

Potenzial der High-Speed Physical Vapour Deposition Technologie zur Abscheidung oxidischer Werkzeugbeschichtungen

Martin Welters

März 2021

Schriftenreihe Oberflächentechnik, Band 67

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

Partner im
LABORATORIUM
FÜGETECHNIK
OBERFLÄCHENTECHNIK



**Potenzial der High-Speed Physical Vapour Deposition Technologie zur Abscheidung
oxidischer Werkzeugbeschichtungen**

**Potential of High-Speed Physical Vapour Deposition Technology for the Deposition
of Oxide Tool Coatings**

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

vorgelegt von

Martin Welters

Berichter: Univ.-Prof. Dr.-Ing. Kirsten Bobzin
Univ.-Prof. Dr. rer. nat. Joachim Mayer

Tag der mündlichen Prüfung: 05. November 2020

Schriftenreihe Oberflächentechnik

Band 67

Martin Welters

**Potenzial der High-Speed Physical Vapour
Deposition Technologie zur Abscheidung
oxidischer Werkzeugbeschichtungen**

Shaker Verlag
Düren 2021

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, 2020)

Copyright Shaker Verlag 2021

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

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8440-7903-6

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

Mein besonderer Dank gilt Univ.-Prof. Dr.-Ing. Kirsten Bobzin für die Unterstützung meiner Arbeit und die Möglichkeit, diese Arbeit während meiner Zeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Oberflächentechnik (IOT) der Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule (RWTH) Aachen anzufertigen. Darüber hinaus möchte ich mich bei Univ.-Prof. Dr. rer. nat. Joachim Mayer für die Übernahme des Zweitgutachtens und bei Univ.-Prof. Dr.-Ing. Dipl.-Wirt. Ing. Günther Schuh für den Vorsitz des Promotionsausschusses bedanken.

Die vorliegende Arbeit basiert auf den Forschungsarbeiten, die im von der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) geförderten Forschungsvorhaben „Untersuchung der High-Speed PVD-Technologie zur Herstellung von α -Al-O+X und Al-Ti-O+X-Beschichtungen für den Einsatz im Stahl-Druckguss“, BO 1979/42-1, durchgeführt wurden. Für die finanzielle Unterstützung der DFG sei an dieser Stelle gedankt. Ein besonderer Dank gilt auch Herrn Univ.-Prof. Dr. rer. nat. Joachim Mayer und den Mitarbeitern des Gemeinschaftslabors für Elektronenmikroskopie der RWTH Aachen University für die Erstellung und Bereitstellung der REM- und TEM-Aufnahmen.

Ein großer Dank gilt weiterhin ausnahmslos meinen aktuellen und ehemaligen Kollegen am IOT, die mich auf meinem Weg begleitet haben und immer für konstruktive Diskussionen zur Seite standen. Die Zusammenarbeit hat mir stets große Freude bereitet. Insbesondere möchte ich mich bei Dr.-Ing Martin Engels und Dr.-Ing. Matthias Thiex für die enge Freundschaft und den tagtäglichen Austausch im Arbeitsalltag sowie die tollen gemeinsamen Erlebnisse bedanken. Auch auf die Hilfe jedes einzelnen technischen und administrativen Mitarbeiters konnte ich mich immer verlassen und bin dankbar diese Unterstützung erfahren zu haben. Ein weiterer Dank für die tatkräftige Unterstützung bei den mannigfaltigen Arbeiten im Alltag gilt den studentischen Hilfskräften Susanna Backes, Anna Dunst, Liridon Hajdini und Jonas Eikam sowie den vielen Studienarbeitern.

Mein ganz besonderer und persönlicher Dank gilt meiner Familie, insbesondere meinen Eltern und meinem Bruder, für die stete Unterstützung meines Werdegangs sowie die Geduld und das Verständnis in den vergangenen Jahren. Abschließend gilt mein größter Dank meiner Frau Susanne und meiner Tochter Lina dafür, dass sie mich immer uneingeschränkt unterstützt und

Danksagung

mir liebevoll sowie motivierend beiseite gestanden haben, um sowohl die guten als auch die schlechten Phasen während des Studiums und der Promotion mit mir durchzustehen.

Zusammenfassung

Mit der Verwendung und Verarbeitung neuer Werkstoffe gehen erhöhte Anforderungen an die Werkzeuge einher, mit denen z.B. Titanlegierungen, hochfeste und hochtemperaturbeständige Legierungen oder auch faserverstärkte Werkstoffe in Zerspan-, Ur- und Umformprozessen verarbeitet werden. Zerspan- und Formgebungswerkzeuge sind bei der Verarbeitung entsprechender Werkstoffe komplexen Beanspruchungskollektiven ausgesetzt, bei denen eine Überlagerung mechanischer, chemischer und thermischer Beanspruchungen erfolgt. Konventionelle Werkzeugwerkstoffe halten diesen nur bedingt stand, weshalb sich die Abscheidung weniger Mikrometer dünner Beschichtungen auf Werkzeugen industriell etabliert hat. Aufgrund seiner exzellenten Hochtemperatureigenschaften und Warmhärte stellt $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ einen vielversprechenden Schichtwerkstoff dar, um die Standzeit von Fertigungswerkzeugen unter extremen Beanspruchungen weiter zu steigern. Die industrielle Herstellung erfolgt jedoch konventionell mittels Chemical Vapour Deposition (CVD) bei Temperaturen $T \geq 800\text{ }^\circ\text{C}$, was die Auswahl von Substratwerkstoffen erheblich einschränkt. Aufgrund technologischer und werkstoffspezifischer Eigenschaften, stellt der kombinierte Einsatz der High-Speed Physical Vapour Deposition (HS-PVD)-Technologie und die Abscheidung von $(\text{Al,Cr})_2\text{O}_3$ -Beschichtungen bei moderaten Temperaturen eine vielversprechende Alternative zu $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ -CVD-Schichten dar.

Vor diesem Hintergrund wird in dieser Dissertation die HS-PVD-Technologie zur Synthese dicker $(\text{Al,Cr})_2\text{O}_3$ -Beschichtungen bei moderaten Temperaturen erforscht. Dabei wird sowohl ein werkstoffseitiger als auch ein prozessseitiger Schwerpunkt gesetzt. Werkstoffseitig werden mittels systematischer Variation der Prozessparameter Substrattemperatur, O_2 -Reaktivgasfluss und Bias-Spannung grundlegende Zusammenhänge zwischen $(\text{Al,Cr})_2\text{O}_3$ -Phasenbildung bzw. Schichtdicke und den untersuchten Parametern deutlich. Die gewonnenen Erkenntnisse dienen dazu Prozessfenstern zur gezielten Abscheidung von amorphen und teilkristallinen $(\text{Al,Cr})_2\text{O}_3$ -Beschichtungen bei moderaten Temperaturen zu definieren. Die umfassende Untersuchung des Eigenschaftsprofils entsprechend synthetisierter $(\text{Al,Cr})_2\text{O}_3$ -Beschichtungen ist ebenfalls Gegenstand dieser Dissertation. Anhand der individuellen Eigenschaftsprofile der Beschichtungen werden potenzielle Einsatzgebiete der entwickelten $(\text{Al,Cr})_2\text{O}_3$ -Beschichtungen benannt und weiterer Forschungsbedarf abgeleitet. Prozessseitig wird deutlich, dass der HS-PVD-Prozess die Abscheidung dicker oxidischer Beschichtungen sowie die Beschichtung von innenliegenden Flächen von Bauteilen ermöglicht.

Abstract

The processing of new materials in machining, metal forming and casting processes is accompanied by increasing demands on tools when handling e.g. titanium alloys, high-strength and high-temperature-resistant alloys or fibre-reinforced materials. During the treatment of the materials, cutting and forming tools are exposed to complex stress collectives in which mechanical, chemical and thermal loads are superimposed. Conventional tool materials can only withstand these complex stresses to a limited extent, which is why the deposition of thin coatings on tools has become established in the industry over the past decades. Due to its excellent high-temperature properties and hot hardness, α - Al_2O_3 is a promising coating material for increasing the service life of production tools. However, industrial synthesis is conventionally carried out by chemical vapour deposition (CVD) at temperatures $T \geq 800$ °C, which considerably limits the choice of substrate materials. Due to technological and material-specific properties the combined application of high-speed physical vapour deposition (HS-PVD) technology and the deposition of $(\text{Al,Cr})_2\text{O}_3$ coatings represents a promising alternative to α - Al_2O_3 -CVD coatings.

The aim of the systematic variation of process parameters carried out in this work is to obtain fundamental process and coating-related knowledge concerning the deposition of $(\text{Al,Cr})_2\text{O}_3$ coatings by means of HS-PVD technology at moderate temperatures. The variation of the substrate temperature, the O_2 reactive gas flow and the bias voltage enables the definition of processes for the deposition of promising $(\text{Al,Cr})_2\text{O}_3$ coatings concerning the application on production tools. Moreover, analyses are performed to investigate the properties of $(\text{Al,Cr})_2\text{O}_3$ coatings in detail. Additionally, the challenges during the deposition of oxidic coatings by means of HS-PVD as well as the capacity of the technology for the deposition of thick, $s \geq 10$ μm , oxidic hard coatings under stable conditions are evaluated. The planned use of $(\text{Al,Cr})_2\text{O}_3$ coatings on cutting and forming tools requires sufficient thermal stability. Therefore, corresponding investigations are performed. Furthermore, the potential of HS-PVD technology regarding the homogeneous coating of internal surfaces by means of the convective particle transport is discussed and evaluated in this work.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Grundlagen und Stand der Forschung	5
2.1	Anwendungsfelder oxidischer Werkzeugbeschichtungen	5
2.2	Anforderungen an oxidische Werkzeugbeschichtungen	7
2.3	Grundlagen der physikalischen Gasphasenabscheidung	9
2.4	Al ₂ O ₃ -basierte Werkzeugbeschichtungen	14
2.4.1	Aluminiumoxid – Eigenschaften und Anwendungsgebiete	14
2.4.2	Al ₂ O ₃ als Schichtwerkstoff in der Dünnschichttechnologie	15
2.4.3	Ausgewählte, technisch relevante Al ₂ O ₃ -Phasen und ihre Eigenschaften	16
2.4.4	Abscheidung von α -Al ₂ O ₃ mittels PVD-Technologie	20
2.4.5	Cr ₂ O ₃ -Templates zur Synthese von α -Al ₂ O ₃	24
2.4.6	Metastabile α -(Al,Cr) ₂ O ₃ -PVD-Beschichtungen	27
2.4.7	Zwischenfazit - Abscheidung von α -(Al,Cr) ₂ O ₃ mittels PVD-Technologie	29
2.5	Verfahrensvariante der High-Speed Physical Vapour Deposition	31
2.5.1	Hohlkathoden-Glimmentladung	31
2.5.2	Das Gasflusssputtern – High-Speed Physical Vapor Deposition	33
2.6	Fazit – Forschungsbedarf	36
3	Zielsetzung und Lösungsweg	37
4	Ergebnisse	38
4.1	Prozesstechnische Herausforderungen bei der Abscheidung von (Al,Cr) ₂ O ₃ -Beschichtungen mittels HS-PVD-Technologie	38
4.2	Prozessfensterentwicklung zur Abscheidung von (Al,Cr) ₂ O ₃ -Beschichtungen mittels HS-PVD-Technologie	45
4.2.1	Variation der Prozesstemperatur T _p	51
4.2.2	Variation der Bias-Spannung U _b	65
4.2.3	Variation des Sauerstoffgasflusses \dot{Q}_{O_2}	76
4.3	Definition des Ausgangszustands vor den Auslagerungsversuchen	85
4.3.1	Bestimmung des Sauerstoffgehaltes der (Al,Cr) ₂ O ₃ -HS-PVD-Beschichtungen B20S und B80S mittels Elektronenstrahlmikroanalyse (ESMA)	88
4.3.2	Struktur- und Phasenanalyse der (Al,Cr) ₂ O ₃ -HS-PVD-Beschichtungen B20S und B80S mittels Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)	89

Inhaltsverzeichnis

4.3.3	Verbundanalyse mittels Ritztest an den auf 1.2344 abgeschiedenen (Al,Cr) ₂ O ₃ -Beschichtungen B20S und B80S	93
4.4	Hochtemperaturverhalten der (Al,Cr) ₂ O ₃ -Beschichtungen B20S und B80S	94
4.4.1	Untersuchung der Phasenstabilität durch Auslagerung im Vakuum	96
4.4.2	Analyse der Beständigkeit der (Al,Cr) ₂ O ₃ -Beschichtungen B20S und B80S in oxidierender Umgebung durch die isotherme Auslagerung an Atmosphäre	113
4.4.3	Zwischenfazit und Diskussion – Hochtemperaturverhalten	127
4.5	Einfluss der Oberflächenrauheit auf die Nanoindentation an HS-PVD-(Al,Cr) ₂ O ₃ -Beschichtungen	128
4.6	Exkurs – Innenbeschichtung von Bauteilen mittels HS-PVD-Technologie	132
5	Zusammenfassung	137
6	Ausblick	139
7	Literaturverzeichnis	141