition

Parameter	DC	HiPIMS	Hybrid
Kathodenleistung [W]	2 x 9500 1 x 2000	2 x 5000	2 x 9500 2 x 5000 1 x 2000
Targets	2 x TiAl ₆₀ 1 x Ti	2 x TiAl ₄₈	2 x TiAl ₆₀ 2 x TiAl ₄₈ 1 x Ti
Frequenz [Hz]	–	1000	1000
Pulsdauer [µs]	–	100	100
Bias-Spannung [V]	-100 DC	-80 gepulst	-70 DC
Beschichtungsdauer [s]	7200	28425	5720

TABELLE 1: Prozessparameter zur Abscheidung der TiAlN-Dünnschichten

der HiPIMS-Impulse mit der konstanten Leistung der Gleichstromquelle. Die in diesem Zusammenhang noch ungeklärten Fragestellungen über die Wechselwirkungen von resultierendem Eigenspannungszustand in der PVD-Schicht und die möglichen Auswirkungen auf die Haftung werden am Beispiel von TiAlN-Dünnschichten diskutiert. Die durchgeführten Untersuchungen dienen somit dem Ziel, die Vorteile der hochenergetischen Kathodenzerstäubung dem erweiterten Einsatzfeld von wärmebehandelten Werkzeugstählen auf Basis einer Gegenüberstellung von DC-, HiPIMS- und hybrider Beschichtungssysteme (DC/HiPIMS) zugänglich zu machen.

Experimentelles

Substratwerkstoff

Für die Untersuchungen wurde der Warmarbeitsstahl X37CrMoV5-1 (AISI H11,

Werkstoffnummer 1.2343), welcher ein breites Einsatzfeld im Werkzeug- und Formenbau besitzt, verwendet. Die Probenkörper weisen einen Durchmesser von 40 mm mit einer Höhe von 4 mm auf und wurden in einem Vakuumofen vom Typ EU 80/1H (Fa. Schmetz, Deutschland) bei einer Temperatur 1050 °C austenitisiert und durch eine Stickstoffschnellkühlung auf Raumtemperatur gehärtet. Im Anschluss wurde der Werkstoff bei 540 °C zweimal angelassen und abgeschreckt, wodurch eine Härte von 50 ± 1 HRC ($H = 8,5 \pm 0,4$ GPa) erzielt wurde. Die mechanische Präparation wurde metallographisch durchgeführt und resultiert in einer mittleren arithmetischen Höhe von $S_a = 8,5$ nm sowie einem isotropen Druckeigenspannungszustand von $\sigma_{\text{Substrat}} = -1017 \pm 19$ MPa.

Schichtsynthese

Die Schichtsynthese der TiAlN-Dünnschichten erfolgte in einer industriellen Beschichtungsanlage vom Typ CC800/9 Custom (Fa. CemeCon, Deutschland). Dem Beschichtungsprozess wurde eine Sequenz aus Aufheißvorgängen und Plasmaätzbehandlung zur Reinigung der Substratoberfläche und zur Verbesserung der Haftung von TiAlN-Dünnschichten auf Werkzeugstählen vorgeschaltet [5]. Die Schichtsynthese für alle drei Varianten (DC, HiPIMS und Hybrid) erfolgte bei einem stickstoffgeregelten, konstanten Druck von 580 mPa unter Verwendung von 295 sccm Argon und 200 sccm Krypton. Es wurde eine konstante Heizleistung von 5000 W gewählt, welche

SUMMARY

TiAlN-coatings by means of high-energy sputtering

According to current knowledge, high-energy plasmas represent a promising tribological property profile for nitride hard material coatings and their applications. However, the increased ionization rate results in a high level of residual compressive stresses in TiAlN thin films ($\sigma_{\text{TiAlN}} \sim -6000$ MPa), which can negatively influence the adhesion between substrate and coating and thus can lead to delamination and damage. In this context, the presented

investigations prove that a hybrid process consisting of the synchronous use of direct current (DC) and high power pulse sputtering (HiPIMS) can be used to reduce the residual stress state in the coating. This allows to combine the advantages of both technologies and thus to qualify TiAlN thin films for an extended range of applications as tribological coatings for heat treated tool steels.

Parameter	Phasenanalyse	TiAlN (111)	Fe (200)
Messbereich 2θ [°]	50 – 120	55,5 – 58,8	103 – 108,5
Messinkrement [$\Delta 2\theta$]	0,035	0,075	0,075
Belichtungsdauer [s]	1	5	5
s_1	–	$-4,147 \cdot 10^{-7}$	$-2,0 \cdot 10^{-6}$
$\frac{1}{2} s_2$	–	$2,719 \cdot 10^{-6}$	$8,060 \cdot 10^{-6}$

TABELLE 2: Messeinstellungen für die röntgenographischen Untersuchungen

einer Substrattemperatur von ca. 400 °C entspricht. Die individuellen Abscheidungsparameter der Prozessvarianten und eingesetzten Targets sind der Tab. 1 gegenübergestellt. Aufgrund des durch den HiPIMS-Betrieb induzierten elementspezifischen Selfsputtering-Effekt erfolgt eine Abscheidung der TiAlN-Schichten mit vergleichbarer chemischer Komposition durch Verwendung unterschiedlicher Targetmaterialien und Parametereinstellungen. Zur Gegenüberstellung der Ergebnisse wurden die drei Dünnschichtsysteme mit einer Zielschichtdicke von 3 μm abgeschlossen.

Analytische Methoden

Die röntgenographischen Untersuchungen wurden mit Hilfe eines Labor-diffraktometers Advance D8 (Fa. Bruker AXS, Deutschland) durchgeführt. In Ergänzung zur Bestimmung des kristallinen Aufbaus durch Phasenanalysen wurde zusätzlich der Eigenspannungszustand der beschichteten Probenkörper in der Schicht als auch im Substrat bestimmt. Dies erfolgte durch Verwendung von Cr-K α Strahlung (5,41 keV und $\lambda = 229$ pm) in Kombination mit einem V-Filter bei einer Beschleunigungsspannung von $U = 40$ kV und einem Anodenstrom von $I = 40$ mA. Die für die Untersuchungen gewählten Reflexe sowie die zur Berechnung der Eigenspannungen verwendeten röntgenelastischen Konstanten sind der Tab. 2 zu entnehmen. Die Ermittlung der Eigenspannungen wurde auf Basis der $\sin^2\psi$ -Methode vollzogen [6]. Die Rotation und Drehung der Proben wurde für den Rotationswinkel φ um 0 und 180° aufgrund des zu erwartenden isotropen Eigenspannungszustands sowie die Drehung um $\psi = 0; 7; 18,4; 26,6; 33,2; 39,2; 45$ und 60° durchgeführt. Das Setup der Messungen ist in Abb. 1 dargestellt.

Die Untersuchung der Schichtmorphologie und Bestimmung der Schichtdicke erfolgte an kryogen erzeugten Bruchflächen unter Verwendung eines Rasterelektronenmikroskops vom Typ FE-JSEM-7001 (Jeol, Japan). Dieses wurde ebenfalls für die Analyse der Schichtstöchiometrie unter Zuhilfenahme von energie-dispersiver Röntgenstrahlung (EDX) sowie zur Charakterisierung der Topographie und der Bestimmung der Schichthaftung verwendet. Die Rauheiten der Beschichtungen wurden mittels Weißlichtinterferometer μSurf (NanoFocus, Deutschland) gemessen und durch die Software Leica Map Premium ausgewertet. Zur Charakterisierung der Verbundeigenschaften wurden Indentationen mit einer Rockwell C Spitze mit einem Durchmesser von 200 μm und einer Prüfkraft von 100 kpond an einem Universalhärteprüfgerät Dia-Testor 7521 (Fa. Wolpert, Deutschland) entsprechend den Vorgaben der VDI-Richtlinie 3198 durchgeführt. Die Einteilung der Haftklassen erfolgt auf Basis der vorgeschlagenen Klassifizierung. Die mechanischen Schichteigenschaften wurden mit einem Nanoindenter G200 (Agilent Technologie, USA) unter Verwendung der Methode von Oliver und Pharr ausgewertet [7].

Ergebnisse und Diskussion

Strukturelle Eigenschaften

Die durch die unterschiedlichen Prozessvarianten synthetisierten TiAlN-Schichten sind in Abb. 2 anhand ihrer Bruchflächen und Topographien gegenübergestellt. Die angestrebte Schichtdicke von 3 μm wurde trotz der unterschiedlichen Abscheideraten der Prozesse mit geringen Abweichungen erreicht, sodass eine direkte Vergleichbarkeit der Dünnschichtsysteme gewährleistet ist. Die in der Schichtstöchiometrie identifizierten niedrigen Schwankungen des Ti/Al-Verhältnisses resultieren aus dem elementspezifischen Selfsputtering-Effekt bei gepulster hochenergetischer Kathodenzerstäubung und sind trotz angepasster Prozessparameter und Targetkonfiguration nicht vollständig zu vermeiden. Ein Vergleich der drei Systeme belegt, dass für alle Varianten eine gute Anbindung zum vergüteten Werkzeugstahl am Interface vorliegt. Die Struktur der mittels DC- und hybriden Prozessführung abgeschiedenen Beschichtungen weist ein geringfügig kolumnares Wachstum auf, wohingegen die HiPIMS-Beschichtung eine regellose, glasartige Struktur besitzt. Diese Unterschiede im Wachstumsverhalten stammen aus der erhöhten Ionisationsrate des HiPIMS-Prozesses, wodurch das kristalline Wachstum der Schichten gehemmt wird und sich kleinere Kristallite ausbilden. Der durch den hochenergetischen Teilchenbeschuss induzierte Impulstransfer bewirkt somit eine Beeinflussung der kristallinen Struktur der Dünnschicht. Das unterschiedliche Wachstumsverhalten spiegelt sich in der Topographie und folglich im Rauheitsprofil der

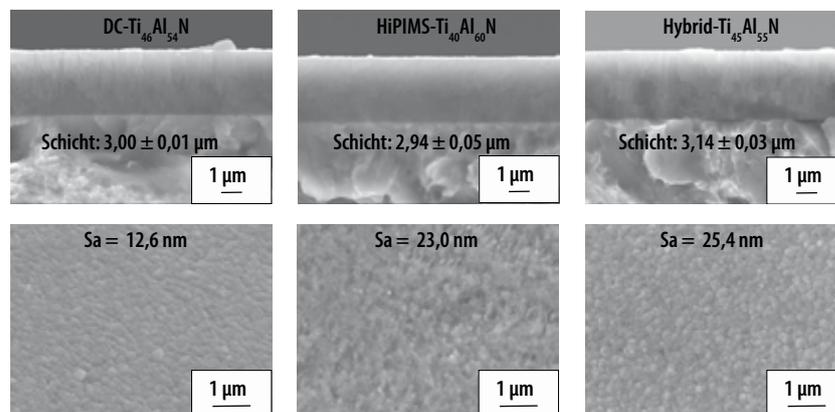


ABBILDUNG 2: REM-Aufnahmen der Schichtmorphologie und Topographie der TiAlN-Dünnschichten.

Beschichtungen wider. Basierend auf dem Rauheitsprofil der metallographisch präparierten Oberflächen zeigt sich, dass für alle Beschichtungen eine Steigerung der mittleren arithmetischen Höhe zu beobachten ist, wobei die Werte aller TiAlN-Beschichtungen sich auf einem niedrigen Niveau befinden. Die geringsten Werte weist die mittels DC-Kathodenzerstäubung synthetisierte Beschichtung ($S_a = 12,6$ nm) aufgrund ihres gleichmäßigen Wachstums auf. Im Gegensatz dazu belegt die durch HiPIMS abgeschiedene Variante ein erhöhtes Rauheitsprofil ($S_a = 23,0$ nm), was auf den Resputtereffekt der Beschichtung durch hochkinetische Teilchen zurückzuführen ist. Die dadurch generierten konkaven Wölbungen auf der Oberfläche sind die Ursache für die höheren Rauheitswerte. Die gestiegene Rauheit der hybriden Beschichtungsvariante ($S_a = 25,4$ nm) ist durch die gröber kristalline Struktur und blumenkohlartige Oberfläche zu begründen, welche eine clusterartige Anordnung besitzt.

Basierend auf diesen Zusammenhängen wurden für ein besseres Verständnis des strukturellen Aufbaus der Dünnschichtsysteme Untersuchungen mittels Röntgenbeugung durchgeführt. Die Ergebnisse der XRD-Messungen sind für die drei Systeme in Abb. 3 gegenübergestellt und belegen, dass sich die TiAlN-Beschichtungen ausschließlich in ihrer Orientierung und nicht in ihrer Phasenkomposition unterscheiden. Die geringfügigen prozessbedingten Schwankungen in der Stöchiometrie der Dünnschichten besitzen somit nachweislich keinen Einfluss auf die Phasenausbildung. Darüber hinaus kann die Präsenz einer kristallinen hexagonalen AlN-Phase anhand der Ergebnisse ausgeschlossen werden, sodass die Dünnschichten ausschließlich aus der NaCl-Struktur der TiAlN-Phase (kubisch-flächenzentriert) bestehen. Ein Überschreiten der maximalen Löslichkeitsgrenze von Aluminium im Kristallgitter des TiN hat folglich nicht stattgefunden. Mittels DC-Kathodenzerstäubung synthetisierte kubische Phasen wachsen in der thermodynamisch favorisierten (111)-Orientierung, was in guter Übereinstimmung mit der im Rahmen der Untersuchungen synthetisierten TiAlN-

Schichten ist. In Ergänzung zur primär ausgeprägten Kristallorientierung zeigt sich ein geringer Anteil an (200)-orientierten TiAlN-Kristallen. In Ergänzung zu den Beobachtungen, welche für die DC-Beschichtungen gemacht wurden, zeigen die hybriden Beschichtungen zusätzlich eine Ausbildung der Kristalle in die (220)-Orientierung. Im Gegensatz dazu steht das Diffraktogramm der HiPIMS-Beschichtung, welches lediglich eine schwache Ausbildung der (111)-Gitterebene und stärker ausgebildete (200)-Wachstumsrichtung belegt. Auf Basis dieser Beobachtungen lässt sich eindeutig beweisen, dass durch die in den Beschichtungsprozess eingebrachte Ionisation und somit die kinetische Energie der schichtbildenden Atome einen starken Einfluss auf die strukturellen Eigenschaften von TiAlN-Dünnschichten besitzt. Durch geringe kinetische Energie wird das thermodynamisch favorisierte Wachstum in Richtung der (111)-Ebene nur geringfügig gestört und ein homogenes Wachstum der Schicht mit einer dominierenden Richtung bildet sich aus. Wird das Ionen/Neutralteilchen-Verhältnis durch HiPIMS-Prozesse verschoben, werden Wachstumsrichtungen höherer Orientierungen ausgebildet. Ein ähnlicher Effekt zu Ausbildung der Wachstumsrichtungen konnte für TiN von Luo et al. und Paulitsch et al. beobachtet werden [8,9]. Aufgrund der Eindringtiefe der Röntgenstrahlung zeigen sich neben den Bragg-Reflexen der PVD-Beschichtung ebenfalls die für wärmebehandelte Werkzeugstähle charakteristischen Reflexpositionen des kubisch-raumzentrierten Fe-Gitters in der dominierenden (110)-Orientierung sowie in der (200)-Gitterebene.

In Ergänzung zu den Ergebnissen aus der Phasenanalyse und der durch den hohen kinetischen Energieeintrag gehemmten Ausbildung der Wachstumsrichtungen spiegeln sich die Ergebnisse in der Auswertung der Eigenspannungsmessungen wider. In Abb. 4 sind die mittels $\sin^2 \psi$ gemessenen isotropen Eigenspannungswerte für den Substratwerkstoff sowie die TiAlN-Beschichtungen dargestellt. Basierend auf der gewählten Präparationsroute resultieren im wärmebehandelten Werkzeugstahl in der oberflächennahen Randzone des

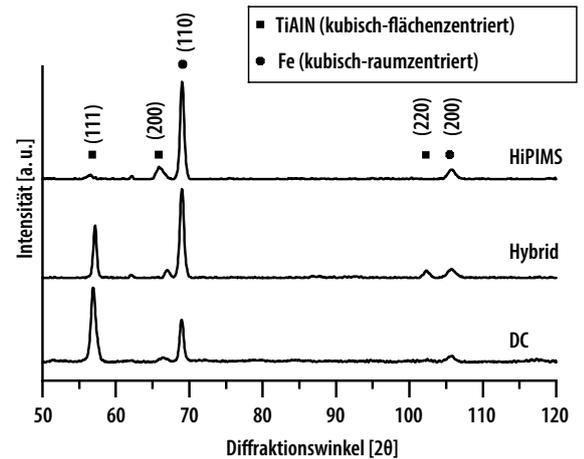


ABBILDUNG 3: Phasenanalyse der TiAlN-Beschichtungen.

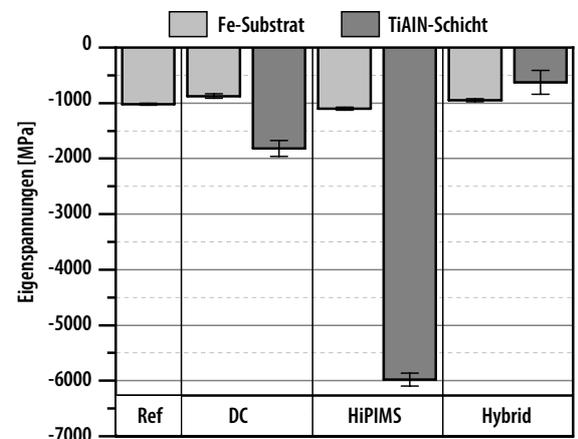


ABBILDUNG 4: Eigenspannungen im Substrat und der TiAlN-Beschichtung in Abhängigkeit der Synthesevariante.

Gefüges Druckeigenspannungen von $\sigma_{\text{Substrat}} \sim -1000$ MPa im unbeschichteten Ausgangszustand. Diese sind auf die mechanische Bearbeitung in der Oberfläche eingebrachte plastische Deformationen zurückzuführen [4]. Nach dem Beschichtungsprozess zeigt sich für das Eigenspannungsniveau im Substratwerkstoff unabhängig von der jeweiligen Beschichtungsvariante ein nahezu konstantes Niveau mit Tendenzen zu einem geringen Abbau der Eigenspannungen. Dieser Wirkzusammenhang beruht auf der Relaxation der Eigenspannungen, welche durch die in den Beschichtungsprozess eingebrachte thermische Energie hervorgerufen wird.

Im Gegensatz dazu belegen die Ergebnisse, dass sich der Eigenspannungszustand der TiAlN-Dünnschichten stark in Abhängigkeit der jeweiligen Synthesevariante unterscheidet. Das mittels Gleichstromkathodenzerstäubung synthetisierte Dünnschichtsys-

	Härte [GPa]	E-Modul [GPa]	H/E
DC	28,2 ± 2,4	397,8 ± 21,7	0,0709
HiPIMS	33,6 ± 1,7	374,3 ± 16,2	0,0898
Hybrid	29,9 ± 1,9	419,1 ± 26,3	0,0713

TABELLE 3: Mechanische Eigenschaften der unterschiedlich synthetisierten TiAlN-Schichten

tem besitzt Druckeigenspannungen in Höhe von $\sigma_{\text{TiAlN}} \sim 1800$ MPa und weist somit ein charakteristisches Niveau für die DC-Kathodenzerstäubung auf. Ein signifikant höheres Eigenspannungslevel von $\sigma_{\text{TiAlN}} \sim 6000$ MPa zeigt die HiPIMS-Beschichtung. Entgegen der Erwartungen führt eine Überlagerung der beiden Prozessvarianten in hybriden Beschichtungsprozessen zu einer Reduktion des Eigenspannungszustands, welcher im neutralen Spannungsbereich von $\sigma_{\text{TiAlN}} \sim 600$ MPa liegt. Die aus der jeweiligen Synthesevariante resultierende Ionisation ist die Ursache für den beobachteten Eigenspannungszustand. Die zwei- bis dreifach erhöhten Werte der Eigenspannungen bei HiPIMS-Beschichtungen stehen in direkter Korrelation zur hohen Ionisation der HiPIMS-Entladungen. Insbesondere der hohe Anteil an Ti^{2+} -Ionen und die damit einhergehende hohe kinetische Energie bewirkt Verdichtungseffekte und eine Verzerrung der kristallinen Strukturen, welche sich in einem erhöhten Druckeigenspannungsniveau in der Beschichtung wiederfinden. Die Möglichkeit zur Einstellung eines reduzierten Druckeigenspannungsniveaus im Bereich von -600 MPa durch hybride TiAlN-Beschichtungen und somit die Erzeugung eines nahezu spannungsfreien Zustands stellt ein vielversprechendes Eigenschaftsprofil dar. Trotz der prozessseitigen Überlagerung aus DC/HiPIMS zeigt sich im Vergleich zu DC-Beschichtungen niedrigeres Eigenspannungsniveau. Der für die geringen Eigenspannungen verantwortliche Mechanismus ist bislang noch nicht gänzlich verstanden, belegt jedoch bereits jetzt das große Potential zum Einsatz hybrider hochkinetischer Kathodenzerstäubung. Eine detaillierte Analyse zum Einfluss der HiPIMS-Pulsparameter, der Verschiebung der Anteile der beiden Prozessvarianten (DC/HiPIMS) sowie des daraus resultie-

renden Wachstumsverhaltens von hybriden Beschichtungen sind Gegenstand aktueller Untersuchungen im Bereich der Grundlagenforschung.

Mechanische Eigenschaften

In direktem Zusammenhang zum strukturellen Aufbau der Beschichtungen stehen die mit Hilfe von Nanoindentation ermittelten mechanischen Eigenschaften der TiAlN-Dünnschichten, welche in Tab. 3 zusammengefasst wurden. Darüber hinaus wurde als Indikator für die Zähigkeit und die Widerstandsfähigkeit der Dünnschichtsysteme das H/E gebildet [10], wobei ein höherer Wert für eine gesteigerte elastische Dehnung und geringe Rissanfälligkeit der Beschichtungen steht. Die unterschiedlichen Prozessvarianten zeigen ein für TiAlN-Dünnschichten charakteristisches Eigenschaftsprofil in Bezug auf die mechanischen Eigenschaften mit einer Härte von 28 bis 34 GPa, was in guter Übereinstimmung mit in der Literatur angeführten Ergebnissen für ein ähnliches Al/Ti-Verhältnis steht [11]. Im Vergleich zur mittels DC hergestellten Beschichtung weisen sowohl die HiPIMS als auch das hybride Beschichtungssystem eine erhöhte Härte auf. In diesem Zusammenhang stellt sich heraus, dass trotz gesteigerter Härte von $33,6 \pm 1,7$ GPa das Elastizitätsmodul der HiPIMS-Beschichtung die niedrigsten Werte besitzt. Daraus resultiert das höchste H/E-Verhältnis.

Die Unterschiede in den mechanischen Eigenschaften können durch die bereits diskutierten Ergebnisse der Eigenspannungsmessungen begründet werden. Konform zu den Erkenntnissen von Greczynski et al. sind die erhöhten Härtewerte der HiPIMS-Beschichtung auf Verspannungen, welche aus Gitterverzerrungen als Folge des hochkinetischen Teilchenbeschusses stammen, zurückzuführen [12]. Zusätzlich wird dieser Effekt von der feineren und dichteren Mikrostruktur, welche sich in erhöhten Härtewerten widerspiegelt, überlagert. Die Übereinstimmung der Ergebnisse für die mittels DC-Kathodenzerstäubung synthetisierte Variante ist ebenfalls gegeben, wobei die niedrigere Ionisation in diesem Zusammenhang neben einer Reduktion der Härte ebenfalls zu einer geringfügigen Erhöhung des

Elastizitätsmoduls resultiert. Im Gegensatz dazu stehen die Ergebnisse der hybriden Beschichtung, welche nicht als Ergebnis des Eigenspannungszustands erklärt werden können. Ferner ist das bimodale Wachstumsverhalten der Dünnschichten für die Änderungen der mechanischen Eigenschaften verantwortlich. Größere Körner werden von feinen umgeben, die aus dem unterschiedlichen Ionisationsgrad der simultan betriebenen DC- und HiPIMS-Kathode hervorgehen. Das größere kristalline Wachstum und die säulenförmige Ausbildung der Wachstumsstrukturen decken sich mit den Ergebnissen aus der Bruchflächenanalyse.

Schichthaftung

Neben den mechanischen Eigenschaften stellt die Haftung der Dünnschichten eine entscheidende Größe für die Leistungsfähigkeit von Werkzeugbeschichtungen dar. Aus diesem Grund wurde die Haftung der TiAlN-Schichten mittels Rockwell-Indentationstests evaluiert. Die Ergebnisse sind in Abb. 5 gegenübergestellt. Die durch DC-Kathodenzerstäubung abgeschiedene Beschichtung zeigt in Bezug auf die Haftung das beste Ergebnis mit einem schwach ausgebildeten Netzwerk aus konzentrischen Rissen und ist somit der Haftklasse HF1 zuzuordnen. Eine zu den Ergebnissen konforme Beobachtung der Schichthaftung ist für die hybride Beschichtung festzustellen. Diese weist geringfügig stärkere Rissausbreitung auf, wobei auf der Innenseite des Indents mit Übergang zur Kante an einer Stelle lokal die Schicht abgeplatzt ist. Basierend auf der intensiveren Rissausbreitung wird eine Zuordnung in die Haftklasse HF2 vorgenommen. Das Schädigungsbild der HiPIMS-Beschichtung zeigt im Gegensatz dazu ein stärker ausgebildetes Netzwerk an Rissen mit begrenzter Delamination der Beschichtung vom Substrat mit einer spiralen Ausbreitung, wodurch eine Einordnung in die Haftklasse HF3 erfolgt.

Trotz der Härte differenz zwischen PVD-Dünnschichten und Substratwerkstoff weisen die abgeschiedenen Beschichtungen eine gute Haftung zum vergüteten Warmarbeitsstahl auf, woraus sich eine Eignung aller Varianten

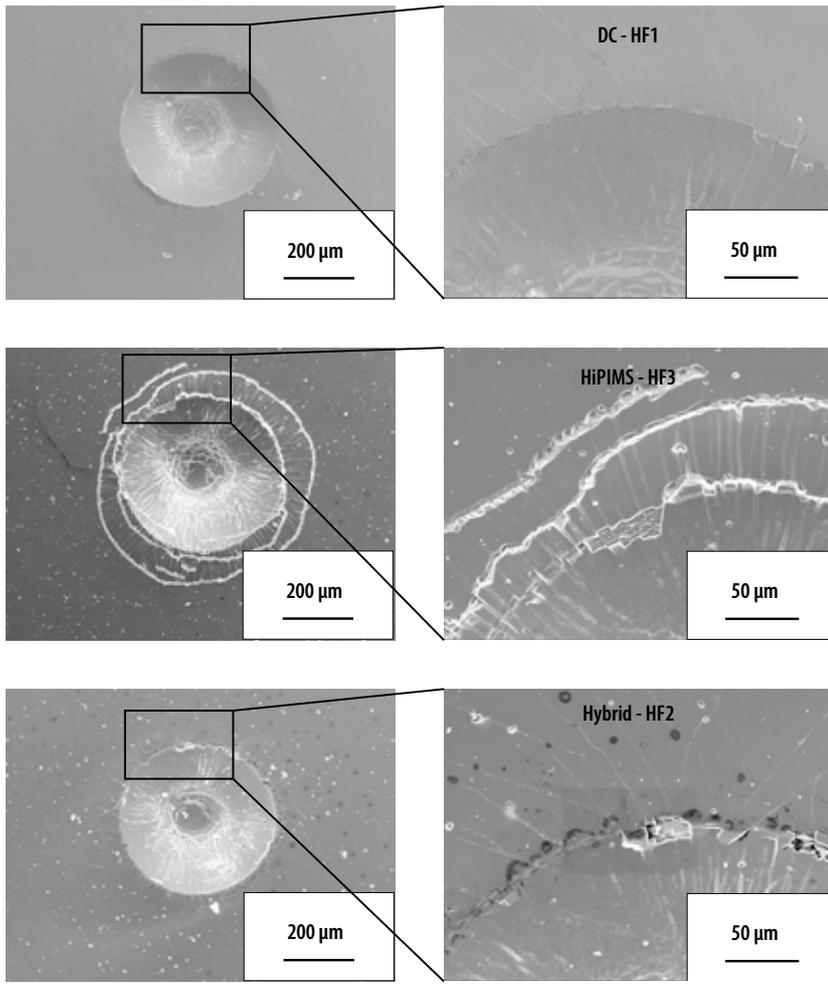


ABBILDUNG 5: REM-Aufnahmen der Indentationstests zur Bestimmung der Schichthaftung

ten für tribologische Anwendungen ableiten lässt. Die Systeme mit einem geringen Druckeigenspannungsniveau in Form der DC und hybriden Variante zeigen im Vergleich zur mittels HiPIMS-Technologie synthetisierten Dünnschichten eine verbesserte Schichthaftung auf. Die Ausbildung spiraler Risse mit dem geschilderten Schädigungsmuster weist neben einem adhäsiven Versagen zwischen Substrat und Dünnschicht zusätzlich auf ein kohäsives Versagen innerhalb der Beschichtung hin. Diese Ergebnisse können auf das hohe Druckeigenspannungsniveau in der HiPIMS-Beschichtung zurückgeführt werden. Eine kritische Gegenüberstellung dieser Ergebnisse mit den zuvor diskutierten mechanischen Kenngrößen sowie dem ermittelten H/E-Verhältnis belegt, dass allein auf der Grundlage der mechanischen Eigenschaften und abgeleiteter Größen eine Aussage über die Belastungsfähigkeit von TiAlN-Dünnschichten nicht möglich ist. Auf

Basis der ermittelten Werte hätte die mittels HiPIMS synthetisierte Variante das beste Eigenschaftsprofil besitzen müssen, jedoch ist eine Zunahme der Rissanfälligkeit zu beobachten. Obwohl in der Literatur von einer verbesserten Schichthaftung von HiPIMS-Dünnschichten im Vergleich zu TiAlN DC-Varianten auf wärmebehandelten Schnellarbeitsstählen berichtet wird [13], decken sich diese Ergebnisse nicht für die Beschichtung des Warmarbeitsstahls X37CrMoV5-1. Ferner muss zur Beurteilung der Leistungsfähigkeit von PVD-Hartstoffschichten der Eigenspannungszustand sowohl in der Beschichtung als auch der oberflächennahen Randzone des Substratmaterials berücksichtigt werden. Vor diesem Hintergrund erweisen sich insbesondere mit Hilfe von hybriden PVD-Prozessen synthetisierte TiAlN-Schichten als vielversprechender Ansatz. Diese bieten durch eine gezielte Beeinflussung des resultierenden Eigenspannungszustands sowie des bimodalen Korn-

wachstums die Möglichkeit zur gezielten Einstellung und Verbesserung der Schichteigenschaften.

Zusammenfassung und Ausblick

Vergleichende Untersuchungen zum strukturellen Aufbau, den mechanischen Eigenschaften sowie der resultierenden Schichthaftung von PVD-Dünnschichten wurden am Beispiel von drei unterschiedlich synthetisierten TiAlN-Dünnschichten durchgeführt. Als wichtige, jedoch häufig unzureichend betrachtete Größe konnte der Eigenspannungszustand der Hartstoffschichten identifiziert werden. In Abhängigkeit der jeweiligen Prozessvariante erfolgt eine direkte Beeinflussung des Spannungsniveaus, welches sowohl auf die mechanischen Eigenschaften als auch auf die Haftung des Schichtverbunds direkten Einfluss besitzt. Insbesondere für die Beschichtung von wärmebehandelten Werkzeugstählen konnte gezeigt werden, dass hybride Prozesse einen vielversprechenden Ansatz bieten. Dies wird durch das im Vergleich zu DC-Beschichtungen geringere Eigenspannungsniveau bei gleichzeitig gesteigerter Härtewerte begründet. Aufbauend auf den vorgestellten Ergebnissen wird über eine Anpassung der Pulsparameter sowie einer Verschiebung der DC/HiPIMS-Anteile im Beschichtungsprozess das Eigenschaftsprofil der TiAlN-Dünnschichtsysteme weiter untersucht, um so die konkreten Wirkzusammenhänge auf den Eigenspannungszustand ableiten zu können. Darüber hinaus werden auf dieser Basis die Korrelationen von Spannungszustand, dynamischer Belastung und möglichem Schädigungs- und Versagensverhalten beleuchtet.

Danksagung

Wir danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) für die finanzielle Unterstützung des Projekts TI343/34-2.

Open Access Veröffentlichung ermöglicht und organisiert durch Projekt DEAL.

Literaturverzeichnis

- [1] K. Bobzin: CIRP J. Manuf. Sci. Technol. **18** (2017) 1-9.
- [2] B. Breidenstein, B. Denkena: CIRP Ann. - Manuf. Technol. **62** (2013) 6770.

- [3] K.-D. Bouzakis, N. Michailidis, S. Hadjiyiannis, K. Efsthioiu, E. Pavlidou, G. Erkens, S. Rambadt, I. Wirth: Surf. Coat. Technol. **146** (2001) 443-450.
- [4] W. Tillmann, D. Grisales, D. Stangier: Surf. Coat. Technol. **357** (2019) 466-472.
- [5] E. Vogli, W. Tillmann, U. Selvadurai-Lassl, G. Fischer, J. Herper: Appl. Surf. Sci. **257** (2011) 8550-8557.
- [6] B. Eigenmann, E. Macherauch: Materialwiss. Werkstofftech. **26** (1995) 148160.
- [7] W.C. Oliver, G.M. Pharr: J. Mater. Res. **7** (1992) 15641583.
- [8] Q. Luo, S. Yang, K.E. Cooke: Surf. Coat. Technol. **236** (2013) 1321.
- [9] J. Paulitsch, P.H. Mayrhofer, W.-D. Münz, M. Schenkel: Thin Solid Films **517** (2008) 12391244.
- [10] A. Leyland, A. Matthews: Wear **246** (2000) 111.
- [11] S. PalDey, S.C. Deevi: Mater. Sci. and Eng. A **342** (2003) 5879.
- [12] G. Greczynski, J. Lu, M.P. Johansson, J. Jensen, I. Petrov, J.E. Greene, L. Hultman: Surf. Coat. Technol. **206** (2012) 42024211
- [13] T. Shimizu, H. Komiya, T. Watanabe, Y. Teranishi, H. Nagasaka, K. Morikawa, M. Yang: Surf. Coat. Technol. **250** (2014) 44-51

AUTOREN

Prof. Dr.-Ing. Dipl.-Wirt.Ing Wolfgang Tillmann

ist seit 2002 Leiter des Lehrstuhls für Werkstofftechnologie an der Technischen Universität Dortmund. Im Rahmen seiner Forschungsaktivitäten werden sowohl grundlagenbasierte Fragestellungen der Beschichtungs- und Fügetechnik als auch anwendungsorientierte Themen der Produktionstechnik adressiert.

Dipl.-Ing. Dominic Stangier

ist seit 2015 verantwortlich für das Forschungsgebiet der PVD-Technologie. Forschungsschwerpunkte der Gruppe liegen auf der Synthese von tribologischen Dünnschichten, der Gestaltung belastungsangepasster Grenzflächen und der Entwicklung von PVD-Prozessen. Sein For-

schungsschwerpunkt liegt auf nitridischen Cr-basierten Werkzeugbeschichtungen für die Umformtechnik.

M. Sc. Diego Grisales

erforscht seit mehreren Jahren die Wirkmechanismen und Wechselwirkungen zwischen Prozess- und Synthesebedingungen auf den resultierenden Eigenspannungszustand sowie dem daraus abgeleiteten tribo-mechanischem Eigenschaftsprofil. Im Fokus seiner Betrachtungen liegt die Leistungsfähigkeit von nitridischen Werkzeugbeschichtungen basierend auf der Substrat-Schicht-Interaktion.



M. Sc. Diego Grisales, Lehrstuhl für Werkstofftechnologie, Technische Universität Dortmund, 44227 Dortmund, Leonhard-Euler-Straße 2, Deutschland, diego.grisales@tu-dortmund.de