




## Nanoskalige Hochleistungsschutzschichten zum Surface Engineering von Zerspan- und Umformwerkzeugen

S. Ulrich, K. Krüger, K. Seemann, H. Leiste, M. Stüber

Institut für Angewandte Materialien - Angewandte Werkstoffphysik (IAM - AWP)

### Gliederung

- Einleitung und Motivation
- TiN/ZrN-Viellagen-Verschleißschutzschichten
- Cr/CrN/B<sub>2</sub>C-Mehrlagen-Verschleißschutzschichten
- TiN/FeCoHfN-Viellagen-Verschleißschutzschichten mit integrierter Sensorfunktionalität
- Zusammenfassung

KIT – Universität des Landes Baden-Württemberg und nationales Forschungszentrum in der Helmholtz-Gemeinschaft www.kit.edu



## Einleitung und Motivation: Konzeption von Viellagenschichten

### Einstellbare Parameter:

- Materialauswahl
- Gesamtschichtdicke
- Doppellagendicke
- Interface-Volumen
- Interface-Konstitution
- Kristallitgröße
- Textur
- Periodische Eigenspannungsfelder

### Vorteile von Viellagenschichten

- Das Interface kann das Kristallwachstum unterbrechen: Rissverzweigung (+), Zähigkeitsbeitrag (+), Eigenspannung (+)
- Rissablenkung am Interface,
- Nano-Delaminationen am Interface: Eigenspannungen (+), Rissausbreitung (+)
- Verbesserung des Verschleißverhaltens
- Integrierte Sensorfunktionalität

2 IAM – AWP



## TiN/ZrN-Viellagen-Verschleißschutzschichten

3 IAM – AWP



## Herstellung von TiN/ZrN-Viellagen-Verschleißschutzschichten

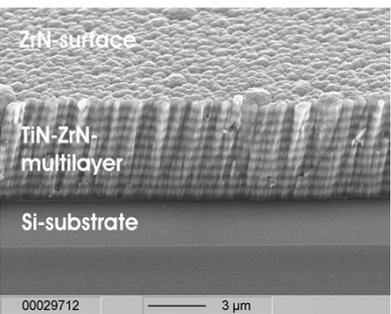
- Reaktives d.c. Magnetronzerstäuben
- Ti-Target (6 kW), Zr-Target (4 kW)
- Ar : N<sub>2</sub> = 200 sccm : 56 sccm
- 200 °C Substrattemperatur
- ~ 60 V Substratbias
- Substrates: Si, Hartmetall, HSS-Sägeblätter



4 IAM – AWP



## Konstitution – REM



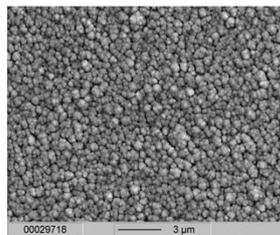
00029712 3 µm

5 IAM – AWP



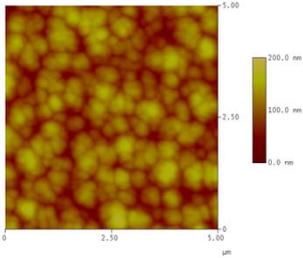
## Oberflächentopologie

REM



00029718 3 µm

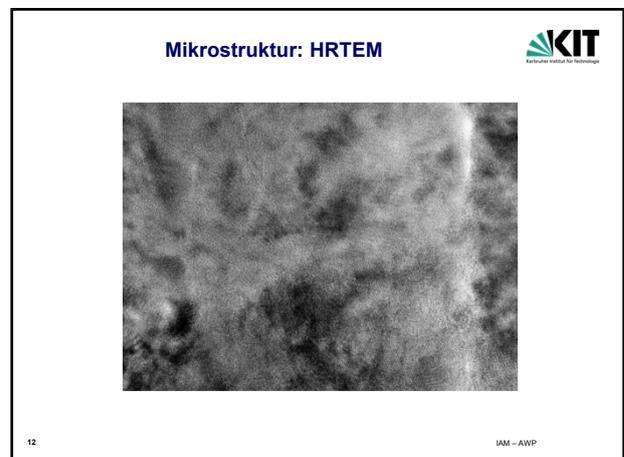
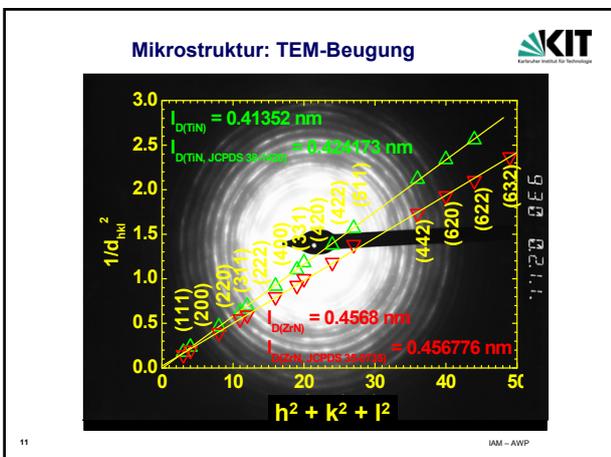
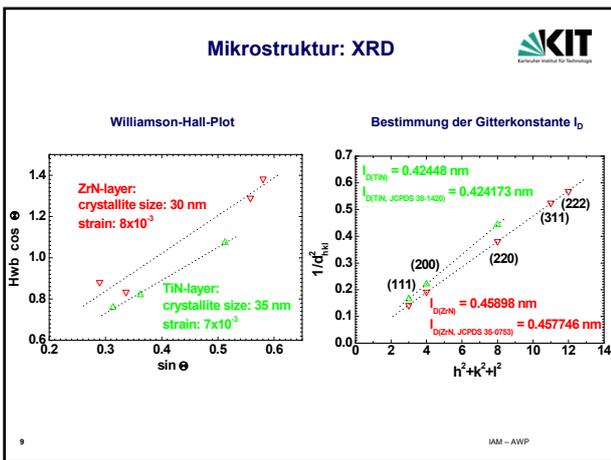
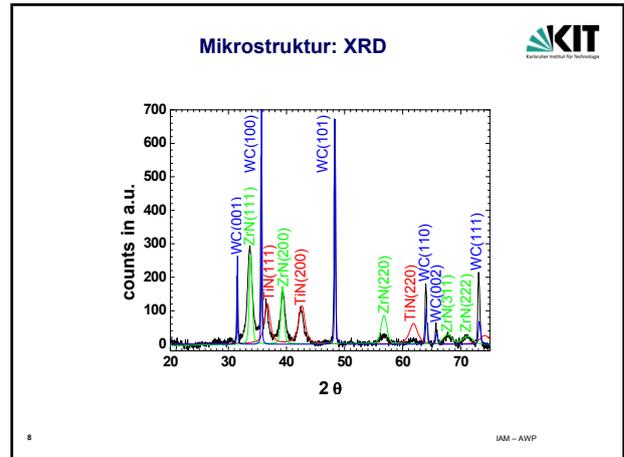
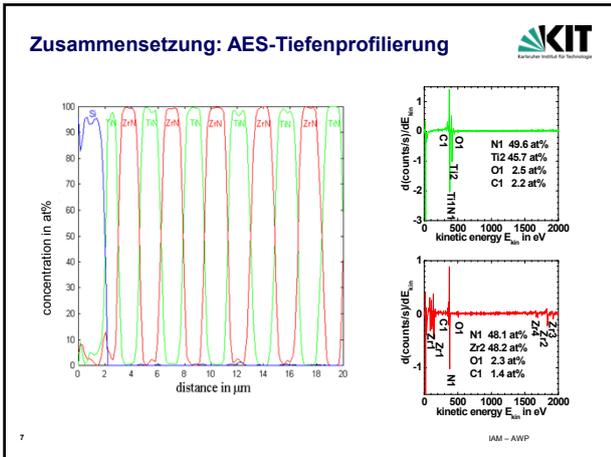
AFM

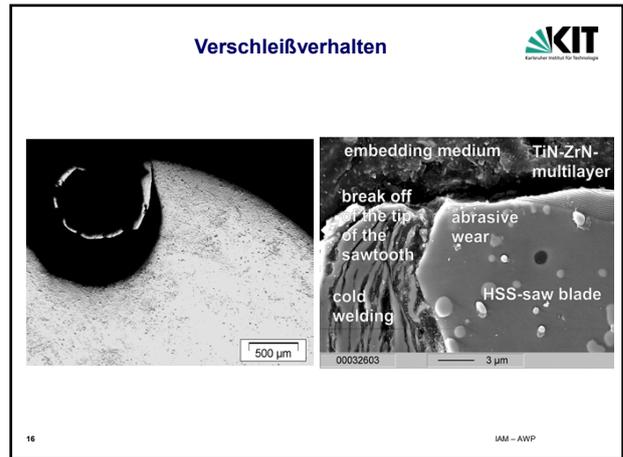
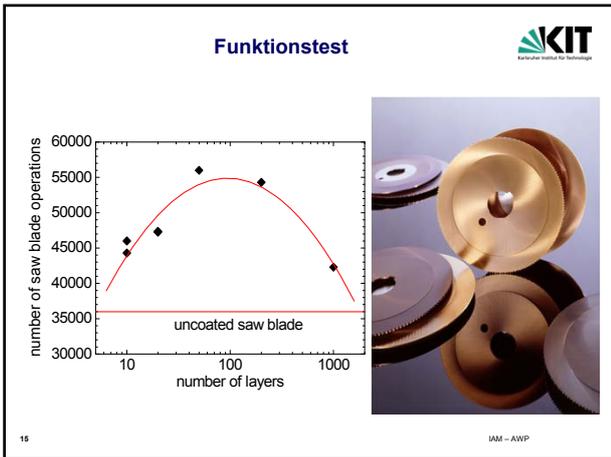
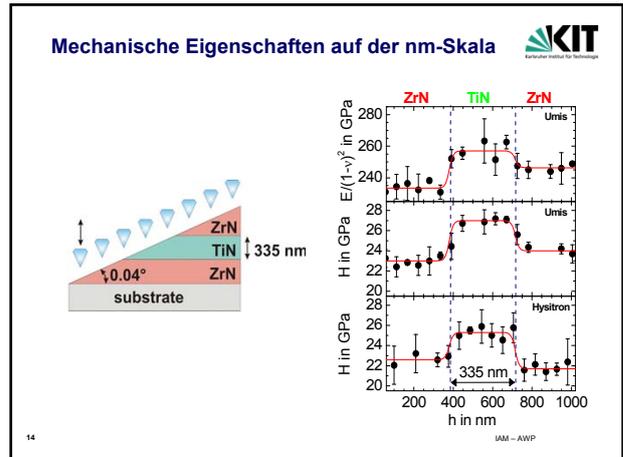
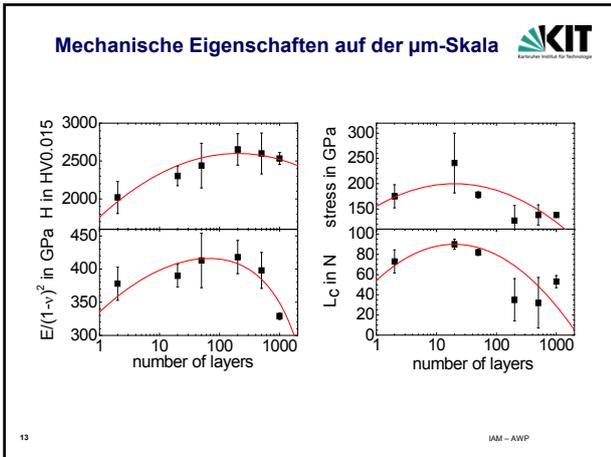


5.00  
200.0 nm  
100.0 nm  
0.0 nm

0 2.50 5.00 µm

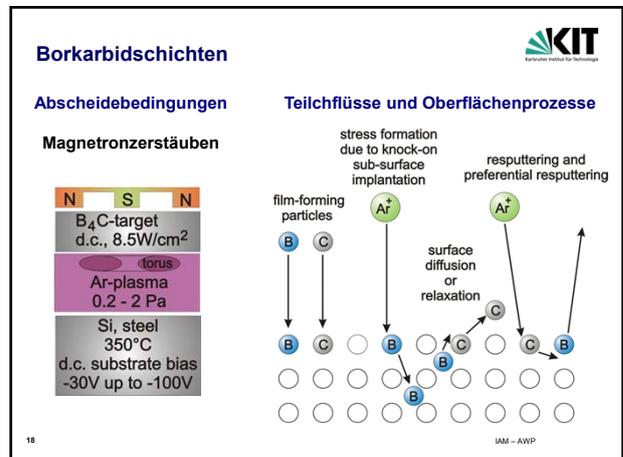
6 IAM – AWP

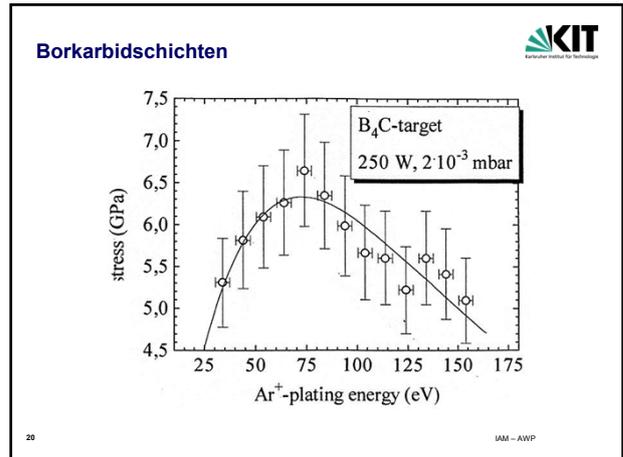
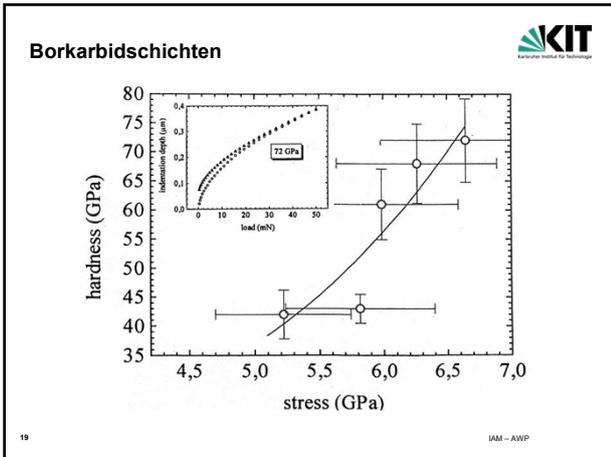




## Cr/CrN/B<sub>4</sub>C-Mehrlagen-Verschleißschutzschichten

17 IAM – AWP



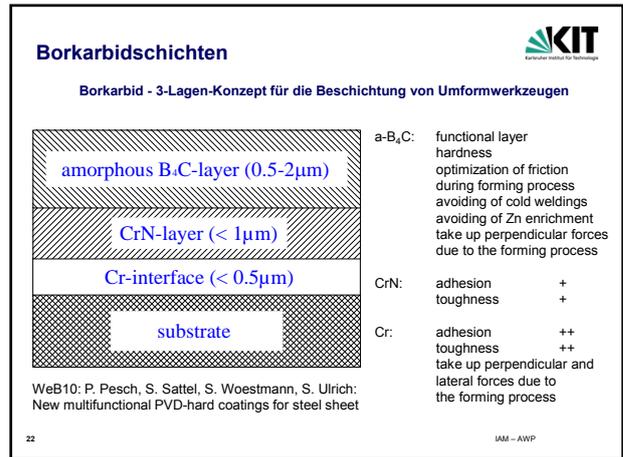


### Borkarbidsschichten

$$\sigma = \frac{15.1 \text{ GPa} \cdot 0.014 \frac{1}{\sqrt{eV}} \sqrt{E_{Ar}}}{\frac{\phi_B + \phi_C}{\phi_{Ar}} - 0.014 \frac{1}{\sqrt{eV}} \sqrt{E_{Ar}} + 0.016 \cdot 0.013 \left(\frac{E_{Ar}}{E_0}\right)^{5.3}}$$

$$\frac{\phi_{Ar}}{\phi_B + \phi_C} = 3.5$$

21 IAM - AWP

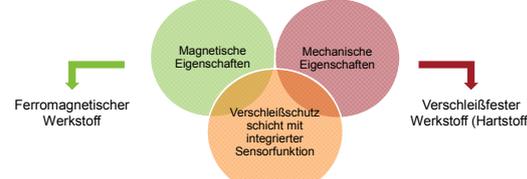


### TiN/FeCoHfN-Viellagen-Verschleißschutzschichten mit integrierter Sensorfunktionalität

24 IAM - AWP

### Viellagen-Verschleißschutzschichten mit integrierter Sensorfunktionalität

**Motivation:** Verschleißschutzschicht mit integrierter Sensorfunktion zur berührungslosen Erfassung von Schichteigenschaftsänderung (mechanische Spannung, Temperatur, Materialabtrag)



**Ferromagnetischer Werkstoff** (Magnetische Eigenschaften)

**Verschleißschicht mit integrierter Sensorfunktion** (Magnetische Eigenschaften, Mechanische Eigenschaften)

**Verschleißbeständiger Werkstoff (Hartstoff)** (Mechanische Eigenschaften)

25 IAM – AWP

### Materialanforderungen



**Ferromagnetischer Werkstoff** (Magnetische Eigenschaften)

**Verschleißschicht mit integrierter Sensorfunktion** (Magnetische Eigenschaften, Mechanische Eigenschaften)

**Verschleißbeständiger Werkstoff (Hartstoff)** (Mechanische Eigenschaften)

**Anforderungen:**

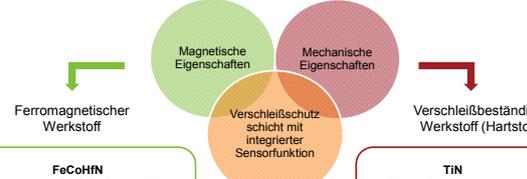
- Weichmagnetisch ( $\mu_0 H_c < 1.3 \text{ mT}$ )
- Magnetostriktives Verhalten
- Ausgeprägtes Resonanzverhalten

**Anforderungen:**

- Hohe Härte ( $\sim 20 \text{ GPa}$ )
- Hohe thermische Stabilität
- Hohe chemische Stabilität

26 IAM – AWP

### Schichtkonzept und Materialauswahl



**Ferromagnetischer Werkstoff** (Magnetische Eigenschaften)

**Verschleißschicht mit integrierter Sensorfunktion** (Magnetische Eigenschaften, Mechanische Eigenschaften)

**Verschleißbeständiger Werkstoff (Hartstoff)** (Mechanische Eigenschaften)

**FeCoHfN**

- Nanokomposit mit FeCo und HfN Phase
- HfN hemmt FeCo Kornwachstum
- Verringerung des Koerzitivfeldes  $H_c$

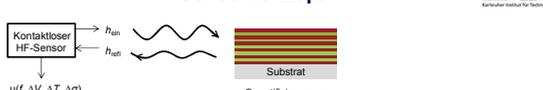
**TiN**

- Einphasig
- Härte: 18 – 21 GPa
- Als Verschleißschutzschicht etabliert

Substrat

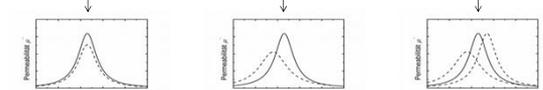
27 IAM – AWP

### Sensorkonzept



Quantifizierung von:

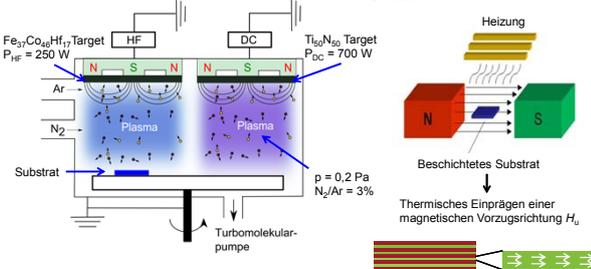
- Materialabtrag**  $M_s(V)/M_s(V_0)$
- Temperaturerhöhung**  $M_s(T), H_s(T), \epsilon(T)$
- Mechanisch induzierte Spannung**  $H_{ind}(\epsilon)$



28 IAM – AWP

### Schichtpräparation

- Schichtherstellung mittels Hochleistungskathodenzerstäubung**
- Schichtkonditionierung**  
1h bei 400°C oder 600°C im Vakuum und  $B = 50 \text{ mT}$



Fe<sub>23</sub>Co<sub>44</sub>Hf<sub>17</sub> Target  $P_{HF} = 250 \text{ W}$

Ti<sub>50</sub>N<sub>50</sub> Target  $P_{DC} = 700 \text{ W}$

Substrat

$p = 0,2 \text{ Pa}$   
 $N_2/Ar = 3\%$

Heizung

Beschichtetes Substrat

Thermisches Einprägen einer magnetischen Vorzugsrichtung  $H_u$

29 IAM – AWP

### Optimierung der Sensorschicht

**Optimierung des Viellagenaufbaus**

- Variation der Doppellagenanzahl  $n = 7 - 399$
- Variation des magnetischen Volumenverhältnisses  $V_{mag}/V_{ges} = 0,4 - 0,7$
- Ti<sub>50</sub>Al<sub>50</sub>N<sub>50</sub> Decklage anstelle Ti<sub>50</sub>N<sub>50</sub> Decklage

**Konstitution und Mikrostruktur:**

- EPMA, AES
- Rauheitsmessung
- XRD, XRR
- REM, TEM

**Magnetische Eigenschaften:**

- VSM
- Frequenzabhängige Permeabilitätsmessung

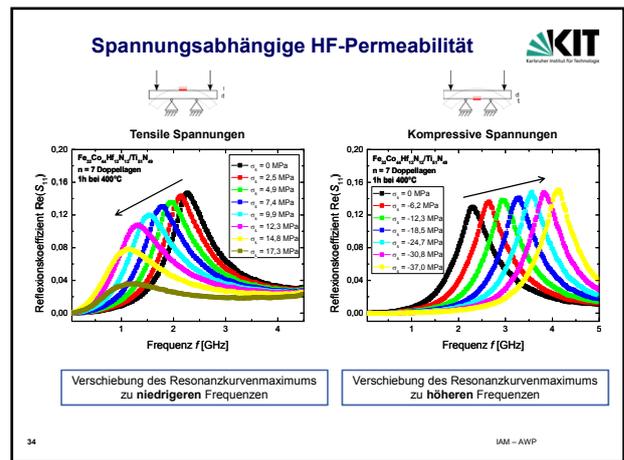
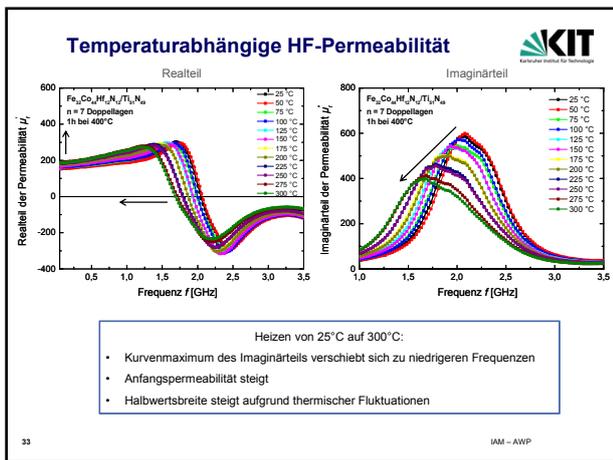
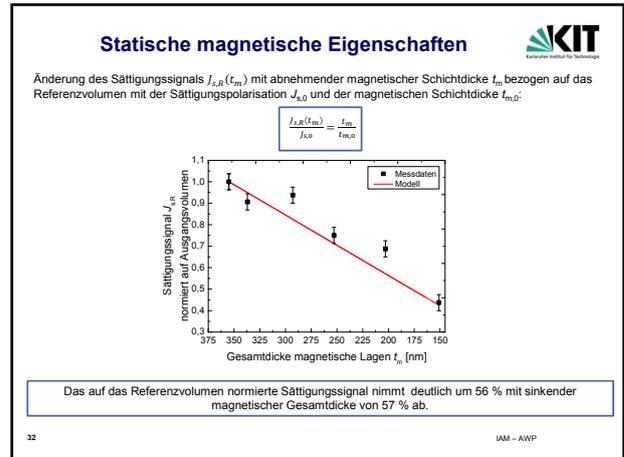
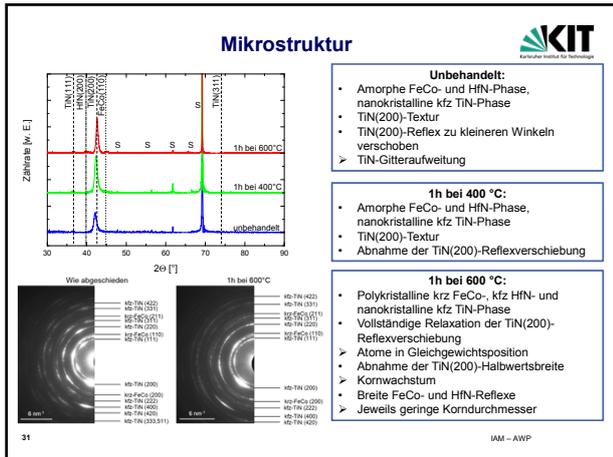
**Mechanische Eigenschaften:**

- Nanoindentierung
- Eigenspannungsmessung

**Sensorschicht:** Fe<sub>23</sub>Co<sub>44</sub>Hf<sub>17</sub>Ti<sub>50</sub>N<sub>50</sub> mit  $n = 7, V_{mag}/V_{ges} = 0,4$

Anzahl an Doppellagen	$d_{FeCoHfN}$ [nm]	$d_{TiN}$ [nm]	Doppellagendicke $\Lambda$ [nm]	Gesamtdicke $d$ [nm]
7	83	67	120	904

30 IAM – AWP



### Zusammenfassung

TiN/ZrN-Viellagen-Verschleißschutzschichten, Cr/CrN/B4C-Mehrlagen-Verschleißschutzschichten

- Korrelationen: Schichtdesign, Beschichtungsprozess, Mikrostruktur, Eigenschaften und Verhalten im Einsatz

TiN/FeCoHfN-Viellagen-Verschleißschutzschichten mit integrierter Sensorfunktionalität

- Erfolgreiche Kombination von magnetischen und mechanischen Eigenschaften in  $Fe_{22}Co_{44}Hf_{12}N_{12}/Ti_{52}N_{50}$  Viellagenschichten zur berührungslosen Detektion von Schichteigenschaftsänderungen
- Materialabtrag** ist über eine Abnahme der HF-Messsignallintensität ab  $t_m = 293$  nm detektierbar
- Temperaturerhöhung** ist über die Abnahme von  $f_0$  mit einer Sensitivität von mindestens 1,5 MHz/°C detektierbar
- Modellhafte Beschreibung der **temperaturabhängigen Resonanzfrequenz**
- Mechanisch induzierte **Spannungen** sind über die Verschiebung von  $f_0$  mit einer Sensitivität von mindestens 56,8 MHz/MPa detektierbar
- Modellhafte Beschreibung der **spannungsabhängigen Resonanzfrequenz**

35 IAM – AWP

Herzlichen Dank  
an meine Mitarbeiterinnen  
und Mitarbeiter,  
an Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Volker Schulze  
für die Einladung  
und Ihnen für Ihre Aufmerksamkeit.

36 IAM – AWP