

Potentiale oxinitridischer PVD-Hartstoffschichten für Zerspanwerkzeuge

Marco Carlet

Oktober 2023

Schriftenreihe Oberflächentechnik, Band 75

Hrsg.: Prof. Dr.-Ing. K. Bobzin

Partner im
LABORATORIUM
FÜGETECHNIK
OBERFLÄCHENTECHNIK



Potentiale oxinitridischer PVD-Hartstoffschichten für Zerspanwerkzeuge

Potentials of Oxynitride PVD Hard Coatings for Cutting Tools

Von der Fakultät für Maschinenwesen der Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen zur Erlangung des akademischen Grades eines Doktors der Ingenieurwissenschaften genehmigte Dissertation

vorgelegt von

Marco Carlet

Berichter/in: Univ.-Prof. Dr.-Ing. Kirsten Bobzin
Univ.-Prof. Dr.-Ing. Christoph Broeckmann

Tag der mündlichen Prüfung: 9. August 2023

Diese Dissertation ist auf den Internetseiten der Universitätsbibliothek online verfügbar.

Schriftenreihe Oberflächentechnik

Band 75

Marco Carlet

**Potentiale oxinitridischer PVD-Hartstoffschichten
für Zerspanwerkzeuge**

Shaker Verlag
Düren 2023

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Zugl.: D 82 (Diss. RWTH Aachen University, 2023)

Copyright Shaker Verlag 2023

Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8440-9276-9

ISSN 1864-0796

Shaker Verlag GmbH • Am Langen Graben 15a • 52353 Düren

Telefon: 02421 / 99 0 11 - 0 • Telefax: 02421 / 99 0 11 - 9

Internet: www.shaker.de • E-Mail: info@shaker.de

Danksagung

An erster Stelle danke ich Prof. Dr.-Ing. Kirsten Bobzin für die Unterstützung meiner Arbeit und die Möglichkeit, die Dissertation während meiner Zeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Oberflächentechnik (IOT) der Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule (RWTH) Aachen University anzufertigen. Darüber hinaus danke ich Prof. Dr.-Ing. Christoph Broeckmann für die Übernahme des Zweitgutachtens und Prof. Dr.-Ing. Thomas Bergs für die Übernahme des Vorsitzes des Promotionsausschusses.

Wesentliche Teile der Arbeit basieren auf Ergebnissen, die im Rahmen des durch die Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG) geförderten Projektes „Einfluss von HPPMS-Pulsparametern auf die Stöchiometrie und die Bildung von Reaktionsschichten auf nitridischen Hartstoffschichten für die Zerspanung“ sowie des Teilprojektes A1 „High Power Pulsed Magnetron Sputtering (HPPMS) Schichtsysteme und Prozessverständnis“ innerhalb des transregionalen Sonderforschungsbereiches SFB/Transregio 87 „Gepulste Hochleistungsplasmen zur Synthese nanostrukturierter Funktionsschichten“ erarbeitet wurden. Für die finanzielle Unterstützung sei an dieser Stelle gedankt. Für die konstruktive Zusammenarbeit im Rahmen der Kooperation innerhalb des SFB danke ich insbesondere Dr. rer. nat. Sabrina Kollmann und Christoph Schulze.

Ein großer Dank gilt allen ehemaligen Kollegen am IOT, mit denen ich die Möglichkeit hatte zusammenzuarbeiten. Den ehemaligen und aktuellen Oberingenieuren Dr.-Ing. Tobias Brögelmann und Dr.-Ing. Christian Kalscheuer sowie dem ehemaligen Gruppenleiter Dr.-Ing. Nathan Kruppe danke ich für die fachliche Unterstützung. Für die Unterstützung bei der Vorbereitung und Auswertung von Beschichtungsversuchen danke ich Lore Stalpers. Zudem danke ich allen meinen Studenten, insbesondere Marcel Troise und Roozbeh Dehbozorgi, für die tatkräftige Unterstützung. Für die freundschaftliche Zusammenarbeit während der gemeinsamen Jahre am IOT danke ich dem Oberingenieur Dr.-Ing. Hendrik Heinemann und den ehemaligen Kollegen Dr.-Ing. Mostafa Arghavani, Dr.-Ing. Martin Engels, Dirk Grünhagen, Julia Janowitz, Dennis Hoffmann, Dr.-Ing. Mona Naderi, Nina Stachowski, Muhammad Tayyab und Dr.-Ing. Lidong Zhao. Für die technische and administrative Unterstützung danke ich Wulf Brökel, Felix Dudzic, Dirk Grünhagen, Dieter Koch, Jannis Künzer, Anke Lück, Kristina Lobanhoff, Thomas Offermann, Dirk Ortmanns, Nevila Sinani, Uwe Werner, Metin Yüceer und Jutta Ziemes.

Danksagung

Für die Durchführung der REM-Aufnahmen danke ich Fabian Mariano. Apl. Prof. Dr. Thomas Weirich sei für die Hilfe bei der Interpretation der TEM-Aufnahmen gedankt. Dr. rer. nat. Silvia Richter danke ich für die Durchführung und Auswertung der ESMA-Messungen. Christoph Kahra danke ich für die Durchführung der Eigenspannungsmessungen und Dr.-Ing. Lars Ellersiek für die Durchführung und Unterstützung bei der Auswertung der Hobelversuche. Bei Dr. Andreas Schäfer bedanke ich mich für die Durchführung und Auswertung der XPS-Messungen.

Schließlich danke ich meiner Familie, die mich während meines gesamten Werdegangs stets unterstützte. Meinen Eltern Robert Carlet und Helga Carlet bin ich insbesondere auch dafür dankbar, dass sie mir mein Studium ermöglichten. Besonderer Dank gilt zudem meiner Frau Seema Carlet, die mir die gesamte Zeit über den Rücken freigehalten hat und für mich dagewesen ist.

Zusammenfassung

Bei der Zerspanung pulvermetallurgisch hergestellter Schnellarbeitsstähle treten Schadensmechanismen wie Abrasion, Adhäsion und Oxidation an der Werkzeugoberfläche in Erscheinung. Nitridische Hartstoffschichten stellen seit einigen Jahrzehnten den Stand der Technik zum Verschleißschutz von Zerspanwerkzeugen aus Hartmetall dar. Hybrides direct current Magnetron Sputtering/High Power Pulsed Magnetron Sputtering (dcMS/HPPMS) stellt eine Möglichkeit zur Applikation derartiger Beschichtungen dar und kombiniert die Vorteile beider Verfahrensvarianten der physikalischen Gasphasenabscheidung (Physical Vapor Deposition, PVD). Eine erhöhte Wirtschaftlichkeit wird bei der Zerspanung durch verringerte Betriebskosten erreicht, wozu die Prozesszeiten gesenkt werden müssen. Dies wird durch erhöhte Vorschübe, Schnittgeschwindigkeit und -tiefen erreicht, die zu einer steigenden Werkzeugbeanspruchung führen und neue Entwicklungsimpulse setzen. Im Gegensatz zu nitridischen sind oxinitridische Hartstoffschichten bisher nur wenig erforscht und industriell noch nicht weit verbreitet. Diese bieten jedoch aufgrund ihrer geringen Adhäsionsneigung gegenüber Stahl ein hohes Potential als Beschichtung für Zerspanwerkzeuge. Das Ziel dieser Arbeit war die prozesstechnische Entwicklung oxinitridischer PVD-Beschichtungsprozesse und die Auslegung oxinitridischer Hartstoffschichten für Zerspanwerkzeuge. Hierzu wurden Beschichtungen mittels hybridem dcMS/HPPMS aus den unterschiedlichen Werkstoffsystemen CrAlON, TiAlON, VAION und TiAlCrSiON mit verschiedenen Sauerstoffgehalten erforscht. Für Aluminiumoxinitride der Übergangsmetalle konnte gezeigt werden, dass Sauerstoff im Reaktivgas die Plasmazusammensetzung verändert und hierdurch erhöhte Nichtmetall/Metallverhältnisse der Beschichtungen verursacht. Geringe Sauerstoffgehalte führten zudem zu höheren Aluminiumgehalten der Reaktionsschichten auf den Schichtoberflächen. Hierdurch konnte eine verbesserte Oxidationsstabilität von CrAlON-Schichten erzielt werden. Die Sauerstoffinkorporation in siliziumhaltige Oxinitride führte jedoch zu einem kolumnaren Schichtwachstum, erhöhten Korngrößen und amorphen Phasen. Hierdurch verschlechterte sich die Oxidationsbeständigkeit. Durch Verringerung der Biasspannung wurde eine verringerte Inkorporation von Prozessgasatomen erzielt. Dies führte zu geringeren Eigenspannungen und einem duktileren Bruchverhalten der keramischen Hartstoffschichten auf Hartmetall. Es wurde zudem ein mehrlagiges Schichtkonzept, bestehend aus einer nitridischen TiAlCrSiN-Zwischenlage und einer oxinitridischen TiAlCrSiON-Decklage, entwickelt. Dieses reduzierte die Reibung und damit die Oxidation während der Zerspanung. Auf diese Weise konnte das Einsatzverhalten der Fräser weiter verbessert werden.

Abstract

During the machining of high-speed steels produced by powder metallurgy, damage mechanisms such as abrasion, adhesion and oxidation occur on the tool surface. Nitride hard coatings have been the state of the art for wear protection of cemented carbide cutting tools for decades. Hybrid direct current magnetron sputtering/high power pulsed magnetron sputtering (dcMS/HPPMS) enables the application of such coatings and combines the advantages of both process variants of physical vapor deposition (PVD). Increased economic efficiency is achieved in machining through reduced operating costs, for which the process times must be reduced. This is achieved through increased feed rates, cutting speeds and depths. However, this leads to increased stresses on tool and thereby necessitate the development of new wear resistant hard coatings. Compared to nitride hard coatings, the research investigations on oxynitride hard coatings are rather limited. Therefore, these coatings are not yet widely used in industry. However, due to their low adhesion tendency to steel, oxynitride tool coatings offer high potential for realization of economically efficient machining processes.

The aim of this work was to design and develop oxynitride hard coatings and the required PVD processes for cutting tools. Accordingly, CrAlON, TiAlON, VAlON and TiAlCrSiON coatings with different oxygen contents were investigated using hybrid dcMS/HPPMS deposition process. Oxygen, as reactive gas, altered the plasma composition resulting in coatings with increased non-metal to metal ratios. Low oxygen contents led to reaction layers with higher aluminum contents on the coating surfaces. This improved the oxidation stability of CrAlON coatings. However, oxygen incorporation into silicon containing oxynitrides favored columnar coating growth with increased grain sizes and amorphous phases. Consequentially, the coating oxidation resistance decreased. Moreover, coatings with reduced incorporation of process gas atoms were developed by lowering the substrate bias potential. This resulted in lower residual stresses and more ductile fracture behavior of the ceramic hard coatings on cemented carbide substrates. Furthermore, a multilayer coating concept, consisting of a nitride TiAlCrSiN interlayer and an oxynitride TiAlCrSiON top layer, was developed. The multilayer coating reduced friction and thus oxidation during machining. In this way, the application behavior of the milling cutters was further improved.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Stand der Technik	3
2.1	Physikalische Gasphasenabscheidung	3
2.1.1	Magnetron Sputtering	3
2.1.2	Direct current Magnetron Sputtering	8
2.1.3	High Power Pulsed Magnetron Sputtering	8
2.1.4	Hybridprozess	8
2.1.5	Fazit zur physikalischen Gasphasenabscheidung	9
2.2	PVD-Hartstoffschichten	9
2.2.1	Schichtarchitektur	9
2.2.2	Binäre Nitride der Übergangsmetalle	11
2.2.3	Ternäre Aluminiumnitride der Übergangsmetalle	12
2.2.4	Quaternäre Aluminiumoxinitride der Übergangsmetalle	13
2.2.5	Siliziumhaltige Oxinitride	16
2.2.6	Fazit zu PVD-Hartstoffschichten	17
2.3	Oxidation	17
2.3.1	Phasengrenze	18
2.3.2	Zeitgesetze der Oxidation	18
2.3.3	Metalloxide als schützende Deckschichten	20
2.3.4	Oxidation von PVD-Hartstoffschichten	21
2.3.5	Fazit zur Oxidation	23
2.4	Zerspanung	23
2.4.1	Schneidteil	23
2.4.2	Spanbildung	24
2.4.3	Schadensmechanismen	24
2.4.4	Standvermögen	26
2.4.5	Hartmetall	26
2.4.6	Schnellarbeitsstahl	27
2.4.7	Hartfräsen	27
2.4.8	PVD-Hartstoffschichten für das Hartfräsen	29
2.4.9	Fazit zur Zerspanung	30
2.5	Fazit zum Stand der Technik	30
3	Zielsetzung und Lösungsansatz	31

4	Schichtherstellung und Untersuchungsmethoden	32
4.1	Beschichtungsanlage	32
4.2	Plasmazusammensetzung	33
4.3	Schichteigenschaften	33
4.4	Verbundeigenschaften	37
4.5	Oxidationsverhalten	38
4.6	Spanbildungs- und Reibungsverhalten beim Hobeln	39
4.7	Einsatzverhalten in der Fräsbearbeitung	40
5	Sauerstoffinkorporation in Aluminiumoxinitride der Übergangsmetalle	42
5.1	Prozessparameter zur Herstellung der TMAION-Schichten mit variierendem Sauerstoffgehalt	43
5.2	Arbeitspunktbestimmung der nitridischen TMAION-Ausgangsprozesse	44
5.3	Reaktivgaszusammensetzung der oxinitridischen TMAION-Prozesse	45
5.4	Einfluss des Sauerstoffflusses auf die Kathodenströme und -spannungen der TMAION-Prozesse	47
5.5	Einfluss des Sauerstoffflusses auf die Plasmazusammensetzung der TMAION-Prozesse und auf die chemische Zusammensetzung der TMAION-Schichten	48
5.6	Einfluss des Sauerstoffflusses auf die Morphologie und Depositionsrate der TMAION-Schichten	51
5.7	Einfluss des Sauerstoffgehaltes auf die Phasenzusammensetzung der TMAION-Schichten	52
5.8	Einfluss des Sauerstoffgehaltes auf die Reaktionsschichtbildung der TMAION-Schichten	57
5.9	Einfluss der chemischen Zusammensetzung der Reaktionsschicht auf das Oxidationsverhalten der CrAlON-Schichten	59
5.10	Einfluss der chemischen Zusammensetzung der Reaktionsschicht auf das Oxidationsverhalten der TiAlON-Schichten	62
5.11	Einfluss der chemischen Zusammensetzung der Reaktionsschicht auf das Oxidationsverhalten der VAION-Schichten	66
5.12	Fazit zum Einfluss des Sauerstoffflusses auf die TMAION-Prozesse und -schichten	69

6	Sauerstoffinkorporation in siliziumhaltige Oxinitride	71
6.1	Prozessparameter zur Herstellung der TiAlCrSiON-Schichten mit variierendem Sauerstoffgehalt	72
6.2	Einfluss des Sauerstoffflusses auf das TiAlCrSiON-Prozessverhalten	73
6.3	Einfluss des Sauerstoffflusses auf die Morphologie, die Topographie, die Depositionsrate und die chemische Zusammensetzung der TiAlCrSiON-Schichten	75
6.4	Einfluss des Sauerstoffgehaltes auf die Phasenzusammensetzung der TiAlCrSiON-Schichten	79
6.5	Einfluss des Sauerstoffgehaltes auf das elastisch-plastischen Verformungsverhalten und auf das Bruchverhalten der TiAlCrSiON-Schichten auf Hartmetall	83
6.6	Einfluss des Sauerstoffgehaltes auf die Reaktionsschichtbildung und das Oxidationsverhalten der TiAlCrSiON-Schichten	87
6.7	Einfluss des Sauerstoffgehaltes auf das Einsatzverhalten der TiAlCrSiON-Schichten bei der Fräsbearbeitung	93
6.8	Fazit zum Einfluss des Sauerstoffgehaltes auf die TiAlCrSiON-Prozesse und -schichten	98
7	Auslegung eines mehrlagiges Schichtsystem	99
7.1	Prozessparameter zur Herstellung der TiAlCrSiN-Schichten mit variierender Biasspannung und des mehrlagigen Schichtsystem mit oxinitridischer Decklage	99
7.2	Einfluss der Biasspannung und der Applikation der oxinitridischen Decklage auf die Morphologie und Topographie der TiAlCrSiN-Schichten sowie des mehrlagigen Schichtsystems	101
7.3	Einfluss der Biasspannung auf die chemische Zusammensetzung der TiAlCrSiN-Schichten	102
7.4	Einfluss des Sauerstoffflusses auf die chemische Zusammensetzung der Decklage des mehrlagigen Schichtsystems	103
7.5	Einfluss der Biasspannung und der Applikation der oxinitridischen Decklage auf die elastisch-plastischen Eigenschaften der TiAlCrSiN-Schichten und des mehrlagigen Schichtsystems	104
7.6	Einfluss der Biasspannung auf die Eigenspannungen der TiAlCrSiN-Schichten	105

Inhaltsverzeichnis

7.7	Einfluss der Biasspannung und der Applikation der Decklage auf die Verbundhaftung auf das Bruchverhalten der TiAlCrSiN-Schichten und des mehrlagigen Schichtsystems auf Hartmetall	106
7.8	Einfluss der Applikation der oxinitridischen Decklage auf das Reibungs- und Spanbildungsverhalten des mehrlagigen Schichtsystems	109
7.9	Einfluss der Biasspannung und der Applikation der Decklage der TiAlCrSiN-Schichten und des mehrlagigen Schichtsystems Einsatzverhalten bei der Fräsbearbeitung	112
7.10	Fazit zum Einfluss der Biasspannung auf die TiAlCrSiN-Schichten und der Applikation einer oxinitridischen Decklage auf das mehrlagige Schichtsystem	117
8	Zusammenfassung	118
9	Ausblick	120
10	Literaturverzeichnis	121
11	Anhang	132