

## Plasma-Oberflächentechnik · Materialphysik

# Abscheidung und Bewertung von wasserstoffhaltigen Hartstoffschichten auf Basis von Nb, C und N als verschleißschützende und trockenschmierende Funktionsschichten auf Zerspanungs- bzw. Umformwerkzeugen

### Wissenschaftlich-technische Problemstellung

Gegenwärtig werden in der Zerspanungstechnik mit Hartstoffen beschichtete Werkzeuge wie Spiralbohrer oder Wendeschneidplatten eingesetzt. Typische hierbei verwendete Schichtsysteme sind TiN, (Ti,Al)N, (Al,Cr)N und TiCN. Die Reibkoeffizienten gegen Stahl der meisten dieser Schichtsysteme werden dabei von den verschiedenen Lohnbeschichtern mit ca. 0,4 bis 0,8 angegeben. Aufgrund dieser verhältnismäßig hohen Reibzahlen wird beim Zerspanen ein hoher Teil der über das Schneidwerkzeug eingebrachten kinetischen Energie in Reibungswärme umgewandelt. Zu hohe Temperaturen bei der Zerspanung führen jedoch zu Schädigungen von Werkzeug und Werkstück. Trotz des Einsatzes von Schmierstoffen ist die Leistungsfähigkeit solcher Schichten bezüglich des einsetzbaren Vorschubs bzw. der Schnittgeschwindigkeit eingeschränkt. Auch auf Umformwerkzeugen werden Hartstoffschichten zum Verschleißschutz eingesetzt. Dabei spielen die Reibkoeffizienten zwischen Werkzeug und zu verarbeitendem Material ebenfalls eine bedeutende Rolle. Durch Schmierstoffzugabe wird versucht, Verschleiß durch Materialverschweißungen zwischen Werkzeug und Werkstück zu vermeiden. Abrasiver Verschleiß kann aufgrund von harten Partikeln, wie Karbiden und Nitriden, die in den zu verformenden Werkstücken enthalten sein können, auftreten. Daher ist neben den Gleiteigenschaften auch die Härte einer schützenden Schicht von großer Bedeutung.

In Voruntersuchungen konnten am fem Hinweise erarbeitet werden, dass es möglich ist, auf Basis von Nb, C und N niedrig reibende und harte Schichten durch Magnetronspütern zu erzeugen. Im Rahmen des hier beschriebenen Projekts wurden die Potenziale des Schichtsystems Nb-C:H:N untersucht.

### Schichtabscheidung

Die Abscheidung der Nb-C:H:N-Schichten erfolgte in einer modifizierten Anlage des Typs Z400 der Firma Leybold. Die eingebauten Kathoden waren vom Typ

PK75 mit einem Durchmesser von 75 mm. Der Abstand von der Target- zur Substratoberfläche betrug etwa 40 mm. Die Substrattemperatur wurde über ein in der Substrathaltergrundplatte fixiertes Thermoelement geregelt und wurde im Regelfall auf 200°C eingestellt. Prozessgase waren Argon 5,0, Stickstoff 5,0 und Acetylen 2,6. Es kamen metallische Niob-Targets mit der Reinheit 99,9% zum Einsatz. Anhand von Vorversuchen wurden die Obergrenzen der beiden Reaktivgase auf 6 sccm (Acetylen) bzw. 5 sccm (Stickstoff) festgesetzt. Die Kathodenleistung betrug bei den Beschichtungsversuchen konstant 300 W. Als Substrate kamen gehärteter Schnellarbeitsstahl (HSS 1.3343), Hartmetall (WC-Co, 6% Co) sowie 100-orientiertes Silizium zum Einsatz.

### Untersuchungsergebnisse

#### Allgemeine Schichteigenschaften

Die Abscheiderate der Nb-C:H:N-Schichten lag bei den eingesetzten Randbedingungen (statisches Substrat, 300 W Kathodenleistung) je nach Reaktivgasfluss zwischen 5 und 11  $\mu\text{m}/\text{h}$ . Die erzeugten Schichten waren dabei überwiegend röntgenamorph. Bei Bruchflächenuntersuchungen im Rasterelektronenmikroskop zeigten insbesondere die Schichten mit höheren C-Gehalten ein nahezu strukturloses Bruchbild. Lediglich bei stickstofffreien Schichten, die bei minimalem Acetylenfluss abgeschieden wurden, war eine stängelige Morphologie zu erkennen. Die mittels optischer Glimmentladungsspektroskopie (GDOS) ermittelten Gehalte der einzelnen Schichtkomponenten lagen für Nb bei ca. 5 bis 90 At-%, für C bei ca. 5 bis 85 At-% und für N bei ca. 0 bis 45 At-%. Der H-Gehalt der Schichten konnte mit dem eingesetzten Verfahren nur semiquantitativ bestimmt werden. Er verläuft aber in etwa parallel zum C-Gehalt, was in der gemeinsamen Herkunft aus dem Acetylen begründet ist. Die maximal ermittelten H-Gehalte wurden dabei zu einigen wenigen Atomprozent bestimmt. Die Korrosionseigenschaften Nb-C:H:N-beschichteter Stahlproben wurden im neutralen Salzsprühtest untersucht. An den untersuchten Systemen

konnte dabei nur eine sehr geringe Beständigkeit gegen korrosive Angriffe beobachtet werden. Alle untersuchten Proben wiesen bereits nach 1 h Auslagerung Korrosionsstellen auf. Nach 24 h wurden an allen Systemen massive Rostausblutungen festgestellt.

### Schichthaftung

Die Haftfestigkeit der erzeugten Nb-C:H:N-Schichten wurde mit dem Rockwell-Eindrucktest untersucht. Auf HSS zeigte die Haftfestigkeit der Nb-C:H(N)-Schichten eine deutliche Abhängigkeit von den Reaktivgasflüssen. Die Haftfestigkeit der untersuchten Schichtsysteme verringerte sich sowohl mit zunehmendem Stickstoff- als auch mit zunehmendem Acetylenfluss, wobei dem Acetylen ein deutlich stärkerer Einfluss zuzuordnen war. Der negative Einfluss des Acetylens auf die Schichthaftung war dabei in Kombination mit Stickstoff deutlich stärker ausgeprägt als bei der reinen Abscheidung von Nb-C:H. Insgesamt wurden sehr gute bis mäßige Haftfestigkeitswerte gemäß VDI 3198 zwischen 1 und ca. 4 gemessen.

### Schichthärte

Die Härte wurde mittels instrumentierter Eindringprüfung bestimmt (DIN EN ISO 15477-1). Messgerät war ein Fischerscope H100 der Firma Fischer, mit einer Vickerspyramide als Indentor. Es wurden maximale Schichthärtewerte von bis zu 3000 HV 0,002 gemessen. Das Härtemaximum lag bei Schichten, die bei relativ geringen Acetylen- und mittleren Stickstoffflüssen abgeschieden wurden. Höhere Acetylenflüsse führten zu weniger harten Schichten bis hinab zu ca. 1300 HV für stickstofffreie und ca. 1600 HV für stickstoffhaltige Schichten.

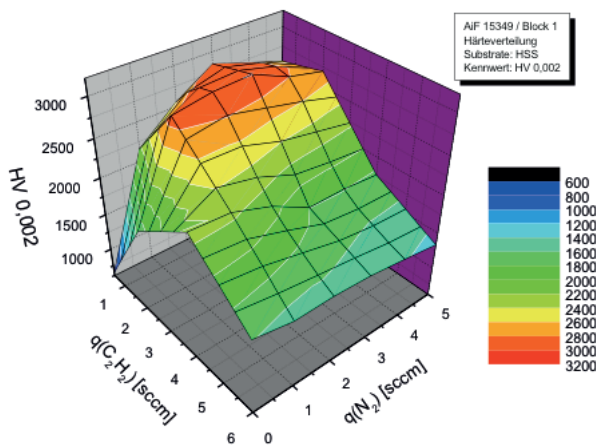


Abb. 1 | Vickershärte von Nb-C:H:N-Schichten in Abhängigkeit der Reaktivgasflüsse

### Reibungs- und Verschleißigenschaften

Die Untersuchung bezüglich der tribologischen Eigenschaften der Nb-C:H:N-Schichten erfolgte unter Einsatz eines Stift-Scheibe-Tribometers der Firma CSEM. Als

Stift fungierte eine Kugel mit einem Durchmesser von 6 mm, die mit einer Normalkraft von 5 N gegen die rotierende, beschichtete Probe gedrückt wurde. Die Gleitgeschwindigkeit zwischen Probe und Stift betrug ca. 50 mm/s. Im Rahmen des Projekts kamen als Kugelmateriale die Werkstoffe Stahl (100Cr6), Edelstahl, Aluminium, Hartmetall und Aluminiumoxid zum Einsatz. Die Bestimmung des Schichtverschleißes erfolgte nach 10.000 Umdrehungen durch Vermessen der Verschleißspurtiefen mit einem taktilen Profilometer.

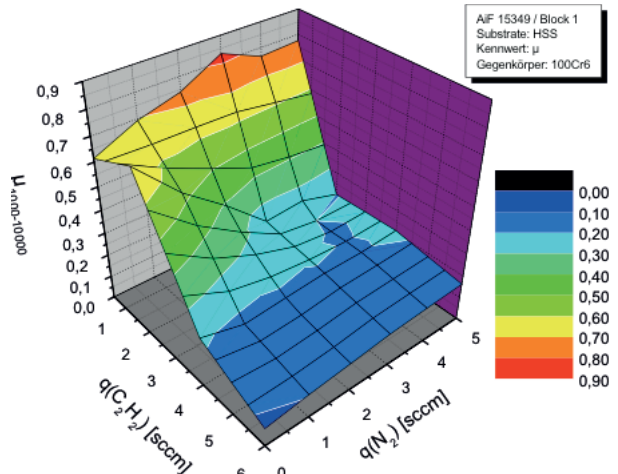


Abb. 2 | Reibzahl von Nb-C:H:N-Schichten gegen 100Cr6 in Abhängigkeit der Reaktivgasflüsse

Es zeigte sich, dass ein steigender Acetylenfluss bei stickstofffreien Nb-C:H-Schichten zunächst einen leichten Anstieg und bei weiterer Erhöhung einen massiven Rückgang der Reibzahl  $\mu$  nach sich zog. Diese Beobachtung war unabhängig vom jeweiligen Reibpartner. Bei allen stickstoffhaltigen untersuchten Tribosystemen bewirkte ein steigender Acetylenfluss stets einen Rückgang der Reibzahl. Die Spannweite der ermittelten Reibzahlen war gegen 100Cr6-Stahl am höchsten und reichte hier von ca. 0,85 bei kohlenstoffarmen, leicht stickstoffhaltigen Schichten bis hinunter zu ca. 0,08 bei stickstofffreien Nb-C:H-Schichten, die bei maximalem Acetylenfluss abgeschieden wurden. Im Bereich des Härtemaximums wurden gegen 100Cr6 Reibwerte um die 0,25 festgestellt. Die Spannweiten der in den verschiedenen Tribosystemen ermittelten Reibzahlen betrugen gegen Edelstahl 0,75 bis 0,1, gegen Aluminium 0,6 bis 0,3, gegen Hartmetall 0,7 bis 0,06 und gegen Aluminiumoxid 0,65 bis ca. 0,06.

Der Schichtverschleiß nahm mit zunehmendem Acetylenfluss ab. Sehr geringe Verschleißwerte wurden bei Schichten gefunden, die bei mittleren bis höheren Acetylen- und Stickstoffflüssen abgeschieden wurden.

### Thermische Beständigkeit

Die thermische Beständigkeit der Schichten wurde untersucht, indem beschichtete Hartmetallproben an Luft

bei verschiedenen Temperaturen bis 500°C für 1 h ge-  
glüht wurden. Dabei wurden vor und nach der Glühung  
die Schichthärte sowie die tribologischen Eigenschaften  
bestimmt. Aus der Änderung der ermittelten Kennwer-  
te wurde die Temperaturbeständigkeit der Schichten  
abgeleitet. Es zeigte sich, dass bereits geringe Mengen  
Stickstoff bei der Beschichtung zu einer deutlichen Er-  
höhung der thermischen Beständigkeit von Nb-C:H-Ba-  
sisschichten führten. In Abb. 3 ist am Beispiel von Nb-  
C:H(N)-Schichten, die bei einem Acetylenfluss von 4  
sccm abgeschieden wurden, deutlich zu erkennen, dass  
die thermisch induzierte Erhöhung des Schichtver-  
schleißes im Stift-Scheibe-Test gegen 100Cr6 durch die  
Beigabe von Stickstoff massiv zurückging. Beim maxi-  
malen Stickstofffluss von 5 sccm war keine Beeinflus-  
sung des Schichtverschleißes durch die vorausgegan-  
ene Glühung mehr festzustellen.

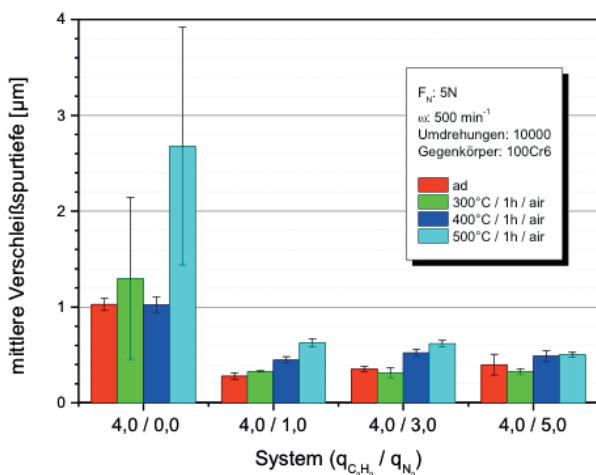


Abb. 3 | Verschleißspurtiefe (Stift-Scheibe-Test) in Abhängigkeit  
von Stickstofffluss und Glühetemperatur

## Weitere Untersuchungen

Neben den oben genannten Laboruntersuchungen  
wurden auch praxisnahe Verschleißtests an Zersp-  
anungswerkzeugen aus Hartmetall durchgeführt. Dazu  
wurden VHM-Bohrer mit ausgewählten Nb-C:H:N-  
Schichten beschichtet und zur Zerspung von Stahl  
(St37), Aluminium und Edelstahl eingesetzt. An den  
Nb-C:H:N-beschichteten Bohrern wurde eine gewisse  
Tendenz zur Aufbauschneidenbildung festgestellt. Die  
Schichten zeigten insgesamt jedoch ein überwiegend  
ähnliches Verhalten wie kommerziell verfügbare Refe-  
renzschichten. Sehr kohlenstoffreiche Schichten schie-  
nen sich jedoch insbesondere für die Zerspung von  
Edelstahl schlecht zu eignen. Ferner wurden verschie-  
dene Mehrlagen- und Gradientenschichten des Systems  
Nb-C:H:N durch Pulsen des Acetylenflusses erzeugt  
und untersucht. Es konnten jedoch keine Verbesserun-  
gen der Schichteigenschaften, verglichen mit dem kor-  
respondierenden Monolagensystem, festgestellt wer-  
den.

## Danksagung

Das Forschungsinstitut Edelmetalle + Metallchemie be-  
dankt sich beim Bundesministerium für Wirtschaft und  
Technologie, welches das IGF-Vorhaben 15349 über die  
Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereini-  
gungen Otto von Guericke e.V. (AIF) im Rahmen des  
Programms zu Förderung der industriellen Gemein-  
schaftsforschung und -entwicklung (IGF) gefördert hat.  
Der vollständige Sachbericht kann beim fem bestellt  
werden.

Projekt: AiF 15349

### Ansprechpartner

fem | Forschungsinstitut Edelmetalle + Metallchemie | Katharinenstraße 17 | 73525 Schwäbisch Gmünd  
Dipl.-Ing. (FH) Herbert Kappl, [kappl@fem-online.de](mailto:kappl@fem-online.de)