

FRAUNHOFER-INSTITUT FÜR WERKSTOFFMECHANIK IWM
FRAUNHOFER-INSTITUT FÜR SCHICHT- UND OBERFLÄCHENTECHNIK IST

HERSTELLUNG, MODELLIERUNG UND BEWERTUNG NANOSTRUKTURIERTER HOCHTEMPERATURSTABILER SCHICHTEN FÜR UMFORMWERKZEUGE - NANOWERK

Abschlussbericht

BMBF FÖRDERKENNZEICHEN: 03X0145E

FhG-Projektnummer: 810096

Dr. Andreas Kailer
Tobias Moser, B. Eng.
Dr. Michael Walter
Dr. Alexander Held

Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM
Wöhlerstraße 11, 79108 Freiburg

Dr.-Ing. Martin Keunecke
Dr. Klaus Bewilogua
Fraunhofer-Institut für Schicht- und Oberflächentechnik IST
Bienroder Weg 54 E, 38108 Braunschweig

GEFÖRDERT VOM



**Bundesministerium
für Bildung
und Forschung**

HERSTELLUNG, MODELLIERUNG UND BEWERTUNG NANOSTRUKTURIERTER HOCHTEMPERATURSTABILER SCHICHTEN FÜR UMFORMWERKZEUGE - NANOWERK

Abschlussbericht

Tobias Moser, Dr. Andreas Kailer, Dr. Michael Walter, Dr. Alexander Held

Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM
Wöhlerstraße 11
79108 Freiburg

Dr.-Ing. Martin Keunecke, Dr. Klaus Bewilogua

Fraunhofer-Institut für Schicht- und Oberflächentechnik IST
Bienroder Weg 54 E, 38108 Braunschweig

Projektnummer: 311464.Nanowerk

Bewilligungszeitraum: 01.07.2014 bis 30.06.2016 (verlängert bis 30.09.2016)

Berichtszeitraum: 01.01.2014 bis 30.09.2016

Bericht Nummer: 118/2017

Datum des Berichts: 20.03.2017

AUFTRAGGEBER: BMBF, FÖRDERKENNZEICHEN: 03X0145E

Inhalt

1	Kurzdarstellung.....	4
1.1	Thema und Zielsetzung des Vorhabens	4
1.2	Wissenschaftlicher und technischer Stand	5
1.2.1	Schichtsysteme und Tribologie	5
1.2.2	Atomistische Werkstoffmodellierung.....	6
1.3	Zusammenarbeit mit anderen Stellen	7
2	Darstellung des Projektverlaufs.....	10
2.1	Material und Methoden	10
2.2	Erzielte Ergebnisse.....	17
2.2.1	Untersuchungen mit dem Hochtemperatur-Tribometer (IST).....	17
2.2.2	Reibversuche auf dem Rotationstribometer	20
2.2.3	Untersuchungen auf dem Pressreib-Prüfstand	32
2.2.4	Werkstoffmodellierung	37
2.2.4.1	Dotierung mit Wolfram	37
2.2.4.2	Dotierung mit Bohr und Kohlenstoff	38
2.2.4.3	Schersimulationen	40
2.2.4.4	Experimentelles Schichtsystem.....	40
2.2.4.5	Eigenschaften von TiC_xN_{1-x}	41
2.2.4.6	Adhäsionssimulation zu Al auf TiAlN	41
2.2.4.7	Schersimulation und Adhäsion von Al_2O_3 auf TiAlN	42
2.2.4.8	Schersimulation aller drei Komponenten	43
2.2.5	Untersuchungen an beschichteten Werkzeugen nach Einsatztests	52
2.3	Bekannte Forschungsfortschritte von anderen Stellen.....	54
2.4	Erfolge oder geplante Veröffentlichungen	54
3	Zusammenfassung und Diskussion	55
4	Verwertungsaussichten	58
5	Erfolgskontrollbericht.....	59

1 Kurzdarstellung

1.1 Thema und Zielsetzung des Vorhabens

Gegenstand des Projekts war die Entwicklung und Qualifizierung nanostrukturierter Schichten für Fließpress- und Strangpresswerkzeuge zur Formgebung von Aluminiumlegierungen. Aktuelle Trends in der Umformtechnik wie die zunehmende Verwendung hochfester Al-Legierungen, steigende Anforderungen an die Maßgenauigkeit und Oberflächengüte der hergestellten Teile sowie die Notwendigkeit, höhere Umformgrade zu erzielen, verlangen neue, auf den jeweiligen Einsatz abgestimmte Werkzeugbeschichtungen. Daraus leitet sich die Notwendigkeit ab, nanostrukturierte Werkzeugbeschichtungen mit einer Temperaturbeständigkeit bis zu ca. 700°C zu entwickeln, die eine hohe Verschleißbeständigkeit und geringe Adhäsionsneigung gegenüber den umzuformenden Werkstoffen mit guten Gleiteigenschaften vereinen. Diese sind für den Einsatz bei Formgebungsprozessen so zu optimieren und an die verschiedenen Legierungstypen anzupassen, dass sie die Herausforderungen der zukünftigen Produktion erfüllen.

Dafür wurde ein neuer Ansatz zur Weiterentwicklung nanostrukturierter Hochleistungsschichten angewendet und erprobt. Die Idee hier ist der Einsatz der Multiskalenmaterialmodellierung zur Beschreibung des Verhaltens einzelner zusätzlicher Elemente im Schichtverbund unter Einfluss der Temperatur und der tribologischen Belastung. Die zur Auswahl stehenden Elemente sind vor allem Übergangselemente z.B. Wolfram, Vanadium sowie Bor, die mit dem in der Atmosphäre vorhandenen Sauerstoff und dem in der Luft und in den Schichten vorhandenen Stickstoff Oxide und Nitride bilden, die zu niedrigen Reibwerten und geringer Adhäsion bei gleichbleibend hohem Verschleißwiderstand führen. In diesem Projekt sollen Bor und Wolfram haltige TiAlN-Schichten untersucht werden.

Während bei der Wirkung von Vanadium z.B. in TiAlVN- und CrVN-Schichten auf eigene Erkenntnisse und auch Literaturangaben zurückgegriffen werden kann, stehen die Untersuchungen zur Wirkung von Wolfram und Bor eher am Anfang und bieten, wie einige Veröffentlichungen und eigene Voruntersuchungen (s. Kap. 1.2.1) zeigen, ein erhebliches Entwicklungs- und Anwendungspotential. Die Oberflächen von Strangpress- und Fließpresswerkzeugen für die Halbwarm- und Warmumformung anderer Metalle werden heute schon teilweise beschichtet, wobei sowohl PVD- als auch CVD-Verfahren (PVD, CVD: Physical bzw. Chemical Vapor Deposition) zum Einsatz kommen. CVD-Verfahren sind besonders dann vorteilhaft, wenn komplexe Geometrien mit sehr gut haftenden Schichten zu beschichten sind. Heute gelingt es, mit CVD-Verfahren unterschiedliche Typen von Hartstoffschichten, z.B. TiN, TiCN, TiBN, Al₂O₃ und seit kurzem auch TiAlN und TiAlCN herzustellen.

In diesem Projekt sollten mit beiden Verfahren hochtemperaturstabile nanostrukturierte Schichten für den Einsatz in Formprozessen hergestellt werden. Insbesondere mit Sputter-Verfahren lassen sich sehr glatte und fehlerarme Schichten abscheiden. Im Vergleich zu den CVD-Verfahren ist mit PVD-Verfahren eine größere Vielfalt an Schichtmaterialien leichter realisierbar, bei komplexen Geometrien ist aber wegen des gerichteten Stroms der schichtbildenden Teilchen mit Einschränkungen zu rechnen. Beide Techniken sollten eingesetzt und verglichen werden, wobei die PVD-Sputterverfahren beson-

ders für ein Material-Screening geeignet sind, dessen Ergebnisse später teilweise auf CVD-Techniken übertragen werden können.

Das Ziel des Projekts war, wirtschaftlichere Umformprozesse im Temperaturbereich bis 700°C durch gesteigerte Lebensdauer und verbesserte Gleiteigenschaften der Werkzeuge zu ermöglichen. Dies sollte durch neue hochtemperaturstabile nanostrukturierte Schichten mit hoher Verschleißbeständigkeit, niedriger Reibung und verringerter Adhäsion erreicht werden, die mit atomistischer Modellierung und werkstoffmechanischen Methoden maßgeschneidert werden. Die Nanostrukturierung bestand dabei sowohl aus Multilayersystemen als auch aus durch Bor- und Wolframzusätze unter Anwendungsbedingungen entstehenden Nanostrukturen.

Dieses Ziel sollten über folgende Teilziele erreicht werden:

- Weiterentwicklung speziell auf Formwerkzeuge angepasster ternärer und quaternärer Schichten mit nanostrukturiertem Gefüge auf der Basis atomistischer Modellierungen,
- Ermittlung der Beziehungen zwischen Oberflächen- und Schichtnanostruktur, Nanohärte, Adhäsion, Reibungs- und Verschleißkoeffizient unter betriebsähnlichen Belastungen,
- Ermittlung der Schädigungs- und Versagensprozesse, deren atomistische Modellierung und Simulation zur Ableitung von Schichtoptimierungsstrategien,
- Umsetzung der Schichtoptimierungsstrategien in industrierelevante Beschichtungsprozesse
- Nachweis der Leistungsfähigkeit der beschichteten Werkzeuge.

1.2 Wissenschaftlicher und technischer Stand

1.2.1 Schichtsysteme und Tribologie

Nanostrukturierte Schichtsysteme werden im Werkzeugbau zunehmend untersucht und eingesetzt, um den Verschleiß von Werkzeugen herabzusetzen und das tribologische Verhalten des Systems Werkzeug-Kühlschmiermittel-Werkstück zu verbessern. Es wird versucht, mit den verschiedensten Schichtsystemen im Wesentlichen über »Trial and Error« und Mikrostrukturuntersuchungen die unterschiedlichen Anwendungen von der Formgebung über die Umformung bis zur Zerspanung abzudecken – und das für die verschiedensten zu bearbeitenden Materialien wie Stähle, Nickelbasislegierungen und Bunt- und Leichtmetalle bis hin zu faserverstärkten Metallen, Kunststoffen, Kohlenstoffen und Keramiken. Zur ausführlichen Darstellung des Stands der Technik sei z.B. auf die Übersichtsartikel von Erdemir und Voevodin und von Muratore und Voevodin verwiesen.

Ausgehend von eingeführten Werkzeugbeschichtungen wie z.B. CrN, TiN oder TiAlN können Nanostrukturierungen durch Partikel, Multilagen, Reaktionen bei hohen Temperaturen und/oder Oberflächentopographie zu verbesserten thermischen, chemischen, optischen, mechanischen und/oder tribologischen Eigenschaften führen. Beispiele dafür sind:

- Partikel aus MoS₂, WS₂ oder Ag, die in den Schichten als Festschmierstoff wirken,

- TiAlN–ZrN-Multilagenschichtsysteme, die eine über die Einzelschichten hinausgehende besonders hohe Korrosions- und Verschleißbeständigkeit bei der Glasformgebung bei etwa 650 - 700 °C,
- vanadiumhaltige Schichten, die unter tribologischen Beanspruchungen Phasenumwandlungen durchlaufen, bei denen sich bei Temperaturen oberhalb von etwa 550 °C nanoskalige V₂O₅-Kristalle mit niedrigen Reibwerten bilden,
- während der Beschichtung sich selbstorganisierende Nanostrukturen,
- borhaltige Nanokomposite-Schichten, die gute tribologische Eigenschaften in einem großen Temperaturbereich erwarten lassen. Die Reibungsreduzierung durch Borverbindungen beruht darauf, dass sich an den Oberflächen aus Boroxiden Borsäureverbindungen (H₃BO₃) ausbilden, die sehr niedrige Reibwerte aufweisen können. Gerade in jüngster Zeit wurde in der Fachliteratur mehrfach auf die Möglichkeiten zur Verbesserung tribologischer Eigenschaften durch nanostrukturierte borbasierte Schichtsysteme hingewiesen.
- Nanocomposite-Schichtsysteme für Werkzeuge, wie sie auf der Basis von TiAlN am Institut für Oberflächentechnik an der RWTH Aachen entwickelt werden,
- Neuartige nanostrukturierte Funktions- und Schutzschichten in den Systemen B–C–N–H, (V,Al)(C,N) und (Ti,Al)(N,C) für Anwendungen im Bereich der Nanotechnologie und Tribologie, wie sie am Institut für angewandte Materialien am KIT entwickelt werden und
- nanostrukturierte Schichtsysteme auf Basis von modifizierten CrAlN-Schichten und wolframhaltigen Schichtsystemen, die bei hohen Temperaturen reibungsmindernde Oxide bilden, wie sie am Fraunhofer IST untersucht wurden, und die in Abschnitt 2.2 näher erläutert werden.

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass sowohl TiAlN als auch CrAlN Nanokompositschichten prinzipiell für Hochtemperaturanwendungen geeignet sind. Da CrAlN bisher nicht durch CVD-Verfahren abgeschieden werden kann, soll im Rahmen des Projektes vorrangig TiAlN als Basis für die Schichtentwicklung verwendet werden. Von den aufgeführten Ansätzen zur Reibungsreduzierung sind für die gestellte Aufgabe vor allem der Einbau der Elemente Bor und Wolfram vielversprechend, da sich diese auch mit CVD-Verfahren abscheiden lassen. Dadurch ist eine spätere Übertragbarkeit der entwickelten Nanokompositschichten auf CVD-Prozesse prinzipiell gewährleistet.

1.2.2 Atomistische Werkstoffmodellierung

Die Modellierung auf atomistischer Ebene wird dazu eingesetzt, die nanostrukturierten Schichtsysteme für Ihren Einsatz als Formwerkzeuge zu optimieren. Ab-initio Methoden wie die Dichtefunktionaltheorie (DFT) basieren auf der Berechnung der zugrundeliegenden elektronischen Struktur und erlauben eine genaue Bestimmung chemischer Wechselwirkungen auch in komplexen Materialien. Aus der Kenntnis der in Computersimulationen berechneten elektronischen Struktur lassen sich zudem wichtige mechanische und thermodynamische Materialeigenschaften bestimmen.

Damit der Dotierung der Nitridschichten durch B oder W weitgehend Neuland betreten wird, ist die Aufklärung der chemischen Wechselwirkungen dieser Elemente in der Wirtsmatrix aber auch mit dem Reibpartner von großer Bedeutung für eine zielgerichtete Optimierungsstrategie der Schichtsysteme. So erlauben die ab-initio Methoden die Berechnung der Bindungsenergien der Dotierungsatome bzw. Cluster im Wirtsmaterial sowie die Bestimmung der Diffusionsbarrieren einzelner Atome. Zudem lässt sich der

Einfluss der Dotierung auf die Adhäsionseigenschaften der Werkzeugoberfläche bzgl. des zu bearbeitenden Werkstoffs bestimmen.

In den Schichtsystemen ist die Abstimmung der Materialeigenschaften der einzelnen Lagen von hoher Bedeutung, um etwa interne Spannungen im Schichtsystem zu minimieren. Hier bieten sich DFT-Simulationen an, mit denen die elastischen Eigenschaften der dotierten Einzellagen und der Schnittstellen zwischen verschiedenen Lagen untersucht werden können. Zudem lassen sich über die Bestimmung der freien Energie die Systeme thermodynamisch beschreiben, wobei die Phasengleichgewichte und evtl. auftretende Phasenumwandlungen, welche die Stabilität der nanostrukturierten Schichtsysteme wesentlich beeinflussen, ermittelt werden können. Darüber hinaus können auch thermische Eigenschaften wie Wärmeausdehnung und Wärmeleitfähigkeit auf Basis der Nanostruktur vorhergesagt werden.

Die Bildung von Oxiden an der Werkzeugoberfläche ist maßgeblich für die Wechselwirkung des Werkzeugs mit dem Reibpartner und für die Korrosionseigenschaften verantwortlich. Aufgrund ihrer guten Eignung zur Beschreibung chemischer Prozesse können mit DFT-Methoden die Bildung von Oxiden an der Werkzeugoberfläche und die Bindungsstärke der Oxide an der Oberfläche untersucht werden. Es ist zu erwarten, dass die Oxidbildung und die Stabilität der gebildeten Oxide maßgeblich von der Dotierung sowie vom Schichtaufbau beeinflusst werden. Ein Screening der verschiedenen Dotierungselemente und deren Einfluss auf die Diffusion von Sauerstoff im Material sowie auf die Eigenschaften der gebildeten Oxide können wichtige Hinweise für das Design verschleiß- und korrosionsbeständiger Materialien liefern.

Von maßgeblicher Bedeutung für die Härte und Verschleißbeständigkeit der Werkzeugbeschichtung sind die Scherfestigkeit des nanostrukturierten Schichtsystems an den Schnittstellen verschiedener Materialien und die Bildungsenergie der beteiligten Grenzflächen, die mit DFT-Methoden bestimmt werden können. Auch der Einfluss von Dotierungselementen und Defekten in den Schichtgrenzen auf die Materialfestigkeit kann so ermittelt werden.

1.3 Zusammenarbeit mit anderen Stellen

Im Rahmen verschiedener Projekte wurden im **Fraunhofer IST** nanostrukturierte Hartstoffschichten für und Hochtemperaturanwendungen von Zerspanwerkzeugen entwickelt: Mittels gepulster Magnetron-Sputterverfahren konnten verschiedene Elemente und Phasen flexibel kombiniert und als glatte und »Droplet«-freie Beschichtung abgeschieden werden. Diese Technologie wurde in dem kürzlich abgeschlossenen BMBF geförderten Projekt »NanoHM« zur Weiterentwicklung von TiAlN-basierten Schichtsystemen durch Modifikation mit Elementen wie z. B. Cr und Si verwendet. Der vom Fraunhofer IST verfolgte Ansatz besteht dabei in einem strukturellen Schichtdesign aus Nano- oder Multilagen. Mit diesem Konzept können Beschichtungen hoher Härte (> HV 4000) und Verschleißbeständigkeit bei gleichzeitig verbesserter Haftfestigkeit hergestellt werden. Ein weiterer Vorteil der nanostrukturierten Schichtsysteme (CrAlTiN und CrAlTiSiN) liegt in einer im Vergleich zu TiAlN deutlich gesteigerten Oxidationsbeständigkeit. Mögliche Einsatztemperaturen über 1000 °C ebnen den Weg für neue Anwendungen unter extremen Bedingungen wie in der Zerspanung und in Formge-

bungsprozessen bei hohen Temperaturen. Die Magnetron-Sputter-Technik wurde ferner für die Abscheidung verschiedener Ti-Al-basierter Schichten, darunter die oben erwähnten Modifikationen mit Cr und Al sowie MAX-Phasen-Schichten angewendet. Da im geplanten Projekt Bor-basierte Schichten betrachtet werden sollen, sei hier erwähnt, dass das Fraunhofer IST seit vielen Jahren auf dem Gebiet der Sputterabscheidung borhaltiger Schichten, dabei auch von Schichten aus kubischem Bornitrid (c-BN), arbeitet und daher umfangreiche Erfahrungen mit B-basierten Schichtmaterialien in das geplante Projekt einbringen kann.

Der Einfluss von Oxidationserscheinungen bei hohen Temperaturen auf das Reibungsverhalten von Schichten und Werkstoffen im Kontakt mit Stahl, Edelstahl und Titan konnte in Vorversuchen mit einem Hochtemperatur-Tribometer am Fraunhofer IST untersucht werden. Es wurden tribologische Tests im Temperaturbereich bis 900 °C sowohl in Umgebungsluft als auch in Schutzgasatmosphäre durchgeführt. Im Rahmen noch laufender Projekte durchgeführte Untersuchungen zeigten, dass insbesondere wolframhaltige Schichten deutlich niedrigere Reibwerte bei der Anwesenheit von Luftsauerstoff aufweisen. Durch eine gezielte Kombination mit oxidationsbeständigen Bestandteilen muss jedoch eine vollständige Oxidation der Schicht verhindert werden. Im Rahmen des BMBF-Vorhabens »SenWerkUm« und eines AIF/IGF-Vorhabens wurden die Verschleißigenschaften von CrVN und TiBN Werkzeugbeschichtungen beim Gesenkschmieden getestet. Dabei wurden ein erhöhter Widerstand gegen Abrasivverschleiß und ein verbesserter Materialfluss erreicht. Auf die Lebensdauer der Werkzeuge hatte dies jedoch keinen Einfluss, da die Werkzeuge vorher durch Rissbildung im Grundwerkstoff in Folge der hohen Thermoschockbelastung beim Gesenkschmieden ausfallen. Anwendungen mit hoher Thermoschockbelastung sollen daher in diesem Projekt nicht betrachtet werden.

WOLF hat in den letzten Jahren große Fortschritte auf dem Gebiet der Bauteilbeschichtungen gemacht. Ursprünglich aus der VHM-Werkzeugsparte kommend liegt der Anteil der Bauteilbeschichtung mittlerweile bei ca. 50%, mit wachsender Tendenz. Stetig wachsend ist dabei auch der Bereich der Beschichtung mit nanostrukturierten Hartstoffschichten auf TiAl-Basis. Hier hat sich WOLF eine Kompetenz mit nanostrukturierten Multilagenschichten wie Hyperlox (AlTiN mit Ti-Nanolagen) oder CA220 (AlCr mit Cr-Nanolagen) erarbeitet, die auf die hier untersuchten neuen Schichtsysteme übertragen werden soll. Besonders die mit der Anlagentechnik einhergehende Flexibilität bei unterschiedlichen Schichtwerkstoffen hat diese Entwicklung entscheidend unterstützt, die zukünftig noch in Richtung anderer PVD Technologien ausgebaut werden soll.

WEFA hat in den letzten Jahren große Fortschritte bei der CVD-Beschichtung von Formgebungs- und Umformwerkzeugen erarbeitet. So ist es gelungen die beim CVD-Verfahren nötigen Beschichtungstemperaturen von etwa 1000 °C auf bis zu 800 °C abzusenken und dabei auch mehrlagige Schichten mit einer kolumnaren bzw. stängeligen Struktur zu erzeugen. Die Qualifizierung der Schichten im Kontakt Aluminium erfolgt in einem an die Bedingungen des Strangpressens angepassten Tribometer bzw. Langzeitverschleißteststand

Am **Fraunhofer IWM** ist es neben der Entwicklung der korrosions- und verschleißbeständigen TiN/AlN-Multilayerschichten im InnoNet-Projekt Nanoskin erstmals gelungen, anorganische und organische Schichtmaterialien in einem Hybridprozess derart zu kombinieren, dass eine nanostrukturierte Schicht mit günstigen Entformungseigen-

schaften gegenüber Polycarbonat und Polyurethan auf Werkzeugeinsätzen abgeschieden werden konnte. Die Werkzeuge eignen sich, um entspiegelte (dem Mottenaugeneffekt nachempfundene) beständige Oberflächen herzustellen. Durch Prozessmodifizierungen lassen sich auch Oberflächenstrukturen beeinflussen. Z.B. konnten durch den Einbau von Vanadium (V) in CrN-Schichten die ursprünglich kuppenförmige Oberflächen in nöpfchenförmige verändert werden (Fraunhofer IST, unveröffentlicht, Abbildung 3). Im Rahmen aktueller Untersuchungen werden Reibungs- und Verschleißversuche an verschiedenen hochtemperaturstabilen Schichtsystemen in Laboratmosphäre durchgeführt. Diese auch für dieses Projekt vorgesehenen Versuche zeigen, dass die Temperaturführung über den gesamten Bereich von Schicht, Reibspur und Gegenkörper während der Versuchsdauer noch nicht ausreichend präzise eingestellt werden kann. Hier soll ein neues Heizsystem für die Realisierung anwendungsnaher Temperaturbedingungen entwickelt und appliziert werden.

2 Darstellung des Projektverlaufs

2.1 Material und Methoden

Es wurden mehrere Beschichtungssysteme auf deren Verschleißbeständigkeit im Kontakt mit unterschiedlichen Aluminiumlegierungen untersucht. Die verschiedenen Beschichtungssysteme können unterteilt werden in homogene Hartstoffbeschichtungen und Mehrlagenschichten. Die nachfolgende Abbildung zeigt eine Übersicht über die untersuchten Beschichtungen.

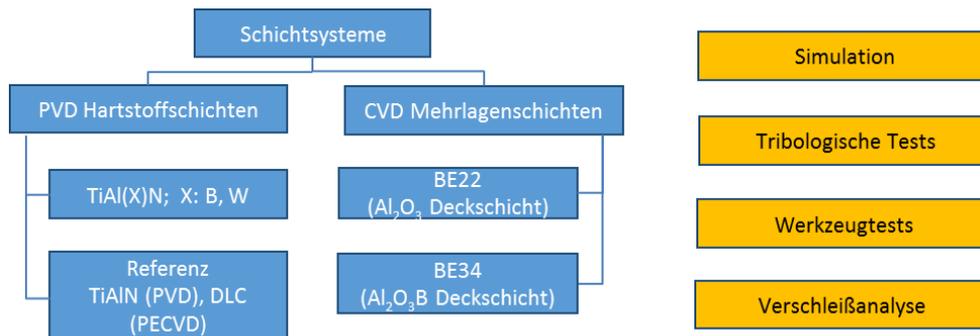


Abbildung 1: Übersicht der untersuchten Beschichtungssysteme und Untersuchungsmethoden.

Um einen einheitlichen Oberflächenzustand für die Beschichtungen zu gewährleisten, wurden verschiedene Stahl-Proben, bereitgestellt von den Projektpartnern (VIKING/alutec, DIEVAR/ Wolf, HSS/Fraunhofer IWM und Kaltarbeitsstahl 1.2379/Wolf), die im geschliffenen Zustand angeliefert worden waren, am Fraunhofer IST poliert. Das Polieren erfolgte nach einer einheitlichen Prozedur, die zu Oberflächenrauigkeiten $R_a < 0,02 \mu\text{m}$ führte. Die speziell für das Projekt ausgewählten Substratmaterialien VIKING und DIEVAR hatten vor den Beschichtungen Härten $\text{HRC} > 50$.

Nachfolgend werden die einzelnen Beschichtungssysteme näher erläutert

Homogene, titanbasierte Hartstoffbeschichtungen

Die am Fraunhofer IST und auch vom Projektpartner Wolf genutzten Beschichtungsverfahren sind sog. reaktive Magnetron-Sputter-Verfahren. Die Beschichtungen mit modifizierten TiAl(X)N-Schichten (X steht für die zusätzlich eingebauten Elemente Bor oder Wolfram) am Fraunhofer IST erfolgten in einer kommerziellen Sputteranlage CC 800 (CemeCon AG, Würselen, Deutschland), die ein Kammervolumen von ca. $0,8 \text{ m}^3$ hat und mit 4 Magnetron-Targets ausgestattet ist. In verschiedenen Beschichtungsserien sind als Elemente X Bor (B) und Wolfram (W) über Titan-Diborid(TiB₂)- bzw. Wolfram-Targets in die Schichten eingebracht wird. Abbildung 2 zeigt das Schema der Anlage. Für „reine“ TiAlN-Schichten wird in der Regel mit 4 TiAl-Targets gearbeitet. Es werden jeweils 2 Targets mit einer gepulsten Gleichspannung gegeneinander gepulst.

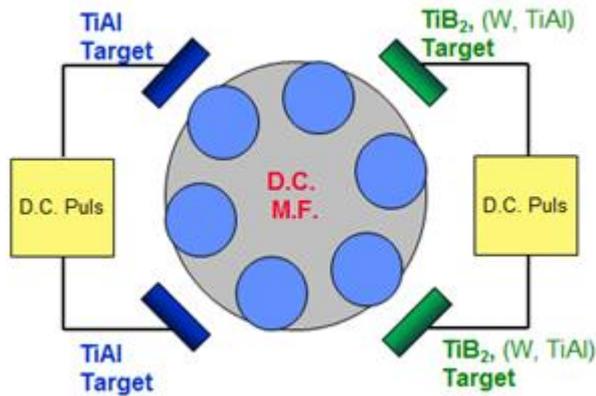


Abbildung 2: Schema der Beschichtungsanlage CC 800, ausgestattet mit 4 Targets

Bei den untersuchten homogenen Hartstoffbeschichtungen handelt es sich zum einen um die TiAlBN Beschichtung des Fraunhofer IST (C2395) und zum anderen um die TiAlN Beschichtung von der Wolf GmbH (Tinalox). Bei beiden Beschichtungen handelt es sich um homogene, titanbasierte Schichten mit Zusätzen von Aluminium und Stickstoff. Eine Besonderheit stellt dabei die zusätzliche Bor-Dotierung der C2395 Beschichtung dar. Titan-Aluminium-Nitrid Schichten werden in der Literatur als besonders verschleiß-resistent beschrieben und eignen sich deshalb für die Einsatzbereiche der stark beanspruchenden Trockenumformung. Zusätzlich sind diese Schichten bis in Temperaturbereiche von 800 °C – 900 °C stabil.

Die Beschichtungen erfolgten auf Stahlsubstraten (Dievar und Viking, beide geliefert von der Firma Uddeholm) und auf HSS-Substraten. HSS wurde gewählt, um in nachfolgenden Temperversuchen (an Luft unter Normalbedingungen) die thermische Belastbarkeit der Schichten bewerten zu können.

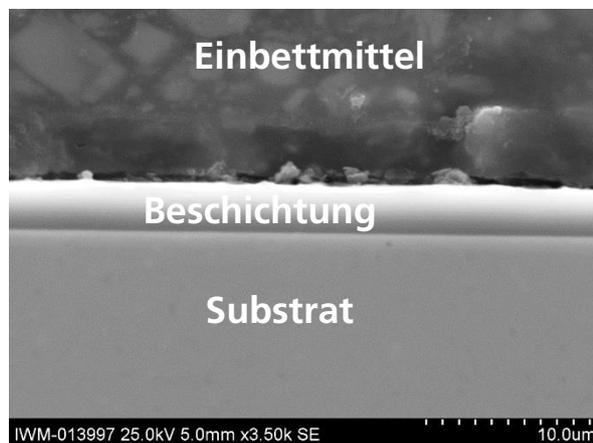


Abbildung 3: Querschliff der homogenen Hartstoffschicht C2395 (TiAlBN)

Abbildung 3 zeigt eine REM Aufnahme des Querschliffs einer untersuchten C2395 Probe. Der dargestellte Bereich des Querschliffs zeigt den Zustand der Beschichtung direkt nach dem Beschichtungsvorgang.

Hierbei wird der Aufbau der homogenen Hartstoffbeschichtung deutlich erkennbar. Auf dem feinpolierten Stahlsubstrat haftet eine gleichmäßig aufgetragene und vollständig bedeckende Beschichtung. Die aufgetragene Schicht besitzt eine Stärke zwi-

schen 2,0µm bis 2,5µm und weist keinerlei Beschädigungen oder Defekte auf. Es erfolgten umfangreiche Untersuchungen von Schichten, die am Fraunhofer IST und bei den Projektpartnern Wolf Beschichtungstechnologie und WEFA hergestellt worden waren. In Tabelle 1 sind die Ergebnisse zusammengefasst. An einigen Schichten erfolgten Messungen der mechanischen Eigenschaften (Härte, Elastizitätsmodul) vor (as-deposited) und nach einer Temperbehandlung an Luft (getemperte Proben: rot hinterlegte Felder). Die Proben wurden in Umgebungsatmosphäre 1 Stunde getempert, meistens bei 500 °C, in einige Fällen auch bei höheren Temperaturen (600, 700, 800 °C).

Tabelle 1: Zusammenstellung der Charakteristika der abgeschiedenen Schichten:

- (i) TiAl(X)N- Schichten (X: B, W) mit unterschiedlichen B- und W-Gehalten (hergestellt am IST)
- (ii) TiAlN- und CrAlN-Referenzschichten (Wolf)
- (iii) Al-Oxid-Schichten (WEFA)

Mechanische Eigenschaften nach Temperbehandlung (500 °C) an Luft: rot hinterlegte Felder
 Die Ermittlung der Element-Gehalt in den Schichten erfolgte mittels Elektronenstrahl-Mikroanalyse (EPMA)

Versuchs-Nummer	d _s (µm)	H _{U,pl} (GPa)		E _{IT} / (1-v _v ²) (GPa)		Verschleiß (10 ⁻¹⁵ m ³ /Nm)	HRC	Haftung (1 - 6)	Element-Gehalte / Atom-%								
		as-dep.	getemp.	as-dep.	getemp.				Ti	Al	B	W	Cr	N	O	Ar	
CC 1759*	6.8	40		350		7.5	59	2	29.7	<0.1	67.8				<0.1	2.4	<0.1
CC 1818*	8	35		330		3.6	60	2	29.4	<0.1	68.2				<0.1	2.4	<0.1
CC 2173*	3.5	15		185		8.6	52	3	15.9	23.0	9.9				48.0	2.1	1.1
CC 2386*	1.7	21		235		5	52	5	21.1	21.2	5.4				50.1	1.2	1.0
CC 2394*	5.2	13	15	192	197	6.4	59	2...3	15.0	30.3	2.8				49.2	2.2	0.5
CC 2395 (V)	2.5	14	16	184	193	3.9	55	1	14.6	28.7	4.3				49.6	2.2	0.6
CC2436 (H)	3.4	14	16	180	189	8.6	60	1...2	15.6	24.5	4.9				50.9	3.2	0.9
CC2437 (H)	3.3	17	18	190	199	8.3	59	5	14.8	28.7	1.0				52.6	2.1	0.9
CC 2441	4.8	28	28	299	308	3.8	60	1	12.3	26.4		15.8			43.5	1.8	0.3
CC 2442	4.3	32	28	357	339	3.8	60	1	13.3	28.4		11.3			45.4	1.4	0.2
CC 2443	4.9	35	27	328	293	4.7	58	1	12.0	23.9		22.4			39.8	1.5	0.4
CC 2444	4.8	30	25	325	293	3.8	59	4	13.0	26.2		14.8			44.5	1.3	0.3
CC 2445	3.3	22	31	270	332	4.2	62	1	13.4	30.0		7.1			47.7	1.7	0.2
CC 2446	3.2	20	24	260	291	4.4	61	1	13.6	29.9		7.3			47.3	1.7	0.2
CC 2452* (W)	3.8	33		314		4.3	60	1	12.9	28.8		10.5			46.1	1.5	0.2
CC 2455*(V/D)	3.8	13		180..185		8.2	62	1...2	15.0	22.0	9.5				49.8	2.6	1.0
CC 2456*(V/D)	3.4	16..17		190..194		9.5	62	2...3	14.6	26.3	5.5				50.7	2.0	0.9
DLC BAS I 90-15* (W)	2.6					0.9	64	4...5									
TiAlN-3 (V) (Wolf)	3.5	28	28	355	328	6.1	50	2...3	21.1	28.9					48.2	1.7	0.1
TiAlN-4 (V) (Wolf)	3.7	37		374		4.6	55	1	19.2	28.7					50.5	1.6	<0.1
TiAlN-4 (D) (Wolf)	3.7	34		365		5.4	52	1...2									
AlTiN-5 (R-Hyperlox) (Wolf) (W)	3.4	32		371	(35)**	66...72**	66...72**	2...3	21.0	29.6					48.0	1.2	0.1
CrAlN-6 (R-CA 220) (Wolf) (W)	3.4	20		375	(13.5)**	66...72**	66...72**	2...4	31.7			19.0			48.1	1.1	<0.1
WEFA BE22	2.2	8.5		199		3.2	54	1		41.1	<0.1					59	<0.1
WEFA BE34	2.9	13.7		314		2.5	53	??		40.4	0.1					59.6	<0.1

*: auf 100Cr6-Testsubstraten; V: Viking-Substrat, D: Dievar-Substrat, H: HSS-Substrat, R: Rundprobe (Viking), Härtmessungen (as-deposited / getempert): HSS-Substrate
 **: Messungen auf Rundproben / Aussagefähigkeit fraglich;
 Rot unterlegt: Proben getempert; W: Werkzeuge beschichtet; getemp: Probe (HSS) getempert bei 500 °C; Schichtdicken: auf Stahl

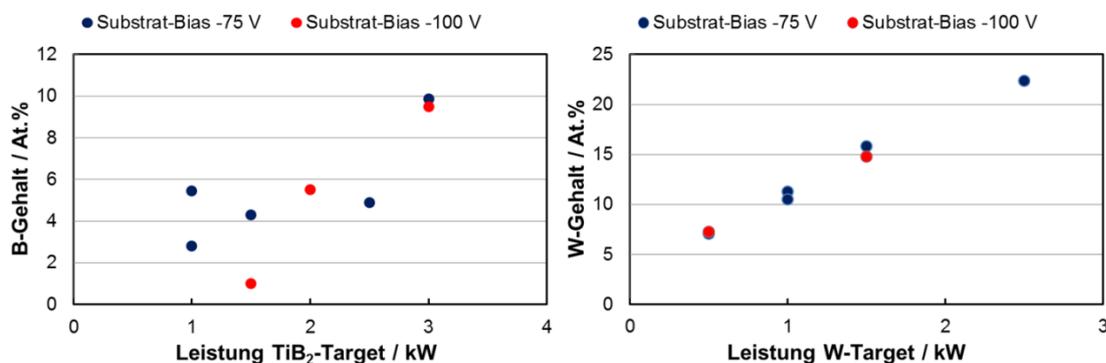


Abbildung 4: W- oder B-Anteil in den TiAl(X)N-Schichten in Abhängigkeit von Targetleistung und Substratbiasspannung und Substratbiasspannung

Wie in Abbildung 4 dargestellt, steigen die Konzentrationen der zusätzlich eingebauten Elemente B und W in den TiAl(X)N-Schichten mit steigender Target-Leistung an. Bor wird, bezogen auf die Targetleistung, zu einem geringeren Anteil eingebaut. Bei kleinen Targetleistungen von TiB₂-Targets ist der Borgehalt u.a. abhängig von der angelegten Biasspannung, und es kommt zu Schwankungen im Borgehalt zwischen 2 -5 At-%.

Für die Eignung als Werkzeugbeschichtung sind natürlich mechanischen Eigenschaften der Beschichtungen insbesondere bei erhöhten Temperaturen mitentscheidend. In der folgenden Abbildung sind Schichthärten von verschiedenen W- und B-modifizierten TiAlXN-Schichten im Vergleich zu TiAlN und TiB₂-Referenzschichten nach Temperungen bei verschiedenen Temperaturen von 1 h an Luft grafisch aufgetragen.

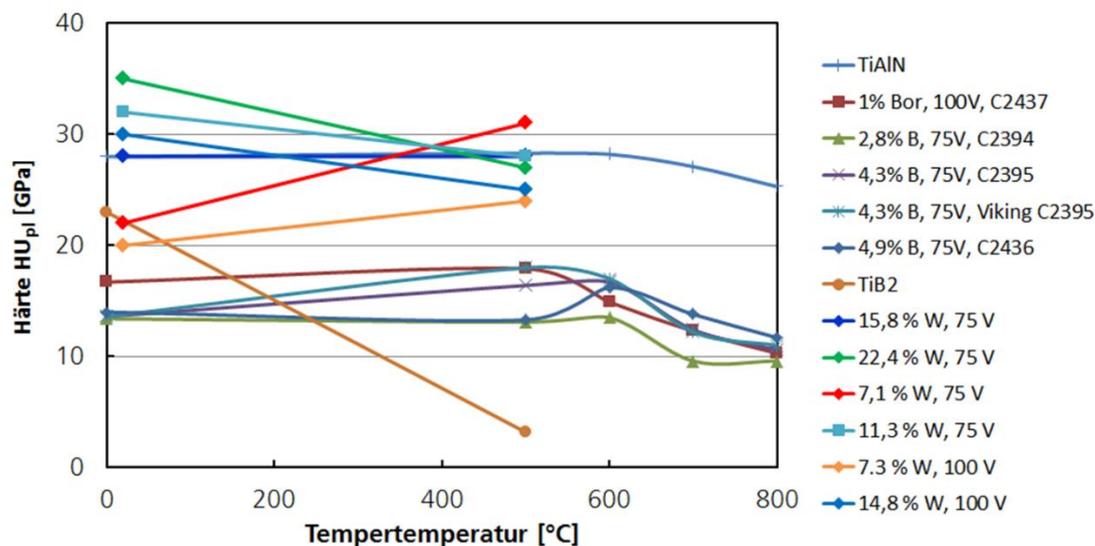


Abbildung 5: Schichthärten von W- und B-modifizierten TiAlXN-Schichten im Vergleich zu TiAlN und TiB₂-Referenzschichten nach Temperungen bei verschiedenen Temperaturen von 1 h an Luft.

TiAlN-Referenzschicht nahezu unbeeinflusst von Temperprozedur. Es entsteht nur eine dünne Oxidationsschicht an der Oberfläche. TiB₂-Schicht nach der Temperung bei 500°C zeigt starken Härteverlust, aber geringen EIT-Modulverlust. Die Vermutung liegt nahe, dass eine Oxid-Schicht bzw. Umwandlungsschicht an der Oberfläche vorhanden ist, welche evtl. die darunterliegender TiB₂-Schicht etwas vor weiterer Oxidation schützt, was auch den höheren EIT-Modul begründen würde. TiAlBN-Schichten werden im Vergleich zu TiB₂-Schichten geringer beeinflusst.

Die Schichthärten der wolframhaltigen Schichten liegen in der Schichthärte im Bereich der TiAlN-Referenzbeschichtung, teilweise sogar etwas darüber. Die Härten der borhaltigen Schichten sind niedriger als die der Wolframhaltigen. Die Veränderungen durch die Temperbehandlungen bei 500 °C sind gering. Es sind nach der Temperprozedur bei 500°C keine signifikanten Oberflächenveränderungen festzustellen. Die zwei TiAl(W)N-Schichten mit ca. 7 Atom-% W zeigen sogar einen Anstieg der Härten nach dem Tempern, während für alle anderen untersuchten Zusammensetzungen die Härten leicht abfallen.

Zusammenfassend lässt sich festhalten, dass TiAlBN-Schichten bezüglich der Oxidationsbeständigkeit zwischen TiAlN und TiB₂-Schichten einzuordnen sind. TiAlWN-Schichten können sogar etwas härter als TiAlN-Referenzschichten sein. Diese gefundenen Abhängigkeiten eröffnen die prinzipielle Möglichkeit der Einstellbarkeit und Anpassung des Schicht-Umwandlungsanteils an das Belastungskollektiv der spezifischen Anwendung.

Mehrlagige, Aluminiumoxid-Deckschicht Beschichtungen

Den zweiten Teil der Betrachtung nehmen die mehrlagigen Beschichtungen mit Aluminiumoxid-Deckschicht ein. Diese Beschichtungen werden von der WEFA Inotec GmbH zur Verfügung gestellt und liegen dieser Untersuchung in zwei unterschiedlichen Varianten vor. Die erste Variante (BE22) lässt sich durch eine reine Aluminiumoxid-Deckschicht charakterisieren und die zweite Variante durch eine zusätzliche Bor-Dotierung innerhalb der Deckschicht (BE34). Bei beiden Schichttypen handelt es sich um Werkzeugbeschichtungen, welche derzeit auf Aluminiumstrangpresswerkzeugen ihre Anwendung finden.

Aus der Querschliffdarstellung in Abbildung 6, welche eine schematische Gültigkeit für beide Beschichtungsvarianten besitzt, lässt sich direkt der wesentliche Unterschied zu den vorhergehend betrachteten homogenen Hartstoffbeschichtungen erkennen. Das Schichtsystem besteht aus zwei, voneinander abgegrenzten, Schichten. Dabei bestehen die Haftschiicht, welche das Substrat mit der Beschichtung verbindet, aus Titanitrid und die Deckschicht aus Aluminiumoxid. Diese Kombination von Einzelschichten aus unterschiedlichen Werkstoffen verfolgt das Ziel, die positiven Eigenschaften von verschiedenen Werkstoffen miteinander zu kombinieren um somit eine verbesserte Gesamtfunktionalität zu erreichen.

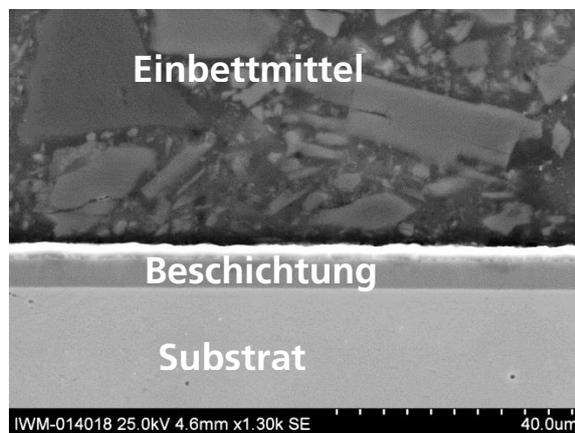


Abbildung 6: Querschliff der Mehrlagenschicht BE22

Die aufgetragene Mehrlagenschicht bedeckt dabei vollständig das Substrat und bildet damit eine eigenständige Kontaktfläche. Die prozentuale Aufteilung der Gesamtschicht in die Haft- und Deckschicht unterscheidet sich dabei merklich. Die obere Deckschicht erstreckt sich über eine Tiefe von 4,0µm bis 5,0µm. Die daruntergelegene Haftschiicht übernimmt den größeren Teil der Gesamtschicht mit einer Stärke von durchschnittlich 8µm. Somit entsteht eine Gesamtschicht mit einer Stärke von 15µm. Die Zusammenfassung der EDX-Analysen der einzelnen Schichten zeigt die elementare Zusammensetzung der Beschichtungen (siehe Tabelle 2).

Tabelle 2: EDX Analyse, Mehrlagenschichten(BE22, BE34)

Beschichtung		Ti	Al	N	C	O	B	
BE22	Haftschicht (TiN)	Massen %	73,4	-	20,7	5,9	-	-
		Atom %	44,2	-	41,9	13,9	-	-
	Deckschicht (Al ₂ O ₃)	Massen%	2,7	34,9	-	10,2	52,2	-
		Atom %	1,0	23,6	-	15,1	59,8	-
BE34	Haftschicht (TiN)	Massen %	79,3	-	16,2	4,5	-	-
		Atom %	52,0	-	36,3	11,8	-	-
	Deckschicht (Al ₂ O ₃ , B)	Massen%	2,0	35,3	-	10,8	51,8	< 1
		Atom %	0,8	23,8	-	16,4	58,9	< 1

Die Zusammensetzung der Haftschicht zeigt ein dominantes Vorkommen von Titan, Stickstoff und Kohlenstoff. Daraus bilden sich titan-nitridische und titan-carbidische Verbindungen, welche eine besonders beständige Schichthaftung erzeugen.

Die Analyse der Deckschicht bestätigt das Vorhandensein einer zweiten, differenzierbaren Schicht. Die werkstoffliche Zusammensetzung äußert sich durch das vorwiegende Vorkommen der beiden Elemente, Aluminium und Sauerstoff. Daraus bilden sich Aluminiumoxid-Verbindungen, welche sich durch eine hohe Härte und Verschleißbeständigkeit auszeichnen. Die Beschichtungsvariante BE34 enthält zusätzlich eine geringe Bor-Dotierung.

Die beschichteten Proben wurden auf einem Rotationstribometer in Kontakt mit der Aluminiumlegierung EN AW 6082 gebracht.

Weiterhin werden die Mehrlagenschichten auf einem Pressreib-Prüfstand hinsichtlich der entstehenden Reibwerte im Kontakt mit den Aluminiumlegierungen EN AW 6060, EN AW 6082 und EN AW 2017A untersucht.

Folgend sollen die verwendeten Prüfmethode kurz erläutert werden.

Rotationstribometer

Die tribologischen Untersuchungen stellen einen zentralen Teil dieser Arbeit dar. Unter Verwendung eines sogenannten Rotations-Tribometers wurden die Reib- und Verschleißigenschaften der untersuchten Beschichtungssysteme charakterisiert.

Dieser Teststand folgt dem Kontaktprinzip von „Zylinder auf Scheibe“. Dabei wird der Gegenkörper, in Form eines Hohlzylinders, in einer stetig rotierenden Relativbewegung auf die beschichteten Proben gepresst. Die wesentlichen Versuchsparameter sind dabei die aufbrachte Normalkraft und die Geschwindigkeit (in diesem Falle durch die Umdre-

hungszahl der Antriebswelle definiert). Das verwendete Rotationstribometer (TRM1000, Wazau, Berlin) besitzt die Möglichkeit der Echtzeit-Ausgabe der entstehenden Reibwerte und der Umgebungstemperatur. Eine schematische Darstellung der zentralen Maschinenbestandteile zeigt Abbildung 7. Dabei stellt Pos. 4 die beschichtete Proben-scheibe und Pos. 7 den Aluminiumgegenkörper dar. Diese werden nach der beispielhaften Darstellung in Abbildung 7 (rechts) in Kontakt gebracht und mit einer Relativbewegung beaufschlagt. Durch einen Ofen auf Höhe der Kontaktpartner kann die Umgebungstemperatur bei den Versuchen variiert werden.

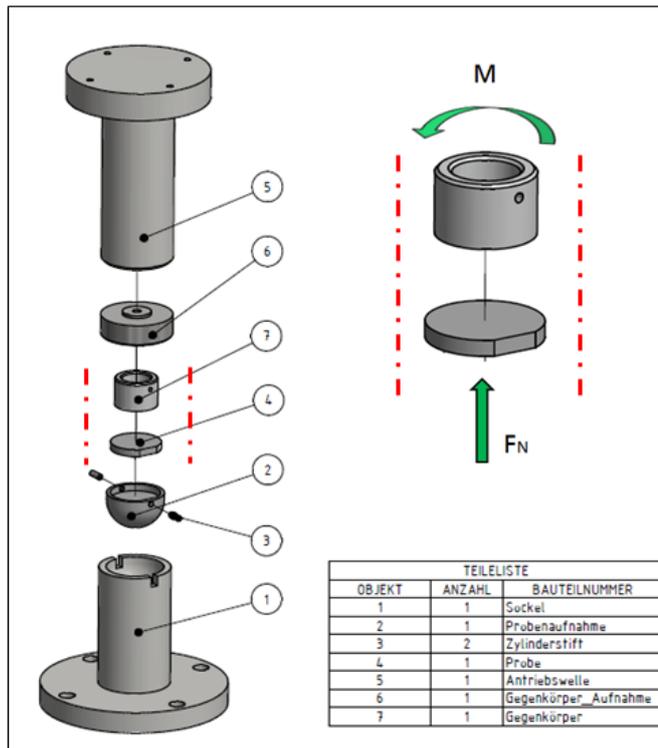


Abbildung 7: Rotationstribometer in schematischer Darstellung

Zu Beginn des Versuchs wurde die beschichtete Probe und der Aluminium Gegenkörper mit einer definierten Normalkraft F_N belastet. Anschließend wurden gleichzeitig die Rotation und der Aufheizvorgang in Gang gesetzt. Der Abbruch des Versuchs erfolgte nach Erreichen des Maschinenlimits für die Drehmomentüberwachung. Das Erreichen dieses Limits deutet auf einen starken Widerstand gegenüber der Rotationsbewegung hin und dient der weiteren, analytischen, Untersuchung als Grundlage. Die Ermittlung des Reibwertverlaufs erfolgt über die stetige Aufnahme der Normal- und Reibkräfte und der anschließenden Relation der Werte.

Pressreib-Prüfstand

Am IWM wurden Pressreibversuche in beschichteten Hülsen aus Werkzeugstahl durchgeführt, in denen ein Aluminiumzylinder zunächst mit einer Kraft von 2,5 kN gestaucht und dann bei gleichbleibender Stauchkraft im Zylinder bewegt wird. Das Stauchen dient dazu, dass eine quasi hydrostatische Pressung des Aluminiumkörpers an der beschichteten Hülseninnenwand gewährleistet ist. Die Bewegung unter Last erfolgt wegeregelt. In den bisherigen Versuchen wurden 1 mm/s und 5 mm/s als Bewegungsgeschwindigkeit umgesetzt. Der Versuch erfolgt bei einer Temperatur von 500 °C und über einen Weg von 15 mm.

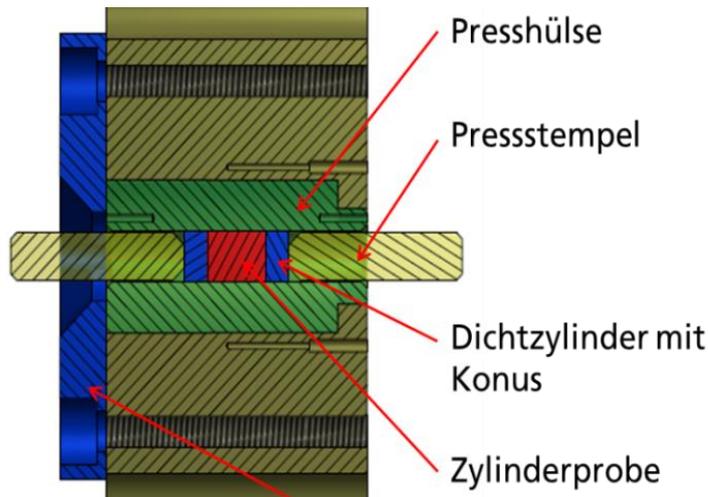


Abbildung 8: Schemazeichnung des Pressreibversuchs (gesamt)

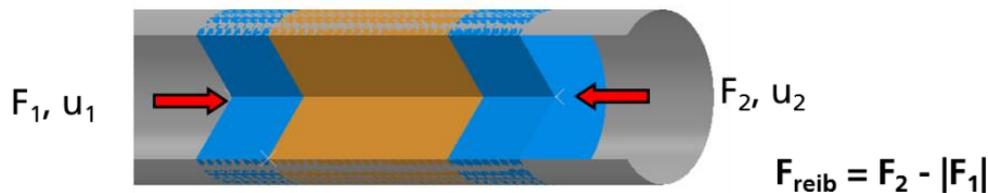


Abbildung 9: Schemazeichnung des Pressreibversuchs (detail)

2.2 Erzielte Ergebnisse

2.2.1 Untersuchungen mit dem Hochtemperatur-Tribometer (IST)

An ausgewählten Schichten wurden am IST Untersuchungen mit einem Hochtemperatur-Tribometer durchgeführt, um unter Bedingungen zu testen, die den realen Werkzeugbeanspruchungen näherkommen. Eine Prinzipskizze des Tribometers ist in Abbildung 10 dargestellt. Als Gegenkörper dienen Aluminium(6060)-Mushroom-Pins, die gewählten Temperaturen betragen 100 und 300 °C. Die Testzeiten waren wegen der starken Anhaft-Neigung des Aluminiums relativ kurz (< 1 min.).

In Abbildung 11 sind exemplarisch Reibwerte und Reibspurbreiten von verschiedenen Schichten nach Tests bei 300 °C dargestellt. Es ist zu erkennen, dass TiAlWN-Schichten die besten Ergebnisse hinsichtlich Reibwert und Reibspurbreite, welche ein Indiz für den Gegenkörperverschleiß ist, bieten. TiAlBN-Schichten liefern einen etwas geringeren Reibwert als die TiAlN-Referenzschichten und eine ähnliche Reibspurbreite. Die CVD-Al₂O₃-Schichten liegen in einem ähnlichen Bereich.

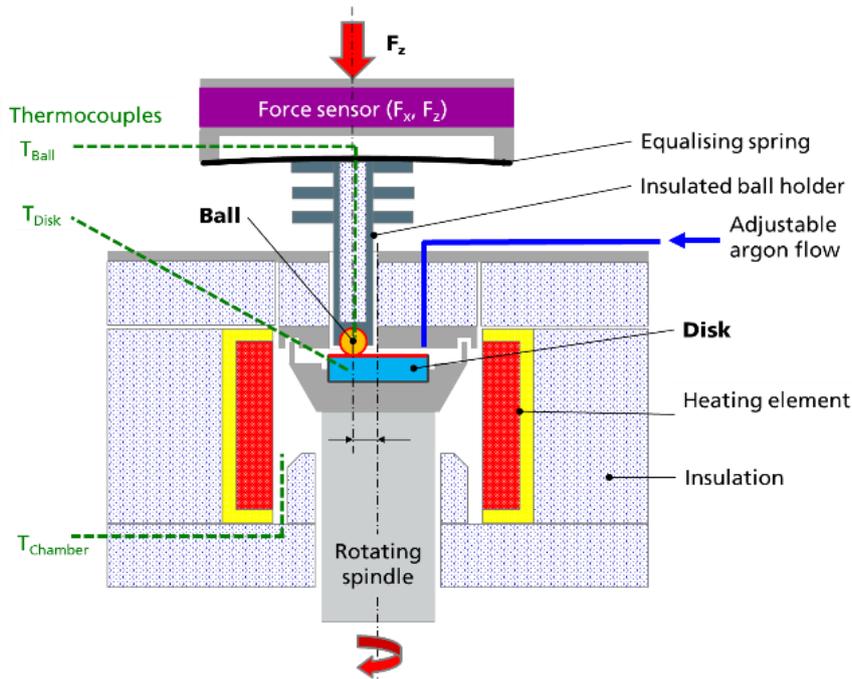


Abbildung 10: Prinzipskizze des verwendeten Hochtemperaturtribometers

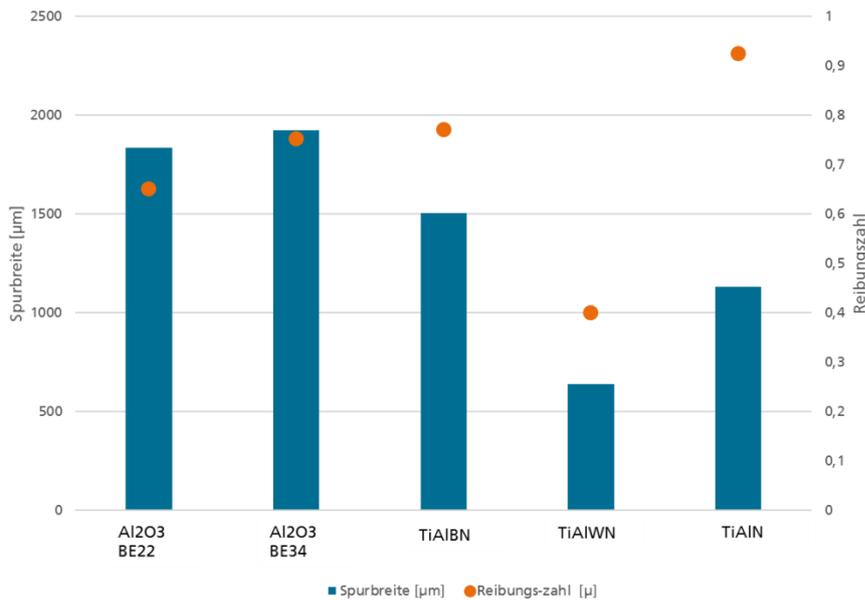


Abbildung 11: Reibwerte und Reibspurbreiten von verschiedenen Schichten nach Tests bei 300 °C

In Abbildung 12 sind die Al-Materialaufträge (ermittelt aus Profilometer-Kurven an 6 verschiedenen Positionen auf der Reibspur) nach Hochtemperatur-Tribometertests bei 100°C und bei 300°C dargestellt.

Auch bei diesen Messungen ergeben sich für die TiAl(W)N-Schicht die kleinsten und für die beiden Al-Oxid-Schichten die höchsten Werte, und die TiAlBN-Schicht liegt dazwischen in einem ähnlichen Bereich wie die TiAlN-Referenzschicht.

Auffällig und bemerkenswert ist jedoch die Zunahme der Al-Materialaufträge, also der Al-Anhaftungen, bei Steigerung der Versuchstemperatur von 100°C auf 300°C bei allen PVD-Schichten, während bei den rauereren CVD-Al₂O₃-Schichten die Al-Anhaftung mit steigender Temperatur abnehmen.

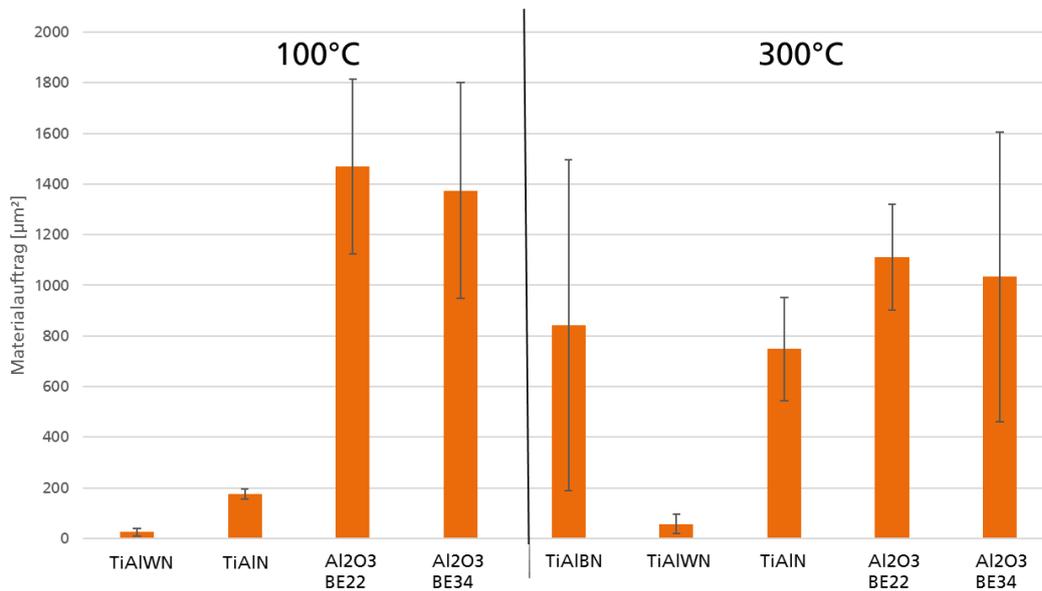


Abbildung 12: Materialaufträge (Aluminium) auf verschiedenen Schichten nach Tests bei 100 °C und 300 °C

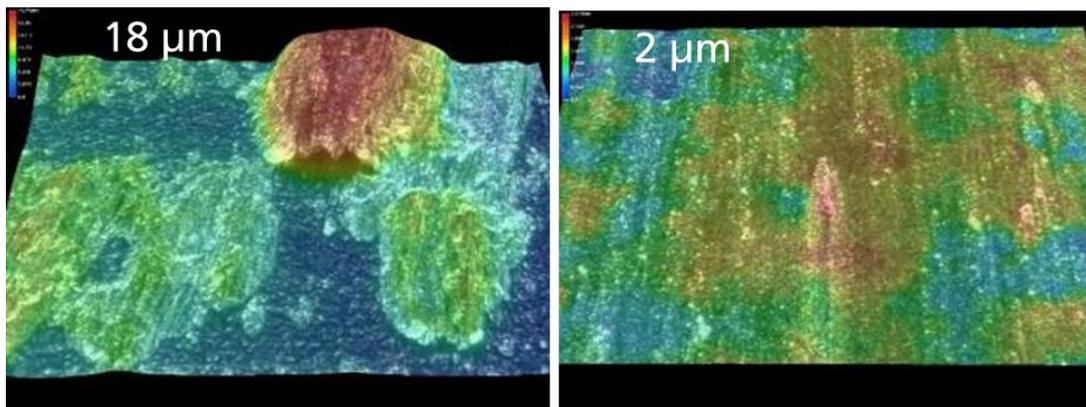


Abbildung 13: Materialaufträge (Aluminium) auf verschiedenen rauen Schichten und Oberflächen nach Tests bei 300 °C. Links: CVD Al₂O₃ mit Rz= 2,5 µm; rechts: PVD-Schicht mit Rz = 0,2 µm

Darüber hinaus wurden auch einzelne Proben vor dem Beschichten unterschiedlich vorbehandelt, um Rauigkeitseffekte skalieren zu können. Es zeigte sich, dass in den untersuchten Temperaturbereich bis 300°C die Rauigkeit stark auf die Al-Anhaftungen auswirkt. Eine glatte Oberfläche mit einer geeigneten Beschichtung bedeutet bei diesem Belastungsprofil weniger Anhaftungen. Im Rahmen des Projekts konnten leider keine detaillierten Untersuchungen zu diesen Effekten erfolgen. Exemplarisch sind in Abbildung 13 Anhaftungshöhen von Aluminium, die mittels 3D-Mikroskopie gemessen wurden, von verschiedenen rauen Schichten und Oberflächen dargestellt. Es ist deutlich zu erkennen, dass auf der rauen Oberfläche Al-Anhaftungen bis zu einer Höhe von 18 µm auftreten, während auf der glatteren Oberfläche nur Anhaftungshöhen bis zu 2 µm erreicht werden.

Die mit dem Hochtemperatur-Tribometer durchgeführten Untersuchungen lassen sich wie folgt zusammenfassen:

- Die Versuche erfolgten gegen Al6060 (mushroom pins) mit 5 N Kraft, bei ca. 3000 mm/min Geschwindigkeit und bei 100°C und 300°C.
- Anhaftungen von Aluminium traten bei allen Proben auf. Teilweise waren diese lokal stark unterschiedlich, was zu starken Streuungen führte.
- Die Anhaftungen bei rauen Proben (z.B. CVD Al₂O₃) waren stärker ausgeprägt als bei glatteren PVD-Schichten bzw. Proben.
- Zwischen rauen CVD- und glatteren PVD-Schichten gab es Anzeichen für ein unterschiedliches Verhalten bezüglich Al-Anhaftungsneigung bei verschiedenen Temperaturen.
- Die Messungen lieferten Indizien für ein verbessertes Triboverhalten insbesondere von W-modifizierten TiAlN-Schichten.
- Die Untersuchungen liefern Trends und geben Hinweise auf Abhängigkeiten. Leider kommt es aber auch zu starken Streuungen aufgrund lokaler Anhaftungen. Deshalb sollten in zukünftigen Projekten weitere detailliertere tribologische Untersuchungen bei verschiedenen Temperaturen erfolgen, um valide und detaillierte Abhängigkeiten ableiten zu können.

2.2.2 Reibversuche auf dem Rotationstribometer

Homogene Hartstoffschichten gegen EN AW 6082:

Eine Übersicht der verwendeten Testparameter ist der Tabelle 3 zu entnehmen. Die Parameter für die aufgebrachte Normalkraft und die Geschwindigkeit stellen die Grundlage für alle Verschleißversuche dar und ermöglichen eine vergleichende Untersuchung sämtlicher Beschichtungstypen. Die Auswahl dieser Parameter wurde im Hinblick auf eine realitätsnahe Untersuchung ausgeführt. Durch die geringe Geschwindigkeit der kontinuierlichen Rotation und die Belastung mit einer hohen Normalkraft wird der Vorgang eines Aluminiumstrangpressprozesses nachgestellt. Der parallel ablaufende Aufheizvorgang ermöglicht eine Betrachtung des Reibvorgangs in Abhängigkeit von der Temperatur.

Tabelle 3: Versuchsparameter, Rotations-Tribometer

Normalkraft	700 N
Geschwindigkeit	$0,035 \frac{m}{s}$
Dauer	Bis Abbruch
Temperatur	Aufheizen von Raumtemperatur bis Abbruch
Aufheizrate	$7,2 \frac{^{\circ}C}{min}$

Die Ergebnisse der Tribometerversuche sind für die Hartstoffbeschichtungen C2395 und Tinalox im nachfolgenden Verlaufsdiagramm dargestellt.

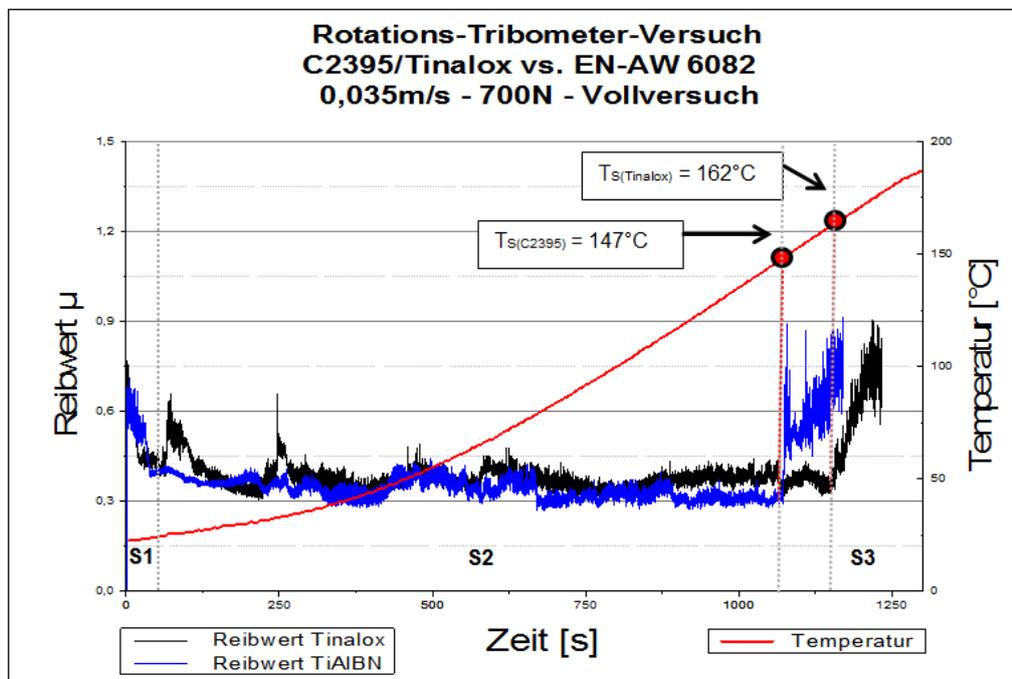


Abbildung 14: Reibwertverlauf (Vollversuch), homogene Hartstoffschichten

Zu erkennen ist ein ausgeprägtes Einlaufverhalten, charakterisiert durch einen schnell fallenden Reibwert, über die Dauer von 50 s. Nach dem Einlaufen tritt ein Einpendeln auf einen nahezu konstanten, Reiberwert von $\mu \approx 0,3$ auf. Auf Seiten der Tinalox Beschichtung sind bei den Zeitmarken 100 s und 250 s nochmals zwei kurzzeitige Erhöhungen des Reibwerts zu erkennen. Nach dem Überschreiten der Temperaturschwellenwerte von $T_{S(C2395)} = 147^{\circ}C$ bzw. $T_{S(Tinalox)} = 162^{\circ}C$, beginnt der Reibwert stark auszuberechnen und gegen Werte von $\mu \approx 0,9$ zu streben. Das Ausbrechen des Reibwerts ab dieser Temperatur verursachte ein Überschreiten des Maschinenlimits und resultierte in einem Abbruch des Versuches.

Der Verlauf der Reibwerte lässt sich in drei Segmente (S1 bis S3) einteilen. Das erste Segment „S1“ stellt den Vorgang der Einlaufphase dar. Dieser Abschnitt befindet sich zeitlich in Bereich von Beginn des Versuchs bis zum Auftreten eines nahezu konstanten

Reibwerts. Im Falle der hier untersuchten Hartstoffschichten bedeutet dies den Bereich von 0 s bis ca. 50 s.

Das zweite Segment „S2“, gekennzeichnet durch einen nahezu konstanten Reibwert beginnt direkt anschließend zum Ende von Segment 1. Segment 2 beinhaltet nun einen erheblich längeren zeitlichen Bereich. Die parallel steigende Temperatur besitzt zunächst keine erkennbare Auswirkung auf die Reibwertverläufe. Lediglich eine minimale Senkung des Reibwerts von $\mu \approx 0,4$ (Beginn von Segment 2) zu $\mu \approx 0,3$ (Ende von Segment 2) ist, in besonderer Form bei der C2395 Beschichtung, zu beobachten. Das Reibverhalten ist somit im Bereich von Raumtemperatur bis hin zu 147 °C, stabil.

Nach dem Erreichen der spezifischen „Sprung“-Temperaturen von $T_{S(C2395)} = 147$ °C und $T_{S(TiAlN)} = 162$ °C, welche das Ende von Segment 2 darstellen, tritt eine schlagartige Änderung des Reibverhaltens auf. Dies wird in den Reibwertverläufen als Beginn von Segment 3 gekennzeichnet. Zu Beginn des dritten Segments stellt sich, für beide Beschichtungsproben, eine schnell verlaufende Erhöhung des Reibwerts ein, welcher einen Wert von $\mu \approx 0,9$ zum Ende des Verlaufs einnimmt. Die damit verbundene Drehmomenterhöhung führt zum Abbruch des Versuchs und zum Ende von Segment 3. Die spezifische Temperatur, welche den Beginn von Segment 3 darstellt, wird nachfolgend als Sprungtemperatur bezeichnet.

Ein weiterer Versuch, welcher vor dem Erreichen der Sprungtemperatur abgebrochen wird, soll Information über den Zustand der Kontaktfläche vor dem Erreichen von Segment 3 liefern.

Abbildung 15 zeigt den Verlauf des Reibwerts bis zum Abbruch vor dem Erreichen der beschichtungsspezifischen Sprungtemperaturen.

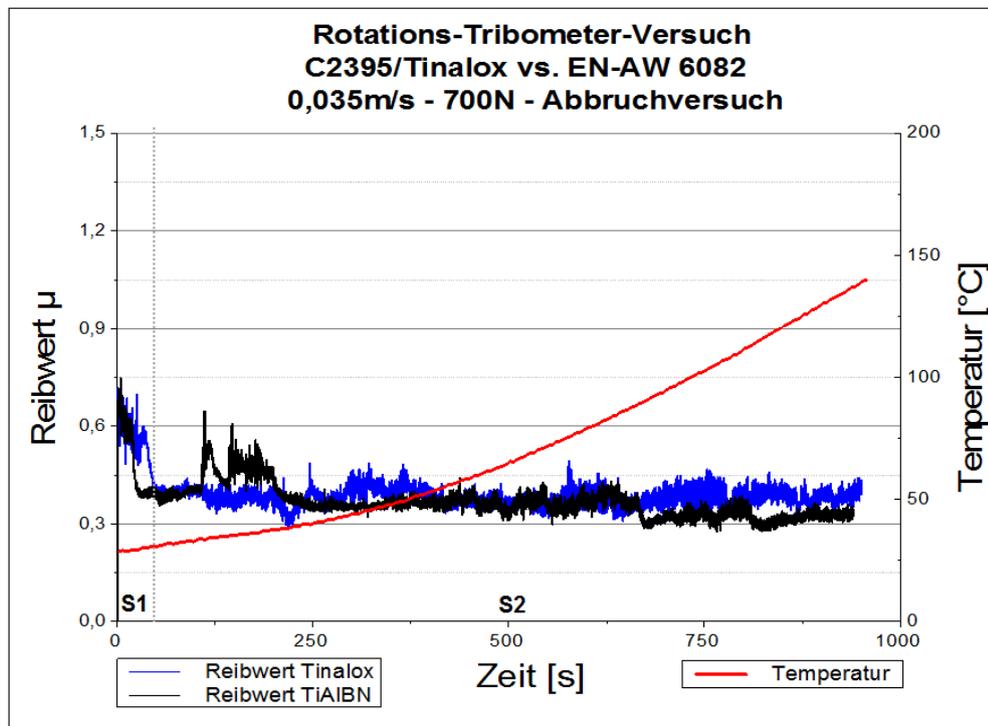


Abbildung 15: Reibwertverlauf (Abbruchversuch), homogene Hartstoffschichten

Ein Abbruch der Tribometerversuche bei 140 °C resultiert in einem Wegfall von Segment 3. Der Reibwert bleibt konstant, und eine schlagartige Erhöhung tritt nicht länger auf.

In der nachfolgenden analytischen Ergebnisbetrachtung werden die Proben aus dem vollständig durchgeführten und dem abgebrochenen Versuch analysiert und miteinander verglichen.

Analytik:

Ein makroskopischer Blick auf die Beschaffenheit der untersuchten Proben zeigt einen deutlichen Unterschied im Hinblick auf die Anhaftung vom Aluminium auf der Beschichtungsoberfläche. Die Abbildungen 9a und 9b zeigen eine 5-fach und eine 20-fach vergrößerte Aufnahme der Probe mit C2395 Beschichtung aus den vollständig durchgeführten Tribometerversuchen. Die Abbildung 9c und 9d zeigen analog dazu die Tinalox Probe. Bei beiden Proben ist im Bereich des Reibkontakts eine großflächige Anhaftung von Material des Aluminium-Gegenkörpers zu erkennen. Die lokalen Ausbrüche des anhaftenden Aluminiums (siehe Abb. 9a) resultieren aus der Trennung von Beschichtungsprobe und Gegenkörper. Nach dem Abschluss des Versuchs haften die Probe und der Gegenkörper fest aneinander und müssen unter Kraftaufbringung voneinander getrennt werden. Dabei entstehen lokale Defekte der anhaftenden Aluminiumschicht auf der Schichtoberfläche.

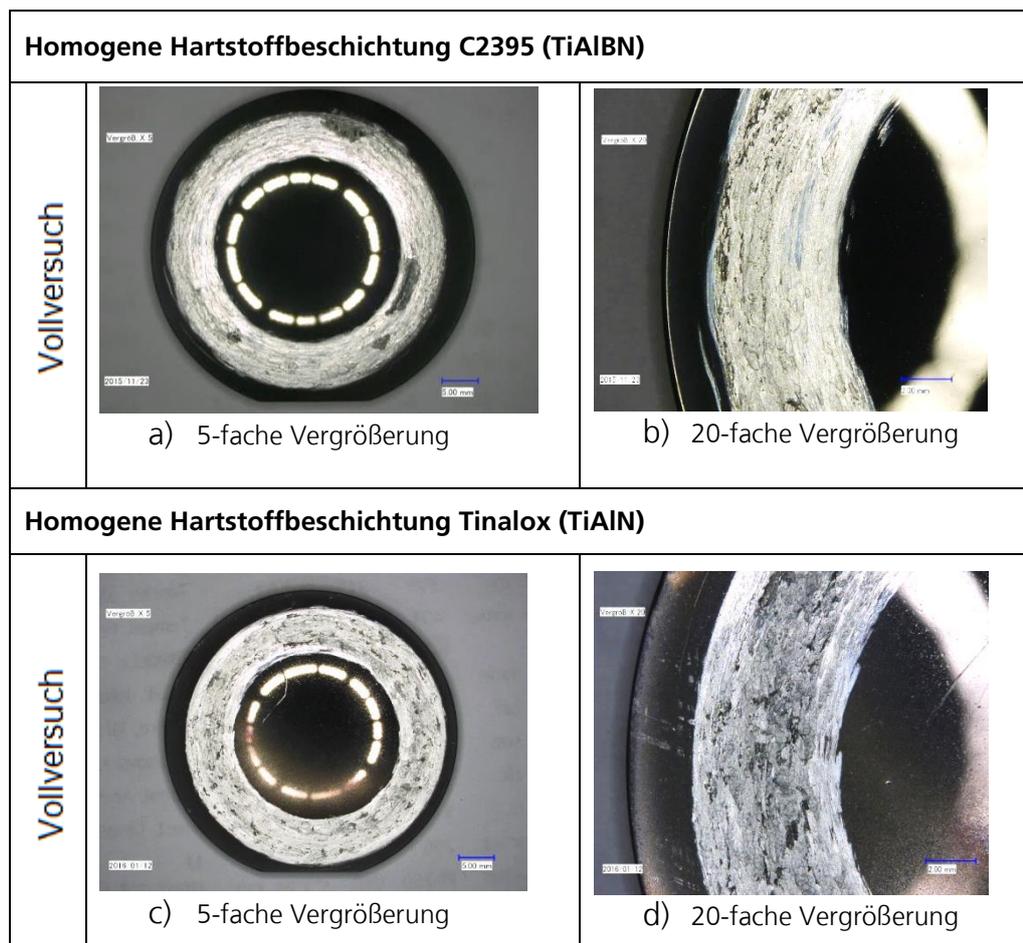


Abbildung 16: Reibversuchsproben homogene Hartstoffschichten (Vollversuch)

Die Beschichtungsproben aus den abgebrochenen Versuchen sind in der Abbildung 10 dargestellt. Dabei entsprechen die Abbildungen 10a/10b der C2395 Beschichtung und 10c/10d der Tinalox Beschichtung

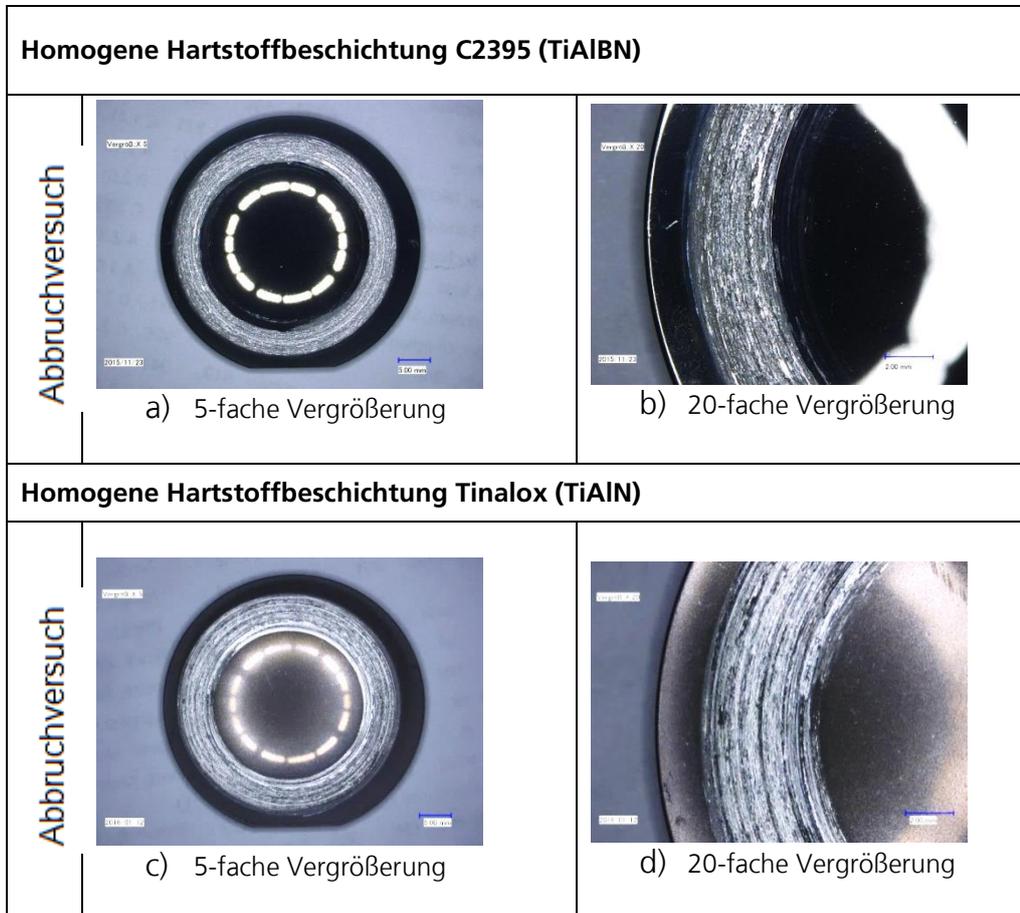


Abbildung 17: Reibversuchsproben homogene Hartstoffschichten (Abbruchversuch)

Die Proben des abgebrochenen Versuchs zeigen weiterhin eine deutliche Reibspur. Jedoch ist eine vergleichsweise geringere Anhaftung des Aluminiums zu erkennen. Nur noch lokal sind kleinere Anhäufungen von Material zu erkennen, welche nicht die komplette Hartstoffschicht überlagern. Damit ist ein deutlicher Unterschied im Anhaftungsverhalten des Aluminiums vor und nach dem Erreichen der Sprungtemperatur erkennbar.

Eine nachfolgende Betrachtung der Proben aus den vollständig durchgeführten Versuchen unter dem Rasterelektronenmikroskop soll Aufschluss über den Zustand der Beschichtungen unter den aluminiumbedeckten Bereichen geben. Dazu wurden Segmente aus den Proben herausgetrennt und Querschliffe präpariert.

Der Kernpunkt der Betrachtung liegt auf der Beschaffenheit der Kontaktfläche von Beschichtungsprobe und Reibspur. Die Abbildungen 11a und 11c zeigen den Querschliff der Proben mit Blick auf eine Stelle außerhalb der Reibspur. In diesem Bereich liegen keinerlei Anhaftungen von Aluminium oder Schädigungen der Schichten vor. Die

Abbildungen 11b und 11d hingegen zeigen Bereiche innerhalb der Reibspuren. Dabei ist eine deutliche Anhaftung von Material des Aluminium-Gegenkörpers zu erkennen. Zusätzlich erscheinen die Oberflächen der beschichteten Proben als zerrütteter und geschädigter Bereich. Reste der C2395 Hartstoffbeschichtung auf der Substratoberfläche sind nur noch in geringem Maße zu erkennen, und die Tinalox Beschichtung ist komplett abgetragen.

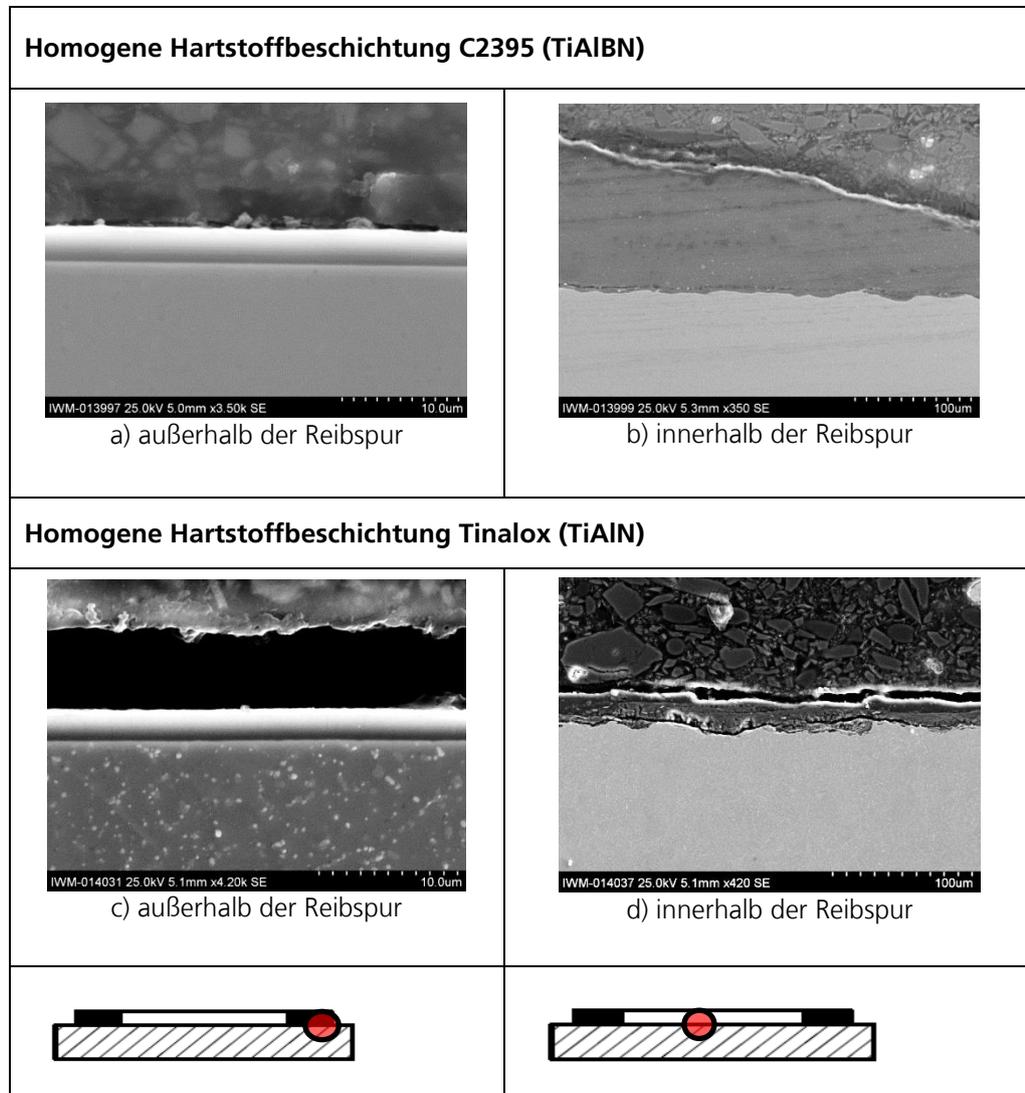


Abbildung 18: Schädigungsanalyse, homogene Hartstoffschichten

Mit der Durchführung einer EDX-Analyse in Form eines Linien-Scans wurde überprüft, ob Beschichtungsreste zwischen Substrat und Aluminium zu detektieren sind. Abbildung 12 zeigt die Ergebnisse der Linien-Scans entlang der roten Pfeile.

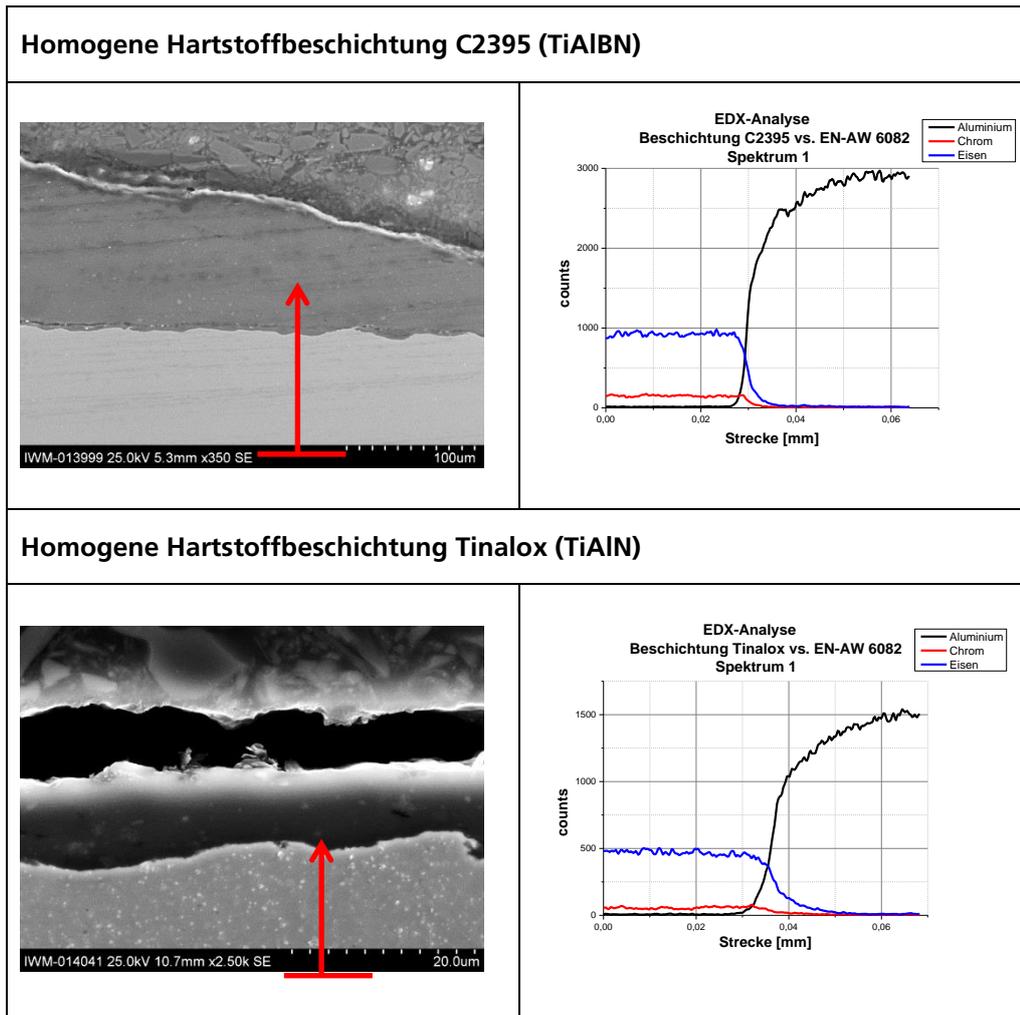


Abbildung 19: EDX-Linienscan, homogene Hartstoffschichten

Die Analyse der Materialzusammensetzung zeigt den Abtrag der kompletten Beschichtungen für beiden Proben. Zwischen dem Substrat und dem anhaftenden Aluminium sind in beiden Fällen keine Schichtbestandteile (Titan und Stickstoff) detektierbar.

Reibversuch Mehrlagenschichten gegen EN AW 6082:

Die Ergebnisse der Tribometerversuche für die Mehrlagenbeschichtungen sind in den nachfolgenden Verlaufsdiagrammen (siehe Abb. 13, 14) dargestellt. Abbildung 13 zeigt dabei den vollständig durchgeführten Versuch und Abbildung 14 den abgebrochenen Versuch vor dem Erreichen der Sprungtemperaturen.

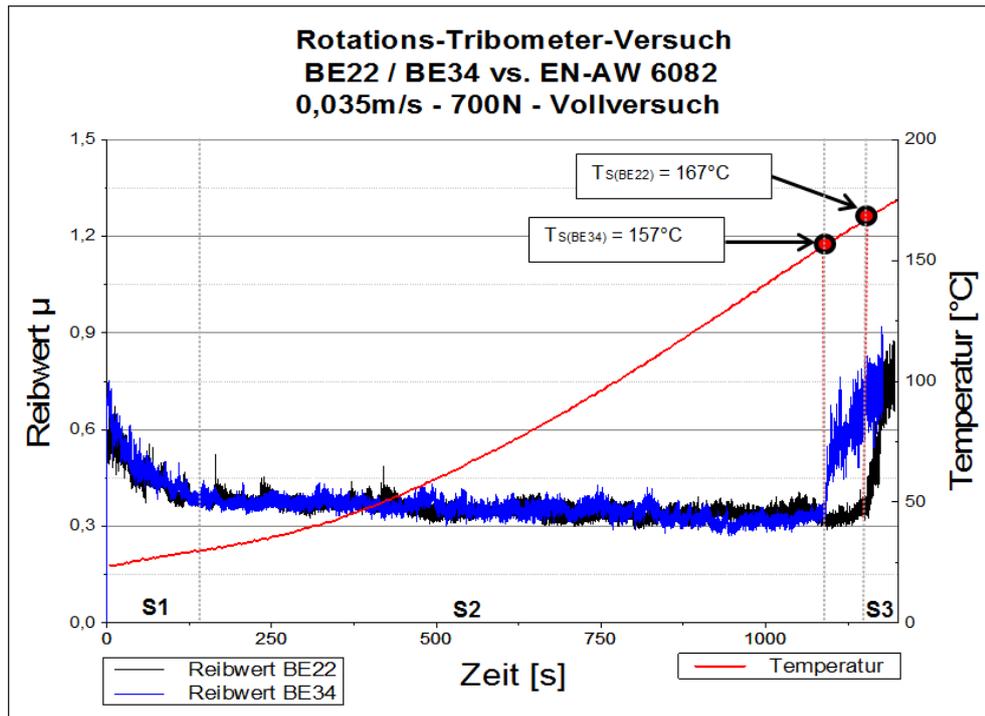


Abbildung 20: Reibwertverlauf (Vollversuch), Mehrlagenschichten

Direkt zu erkennen ist die deutliche Ähnlichkeit der beiden Reibwertverläufe. Lediglich im Falle des temperaturbedingten Beginns von Segment 3 erscheint ein zeitlicher Unterschied. Charakterisieren lassen sich beide Verläufe durch eine vergleichsweise lange Dauer des ersten Segments des Einreibens. Dieser befindet sich, für beide Beschichtungsvarianten, im Bereich von 0 s bis ca. 100 s. Nachfolgend stellt sich für beide Beschichtungsvarianten ein nahezu konstanter Reibwert von $\mu \approx 0,4$ ein. Dieser Wert reduziert sich anschließend, parallel zur steigenden Temperatur, auf einen Wert von $\mu \approx 0,3$, der zum Ende von Segment 2 erreicht wird. Der Beginn von Segment 3, und damit verbunden die spontane Erhöhung des Reibwerts, tritt für die Beschichtung BE22 bei dem Erreichen der Sprungtemperatur von 167°C und für die Beschichtung BE34 bei 157°C auf. Anschließend erreichen beide Verläufe den maschinen-spezifischen Wert des Drehmomentlimits und unterliegen einem Versuchsabbruch.

Der anschließende Abbruchversuch wurde beim Erreichen der Temperatur von 150°C abgebrochen. Die erhaltenen Reibwertverläufe sind der Abbildung 14 zu entnehmen.

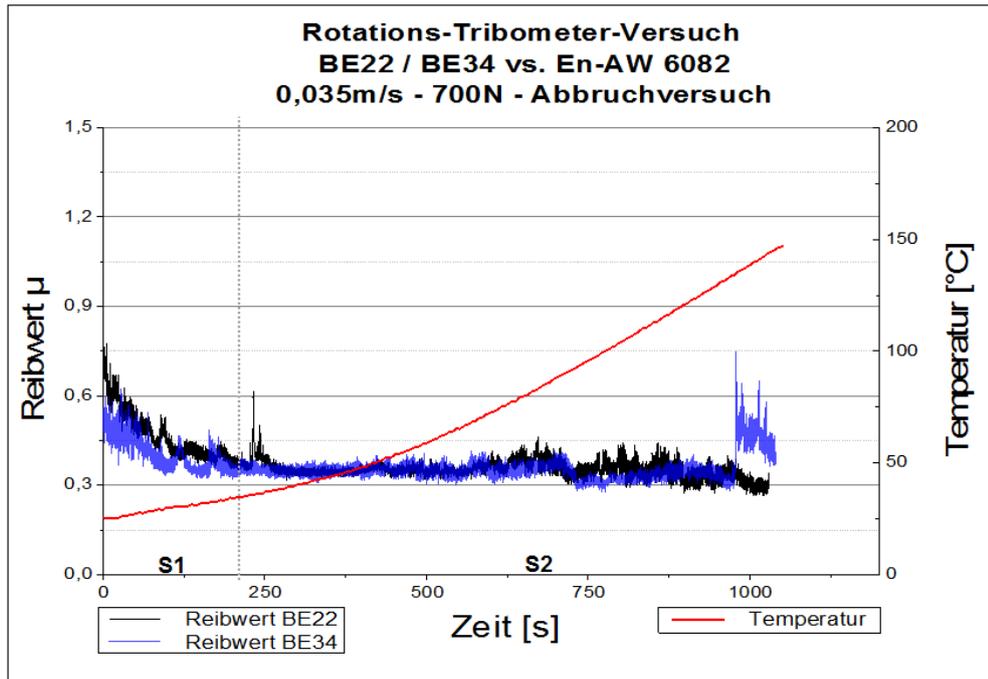


Abbildung 21: Reibwertverlauf (Abbruchversuch), Mehrlagenschichten

Bei den dargestellten Reibwertverläufen des Abbruchversuchs zeigt sich ein unerwartetes Verhalten der BE34 Beschichtung: Beim Erreichen der Zeitmarke von 950s und der entsprechenden Temperatur von 130 °C tritt eine vorzeitige Erhöhung des Reibwerts auf. Diese spontane Erhöhung zeigt jedoch einen nachfolgenden Trend zur Reduktion auf einen konstanten und niedrigen Reibwert. Aus diesem Grund trat bei der Durchführung des Versuchs kein durch das Maschinenlimit bedingter Abbruch auf, und der Versuch wurde beim Erreichen der geplanten Temperatur von 145 °C manuell abgebrochen.

Analytik:

Eine Betrachtung der Proben unter dem Digitalmikroskop zeigt auch bei diesem Beschichtungssystem eine flächige Anhaftung des Aluminiums (siehe Abb. 15). Dabei zeigt die BE22 Probe eine etwas geringere Anhaftung des Aluminiums und lässt stellenweise ein Durchscheitern der Beschichtungsoberfläche zu (siehe Abb. 15a/15b). Im Gegensatz dazu zeigt die Betrachtung der BE34 Probe eine erhebliche Anhaftung des Aluminiums (siehe Abb. 22c/22d). Die anhaftende Reibspur wirkt wie „aufgeschmiert“, wobei die Aufschmierung sich in gezogenen und aufgelagerten Materialspitzen äußert. Lediglich an Stellen an denen eine Materialabplatzung stattgefunden hat, ist die ursprüngliche Oberflächenschicht noch zu erkennen. Lokale Abplatzungen der Aluminiumschicht sind weiterhin zu erkennen (siehe Abb. 15c), da auch hier die Trennung von Probe und Gegenkörper unter Kraftereinwirkung stattgefunden hat.

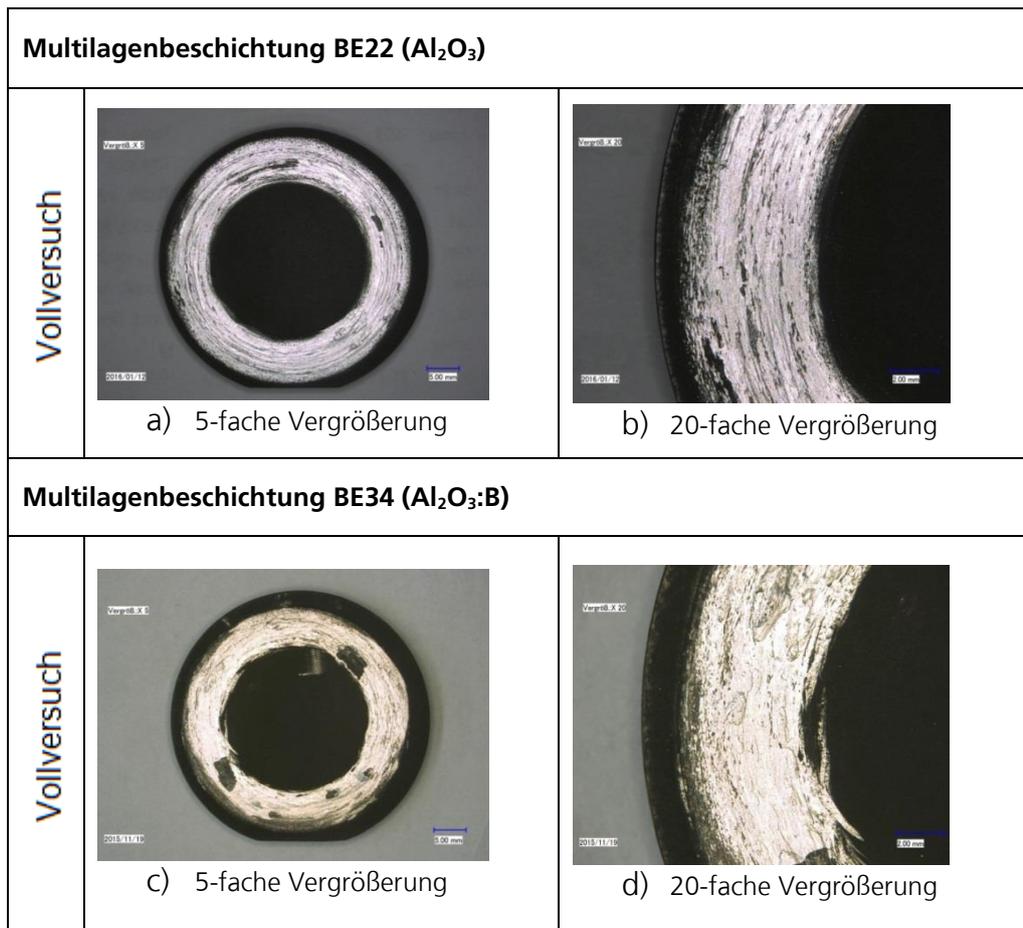


Abbildung 22: Reibversuchsproben Mehrlagenschichten (Vollversuch)

Abbildung 16 zeigt die Proben der beiden Beschichtungsvarianten aus den Abbruchversuchen. Daraus ist erneut ein deutlicher Unterschied im Anhaftungsverhalten des Aluminiums zu erkennen. Im Falle der BE22 Beschichtungsprobe ist eine ganzflächige Reduktion zu erkennen. Die Probe der BE34 Beschichtung zeigt am äußeren Rand der Reibspur jedoch weiterhin deutliche Anhäufungen von Aluminium. Mit dieser Erscheinung ist das Phänomen des kurzzeitig erhöhten Reibwerts des Reibwertverlaufs aus dem Abbruchversuch (siehe Abb. 14) zu erklären. Der dargestellte Zustand der Probe stellt den Übergangsbereich von Segment 2 zu Segment 3 dar. Die flächige Anhaftung des Aluminiums ist zu diesem Zeitpunkt nur an lokaler Stelle vorhanden. Die Klebewirkung zwischen Probe und Gegenkörper ist hierbei aber noch gering und bedarf nur einer geringen Kraftaufbringung zur Trennung der beiden Körper.

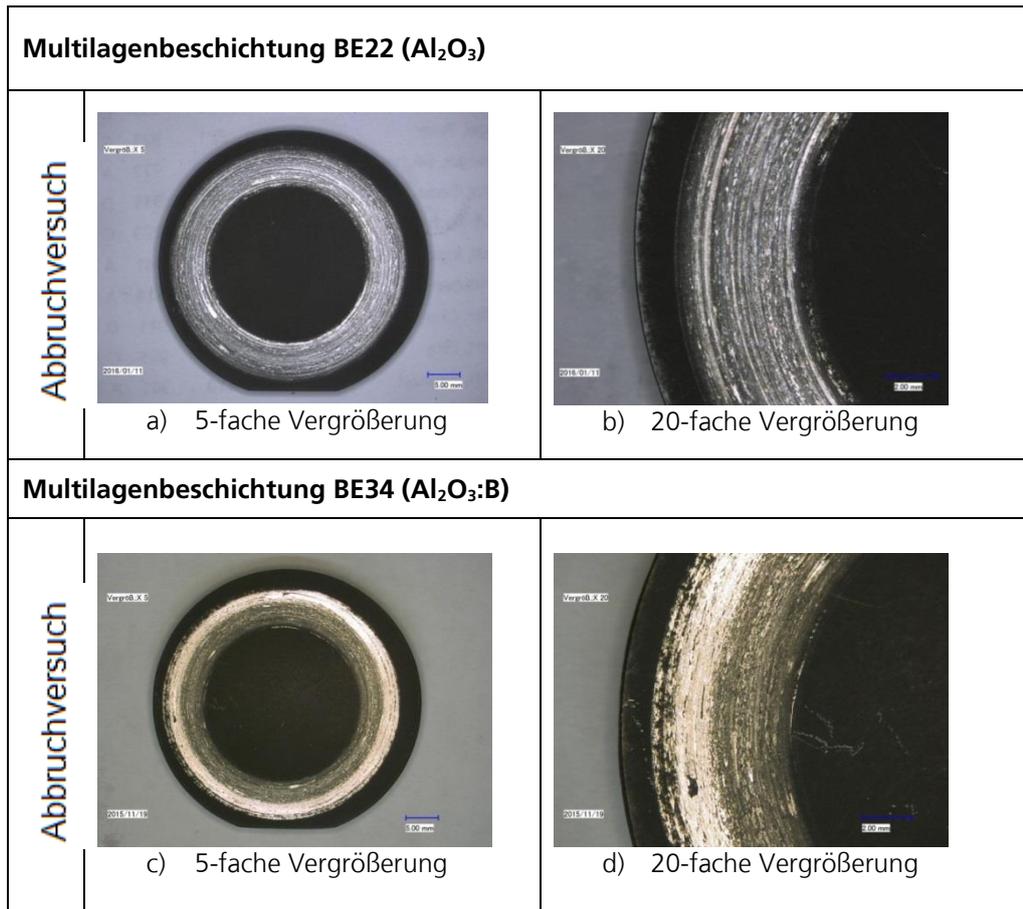


Abbildung 23: Reibversuchsproben Mehrlagenschichten (Abbruchversuch)

Eine nachfolgende Untersuchung der Multilagenschicht-Proben unter dem Rasterelektronenmikroskop (siehe Abb. 17) sollte erneut zeigen, ob die Beschichtung Defekte aufweist. Dazu wurden Querschliffe erstellt und für die Betrachtung präpariert.

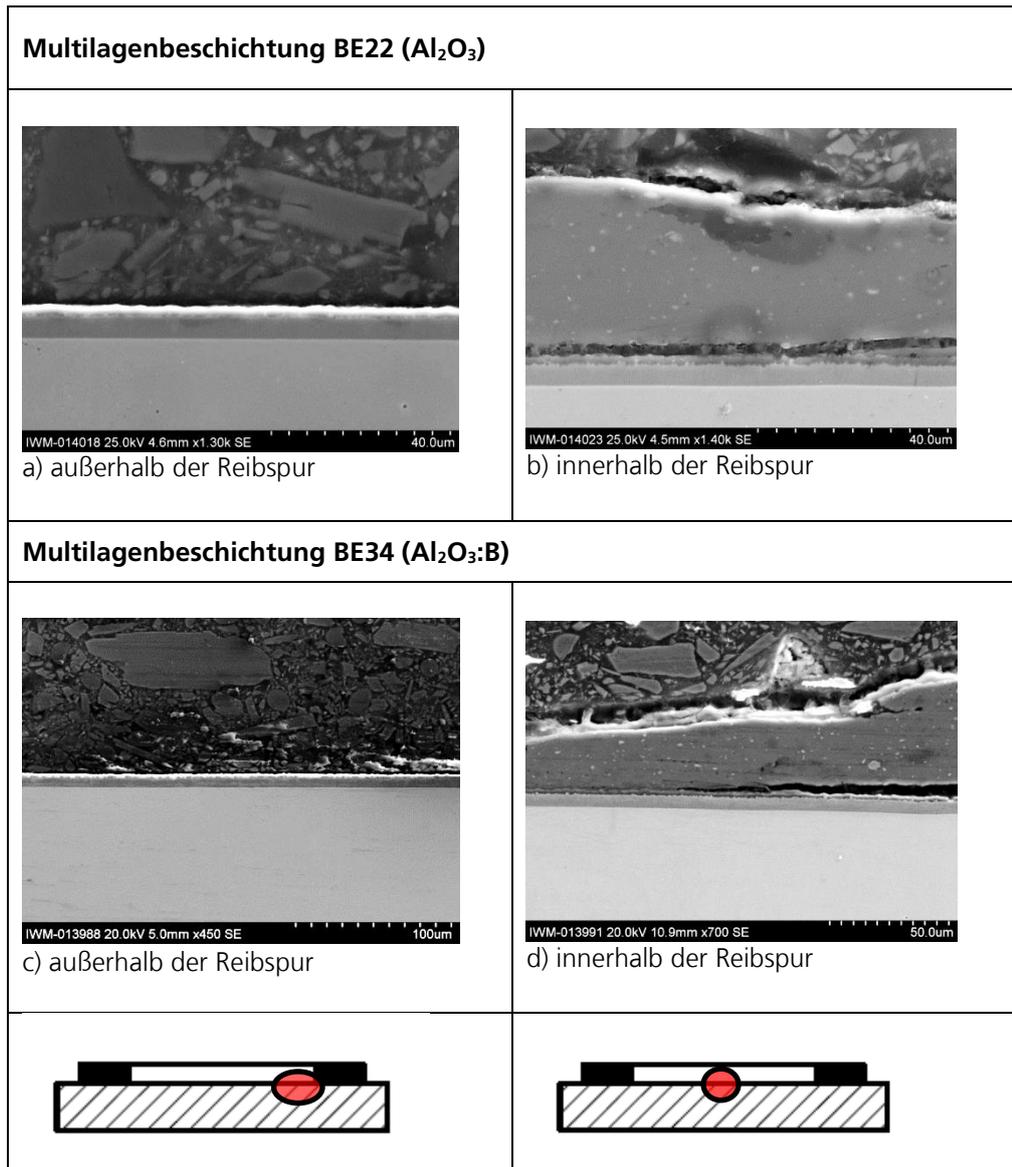


Abbildung 24: Schädigungsanalyse, Mehrlagenschichten

Die Betrachtung der der Kontaktflächen zwischen den Multilagenschichten und dem anhaftenden Aluminium zeigt keinerlei Schädigung der ursprünglichen Schicht. Die Beschichtungen bedecken weiterhin das komplette darunterliegende Substrat und schützen somit die Geometrie und die Beschaffenheit der Probenoberfläche. Dennoch tritt eine Überlagerung der Schichtoberfläche mit Fremdmaterial auf. Dabei ist zu erkennen, dass nur an wenigen Stellen ein direkter Übergang von der Deckschicht zum Aluminium vorhanden ist. In Abbildung 17b, welche die BE22 Beschichtung darstellt, ist eine Zwischenschicht zwischen der Deckschicht und dem anhaftenden Aluminium zu erkennen. Dabei handelt es sich um das zur Erstellung des Querschliffs notwendige Einbettmaterial, welches sich in vorhandene Hohlräume einlagert. Dies zeigt, dass die anhaftenden Aluminiummassen eine Tendenz dazu besitzen sich während dem Reibkontakt wieder abzulösen. Die direkte Verbindung zwischen Deckschicht und Aluminium lässt sich als unbeständig und nur lokal vorhanden charakterisieren. Die Beständigkeit der Beschichtungen unter dem Reibkontakt mit Aluminium wird mit nachfolgender EDX-Analyse weiterhin überprüft (siehe Abb. 18).

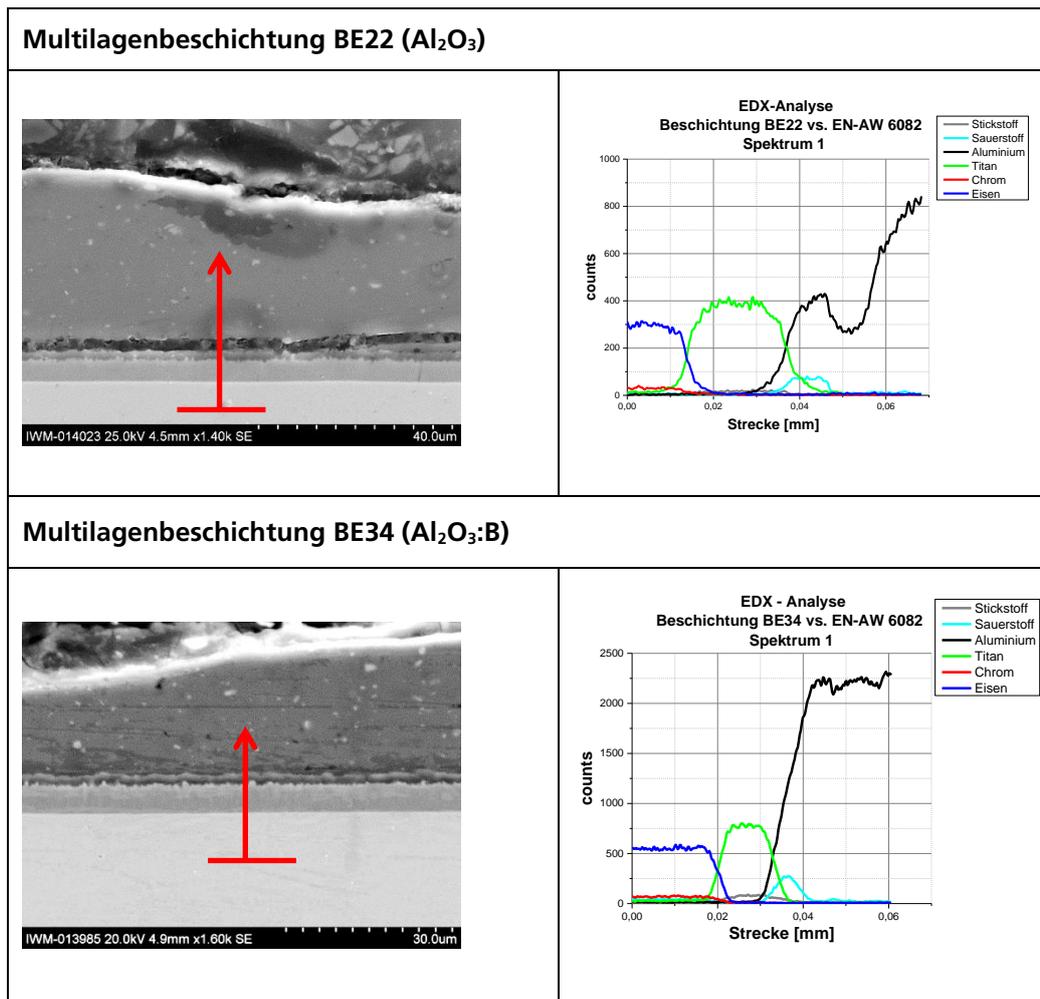


Abbildung 25: EDX Linien-Scan, Mehrlagenschichten

Der deutliche Nachweis der primären Beschichtungsbestandteile (Titan, Sauerstoff und Stickstoff) in der EDX Analyse bestätigt die Beständigkeit der Multilagenschichten gegenüber der Abtragung durch den Reibkontakt.

2.2.3 Untersuchungen auf dem Pressreib-Prüfstand

In Zuge des Projekts wurden die Reibeigenschaften von ausgewählten Multilagenschichten von WEFA gegen diverse Aluminiumlegierungen untersucht. Dazu wurden Pressreibversuche bei Hochtemperatur durchgeführt. Der Umfang der durchgeführten Versuche und die Versuchsparameter sind Tabelle 4 und 5 zu entnehmen.

Tabelle 4: Versuchsübersicht Pressreibversuche

Versuchsübersicht Pressreibversuche	
Beschichtung	Aluminiumlegierung
BE34	EN AW 6060
	EN AW 6082
	EN AW 2017A
BE34 modifiziert	EN AW 6060
	EN AW 6082
	EN AW 2017A

Tabelle 5: Versuchsparameter Pressreibversuche

Anpresskraft	Reibgeschwindigkeit	Reibweg	Temperatur	Abkühlung
2,5 kN	5 mm/s	15 mm	150°C und 500°C	Frei an Luft

Die nachfolgenden Diagramme (siehe Abb. 19 und Abb. 20) zeigen die Verläufe der aufzubringenden Verschiebekraft für die Hülsen-Aluminiumlegierung Kombinationen. Die Ergebnisse der Versuche bei Hochtemperatur (500°C, siehe Abb. 19) zeigen eine deutliche Segmentierung zwischen den verschiedenen Aluminiumlegierungen als Reibpartner. Dabei wird für die Relativverschiebung der beschichteten Hülsen und der Aluminiumlegierung EN AW 2017A eine deutlich höhere Verschiebekraft benötigt als bei den anderen beiden Legierungen EN AW 6060 und EN AW 6082. Bei der auffälligen Aluminiumlegierung EN AW 2017A handelt es sich um eine kupferhaltige Legierung. Die zwei untersuchten Beschichtungen unterscheiden sich im Reibkontakt mit den Aluminiumlegierungen nur geringfügig. Dies ist darauf zurückzuführen, dass es sich bei der modifizierten BE34 Beschichtung lediglich um eine leicht veränderte Variante zur Standard BE34 Beschichtung handelt. Zu Vergleichszwecken wurde ein weiterer Pressreibversuch mit einer CuZn Probe als Reibpartner durchgeführt. Diese Materialkombination zeigt, wie zu erwarten war, eine geringere Reibung. In Abbildung 19 ist im Kraftverlauf der Kombination BE34 (modifiziert) – EN AW 6060 ein verzögerter Start zu erkennen. Der Grund dafür liegt in einem vorhergehend erfolgten Abbruchversuch, welcher anschließend mit einem Wegversatz erneut gestartet wurde.

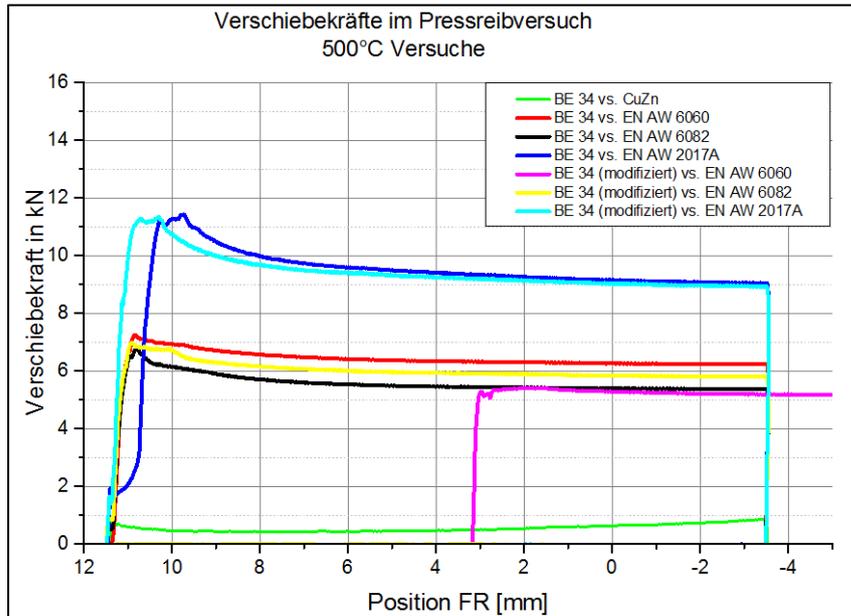


Abbildung 26: Ergebnisse der Pressreibversuche bei 500°C

Zur Verdeutlichung der starken Temperaturabhängigkeit in Bezug auf den Reibkontakt zwischen Beschichtung und Aluminiumlegierung wurden weitere Pressreibversuche bei 140°C durchgeführt. Da es sich bei diesen Versuchen lediglich um Vergleichsversuche handelt, wurden dafür nur eine reduzierte Anzahl an Beschichtung – Legierung Kombinationen verwendet. Die Kraftverläufe dieser Versuche sind Abbildung 20 zu entnehmen. Es ist deutlich zu erkennen, dass die verringerte Prozesstemperatur in einer enormen Reduktion der benötigten Verschiebekraft resultiert. Dieses Ergebnis bestätigt die Erkenntnisse aus der anderen tribologischen Versuchen, welche im Verlauf des Nanowerk Projekts am Fraunhofer IWM durchgeführt wurden. Das Aluminium besitzt bei 140°C noch ausreichend Festigkeit und ist keiner signifikanten Verformung unterworfen.

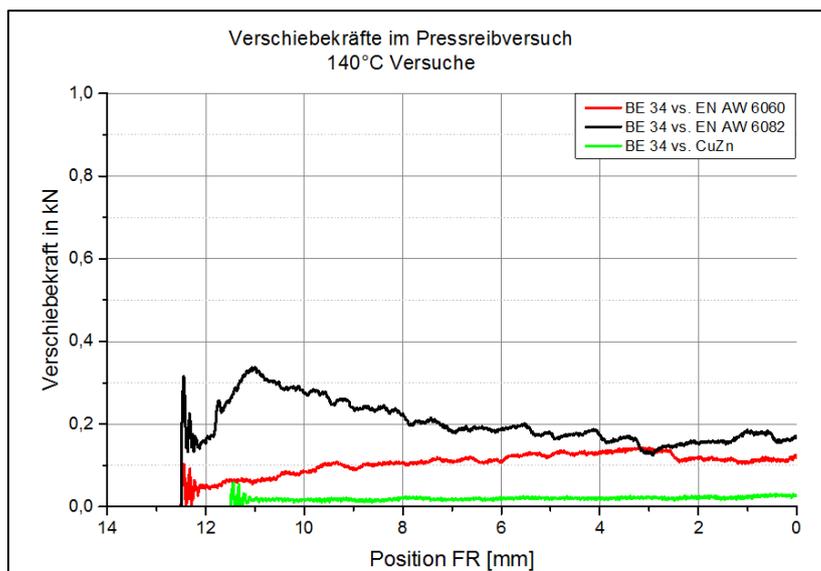


Abbildung 27: Ergebnisse der Pressreibversuche bei 140°C

Der Reibkontakt während der Relativverschiebung zwischen der beschichteten Hülse und der Aluminiumprobe resultiert auch in diesem Versuch in einem anhaftenden Aluminiumfilm auf der Beschichtungsoberfläche. Als Beispiel zeigt Abbildung 21 eine aufgeschnittene Hülse mit Blick auf den entstandenen Aluminiumfilm.

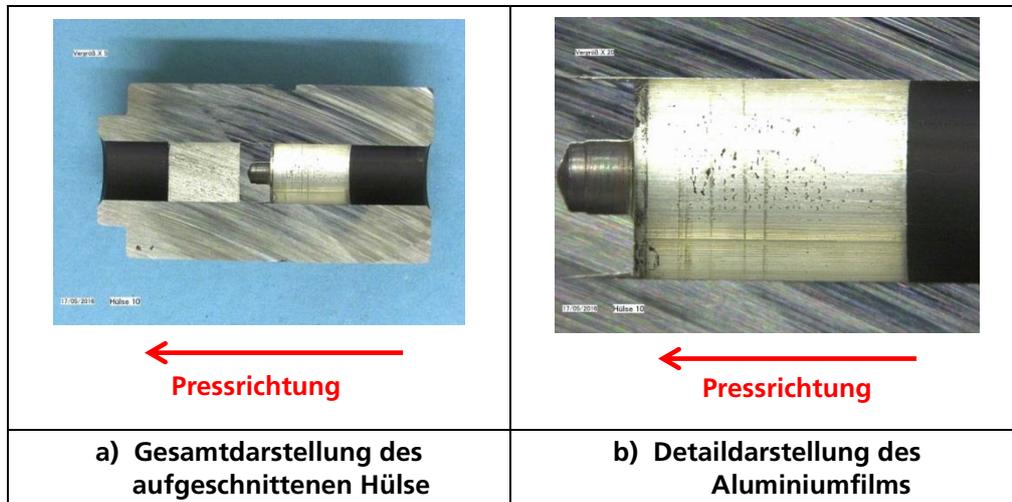


Abbildung 28: Anhaftender Aluminiumfilm auf der Pressreibhülse

Diese Film-Bildung ist bei allen Probenkombinationen der 500°C-Versuche deutlich zu erkennen. Die Proben der 140°C-Versuche zeigen im Gegensatz dazu keine Film-Bildung (nicht dargestellt). Weiterhin wurden die verpressten Aluminiumproben mittels EBSD-Analyse auf die Bildung von Rekristallationszonen hin untersucht. Dazu wurde die aufgeschnittene Hülse mit Aluminiumprobe präpariert und geätzt. Eine Übersicht der Proben ist Abbildung 22 zu entnehmen.

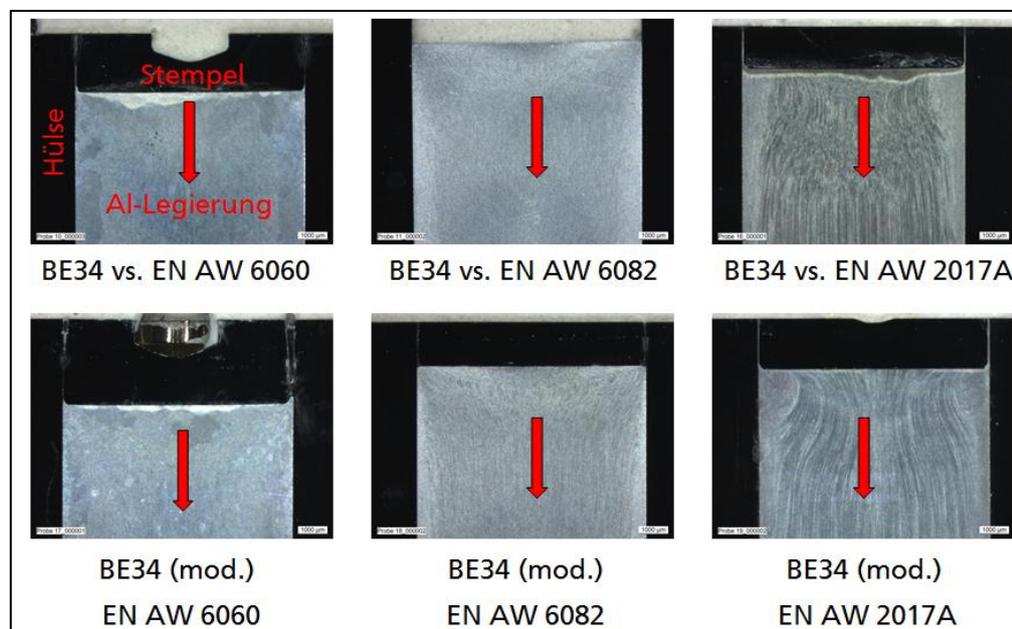


Abbildung 29: Übersicht der präparierten EBSD Proben

In den Übersichtsbildern kann man erkennen, dass sich die Werkstoffgefüge der unterschiedlichen Al-Legierungen differenzieren. Besonders im Falle der Legierung EN AW

2017A ist eine deutliche Ausprägung der fließenden Materialorientierung zu erkennen. Dem hingegen besitzen die Legierungen EN AW 6060 und EN AW 6082 eine homogene Gefügestruktur nach dem Pressvorgang. Die Ergebnisse der durchgeführten EBSD-Analyse der Randbereiche der Al-Proben (Kontaktbereich Hülse – Probe) sind der nachfolgenden Abbildung 23 zu entnehmen.

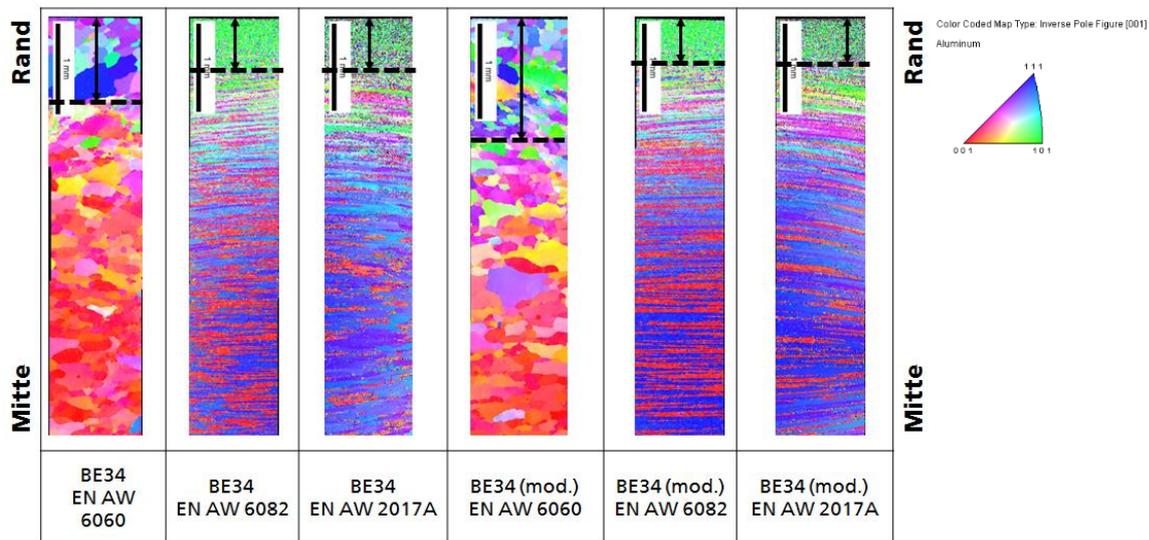


Abbildung 30: EBSD-Analyse der gepressten Aluminiumlegierungen

Bei der Betrachtung der EBSD-Bilder zeigen sich die Gefüge der Legierungen EN AW 6082 und EN AW 2017A als besonders feinkörnig. Im Gegensatz dazu zeigt die EN AW 6060 Legierung ein deutlich grobkörnigeres Gefüge. Die Bildung der Gefügestruktur erscheint bei beiden Beschichtungstypen gleich. Hervorgehoben sind die jeweils erkennbaren Rekristallationstiefen der Probenränder. Als Grenze der Rekristallationstiefe wurde der Übergang zwischen ausgeprägt feinkörniger und grobkörniger Gefügestruktur gewählt. Eine Definition dieses Bereichs gestaltet sich bei der Legierung EN AW 6060 jedoch als nicht so einfach, da die genannte Legierung eine durchgängig grobkörnige Struktur aufweist. Aus diesem Grund können die ermittelten Rekristallationstiefen für diese Legierung nur als grobe Vergleichswerte dienen. In Tabelle 6 sind die ermittelten Rekristallationstiefen aufgelistet.

Tabelle 6: Rekristallationstiefen der Pressreibversuchsproben

Hülsen – Proben Kombination	Rekristallationstiefe x_{rek} in μm
BE34 vs. EN AW 6060	830
BE34 vs. EN AW 6082	520
BE34 vs. EN AW 2017A	630
BE34 (mod.) vs. EN AW 6060	710
BE34 (mod.) vs. EN AW 6082	390
BE34 (mod.) vs. EN AW 2017A	470

2.2.4 Werkstoffmodellierung

In der Modellierung wurden zuerst die Eigenschaften des TiAlN mit und ohne Dotierung durch Fremdatome betrachtet. Alle Simulationen wurden im Rahmen der im Prinzip parameterfreien Dichtefunktionaltheorie durchgeführt. Dabei wurde das von uns mitentwickelte Softwarepaket GPAWⁱ genutzt. Die Einteilchenzustände werden dabei auf Gittern im Realraum repräsentiert, wobei ein Gitterabstand kleiner 0.2 Å gewählt wurde. Die Austausch-Korrelationsenergie wurde in der „generalized gradient approximation“ⁱⁱ genähert.

Aus der Literatur ist bekanntⁱⁱⁱ, dass TiN ein kubisches Kristallsystem bildet. Der reine Halbleiter AlN bildet hingegen eine Wurtzit-Struktur. In der hier betrachteten Komposition $\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.5}\text{N}_1$ liegt das Material jedoch in kubischer Struktur vor^{iv}.

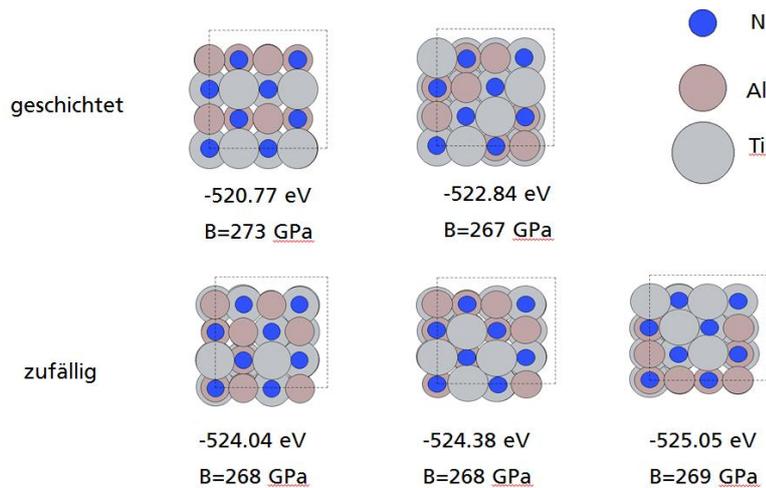


Abbildung 31: Verschieden Strukturen von $\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.5}\text{N}_1$ mit den Energien der Einheitszelle und dem Kompressionsmodul.

Die Verteilung des Aluminiums im Material und dessen Einfluss auf den Kompressionsmodul war die erste angegangene Fragestellung. Dazu wurden die in Abbildung 31 gezeigten Möglichkeiten verglichen. Es ergibt sich eine klare energetische Präferenz für eine zufällige Verteilung der Al-Atome, welches aber interessanterweise nicht der Konfiguration des größten Kompressionsmoduls entspricht. Der gefundene Kompressionsmodul von 269 GPa ist in perfekter Übereinstimmung mit der Literatur^v.

2.2.4.1 Dotierung mit Wolfram

Es wurde auch der Einfluss der Dotierung mit Fremdatomen auf die Materialeigenschaften eingegangen. In der Literatur wurde eine Erhöhung des Kompressionsmoduls durch Wolfram-Dotierung berichtet^{Fehler! Textmarke nicht definiert.}. Die Energetik der Dotierung hängt entscheidend von der Wahl des Reservoirs ab. Hier wurde als Reservoir die Gasphase gewählt. Damit wird die Energie des $\text{Ti}_{16}\text{Al}_{16}\text{N}_{32}$ -Modells und eines W-Atoms in der Gasphase E_0 vor der Dotierung mit der Energie eines $\text{Ti}_{16}\text{Al}_{15}\text{WN}_{32}$ -Modells und eines Ti-Atoms in der Gasphase E_1 verglichen, daher die Energiedifferenz $dE = E_0 - E_1$ betrachtet.

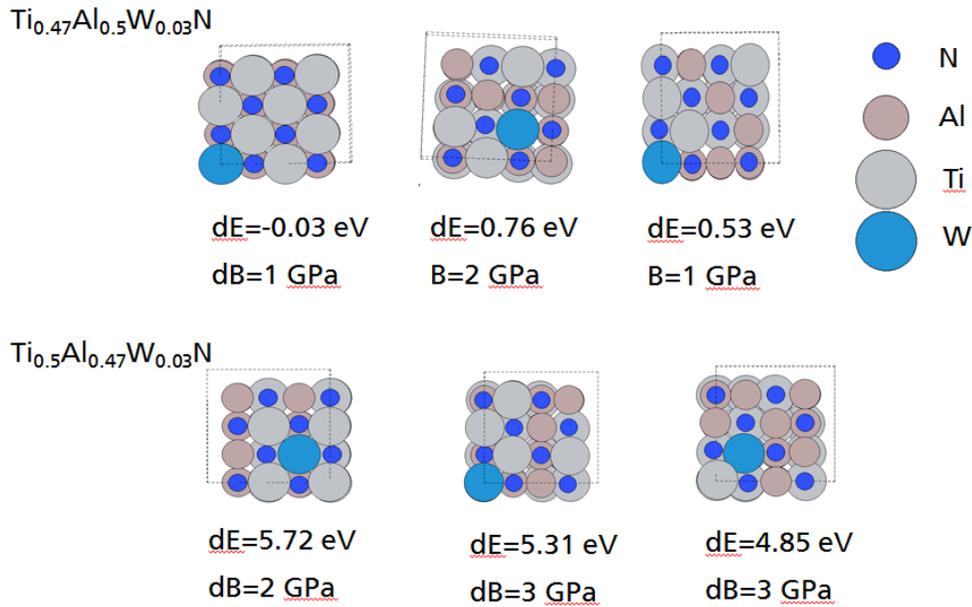


Abbildung 32: Verschieden Strukturen von W dotiertem $Ti_{0.5}Al_{0.5}N_1$ mit der Energieänderung dE der Änderung des Kompressionsmoduls dB .

In der Tat finden wir auch durchgängig eine Erhöhung des Kompressionsmoduls (dB in Abbildung 32) durch die Dotierung mit W. Der Effekt ist stärker, wenn Al ersetzt wird, was sich einfach durch die ähnliche Größe von W mit dem das Gitter bestimmenden Ti verstehen lässt. Dotierung mit mehr Wolfram (nicht gezeigt) erhöht diesen Effekt.

2.2.4.2 Dotierung mit Bohr und Kohlenstoff

Bohrnitrid (BN) hat ähnliche Eigenschaften wie reiner Kohlenstoff. Es kann auch in kubischer Konfiguration mit extrem hohem Kompressionsmodul ($B=400 \text{ GPa}$) ähnlich zu Diamant ($B=440 \text{ GPa}$) oder aber in hexagonaler Struktur mit $B=37 \text{ GPa}$ (Graphit $B=34 \text{ GPa}$) vorkommen. Es ist daher eine interessante Frage, welche Auswirkungen dieses Element auf das $Ti_{0.5}Al_{0.5}N_1$ Material hat.

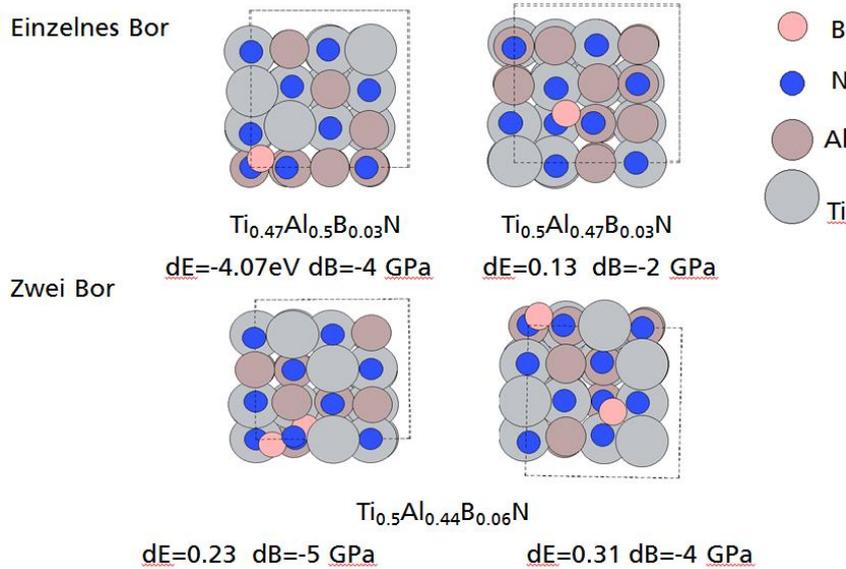


Abbildung 33: Verschieden Strukturen von B dotiertem $Ti_{0.5}Al_{0.5}N_1$ mit der Energieänderung dE der Änderung des Kompressionsmoduls dB .

Wie in Abbildung 33 gezeigt, passt das B-Atom wegen seiner geringen Größe nur sehr schlecht in das TiAlN Gitter und rückt deutlich aus der ursprünglichen Gitterposition des entsprechenden Metallatoms weg. Damit geht eine Schwächung des Gitters einher, was sich in der Erniedrigung des Kompressionsmoduls ($dB < 0$) wieder spiegelt. Dieser Effekt vergrößert sich für mehrere B-Atomen.

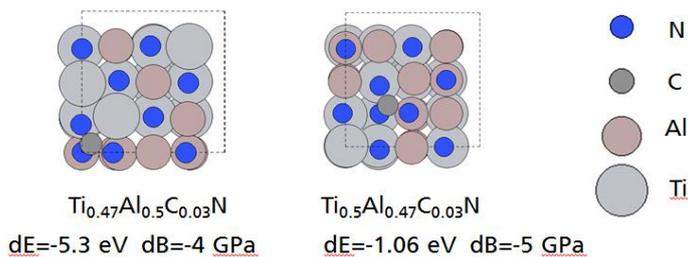


Abbildung 34: Verschieden Strukturen von C dotiertem $Ti_{0.5}Al_{0.5}N_1$ mit der Energieänderung dE der Änderung des Kompressionsmoduls dB .

Dotierung mit C hat, wie in Abbildung 34 gezeigt, einen ähnlichen Effekt, was wieder durch die unpassende Atomgröße bedingt ist. Die Erniedrigung des Kompressionsmoduls ($dB = -4/-5\text{ GPa}$) ist sogar stärker als bei Bor ($dB = -4/-2\text{ GPa}$).

2.2.4.3 Schersimulationen

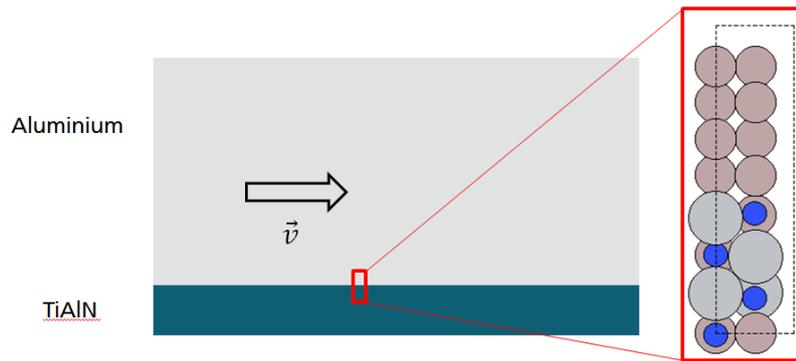


Abbildung 35: Modellierung der Randzone beim Strangpressen.

Die Stabilität der Randzone zwischen TiAlN-Werkstück und Aluminium-Material wurde mittels des in Abbildung 35 gezeigten Modells untersucht. Dabei wird die Randzone unter konstanter Scherung gesetzt und die Ausbildung der dadurch entstehenden Scherebenen betrachtet.

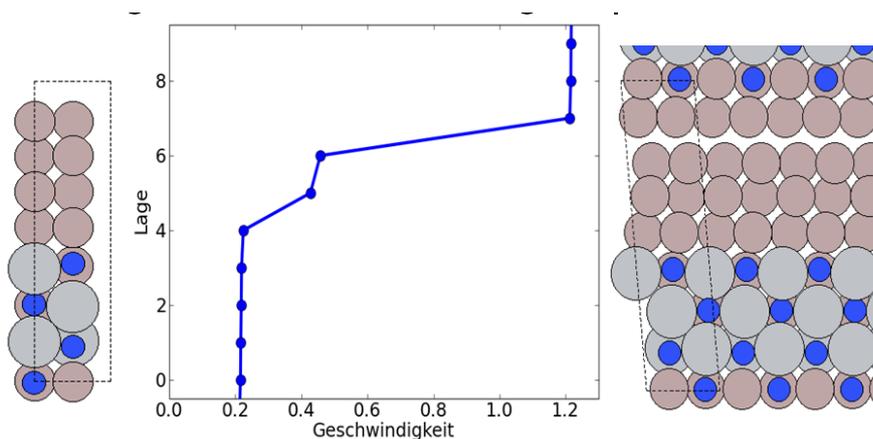


Abbildung 36: Einstellung eines quasistationären Zustands bei der Scherung in der Randzone.

Abbildung 36 zeigt den sich einstellenden quasistationären Zustand unter konstanter Scherung. Es sind klar zwei Scherebenen zu erkennen, welche sich beide in der weichen Aluminiumphase befinden. Die große Härte des TiAlN-Werkstoffs erlaubt hier keine Teilnahme an der Scherung. Die dem Werkstoff nächste Aluminiumlage ist mit diesem jedoch so fest verbunden, dass diese noch als Teil des Werkstoffs betrachtet werden kann.

2.2.4.4 Experimentelles Schichtsystem

Abbildung 25 zeigt eine Elementanalyse des Schichtsystems in Kontakt zu Aluminium. Das Trägermaterial ist hier TiC_xN_{1-x} . Wie gut zu erkennen ist, ist das Trägermaterial von einer Al_2O_3 -Schicht überlagert. Nur die Al_2O_3 -Schicht steht damit in direktem Kontakt zum Aluminium. Zwischen der Al_2O_3 -Schicht und dem Aluminium sind teilweise Bruchebenen zu erkennen.

2.2.4.5 Eigenschaften von $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$

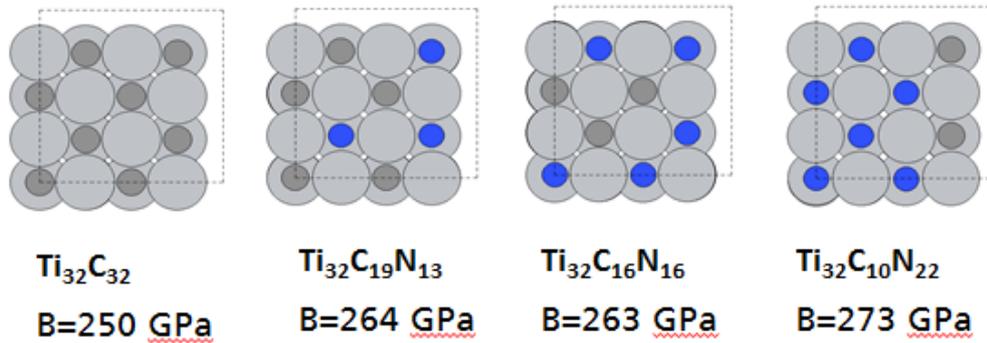


Abbildung 37: Einheitszellen und Kompressionsmodul von $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ in verschiedenen Kompositionen.

Im ersten Schritt wurde die Abhängigkeit des Kompressionsmoduls von der Zusammensetzung des $\text{TiC}_x\text{N}_{1-x}$ -Materials berechnet und mit reinem TiN verglichen. Der Kompressionsmodul kann dabei wieder als Maß für die zu erwartende Härte des Materials dienen. Wie in Abbildung 37 zu erkennen ist, steigt der Kompressionsmodul mit steigendem Stickstoffanteil an. Während TiC etwas weicher als TiAlN ($B=269 \text{ GPa}$) ist, ist reines TiN deutlich härter.

2.2.4.6 Adhäsionssimulation zu Al auf TiAlN

Wie oben ausgeführt, ergab sich bei der Schersimulation von TiAlN mit Aluminium eine klare Ausbildung der Scherebene zwischen TiAlN und dem Aluminiummaterial. Diese Situation ist natürlich für den Werkstoff erwünscht, da dieser möglichst wenig Anhaftung von Aluminium zeigen soll. Um die Anhaftung zwischen Aluminium und TiAlN quantitativ besser beurteilen zu können, wurden auch Adhäsionssimulationen durchgeführt welche im Folgenden beschrieben werden.

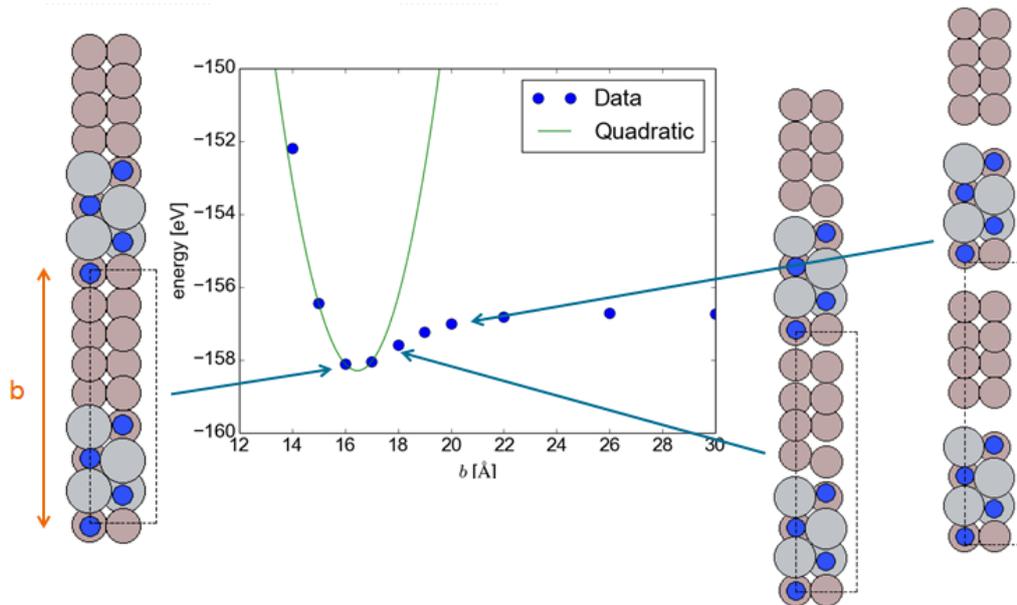


Abbildung 38: Energetisches Verhalten in der Simulation unter Variation der Einheitszellendimension b und die zugehörigen Grundzustandsstrukturen.

Abbildung 38 zeigt das energetische Verhalten einer Simulation von abwechselnden TiAlN und Aluminium unter Änderung der Einheitszellenrichtung b . Für kleine b wird die Struktur zusammengedrückt, was zu einer raschen Energieerhöhung führt. Vergrößerung von b führt zu einem wesentlich flacheren Potential und schlussendlich zu Bruch der Verbindung an der schwächsten Schnittstelle, also an der Oberfläche mit der geringsten Oberflächenenergie. Wie in Abbildung 38 deutlich zu erkennen ist, ist dies die Grenzfläche zwischen TiAlN und Aluminium. Aus dem Unterschied zwischen der niedrigsten Energie der Potential und der Energie für maximal separierte Aluminium und TiAlN-Blöcke ΔE kann dann über die Fläche A senkrecht zu b der Unterschied der Oberflächenenergien

$$d\gamma = \frac{\Delta E}{4A}$$

bestimmt werden. Der Faktor 4 trägt dabei der Ausbildung von 4 Ebenen Rechnung. Hier ergibt sich die geringe Oberflächenenergiedifferenz von $\gamma=0.36 \text{ J/m}^2$. Diese Energie muss mit der Oberflächenenergie von Aluminium von $1.14 \pm 0.2 \text{ J/m}^2$ (nach Westmacott et al.^{vi}) verglichen werden, welche bei einem Bruch im Aluminium und daher dem „Zuschmieren“ des Werkzeugs aufzuwenden wäre. Der große Unterschied macht letzteres jedoch eher unwahrscheinlich.

2.2.4.7 Schersimulation und Adhäsion von Al_2O_3 auf TiAlN

Wie in Abbildung 25 zu erkennen ist jedoch nicht Aluminium, sondern Al_2O_3 in Kontakt mit TiAlN. Auch hierzu wurden Schersimulationen durchgeführt, siehe Abbildung 39. Ähnlich wie zwischen Aluminium und TiAlN entsteht die Scherebene an der Kontaktfläche zwischen den beiden Materialien. Aluminiumoxid haftet jedoch wesentlich stärker auf TiAlN als Aluminium selbst. Wie die Abbildung 40 zeigt, bilden sich starke kovalente Bindungen aus und die Oberfläche von TiAlN wird während des Auseinanderziehens deutlich zerstört. Da die Oberflächen in der Simulation nicht vollständig getrennt sind kann nur die untere Grenze des Oberflächenenergieunterschieds von $\gamma > 1.45 \text{ J/m}^2$ angegeben werden.

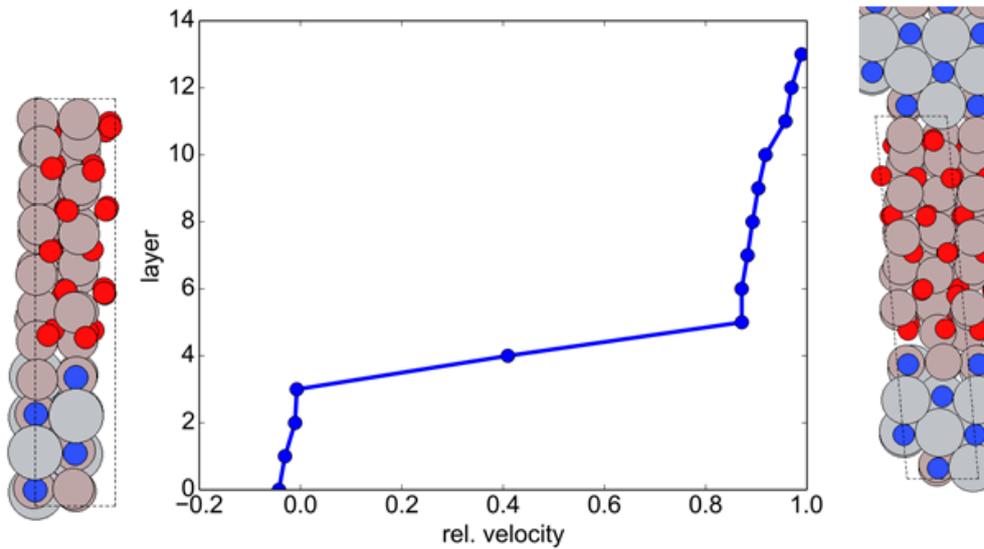


Abbildung 39: Schersimulation von Al_2O_3 in Kontakt mit TiAlN .

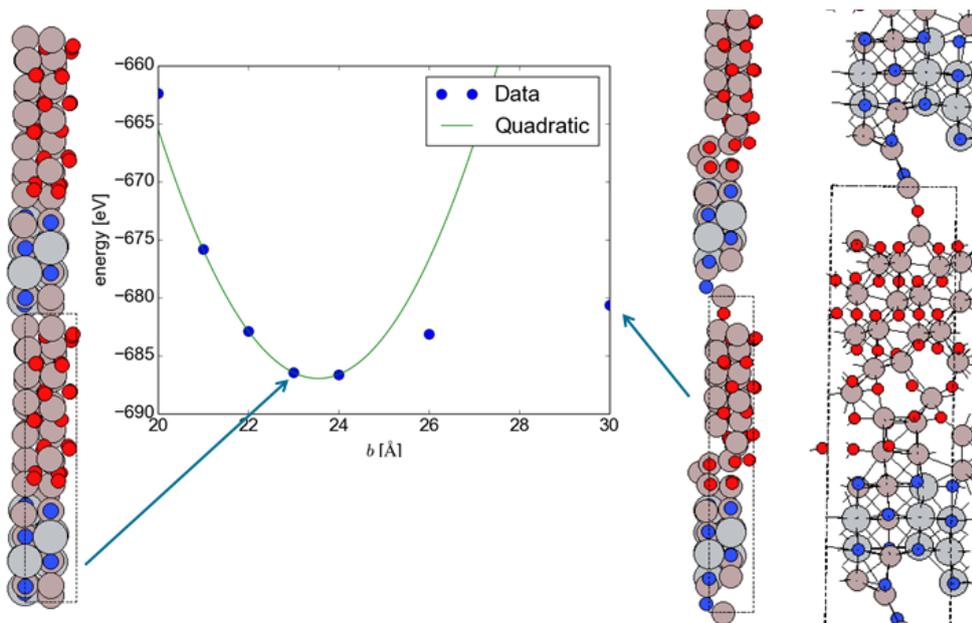


Abbildung 40: Adhäsionssimulation für Al_2O_3 auf TiAlN ähnlich zu Abbildung 38.

2.2.4.8 Schersimulation aller drei Komponenten

Schlussendlich wurde auch die Schersimulation aller drei Komponenten durchgeführt. Abbildung 41 zeigt dabei deutlich, dass in diesem Fall die Scherebene zwischen Aluminium und seinem Oxid ausgebildet wird. Dies ist ähnlich wie in Abbildung 25 und wurde auch schon in anderen Simulationen so gefunden^{vii}. Jedoch wurde dort auch gezeigt, dass Kohlenstoff und Bor-Verunreinigungen die Verhältnisse umkehren können und Brüche im Aluminium-Festkörper hervorrufen. Es ist daher eine interessante Frage, ob der große Siliziumanteil im verarbeiteten Aluminium, auch einen ähnlichen Einfluss auf die Adhäsion hat.

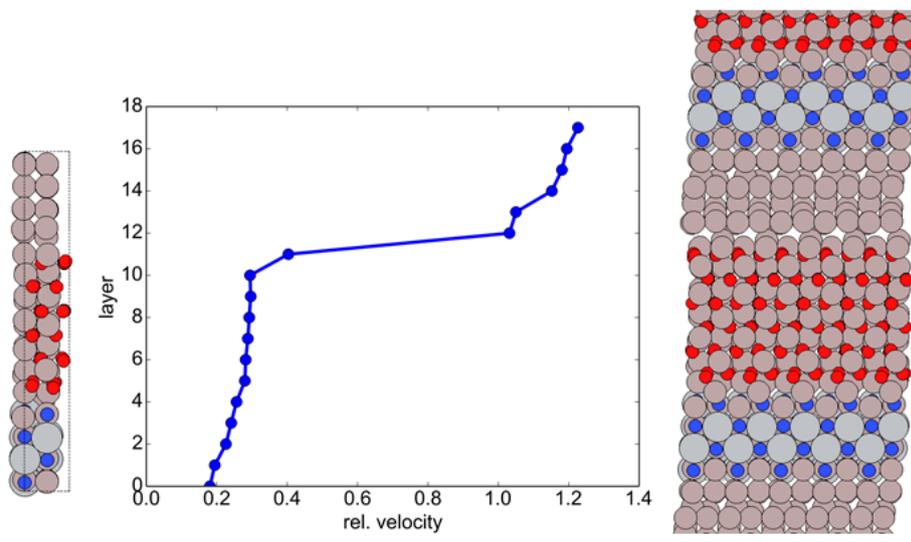


Abbildung 41: Schersimulation von Aluminium auf Al₂O₃ in Kontakt mit TiAlN.

Aus den experimentellen Untersuchungen ist die Abbruchkante zwischen metallischem Aluminium und Aluminiumoxid deutlich zu erkennen. Deshalb ist diese Schnittstelle die wichtigste in der Frage der Beeinflussung der Haftung zwischen Werkstück und Material. Aus diesem Grunde wurden in den folgenden Untersuchungen auch nur Oberflächenenergien und Reibungssimulationen dieser Grenzfläche betrachtet.

Reines Aluminium auf reinem Aluminiumoxid

In Anlehnung an experimentelle Befunde^{viii} und andere Simulationsstudien^{vii,ix} wurden beispielhaft die Oberflächenorientierungen $\text{Al}_2\text{O}_3(0001) \parallel \text{Al}(111)$ in der Normalenrichtung und $\text{Al}_2\text{O}_3(10\bar{1}0) \parallel \text{Al}(\bar{1}10)$ in der Ebene ausgewählt. Unter der Annahme, dass die chemische Zusammensetzung der Grenzfläche durch Schneiden beider Konstituenten und anschließendem Zusammenfügen entsteht, kommen für das Schneiden von Aluminiumoxid grundsätzlich drei unterschiedliche Oberflächenorientierungen in Frage: 1. sauerstoffterminiert, 2. eine Lage Aluminium oder 3. zwei Lagen Aluminium. Aluminium lässt sich entlang der (111) Ebene (bis auf die Translation in Ebenenrichtung) nur auf eine Art schneiden. Grundsätzlich sind auch solche Grenzflächenstrukturen denkbar, deren chemische Zusammensetzung sich nicht durch Schneiden der Konstituenten erhalten lässt. Z. B. könnte die Sauerstoffkonzentration über mehrere Atomlagen allmählich abfallen. Der Einfachheit halber wurden aber nur die eben erwähnten drei Fälle betrachtet.

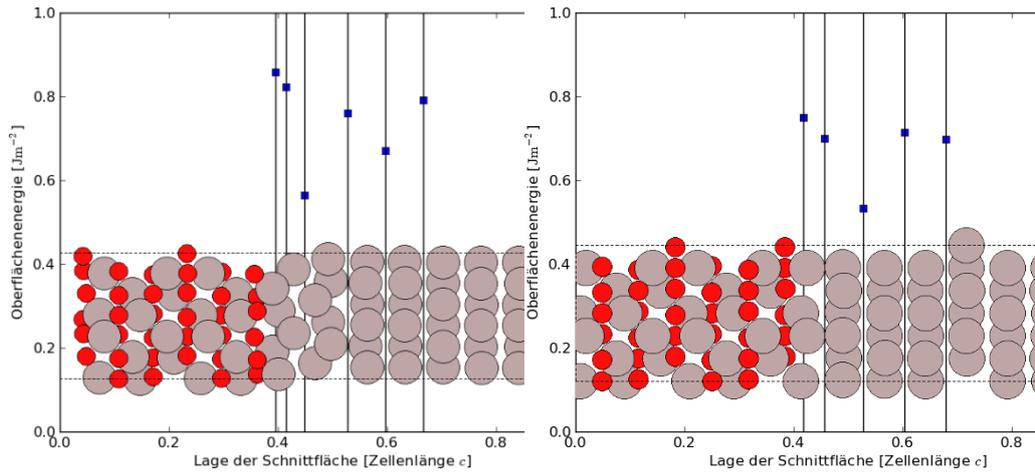


Abbildung 42: Modell mit relativer Orientierung $\text{Al}_2\text{O}_3(0001) \parallel \text{Al}(111)$.

Abbildung 43: Modell mit relativer Orientierung $\text{Al}_2\text{O}_3(10\bar{1}0) \parallel \text{Al}(\bar{1}10)$.

Für die Konstruktion der Grenzflächen wurden für die Einheitszellenparameter entlang der Oberflächenrichtungen stets experimentelle Werte des Oxids aus der Literatur^x entnommen. Dies hat zur Folge, dass das Metall in Oberflächenrichtung unter mechanischer Spannung stehen kann. Diese Konfigurationen werden relaxiert und sind in Abbildung 42 und Abbildung 43 gezeigt.

Ausgehend von den energetischen Minimumskonfigurationen berechnen wir die nötige Energie pro Fläche, um einen Schnitt parallel zur Grenzfläche auszuführen. Dabei betrug der beim Erstellen der durchtrennten Konfigurationen kürzeste Abstand der Schnittflächen mindestens 15 Å. Die zur Trennung nötige Energie pro Fläche ist auch in Abbildung 42 und Abbildung 43 für verschiedene Positionen der Schnittfläche dargestellt. Der energetisch günstigste Schnitt beträgt $0,56 \text{ Jm}^{-2}$ für die Konfiguration aus Abbildung 42 und $0,53 \text{ Jm}^{-2}$ für die Konfiguration aus Abbildung 43 und ist damit nur leicht von der Orientierung abhängig. Diese Ergebnisse für die gefundene Bruchstelle decken sich auch mit einer Zugsimulation (nicht gezeigt) in der die gesamte Einheitszelle auseinandergezogen und die Bruchkante an ähnlicher Stelle gefunden wird.

Zusammen mit den weiter oben erhaltenen Werten lassen sich die Oberflächenenergien deshalb zusammenfassen zu

- TiAlN / Al_2O_3 $\gamma = 1,45 \frac{\text{J}}{\text{m}^2}$
- Al / Al $\gamma = 0,85 \frac{\text{J}}{\text{m}^2}$
- Al / Al_2O_3 $\gamma = 0,53 - 0,56 \frac{\text{J}}{\text{m}^2}$
- TiAlN / Al $\gamma = 0,36 \frac{\text{J}}{\text{m}^2}$

Damit bestätigen diese das experimentelle Ergebnis der schwächsten Stelle zwischen Aluminiumoxid und Al_2O_3 . Des Weiteren wurde untersucht, ob sich dieses Verhältnis noch verbessern lässt, also ob sich die Oberflächenenergie von Aluminium und Al_2O_3 durch Dotierung bzw. durch Fremdatome noch weiter verringern lässt.

Fremdatome: Silizium und Magnesium in Aluminium

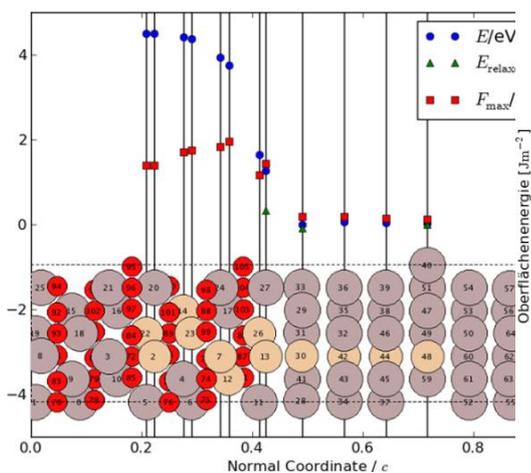


Abbildung 44: Energien bezüglich der günstigsten Konfiguration und maximale Kraftkomponente für die eingebrachten Siliziumatome an den angegebenen Positionen.

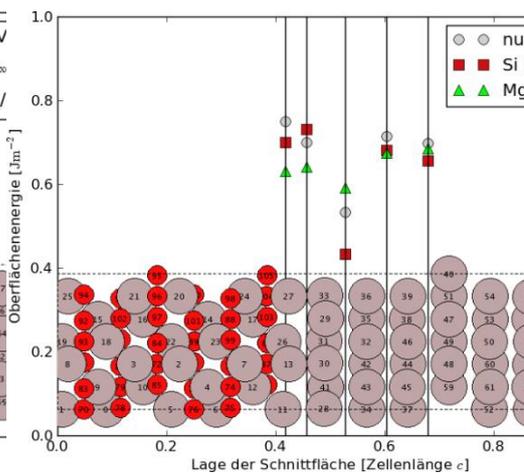


Abbildung 45: Oberflächenenergien für das Schneiden der Minimalkonfiguration mit und ohne Fremdatome an verschiedenen Positionen.

Von experimenteller Seite ist bekannt, dass ein nicht geringer Anteil an Silizium im verwendeten Aluminium enthalten ist. Deshalb wurden die möglichen Effekte von Silizium auf das Bruchverhalten untersucht. Dabei wurde die Minimumskonfiguration der Grenzfläche mit dem mit zwei Aluminiumlagen terminierten Oxid als Ausgangspunkt verwendet. Zunächst wurde untersucht, an welchen Aluminiumpositionen Silizium energetisch am günstigsten untergebracht werden kann. Für eine grobe Vorauswahl wurde dabei zunächst keine Relaxation durchgeführt. Es werden jeweils einzelne Aluminiumatome im Oxid oder im Aluminiumblock durch ein Siliziumatom ersetzt. Insgesamt wurden 12 Konfigurationen untersucht, wobei jeweils die Atomlage verändert wurde, in die das Silizium eingebracht wird. Bei sechs der Konfigurationen befindet sich das Silizium im Oxid, bei zweien in der Terminierung des Oxids und bei den restlichen vier im Aluminiumblock. Die Positionen der Siliziumatome und die entsprechenden Energien und Kräfte sind in Abbildung 44 dargestellt. Ohne Relaxation ist eine Substitution von Aluminium zu Silizium im Aluminiumblock energetisch am günstigsten. Die minimale Energie wird für die Position 30 in Abbildung 44 erreicht, welche der Oxidterminierung am nächsten liegt.

Als nächstes wurde für die Substitutionen an den Positionen 13, 30 und 48 eine Strukturoptimierung für die Atompositionen durchgeführt, ohne dabei die Einheitszelle zu verändern. Dies ist ebenfalls in Abbildung 44 dargestellt. Die Strukturoptimierung ändert das qualitative Bild nicht. Das Energieoptimum bleibt bei der Substitution auf Index 30.

Als nächstes wurde die Simulationszelle mit Silizium auf Position 30 (relaxiert) und Magnesium auf der Position 13 (dem energetischen Minimum einer ähnlichen Untersuchung wie bei Silizium) an verschiedenen Stellen parallel zur Grenzfläche aufgeschnitten, ein Vakuum von mindestens 15 Å Länge eingefügt und die Struktur nochmals nachrelaxiert. Die sich daraus ergebenden Oberflächenenergien im Vergleich zu reinem Aluminium sind in Abbildung 45 gezeigt. In der Tat verringern sowohl Silizium als auch Magnesium die Oberflächenenergie in den ersten Lagen im Aluminium. Damit wirken sich diese Atome zumindest im Randbereich positiv auf die Anhaftung aus.

Dotierung mit Bor, Magnesium und Stickstoff

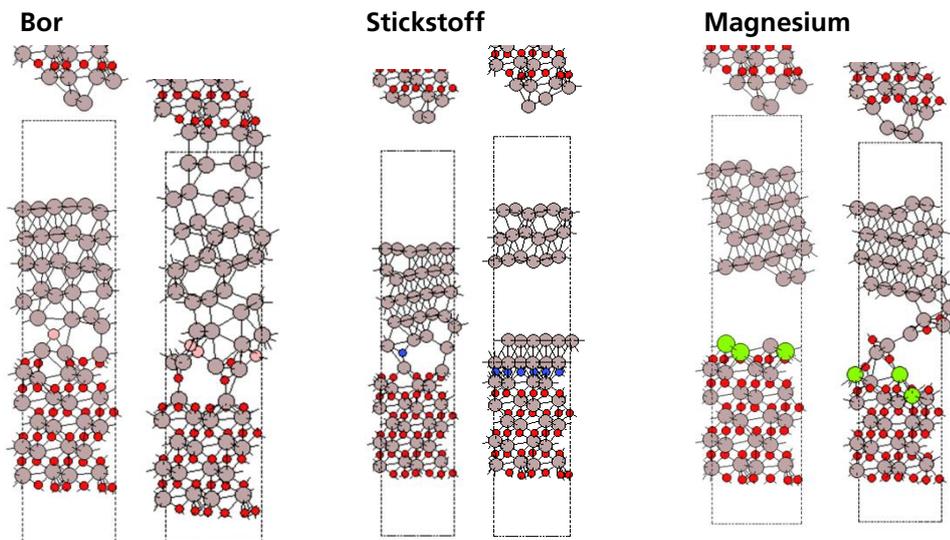


Abbildung 46: Ergebnisse der Zugsimulationen mit Bor-, Stickstoff- und Magnesiumdotierung. Al: grau, O: rot, B: rosa, N: blau, Mg: grün.

Um die Wirkung von Dotierungen auf die Anhaftung zu untersuchen, wurden verschiedene Modelle kreiert, in denen Al in Al_2O_3 durch Magnesium ersetzt wurde, bzw. Sauerstoffatome durch Bor oder Stickstoff ersetzt wurde. Diese Modelle wurden dann einer Zugsimulation unterzogen. Die Ergebnisse sind in Abbildung 46 gezeigt und können folgendermaßen zusammengefasst werden:

- Ersetzung von O durch B: Stabilisiert eher die Anhaftung von Al an Al_2O_3 und destabilisiert die Al_2O_2 -Schicht.
- Ersetzung von O durch N: Stabilisiert die Anhaftung von Al an Al_2O_3 .
- Ersetzung von Al durch Mg: Destabilisiert die Al_2O_2 -Schicht. Keine Änderung der Anhaftung.

Zusammenfassend ergibt sich damit leider das Bild, dass durch eine Dotierung mit den genannten Elementen keine positiven Auswirkungen zu erwarten sind. Die Grenzfläche zwischen Aluminium und seinem Oxid ist mit ihrer niedrigen Oberflächenenergie schon recht ideal und kann kaum übertroffen werden.

Bevorzugte Position einzelner Fremdatome: Gallium, Kupfer, Bor

Oben wurden adhäsive Eigenschaften der Schnittstelle zwischen Aluminium und Aluminiumoxid mittels Modellierung und Simulation untersucht. Weiterhin wurde der Einfluss ausgewählter Fremdatome auf das Adhäsionsverhalten studiert. Darauf aufbauend werden im Folgenden weiterführende Simulationsstudien getätigt: Die bevorzugte Position der Fremdatome Gallium, Kupfer und Bor bei Substitution wurde untersucht. Ferner wurde der Einfluss von Silizium auf das Adhäsionsverhalten bei Substitution in der Nähe der Grenzschicht zum Einfluss bei Substitution fernab der Grenzschicht in Relation gesetzt.

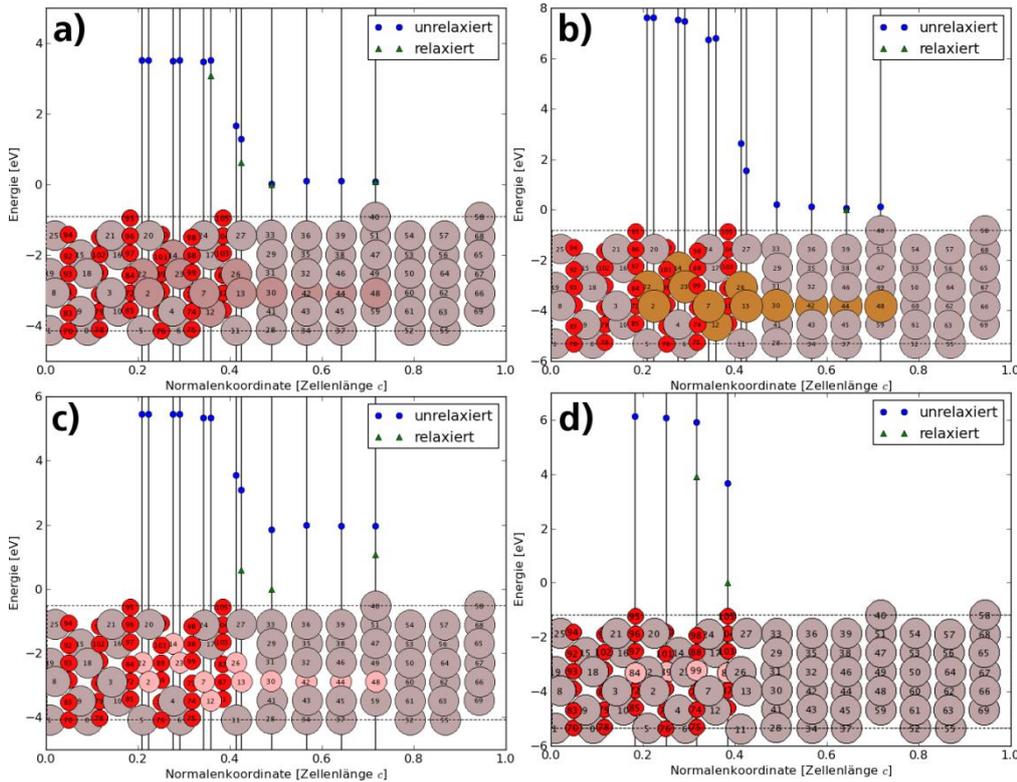


Abbildung 47: Energien bezüglich der günstigsten Konfiguration für die eingebrachten Fremdatome an den angegebenen Positionen. a) - c) Gallium, Kupfer, Bor auf Aluminium Gitterplätzen. d) Bor auf Sauerstoff Gitterplätzen.

Zusätzlich zu den bereits vorhandenen Rechnungen für Silizium und Magnesium als Fremdatome, wurde die bevorzugte Position der Fremdatome Gallium, Kupfer und Bor innerhalb der Simulationszelle der Al/Al₂O₃-Grenzschicht bestimmt. Hierzu wurden nacheinander verschiedene Aluminium-Gitterplätze mit einem Fremdatom besetzt. Für Bor wurde aufgrund der Größenverhältnisse ebenfalls die Substitution auf Sauerstoff-Gitterplätzen mit einbezogen. Die aus den Dichtefunktionaltheorie-Rechnungen erhaltenen Gesamtenergien der substituierten Strukturen sind in Abbildung 47 jeweils relativ zur energetisch günstigsten Konfiguration dargestellt. Für ausgewählte Substitutionsplätze wurde eine Struktur-Optimierung (Relaxation) durchgeführt.

Für sämtliche Ersetzungen auf Aluminium-Gitterplätzen zeigte sich, dass ein Eindringen der Fremdatome in die Oxid-Schicht energetisch ungünstig gegenüber den Gitterplätzen an der Grenzschicht oder im metallischen Aluminium. Auch im Fall der Ersetzung von Sauerstoff durch Bor wurden Gitterplätze der äußersten Sauerstoff-Atomlage bevorzugt. Gallium zeigte, ähnlich wie schon für Silizium beobachtet, ein leichtes Energie-Minimum in der der Grenzschicht am nächsten liegenden Metall-Atomlage. Für Kupfer als Fremdatom waren alle Atomlagen im Metall energetisch in etwa gleich günstig. Es zeigte sich keine Präferenz zur Ansiedlung in Grenzschicht-nahen Atomlagen. Für Bor auf Aluminium-Gitterplätzen ergab sich wiederum eine Bevorzugung zur Besetzung Grenzschicht-naher Atomlagen. Bei der Struktur-Optimierung verließ das Bor-Atom jedoch den Aluminium-Gitterplatz und nahm eine Stellung zwischen den Aluminium-Lagen ein, ähnlich den Sauerstoff-Positionen in der Oxid-Schicht. Wie bereits erwähnt wurde auch bei Ersetzung einzelner Sauerstoff-Atome im Oxid durch Bor die Atomlage in der Nähe der Grenzschicht präferiert.

Zusammenfassend ist ein Eindringen der bisher untersuchten Fremdatome Silizium, Magnesium, Gallium, Kupfer und Bor durch Substitution von Aluminium oder Sauerstoff-Gitterplätzen in die Oxid-Schicht energetisch ungünstig und daher nicht zu erwarten. Einzelne Substituenten zeigten mehr oder minder ausgeprägte Energie-Minima in der Nähe der Grenzschicht. Dies lässt auf eine Anreicherung von Fremdatomen wie zum Beispiel Magnesium oder Bor an der Grenzschicht schließen, sofern diese Elemente vorhanden sind. Der Effekt der Fremdatome Silizium, Magnesium und Bor auf die Stabilität der Grenzfläche wurde bereits weiter oben untersucht. Im nächsten Unterabschnitt folgt nun eine vergleichende Untersuchung für den Fall einer Silizium-Substitution fernab der Grenzfläche.

Einfluss von Silizium fernab der Al/Al₂O₃-Grenzfläche

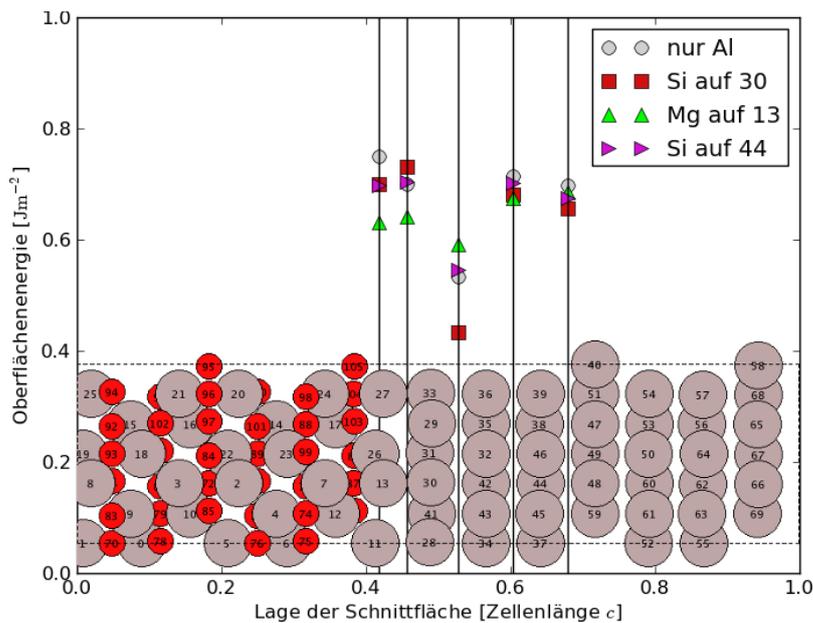


Abbildung 48: Oberflächenenergien für das Schneiden der Modellstruktur mit und ohne Fremdatome an verschiedenen Gitterplätzen.

Wie in Abbildung 48 gezeigt, destabilisierte ein auf Gitterplatz 30 in der Nähe der Grenzfläche eingebrachtes Silizium-Fremdatom die schwächste Schnitt Ebene weiter. Um abschätzen zu können, ob dies tatsächlich die Adhäsion im Sinne eines Anhaftens von metallischem Aluminium am Oxid verringern kann, wurde zusätzlich der Einfluss eines Siliziumatoms fernab der Grenzfläche auf Gitterplatz 44 (Siehe Abbildung 48) untersucht. Damit soll geklärt werden, ob das metallische Aluminium durch ein einzelnes Silizium-Fremdatom gleichermaßen destabilisiert wird. Wie der Abbildung zu entnehmen ist, hat das Silizium-Fremdatom fernab der Grenzfläche keinen nennenswerten Einfluss auf die Oberflächenenergien beim Schneiden an verschiedenen Ebenen. Für die in der Simulation verwendete Modellstruktur bedeutet dies, dass nur Silizium-Fremdatome in der Nähe der Grenzfläche ein Anhaften des Metalls an der Oxidschicht leicht verringern können. Von experimenteller Seite ist bekannt, dass Silizium im verwendeten Aluminium in nicht unerheblichen Mengen enthalten ist. Es konnte also gezeigt werden, dass sich das ohnehin vorhandene Silizium in der Modellstruktur positiv auf die gewünschten niedrigen Anhaftungs-Eigenschaften am Oxid auswirkt.

Ein noch ungeklärter Aspekt ist die Ursache der bereits in der reinen Al₂O₃/Al-Struktur verringerten Stabilität beim Schneiden zwischen der ersten und zweiten Metall-

Atomlage (siehe Abbildung 48). Ein Verständnis dieses Effektes könnte dabei helfen, die Adhäsion durch geeignete Dotierung weiter zu verringern. Es ist jedoch ebenfalls noch unklar, inwiefern dieser Effekt schlicht eine Eigenart der gewählten Modellstruktur ist.

2.2.5. Beschichtung von Werkzeugen und Charakterisierung der Schichten

Am Fraunhofer IST und bei Wolf wurden Stempelköpfe (Material Viking, 3 verschiedene Bauformen, siehe Abbildung 49) beschichtet und anschließend beim Projektpartner alutec metal innovations im Einsatz getestet.



Bauform 2515

Bauform 2254

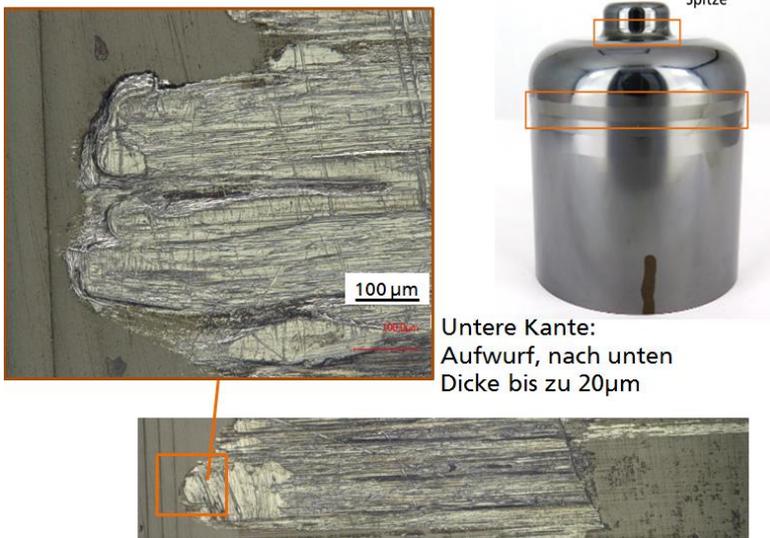
Bauform 2509

Abbildung 49: Drei unterschiedliche für Testbeschichtungen ausgewählte Werkzeuge (von alutec)

Folgende Schichten wurden für die Stempelbeschichtungen ausgewählt:

- Fraunhofer IST: TiAl(W)N (Charge C 2452) und als Referenz mit DLC (diamond-like carbon)
- Wolf: Hyperlox-TiAlN und CA220-CrAlN (s. Tabelle 1).

Am Fraunhofer IST erfolgten nach den Einsatztests Untersuchungen der Werkzeuge, um die Bereiche zu identifizieren, in denen Materialanhaftungen auftraten. Abbildung 50 zeigt ein Beispiel für ein TiAl(W)N-beschichtetes Werkzeug, bei dem im Ringbereich (markiert) starke Anhaftungen auftraten. Auch im Bereich der Spitze wurden lokal Anhaftungen beobachtet.



Untere Kante:
 Aufwurf, nach unten
 Dicke bis zu 20µm

Abbildung 50: Al-Anhaftungen im Ringbereich eines mit TiAl(W)N beschichteten Stempkopfes

DLC-beschichtete Werkzeuge wiesen im Gegensatz zu TiAl(W)- bzw. unbeschichteten Werkzeugen im Ringbereich keine Anhaftungen auf. Beim Vergleich der verschiedenen Beschichtungen ist allerdings zu beachten, dass offensichtlich die Oberflächenqualität der Werkzeuge vor der Beschichtung einen wesentlichen Einfluss auf das Anhaftverhalten haben kann.

Tribodorne für Reibtests gegen Aluminiumlegierungen in einem speziellen, bei WEFA vorhandenen Tribotest wurden mit zwei TiAlBN-Varianten beschichtet.

Auf Basis der vorangegangenen Entwicklungen und Beschichtungschargen, Voruntersuchungen zur Temperaturbeständigkeit der Bormodifizierten AlTiN-Schichten und der Simulationsergebnisse am Fraunhofer IWM, wurde ein Beschichtungsparametersatz für einen geringen Borgehalt um ca. 2 ± 1 At% Bor eingestellt.

In Abbildung 51 sind die Tribodorne nach der Beschichtung dargestellt. Für weitere Tests wurden diese Tribodorne an den Projektpartner WEFA gesendet.



Abbildung 51: Tribodorne nach der Beschichtung (links: 3 Dorne Charge: C2467; rechts: 3 Dorne Charge C2468)

Bei den Untersuchungen im Projekt wurde eine begrenzte Temperaturstabilität der Bor-dotierten Beschichtungen nachgewiesen. Dies ermöglicht einen Einsatz der Beschichtungen als Werkzeugbeschichtung nur in einem relativ engen Prozessfenster. Die Wolfram-modifizierten TiAlN-Beschichtungen wiesen in den Temper- bzw. Oxidationstests zwar eine bessere Temperaturbeständigkeit im Vergleich zu den Bor-modifizierten TiAlN-Schichten auf, hatten aber in einem Werkzeugtest beim Projektpartner Alutec keine Verbesserung gegenüber dem unbeschichteten Werkzeug gezeigt. Auch wenn hier eventuell ein Vergleich aufgrund der Schwankungen bei der Schmiermittelzufuhr schwierig ist, wurde eine weitere Modifikation von TiAlN mit Vanadium als aussichtsreich in Erwägung gezogen. Die Herstellbarkeit konnte in einem ersten Beschichtungsversuch demonstriert werden und es konnten bereits ähnliche Schichteigenschaften wie TiAlBN-Schichten erzielt werden.

Untersuchungen an verschieden vorbehandelten Oberflächen

Im Rahmen der Projektarbeit, Austausch und Diskussion mit den Projektpartnern kam die Frage nach dem Einfluss des Oberflächenzustandes der Werkzeugoberfläche auf. Weil nicht so viele verschiedene Werkzeuge im Rahmen des Projektes vorbehandelt und getestet werden können, wurde der Ansatz gewählt, polierte Probekörper (Dievar) bei den Projektpartnern Wolf Beschichtungstechnologie und Fraunhofer IST mit verschiedenen Vorbehandlungsmethoden zu behandeln, zu beschichten und anschließend zu charakterisieren.

Es wurden folgende Behandlungen gewählt:

- V1: Glasperlenstrahlen (Wolf)
- V2: Aerolap (Wolf)
- V3: Nassstrahlen (Wolf)
- V4: Glasperlenstrahlen (IST)
- V5: Polieren (IST)

Anschließend wurden die Proben zu WEFA geschickt und dort mit einer Al_2O_3 -CVD-Schicht (BE22) beschichtet.

Anhand von Lichtmikroskop-Aufnahmen der verschieden behandelten Oberflächen ließen sich die verschiedenen Oberflächentopografien nachweisen, die in Folge der Vorbehandlungen auftraten. Einzelne Effekte konnten bei Tribometertests aufgezeigt werden. Eine detaillierte Untersuchung konnte im Rahmen dieses Projektes leider nicht mehr durchgeführt werden.

2.2.6 Untersuchungen an beschichteten Werkzeugen nach Einsatztests

Die Werkzeuge der Bauform 2515, welche bei alutec im Einsatz waren, wurden einer genaueren lichtmikroskopischen Begutachtung unterzogen, um weitere Hinweise auf die Verschleißmechanismen zu bekommen. In Abbildung 34 sind bei beiden Werkzeugen Riefen und Al-Anhaftungen im Bereich des Übergangs zum größten Durchmesser (Ring-Bereich) zu erkennen. Genauere lichtmikroskopische Untersuchung der Werkzeuge an verschiedenen Stellen ergaben Hinweise auf die vorliegenden Verschleißformen.



Abbildung 52: Werkzeuge der Geometrie 2515 von alutec nach Einsatztest (links: Werkzeug 2515-00-10-01/A #4 beschichtet mit TiAlWN (Charge C2452) nach Fertigung von 2 Teilen; rechts: Werkzeug 2515-00-10-01/B #1 unbeschichtet nach der Fertigung von 10 Teilen)

An unbeschichteten Werkzeugen zeigte sich, dass Al-Anhaftungen zunächst in den Querriefen der Fertigungsriefen des Werkzeugs beginnen. Wird die Belastung am Werkzeug größer (hin zum größeren Durchmesser des Werkzeugs) ist dies mit einer stärkeren Pressung des Aluminiums auf die Werkzeugoberfläche verbunden. Dies führt dann zu starken Al-Anhaftungen. Ausgangspunkt der Al-Anhaftungen sind Fertigungsriefen des Werkzeuges.

An den TiAlWN-beschichteten Werkzeugen ergab sich ein vergleichbares Bild wie bei dem unbeschichteten Werkzeug. Es gibt einzelne Stellen von Al-Anhaftungen, die an Fehlstellen oder Fertigungsriefen beginnen. Im Bereich des größten Werkzeugdurchmessers sind stärkere Al-Anhaftungen zu finden, die auf einen begrenzten Ring um das Werkzeug lokalisiert sind. Es wurden auch 3D-Mesungen durchgeführt, und anhand dieser Messungen konnten die Al-Anhaftungen in verschiedener Stärke gefunden werden. Ein typischer Schichtdickenbereich der Al-Anhaftungen liegt zwischen 2 und 8 μm . In einzelnen Bereichen sind aber auch Anhaftungsdicken von 10 μm und gemessen worden.

2.3 Bekannte Forschungsfortschritte von anderen Stellen

keine

2.4 Erfolgte oder geplante Veröffentlichungen

Bereits erfolgt:

- T. Moser, Erprobung und Bewertung von hochtemperaturbelasteten Werkzeugbeschichtungen, Bachelorthesis, Hochschule Offenburg 2016

Geplant:

- Zeitschriftenveröffentlichung der Simulationsergebnisse Alexander Held, Michael Walter, Alexander Renz, Andreas Kailer
- Publikation und Präsentation bei 58. Tribologie-Fachtagung der Gesellschaft für Tribologie e.V., die vom 25.-27. September 2017 in Göttingen geplant.
- Präsentation bei der INPLAS Arbeitsgruppe „Werkzeugbeschichtungen“, Herbst 2017
- Projektdarstellung und im Jahresbericht 2017 des Fraunhofer IST

3 Zusammenfassung und Diskussion

Im Rahmen dieses Projektes wurden ausgehend von Referenzwerkzeugbeschichtungen für Werkzeuge in der Aluminium-Umformung neue nanostrukturierte PVD- und CVD-Schichtsysteme entwickelt, tribologisch untersucht und bewertet.

Alle untersuchten Beschichtungssysteme, sowohl die nanostrukturierten TiAlN-basierten PVD-Hartstoffschichten als auch die Mehrlagigen nanostrukturierten TiAlN-basierten CVD-Aluminiumoxid-Deckschicht Beschichtungen sowie die DLC-Schichten unterliegen der großflächigen Anhaftung von Aluminium. Eine Beschreibung dieses Vorgangs findet sich in der Literatur wieder. In der Arbeit von Pellizari wurde die Adhäsionsneigung der EN-AW 6082 Aluminiumlegierung gegen diverse Hartstoffschichten, unter anderem auch titanbasierte Beschichtungen, mit Hilfe des „Block on Disk“ Verfahrens untersucht. Die Beobachtungen von ähnlichen extrem adhäsiven Mechanismen erklärt Pellizari mit einem wachsenden Aluminiumfilm welcher für eine Veränderung des Reibverhaltens sorgt. Erreicht der Aluminiumfilm eine gewisse Stärke und Ausbreitung, so reibt der Gegenkörper nicht länger auf der Oberfläche der beschichteten Probe, sondern auf seinem eigenen, übertragenen Material. Dadurch kommt es zu einer Relativbewegung zwischen zwei Körpern des gleichen Werkstoffs und damit verbunden, zu einer erheblichen Adhäsionsneigung. Die deutliche Anhaftung des Aluminiums auf den Probenoberflächen tritt bei allen untersuchten Beschichtungssystemen nach dem Überschreiten einer spezifischen Sprungtemperatur T_S auf. Eine Zusammenfassung der beobachteten Sprungtemperaturen ist der nachfolgenden Tabelle 7 zu entnehmen.

Tabelle 7: Zusammenfassung Sprungtemperaturen

Beschichtung	Sprungtemperatur T_S	Laufstrecke X_S in m	Laufzeit t_S in s
C2395 (TiAlBN)	147°C	34,5	1037
Tinalox (TiAlN)	164°C	36,9	1158
BE22 (Al ₂ O ₃)	167°C	36,1	1127
BE34 (Al ₂ O ₃ :B)	157°C	34,7	1083
DLC (C:H)	169°C	44,7	1295

Zu erkennen ist die geringe Spannweite der Sprungtemperaturen. Diese Erkenntnis lässt die Annahme zu, dass es sich bei der spontanen Adhäsion nicht um ein beschichtungsspezifisches Problem sondern um ein aluminiumseitiges Problem handelt. Dem Datenblatt der Aluminiumlegierung EN-AW 6082 (siehe Anhang A) ist eine Einsatzempfehlung unter Dauerbelastung bis zu einer Temperatur von 120 °C zu entnehmen. Nach dem Überschreiten dieser Grenztemperatur ist eine Veränderung der mechanischen Festigkeiten des Werkstoffs zu erwarten. Eine Veränderung der werkstofflichen

Eigenschaften des Aluminiums unter hohen Temperaturen kann eine Verringerung der Beständigkeit gegenüber Scher- und Schubspannungen zur Folge haben. Dadurch verringert sich der innere Zusammenhalt des Aluminiums und eine deutlich erhöhte Adhäsionsneigung wird wahrscheinlicher. Hervorzuheben ist, dass es sich bei den gemessenen und in Tabelle 7 aufgeführten Temperaturen um die gemessene Werkstofftemperatur der Beschichtungsprobe außerhalb der Reibspur handelt, da eine Messung der Temperatur innerhalb des Reibkontakts, durch mangelnde Kontaktierfähigkeit, nicht möglich ist. Demnach stellt die gemessene Temperatur nicht die wahre Temperatur innerhalb des Reibkontakts dar. Durch die Dissipation der Bewegungsenergie während dem Reibversuch wird zusätzliche Wärme erzeugt. Dabei kann es zu lokalen und kurzzeitigen Temperaturspitzen kommen, welche zu einer Plastifizierung bzw. Aufschmelzung des Aluminiums führen und die beobachtete Adhäsionsneigung unterstützen können.

Die gemessenen Sprungtemperaturen befinden sich deutlich unterhalb der üblichen Temperaturen des Aluminiumstrangpressprozesses (450 °C – 550 °C). Eine Untersuchung des Reibverhaltens bei diesen Temperaturen ist unter der Verwendung des Rotationstribometers und der ausgewählten Versuchsparameter nicht möglich, da durch die verstärkte Anhaftung des Aluminiums ein Überschreiten der maschineninternen Drehmomentlimits auftritt. Zusätzlich ergibt die Fortführung der Tribometerversuchen, nach dem Erreichen der Sprungtemperaturen, keine eindeutigen Ergebnisse in Bezug auf die Reibung zwischen der Beschichtungsprobe und der Aluminiumlegierung. Durch die Auftragung einer festhaftenden Aluminiumschicht auf den Beschichtungsflächen ändert sich der Reibkontakt von „Schicht zu Aluminium“ in „Aluminium zu Aluminium“. Die Charakterisierungsmöglichkeiten des Reibverhaltens der Beschichtungen gehen damit verloren.

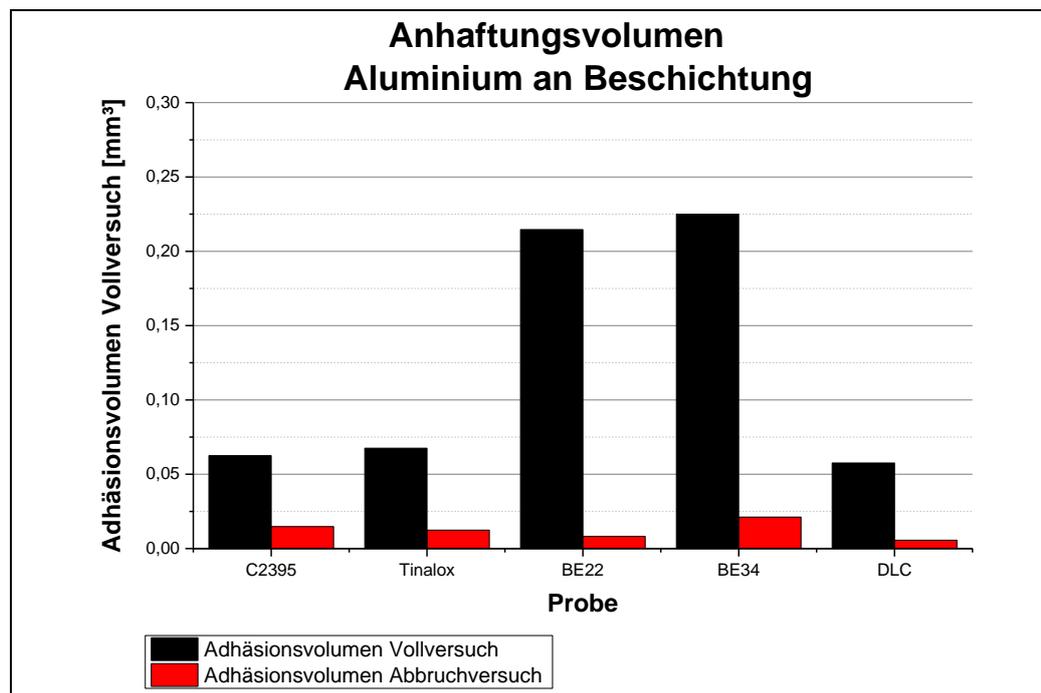


Abbildung 53: Quantitative Analyse des Anhaftungsvolumens

Die quantitative Analyse der Aluminiumanhaftung auf den Proben (siehe Abbildung 53) zeigt zum einen den deutlichen Unterschied zwischen dem Anhaftungsvolumen der Voll- und Abbruchversuchen aller Schichtsysteme und zum anderen eine verstärkte Anhaftung bei den Mehrlagenbeschichtungen BE22 und BE34. Im Hinblick auf die

Oberflächenrauheiten aller Proben erscheinen die Mehrlagenschichten als diejenigen Proben, welche die höchsten Oberflächenrauheiten aufweisen. Dies deutet auf eine direkte Auswirkung der Oberflächenrauheit auf den Volumenübertrag beim Reibvorgang hin.

Diese Interpretationen werden auch durch Hochtemperaturtribometertests gegen Aluminiumlegierungen bei zwei Temperaturstufen von 100°C und 300°C gestützt, wie in Abbildung 12 dargestellt ist. Bei einer Testtemperatur von 300°C, also oberhalb der Sprungtemperatur ist im Vergleich zu einer Testtemperatur unterhalb der Sprungtemperatur, hier bei 100°C ein unterschiedliches Verhalten von relativ glatten PVD-Schichten und relativ rauen CVD-Schichten zu beobachten. Während bei PVD-Schichten die Tendenz für Aluminium-Anhaftungen mit erhöhter Temperatur steigt, sinkt diese für raue Schichten. Bei glatten Schichten scheint die Zunahme der Adhäsionsneigung bei höheren Temperaturen ausschlaggebend und bei raueren Oberflächen bzw. Schichten scheint die mechanische Entfestigung der Aluminiumlegierung entscheidender für die Menge der Anhaftungen zu sein. Ab einer gewissen Menge von Anhaftungen sind die chemischen Eigenschaften der Schichtoberflächen eher von nachrangiger Bedeutung.

Es ist aber festzuhalten, dass zwischen den verschiedenen untersuchten TiAl(X)N-basierten Schichten durchaus Unterschiede bestehen. Die B-haltigen Schichten weisen in den Tribotests bis 300 °C geringere Reibwerte als die TiAlN-Referenzbeschichtung und W-haltige Schichten weisen sogar sehr geringe Reibwerte und Al-Anhaftungen auf. Bei realen Werkzeugtests konnten diese vorteilhaften Effekte der TiAlN-basierten Hartstoffschichten bisher noch nicht bestätigt werden, die Ergebnisse der Tribotests zeigen aber, dass Schichtmodifizierungen mit geeigneten Metallen und angepassten Konzentrationen vielversprechend für entsprechende Werkzeuganwendungen sein können.

Ein deutlicher Unterschied besteht hinsichtlich des Schichtverschleißes bei den Reibversuchen. Während die nanostrukturierten TiAlN-basierten PVD-Hartstoffschichten einer meist vollständigen Abtragung unterworfen sind, zeigen die mehrlagigen CVD-Aluminiumoxid-Deckschicht Beschichtungen eine deutliche Resistenz gegenüber einer Schädigung durch Reibung. Die Schichthaftung und Verschleißbeständigkeit der Mehrlagen-Schichten erscheint den PVD-Dünnschicht Hartstoffschichten somit als überlegen. Durch eine Kombination von Haft- und Deckschicht ließen sich somit positive Eigenschaften von mehreren Werkstoffen in einer Gesamtschicht verbinden. Bei Einsatzbedingungen, die neben der Al-Adhäsionsthematik zusätzlich durch einen großen Abrasivverschleiß geprägt sind, stößt das darstellbare Verschleißvolumen von PVD-Dünnschicht-Hartstoffschichten oft an seine Grenzen. Für solche Belastungen müsste das Verschleißvolumen und damit die Schichtdicke erhöht werden. Dies ist bei PVD-Schichten in gewissen Grenzen zwar möglich, aber dickere CVD-Schichten haben sich bei diesen Einsatzbedingungen bewährt.

Zusammenfassend lässt sich festhalten, dass die in diesem Projekt entwickelten Schichten, tribologischen Tests, unterstützende Simulationen und die gefundenen Abhängigkeiten die Möglichkeit der Einstellbarkeit und Anpassung an das Belastungskollektiv der spezifischen Anwendung verbessern und zu leistungsfähigeren Werkzeugbeschichtungen für Aluminium-Umformwerkzeuge führen können.

4 Verwertungsaussichten

Durch den erfolgreichen Einsatz des Rotationstribometers, des Pressreib-Prüfstands und des Hochtemperatur-Tribometers stehen den am Projekt beteiligten Fraunhofer-Instituten mehrere wertvolle Prüfstände zur Untersuchung von Verschleißerscheinungen im Kontakt von Beschichtungen und Aluminiumlegierungen zur Verfügung. Dabei zeichnet sich vor allem der Pressreib-Prüfstand als einfachen und zuverlässigen Versuchsaufbau zur Nachbildung von realen Umformvorgängen ab. Dieser kann in Zukunft auch für die Untersuchung von verschiedenen anderen Umformprozessen verwendet werden und erweitert somit das Prüfstandspektrum des Fraunhofer IWM und des Fraunhofer IST. In diesem Projekt wurden weiterhin zum ersten Mal die Proben auf dem Rotationstribometer parallel zum rotierenden Reibkontakt erhitzt. Dies ermöglichte die Festlegung einer Sprungtemperatur ab der sich der Kontaktzustand zwischen Aluminium und Beschichtungsprobe verändert. Eine derartige Versuchsdurchführung kann auch zukünftig für alle Fälle verwendet werden, in denen eine temperaturabhängige Kontaktzustandsveränderung analysiert werden soll.

Die neu gewonnenen Erkenntnisse zum Verschleißverhalten von verschiedenen Beschichtungssystemen kann durch das Fraunhofer IWM insofern verwertet werden, dass mit den derzeit gängigen Beschichtungen für Umformwerkzeuge im Einsatz bei der Aluminiumumformung noch keine gänzlich zufriedenstellenden Ergebnisse erreicht werden können. Somit herrscht weiterhin die Notwendigkeit der Forschung nach besseren Beschichtungen oder Alternativen. Die Erkenntnisse aus diesem Projekt stellen dafür eine hervorragende Grundlage dar, da ein gefestigtes Verständnis für das Kontaktverhalten zwischen Aluminium und Beschichtungen bei variabler Temperatur geschaffen wurde. Als besonders interessant zeigt sich dabei die temperaturabhängige Festigkeitsreduktion der untersuchten Aluminiumlegierungen. Alle untersuchten Aluminiumlegierungen zeigen eine deutlich verstärkte Anhaftung am Kontaktpartner nach dem Überschreiten einer spezifischen Sprungtemperatur. Diese Erkenntnis kann zur Entwicklung von neuen Werkzeugbeschichtungen für das Aluminiumformen beitragen indem der Fokus der weiteren Entwicklung auf die Reduktion der Aluminiumanhaftung im Kontaktbereich gelegt wird. Weiterhin zeigen sich die bereits von WEFA eingesetzten Mehrlagenbeschichtungen als besonders verschleißresistent. Während die homogenen Hartstoffschichten (TiAlN, TiAlN) einer deutlichen Abtragung und Schichtzerstörung unterworfen sind, zeigen die mehrlagigen Schichten mit der Aluminiumoxid-Deckschicht eine besonders gute Verschleißresistenz und bleiben über die gesamte Versuchsdauer bestehen. Mit diesem Ergebnis kann die zukünftige Materialforschung für hochbeanspruchte Werkzeugbeschichtungen in die Richtung hin zu Mehrlagenbeschichtungen orientiert werden, da diese die besten Ergebnisse liefern.

Für eine erfolgreiche Anwendung und industrielle Umsetzung der entwickelten Schichtsysteme müssen noch detailliertere Anpassungen und Untersuchungen, der in diesem Projekt aufgezeigten Effekte und Abhängigkeiten, wie z.B. Schichtchemie und mechanische Schichteigenschaften, Rauigkeit und das Temperaturverhalten im Zusammenspiel von Zunahme der Al-Adhäsionsneigung und Abnahme der mechanischen Festigkeit von Aluminium und deren Wechselwirkungen, erfolgen. Die Entwicklungsergebnisse aus diesem Projekt bilden hierfür aber eine aussichtsreiche Grundlage.

Durch die kooperative Zusammenarbeit zwischen der experimentellen Versuchsdurchführung und der Werkstoffsimulation konnten die erhaltenen Ergebnisse zur Verschleißentstehung direkt miteinander verglichen werden. Diese Vorgehensweise kann in Zukunft weiter etabliert werden, damit die Bewertung und Analyse von neuartigen Werkstoffen schneller und erfolgreicher durchgeführt werden kann.

5 Erfolgskontrollbericht

Siehe Anlage

ⁱ Enkovaara, J.; Rostgaard, C.; Mortensen, J. J.; Chen, J.; Dułak, M.; Ferrighi, L.; Gavnholt, J.; Glinsvad, C.; Haikola, V.; Hansen, H. A.; *et al.* Electronic Structure Calculations with GPAW: A Real-Space Implementation of the Projector Augmented-Wave Method. *J. Phys. Condens. Matter* **2010**, *22*, 253202.

ⁱⁱ Perdew, J. P.; Burke, K.; Ernzerhof, M. Generalized Gradient Approximation Made Simple. *Phys. Rev. Lett.* **1996**, *77*, 3865–3868.

ⁱⁱⁱ Alling, B.; Ruban, A. V.; Karimi, A.; Peil, O. E.; Simak, S. I.; Hultman, L.; Abrikosov, I. A. Mixing and Decomposition Thermodynamics of c-Ti_{1-x}Al_xN from First-Principles Calculations. *Phys. Rev. B* **2007**, *75*, 045123.

^{iv} Abrikosov, I. A.; Knutsson, A.; Alling, B.; Tasnádi, F.; Lind, H.; Hultman, L.; Odén, M. Phase Stability and Elasticity of TiAlN. *Materials* **2011**, *4*, 1599–1618.

^v D.G. Sangiovanni; V. Chirita; L. Hultman. Toughness Enhancement in TiAlN-Based Quarternary Alloys. *Thin Solid Films* **2012**, *520*, 4080–4088.

^{vi} Westmacott, K. H.; Smallman, R. E.; Dobson, P. S. The Annealing of Voids in Quenched Aluminium and a Determination of the Surface Energy. *Met. Sci. J.* **1968**, *2*, 177–181.

^{vii} Wang, X.-G.; Smith, J. R.; Evans, A. Fundamental Influence of C on Adhesion of the Al₂O₃/Al Interface. *Phys. Rev. Lett.* **2002**, *89*, 286102.

^{viii} D.L. Medlin; K.F. McCarty; R.Q. Hwang; S.E. Guthrie; M.I. Baskes. Orientation Relationships in Heteroepitaxial Aluminum Films on Sapphire. *Thin Solid Films* **1997**, *299*, 110–114.

^{ix} Kim, E.-G.; Brédas, J.-L. The Nature of the Aluminum–aluminum Oxide Interface: A Nanoscale Picture of the Interfacial Structure and Energy-Level Alignment. *Org. Electron.* **2013**, *14*, 569–574.

^x Kirfel, A.; Eichhorn, K. Accurate Structure Analysis with Synchrotron Radiation. The Electron Density in Al₂O₃ and Cu₂O. *Acta Crystallogr. A* **1990**, *46*, 271–284.

Berichtsblatt

1. ISBN oder ISSN	2. Berichtsart (Schlussbericht oder Veröffentlichung) Abschlussbericht
3. Titel Herstellung, Modellierung und Bewertung nanostrukturierter hochtemperaturstabiler Schichten für Umformwerkzeuge - Nanowerk	
4. Autor(en) [Name(n), Vorname(n)] Moser, Tobias; Kailer, Andreas; Walter, Michael; Held, Alexander; Keunecke, Martin; Stein, Christian; Bewilogua, Klaus;	5. Abschlussdatum des Vorhabens 30.09. 2016
	6. Veröffentlichungsdatum
	7. Form der Publikation Bericht
8. Durchführende Institution(en) (Name, Adresse) Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM, Wöhlerstraße 11, 79108 Freiburg und Fraunhofer-Institut für Schicht- und Oberflächentechnik IST, Bienroder Weg 54 E, 38108 Braunschweig	9. Ber. Nr. Durchführende Institution 118/2017
	10. Förderkennzeichen 03X0145E
	11. Seitenzahl 59
12. Fördernde Institution (Name, Adresse) Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) 53170 Bonn	13. Literaturangaben 10
	14. Tabellen 7
	15. Abbildungen 53
16. Zusätzliche Angaben	
17. Vorgelegt bei (Titel, Ort, Datum) Technische Informationsbibliothek Hannover, 11.04.2017	
18. Kurzfassung Das Projekt war auf nanostrukturierte Schichten für Fließpress- und Strangpresswerkzeuge zur Formgebung von Aluminiumlegierungen fokussiert. Aktuelle Trends in der Umformtechnik erfordern neue, auf den jeweiligen Einsatz abgestimmte Werkzeugbeschichtungen. Daher war das Ziel, nanostrukturierte Werkzeugbeschichtungen mit einer Temperaturbeständigkeit bis zu ca. 700 °C zu entwickeln, die hohe Verschleißbeständigkeit mit guten Gleiteigenschaften und geringer Adhäsionsneigung gegenüber den umzuformenden Werkstoffen vereinen. Dafür sollte die Multiskalen-Materialmodellierung zur Beschreibung des Verhaltens einzelner zusätzlich in Hartstoffschichten eingebauter Elemente genutzt und der Einfluss der Temperatur und der tribologischen Belastung ermittelt werden. Die Basis-Schicht bestand aus TiAlN, die Auswahl stehenden Elemente waren vor allem Übergangselemente wie Wolfram, Chrom oder Vanadium sowie Bor. Die Schichtherstellung erfolgte wobei sowohl mit PVD- als auch CVD-Verfahren (PVD, CVD: Physical bzw. Chemical Vapor Deposition). In Tribo-Tests bei erhöhten Temperaturen gegen Aluminium konnten mit den entwickelten TiAlXN-Schichten (X: B, W) Verbesserungen gegenüber Standard TiAlN-Schichten erzielt werden. Trotz der aussichtsreichen Tribotest-Ergebnisse mit TiAlXN-Schichten waren keine der hergestellten Schichten geeignet, Aluminium-Anhaftungen an den getesteten Umformwerkzeugen zu verhindern, was mit den Ergebnissen der atomistischen Simulation konform geht. Allerdings wurden umfangreiche Kenntnisse zur Wechselwirkung beschichteter Oberflächen mit Al gewonnen und außerdem spezifische Tests zur Evaluierung von Werkzeug-Beschichtungen für die Aluminium-Umformung gewonnen.	
19. Schlagwörter: Aluminium-Umformung, hochtemperaturstabile Schichten, TiAlN-basierte Schichten, Tribotests, Materialanhaftungen, Atomistische Modellierung	
20. Verlag	21. Preis

Document Control Sheet

1. ISBN or ISSN	2. Type of Report Final report		
3a. Report Title HERSTELLUNG, MODELLIERUNG UND BEWERTUNG NANOSTRUKTURIERTER HOCHTEMPERATURSTABILER SCHICHTEN FÜR UMFORMWERKZEUGE – NANOWERK			
3b. Title of Publication -			
4a. Author(s) of the Report (Family Name, First Name(s)) Tobias Moser, Dr. Andreas Kailer, Dr. Michael Walter, Dr. Alexander		5. End of Project 30.09.2016	
4b. Author(s) of the Publication (Family Name, First Name(s)) -		6. Publication Date	
		7. Form of Publication Final report	
8. Performing Organization(s) (Name, Address) Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM Woehlerstr. 11 79108 Freiburg		9. Originator's Report No. 118/2017	
		10. Reference No. 03X0145E	
		11a. No. of Pages Report 59	
		11b. No. of Pages Publication -	
		12. No. of References 10	
13. Sponsoring Agency (Name, Address) Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) 53170 Bonn		14. No. of Tables 7	
		15. No. of Figures 53	
		16. Supplementary Notes -	
17. Presented at (Title, Place, Date) Technische Informationsbibliothek und Universitätsbibliothek Hannover (TIB/UB), Welfengarten 1B, 30167 Hannover, Briefpost: Postfach 60 80 30060 Hannover, Bibliothekssigel: 89			
18. Abstract The project was focused on nanostructured coatings for extrusion and extrusion tools for the shaping of aluminum alloys. Current trends in forming technology require new tool coatings adapted to the respective application. Therefore, the goal was to develop nanostructured tool coatings with a temperature resistance of up to approx. 700 ° C, which combine high wear resistance with good sliding properties and low adhesion tendency towards the materials to be reformed. For this purpose, the multiscale material modeling was developed to describe the behavior of individual elements additionally incorporated in hard material layers. In addition the influence of the temperature and the tribological load was determined experimentally. The coatings were produced using both PVD and CVD methods (PVD, CVD: Physical and Chemical Vapor Deposition, respectively). The coatings were made of TiAlN, the selection elements being transition elements such as tungsten, chromium or vanadium as well as boron. In tribo tests at elevated temperatures against aluminum, improvements compared to standard TiAlN coatings could be detected with TiAlXN coatings (X: B, W). Despite the prospective tribotest results with TiAlXN coatings, none of the prepared coatings were suitable to prevent aluminum adhesion to the tested forming tools, which is consistent with the results of the atomistic simulation. However, extensive knowledge of the interaction of coated surfaces with Al was obtained, as well as specific tests for the evaluation of tool coatings for aluminum forming.			
19. Keywords Mesogenic fluids, ultralow friction, wear mechanisms, rheology, tribology			
20. Publisher		21. Price	