



Konferenzen

**Hartstoffe
in Werkzeugen**

Forschungszentrum Jülich GmbH
Projektträger Material- und Rohstoffforschung

Hartstoffe in Werkzeugen

Beiträge zu einem Seminar der Projektträgerschaft
Material- und Rohstoffforschung (PLR)
am 20. und 21. Juni 1991 in Jülich

durchgeführt im Rahmen des
Materialforschungsprogramms des BMFT

Redaktion: H. Prasse

Herausgeber Forschungszentrum Jülich GmbH
und Vertrieb: ZENTRALBIBLIOTHEK
Postfach 1913 · D-5170 Jülich
Telefon (02461) 61-5368 · Telefax (02461) 61-6103

Druck: WEKA-Druck GmbH, Linnich

Copyright: Forschungszentrum Jülich 1991

Konferenzen des Forschungszentrums Jülich, Band 11

ISSN 0938-6521

ISBN 3-89336-083-2

Inhaltsverzeichnis

| | Seite |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|
| Vorwort | III |
| 1. Werkzeugwerkstoffe anforderungsgerecht entwickeln und anwenden <i>Prof. W. König, RWTH Aachen</i> | 1 |
| 2. B_4C - TiB_2 - W_2B_5 - und TiB_2 - ZrO_2 -Kompositkeramiken Beispiele für die Entwicklung und Erprobung von boridischen Hartstoffen <i>Dr. R. Telle, MPI Stuttgart</i> | 48 |
| 3. Herstellung von Hartstoffverbundpulvern mittels Mikropelletisierung und Teilchenumhüllung sowie anschließender Plasmaverdichtung <i>Dipl.-Ing. I. Rass, RWTH Aachen</i> | 57 |
| 4. Gesichtspunkte zur Entwicklung von Metallmatrix-Teilchenverbund-Werkstoffen für Werkzeuge <i>Prof. H. Berns, Ruhr-Universität Bochum</i> | 71 |
| 5. Die Hartstoffe der Cermets <i>Prof. P. Ettmayer, TU Wien</i> | 86 |
| 6. Einsatz von WC, TiC und VC in Teilchenverbundwerkstoffen für PM/HIP-Beschichtungen <i>Dipl.-Ing. C. Willems, Thyssen Guss AG Bochum</i> | 113 |
| 7. Herstellung von keramischen Hartstoffschichten nach dem PECVD-Verfahren mit Mikrowellen-Multipolar-Plasma unterstützt durch DECR (Distributed Electron Cyclotron Resonance) <i>Dr. M. Hrovat, Nukem GmbH Alzenau</i> | 130 |
| 8. Werkzeugbeschichtungen auf der Basis von Bornitrid <i>Prof. H. Dimigen, FhG-IST Braunschweig</i> | 146 |
| 9. Stand und Perspektiven der Hartstoffbeschichtungen für Hartmetallwerkzeuge <i>Dr. U. König, Krupp Widia GmbH Essen</i> | 153 |
| 10. In situ-Elektronenstrahlwärmebehandlung bei PVD-Prozessen <i>Dipl.-Ing. A. Schulz, IWT-Bremen</i> | 161 |
| 11. Einsatzverhalten von hartstoffbeschichteten Vollhartmetallwerkzeugen bei der Zerspanung <i>Dipl.-Ing. W. Spintig, Universität Hannover</i> | 177 |
| 12. Die Entwicklung und Einsatz von Sinterwerkstoffen (Hartmetall, Keramik, Cermet) für Werkzeuge <i>Dr. J. Ebberink, Gühring Albstadt</i> | 189 |

13. Grundlagenuntersuchungen an Schneidwerkstoffen
und zur Wechselwirkung zwischen Werkzeug und
Werkstück

200

Prof. H. Exner, TH-Darmstadt

V o r w o r t

Die Projektträgerschaft Material- und Rohstoffforschung (PLR) im Forschungszentrum Jülich (KFA) ist mit der Gestaltung und Umsetzung des Programms Materialforschung des Bundesministers für Forschung und Technologie beauftragt. Dieses Programm wurde 1985 mit einer Laufzeit von 10 Jahren gestartet und umfaßt ein Fördervolumen von 1.1 Mrd. DM. In diesem Programm werden material-spezifische Verbundprojekte mit besonderem Innovationspotential und hohem F+E-Risiko gefördert. Durch die Verbundstruktur wird eine intensive Zusammenarbeit zwischen Industrie- und Institutspartnern angestrebt.

In der letzten Zeit zeigt sich immer deutlicher der hohe F+E-Bedarf für neue Werkzeugmaterialien, da die Fertigungstechnik steigende Anforderungen an Span- und Umformwerkzeuge stellt. So müssen z. B. durch die von der Großindustrie in neuer Zeit geforderte just-in-time-Fertigung und die aus Kosten- und Umweltgründen häufig geforderte near-net-shape-Technologie die Fertigungsprozesse immer zuverlässiger und präziser werden. Einen wesentlichen Beitrag dazu leisten verbesserte Werkzeuge.

Neben konstruktiven Veränderungen (Fasen an Wendeschneidplatten etc.) und materialspezifisch optimierten Prozeßparametern ist die Verbesserung der Werkzeuge durch Neuentwicklung bzw. Optimierung von Materialien bzw. ihrer Herstellungsprozesse von großer Bedeutung. Dabei spielen die Hartstoffe eine zentrale Rolle.

Die in Werkzeugen am häufigsten verwendeten Hartstoffe sind Carbide, Nitride und Boride der Übergangsmetalle. Bei diesen Hartstoffverbindungen überwiegt der metallische Bindungscharakter und die für Keramiken charakteristischen kovalenten Bindungen sind in der Unterzahl. Dennoch zeigen die Hartstoffe vorwiegend "keramische" Eigenschaften, wie z. B. eine gute Hochtemperaturbeständigkeit, gute Korrosionsbeständigkeit und starke Sprödigkeit. Sie nehmen daher eine Sonderstellung zwischen Metallen und Keramiken ein. Aufgrund ihrer Härte werden sie immer häufiger in

Werkzeuge und Verschleißteile eingelagert bzw. als Verschleißschicht aufgebracht. Die Leistungsfähigkeit der Werkzeuge läßt sich durch Hartstoffe oft um ein Vielfaches verbessern.

Um das große F+E-Potential hartstoffverstärkter Werkzeuge in der ganzen Breite zu umreißen und neue Kooperationen - evtl. im Programm Materialforschung - anzuregen, richtete der Projektträger Material- und Rohstoffforschung am 20./21.06.1991 in Jülich das Seminar "Hartstoffe in Werkzeugen" aus, und lud 40 Experten aus Industrie und Wissenschaft ein. In Vorträgen und Diskussionen sollten offen der Stand und die Perspektiven von F+E auf diesem Gebiet aufgezeigt werden. Der F+E-Bedarf läßt sich in folgenden Schwerpunkten zusammenfassen:

- Verbesserung bekannter Hartstoffpulver und Entwicklung neuer z. B. metastabiler Pulver (so haben sich z. B. in neuerer Zeit die Titancarbonitride für Cermets bewährt)
- Optimierung der Zusammensetzung Hartstoff/Matrix (z. B. für die Herstellung von Vollhartmetallwerkzeugen, die aus bisherigen Hartmetallen nicht zufriedenstellend hergestellt werden konnten)
- Optimierung der Herstellungsprozesse (z. B. HIP, Sintern)
- Entwicklung neuer Beschichtungsverfahren bzw. neuer Schichtsysteme und Optimierung bestehender Schichtsysteme (ein neuer Trend in Japan geht z. B. zu beschichteten Cermets)
- Beschichtung bzw. Bestückung der verschleißbeanspruchten Partien in Umformwerkzeugen mit verschleißfesten Materialien

Einen wesentlichen Beitrag bei der Entwicklung neuer Werkzeugmaterialien stellt die Analyse der im Einsatz eintretenden Reaktionen dar. Hierdurch können entscheidene Hinweise für die weitere Optimierung des Materials zwischen Werkzeug und Werkstück gewonnen werden.

Im Programm Materialforschung wird zum Thema Hartstoffe in Werkzeugen bisher nur eine relativ geringe Zahl von Projekten gefördert. Die einzelnen Vorhaben werden im Jahresbericht 1990 des Materialforschungsprogramms näher beschrieben und befassen sich

in erster Linie mit Hartstoffschichten und Cermets. Aufgrund des Innovationspotentials und der Aktualität des Themas ist jedoch zu erwarten, daß dieser F+E-Bereich in Zukunft ein größeres Gewicht im Programm gewinnen wird.

Für die Projektträgerschaft ist dieses Seminar und der hier vorliegende Vortragsband ein Beitrag, um neue Kooperation entstehen zu lassen.

Den Vortragenden und allen Teilnehmern wird für die interessanten Vorträge und die offene Diskussion gedankt, die zum Gelingen des Seminars beigetragen haben.

Jülich, Dezember 1991

H. Prasse

Aachen, 08.07.1991

kö-ne-ss

Werkzeugwerkstoffe anforderungsgerecht entwickeln und
anwenden

Prof. Dr.-Ing. Dr. h.c. W. König
Dipl.-Ing. A. Neises

Vortrag zum Seminar

"Hartstoffe in Werkzeugen"

am 20./21.06.1991 in der KFA Jülich

1. Einleitung

Die Industrieunternehmen in der Bundesrepublik Deutschland stehen zunehmend im Spannungsfeld markt-, umwelt- und gesellschaftspolitischer Entwicklungen (Bild 1) /1/. Um auch weiterhin auf nationalen und internationalen Märkten bestehen zu können und somit den Unternehmenserfolg auch zukünftig zu sichern, stellen sich die Unternehmen dem Wettbewerb mit neuen Strategiekonzepten.

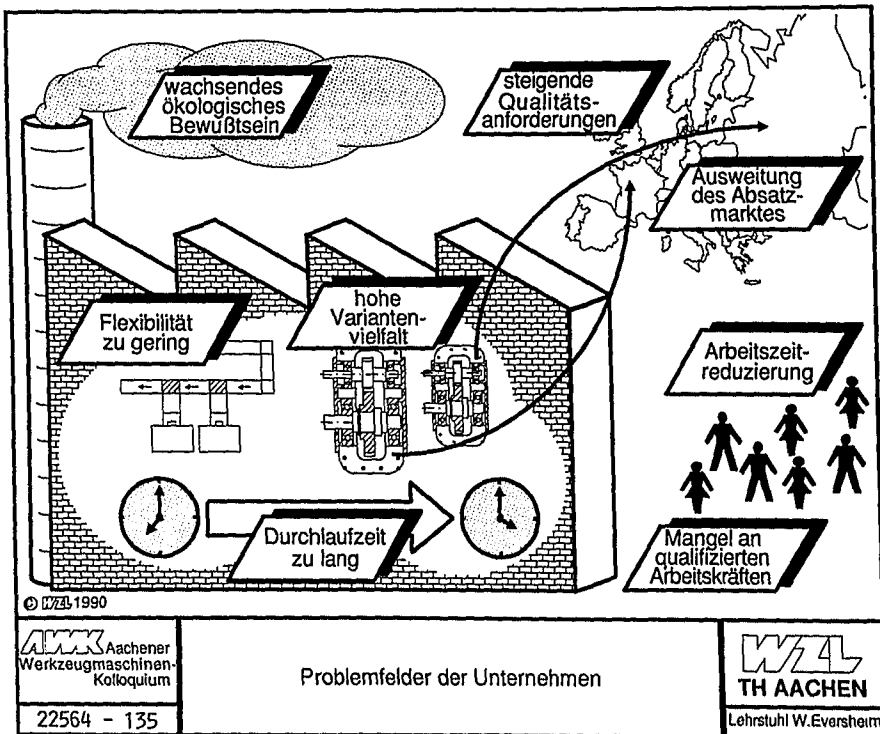


Bild 1

Der erweiterte Absatzmarkt (EG 92, Osteuropa) und der Fortfall der Handelsbeschränkungen bedeuten für die Unternehmen, daß sich die Konkurrenzsituation verschärft und dementsprechend die Anforderungen der Kunden einen höheren Stellenwert bekommen. Die Unternehmen müssen auf diese Entwicklungen reagieren, indem sie mehr und mehr die hohen Innovationsgeschwindigkeiten bei der Entwicklung und die hohen Qualitätsstandards bei der Produktfertigung als Verkaufsargumente nutzen.

Zu den o.g. externen Einflüssen auf ein Unternehmen kommen die gesellschaftlichen Rahmenbedingungen hinzu. Hier sind sicherlich im wesentlichen die Arbeitszeitregelung und die Verfügbarkeit qualifizierter Arbeitskräfte zu nennen /2/.

Eine weitere wichtige Rahmenbedingung für die Unternehmen ist die Belastung der Umwelt. Das wachsende ökologische Bewußtsein in der Bevölkerung beeinflußt zunehmend unternehmerische Entscheidungen und Maßnahmen /3,4/. So muß verstärkt darüber nachgedacht werden, begrenzt vorhandene Rohstoffe durch andere Materialien zu ersetzen oder über neue Methoden entsprechende Materialien mit gleichen Eigenschaften zu gewinnen, Schadstoffe umweltschonend zu entsorgen oder besser noch, durch die Anwendung neuer moderner Prozesse erst gar nicht entstehen zu lassen.

2. Entwicklungstendenzen

Der Markt fordert verbesserte und neue Produkte und zwingt damit die Industrieunternehmen zu einer ständigen Erneuerung bzw. Erweiterung der Produktpalette. Hinzu kommt, daß unter dem harten Konkurrenzkampf zwischen den Mitantbiern die Produktlebensdauer, d. h. die Zeitspanne zwischen Modell und Nachfolgemodell, immer kürzer wird (Bild 2). Für die Unternehmen bedeutet dies eine ständige Zunahme der Varianten- und Teileviel-

falt. Diese Marktdynamik führt zwangsläufig zu kleineren Losgrößen und verlangt kurze Reaktionszeiten /5-8/.

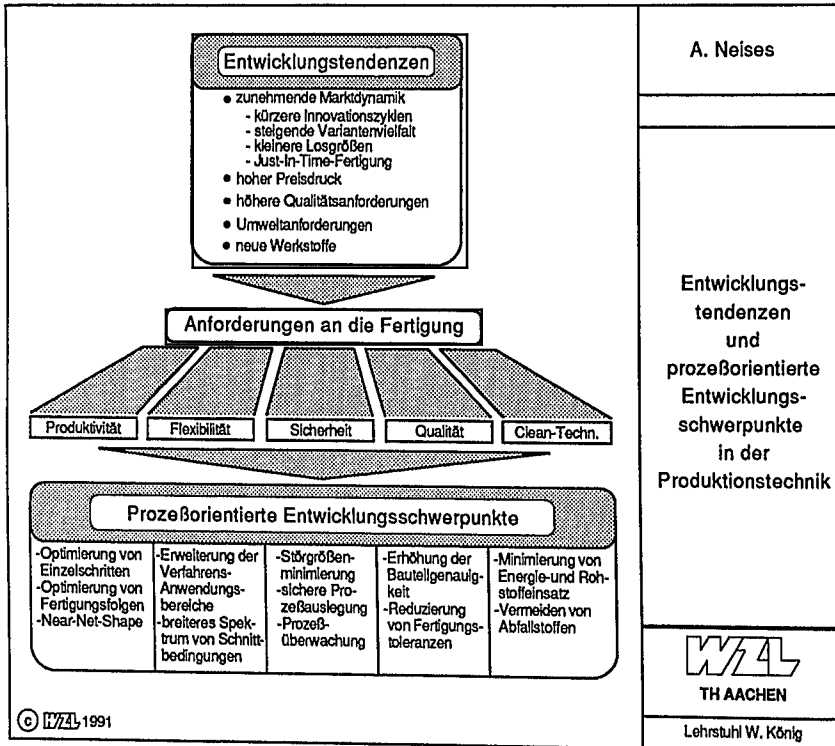


Bild 2

Vor dem Hintergrund dieser Entwicklungen sollte eine zeitgemäße, wirtschaftliche Fertigung den Anforderungen

- Produktivität
 - Flexibilität
 - Sicherheit
 - Qualität
 - Umweltverträglichkeit
- in hohem Maße genügen.

Insgesamt entwickelt sich Produzieren immer mehr zu einer Dienstleistung, die den Kunden schnell und mit höchster Qualität und Zuverlässigkeit bedienen muß, wobei das Produkt nur dann auf dem Markt bestehen kann, wenn es vom Preis-/Leistungsverhältnis und von der Umweltverträglichkeit her den Kunden überzeugt.

3. Prozeßorientierte Entwicklungsschwerpunkte

Unter den genannten Prämissen erhält der Begriff "Leistungsfähigkeit" in der Produktionstechnik eine neue, über den Begriff "Abtragleistung" hinausgehende Bedeutung. Zukünftig wird die Leistungsfähigkeit von Fertigungsprozessen nicht mehr alleine an der Abtragleistung zu bemessen sein. Vielmehr werden an die Fertigungssicherheit, an die Verfügbarkeit der Produktionsanlagen und an das Qualitätsniveau der gefertigten Werkstücke zunehmen höhere Anforderungen gestellt. In Verbindung mit steigender Variantenvielfalt zwingen diese Aufgaben zur weiteren Verbesserung der Prozeßsicherheit und zu höherem Automatisierungsgrad.

3.1 Produktivität

Die klassische Forderung nach höherer Produktivität bleibt auch in Zukunft uneingeschränkt aktuell, sie erhält aber in ihrer inhaltlichen Zielsetzung eine neue Gewichtung: Es wird zukünftig weniger darum gehen, die einzelne Bearbeitung schnell auszuführen, als vielmehr die gesamte Durchlaufzeit eines Fertigungsauftrages zu minimieren. Dabei ist Leistungsfähigkeit der Schneidstoffe zukünftig sehr differenziert zu betrachten bzw. neu zu definieren. Man wird sich bei einer Optimierung nicht mehr ausschließlich auf größere Zerspanleistungen konzentrieren können, sondern vielmehr die Erfüllung sehr viel komplexerer Anforderungen gewährleisten müssen. Dies läßt sich aus einer absehbaren Verlagerung der Bearbeitungsaufgaben ableiten:

- So wird der Trend zur Leichtbauweise den Zerspananteil an Werkstoffen mit höherer Festigkeit und Härte hinaufsetzen.
- Neue Werkstoffe,, wie z. B.
 - * pulvermetallurgisch hergestellte, hochwarmfeste Aluminium- und Titanlegierungen
 - * Hochleistungs-Verbundwerkstoffe
 - * Polymerwerkstoffe sowie
 - * technische Hochleistungskeramiken

befinden sich in der Entwicklung oder werden teilweise schon als Konstruktionswerkstoffe verwendet. Mit der spanenden Bearbeitung dieser Werkstoffe werden auch neue Anforderungen an die Schneidstoffe gestellt.

So unterscheidet sich die Zerspanaufgabe "Fräsen von langfaserverstärkten Thermoplasten" bedingt durch den inhomogenen Werkstoffaufbau aus Komponenten mit stark unterschiedlichen physikalischen Eigenschaften erheblich von der der metallischen Werkstoffe (Bild 3).

Infolge der extremen Duktilität und schlechten Wärmeleitfähigkeit der Matrix kommt es zu hohen Prozeßtemperaturen, die zum Aufweichen des polymeren Kunststoffes in der Eingriffszone führen. Das aufgeschmolzene Material verklebt die Freifläche des Werkzeugs und intensiviert auf diese Weise noch die Reibarbeit. Da viele Verbundbauteile zur Feuchtigkeitsaufnahme neigen, wird bei Fräs- und Bohroperationen vielfach auf Kühlschmiermittel verzichtet. Der einzige Weg zur dauerhaften Verminderung der Reibarbeit ist daher der Einsatz von verschleißfesten Werkzeugen mit Schneidenrundungsradien von 10-15 μm und Rauhtiefen an Span- und Freifläche unter 0,8 μm . Schneiden aus polykristallinem Diamant erfüllen diese Forderungen infolge der gegenüber Hartmetallwerkzeugen erheblich höheren Härte (Faktor 3-4) und Wärmeleitfähigkeit (Faktor 5-7) /10,11/.

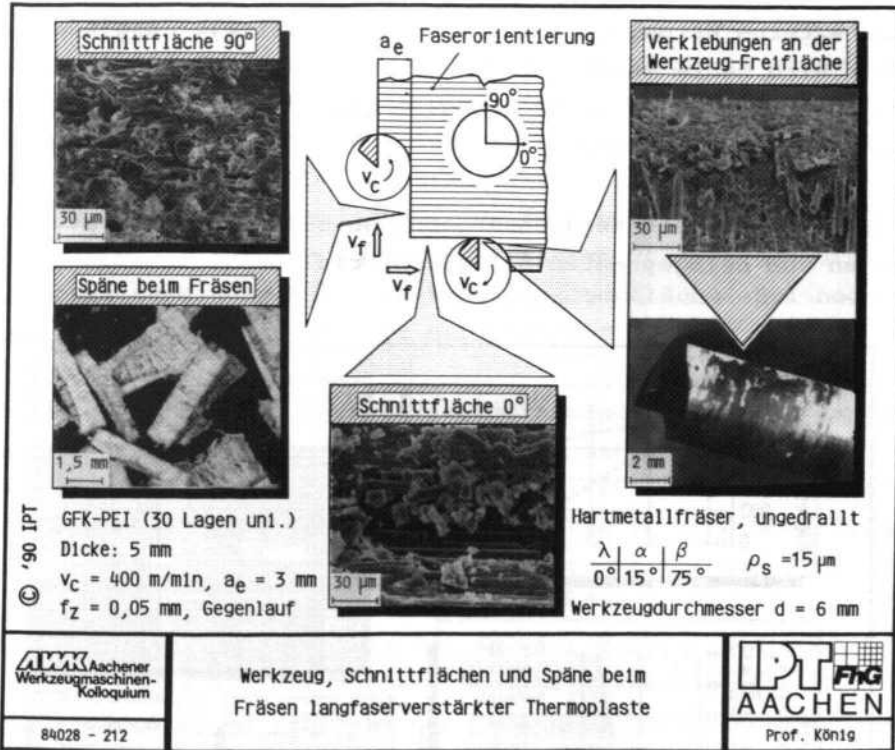


Bild 3

Im Gegensatz zur extremen Duktilität der thermoplastischen Matrix von faserverstärkten Kunststoffen stellt die erst bei sehr hohen Temperaturen und hohem Druck einsetzende Plastifizierung von Ingenieurkeramiken bei dem Versuch der spanenden Bearbeitung ein erhebliches Problem dar. Das Herbeiführen von Duktilität ist beim Schleifen durch die kleinen Ritztiefen vergleichsweise einfach realisierbar. Dagegen reicht die lokale Erwärmung bei der Zerspanung mit geometrisch bestimmtem Schneidteil aufgrund der hohen Werkstofffestigkeit und der schlechten Wärmeleitung nicht für eine Erweichung des Materials in der Scherzone aus.

Eine externe Wärmequelle muß das Energiedefizit ausgleichen. Daher wird heute verstärkt der Einsatz von Lasern untersucht, nicht zuletzt wegen ihrer hohen Flexibilität im Hinblick auf die Energieeinbringung.

In Bild 4 sind die Versuchsergebnisse beim Laserunterstützten Drehen von heißgepreßtem Siliziumnitrid (HPSN) zusammengefaßt.

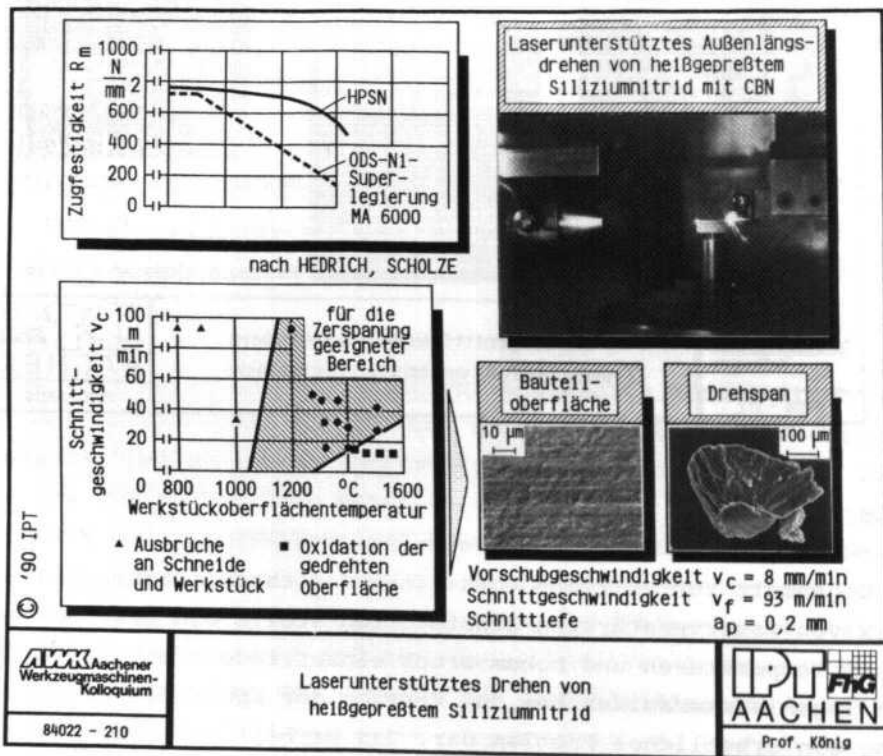


Bild 4

Bei Temperaturen unter 1100°C ist die Festigkeit des Materials noch nicht genügend herabgesetzt und der Werkstoff bricht in diesem Temperaturbereich noch interkristallin. Am Werkstück und

an der Schneide entstandene Ausbrüche führen zu schlechter Oberflächengüte und rapidem Schneidenverschleiß. Die Temperaturerhöhung auf Werte zwischen 1200-1400°C bringt in einem breiten Bereich die gewünschte plastische Spanbildung. Der abgetrennte Werkstoff ist als Fließspan zu erkennen (REM-Photo). Da Bruchvorgänge jetzt primär transkristallin verlaufen, entstehen am Werkstück Oberflächengüten in Schleifqualität (REM-Photo). Temperaturen von über 1450°C führen zu unerwünschten Oxidationserscheinungen an der Werkstückoberfläche. Bei noch höherer Temperatur dissoziiert der Werkstoff.

Voraussetzung für die Durchführung derartiger Bearbeitungsprozesse ist der Einsatz von Schneidstoffen mit hoher Warmverschleißfestigkeit und angepaßter Wärmeleitfähigkeit, um eine günstige Energiebilanz an der Zerspanstelle zu erreichen, hier realisiert durch PCBN mit hohem Hartstoffanteil (CBN) /12/.

Ziel der Entwicklungsarbeiten ist es, den Vorteil des größeren Zeitspanvolumens und die größere Geometrieflexibilität der definierten Zerspanung auch auf die Bearbeitung anderer Hochtemperaturwerkstoffe zu übertragen. Bei dynamisch und thermisch extrem beanspruchten Motoren- und Turbinenteilen lassen sich die Einsatzbereiche metallischer Hochtemperaturwerkstoffe durch legierungstechnische Maßnahmen und Oxiddispersionshärtung sowie optimierte Gefügestrukturen noch erheblich ausdehnen /13/. Neben der klassischen Ni-Basis Superlegierung ermöglichen ODS Werkstoffe - ODS steht für Oxide Dispersion Strengthening - eine Verschiebung der Einsatzgrenzen zu noch höheren Temperaturen. Die Steigerung der Warmfestigkeit wird hierbei durch Einbringen feinstverteilter, thermodynamisch äußerst stabiler Oxidpartikel mit Teilchendurchmesser zwischen 10-100 nm erreicht. Die definierte Zerspanung beispielsweise von ODS-Ferriten bei Temperaturen zwischen 600-800°C mit dem Laser als Wärmequelle ist denkbar. Durch seine exakt steuerbare Wärmeenergie und die eng begrenzte wärmebeeinflusste Zone stellt das

energie und die eng begrenzte wärmebeeinflusste Zone stellt das Verfahren, besonders bei geometrisch komplexen oder filigranen Teilen, wie Brenn- und Vorkammerdüsen oder Turbinenräder, eine äußerst flexible Alternative zur Schleifbearbeitung dar /10/.

Neue Bearbeitungsaufgaben durch neue Werkstoffe erfordern eine Weiterentwicklung oder Kombination vorhandener Verfahren zu neuen Fertigungsprozessen. Gleichzeitig werden die Anforderungen an konventionelle Fertigungsverfahren zunehmend komplexer.

Der Bedarf an präzisen, hochwertigen Werkstücken steigt und die Zahl der Fertigungsschritte muß aus Kostengründen weiter reduziert werden. Ziel ist nach wie vor die Herstellung einbaufertiger Teile in einem einzigen Fertigungsschritt, zumindest aber in einer Aufspannung /14-16/.

Für die Einengung von Bauteiltoleranzen gibt es mehrere Gründe. Dazu gehören beispielsweise die Verbesserung der Funktion, die Erhöhung der Gebrauchsdauer, die Automatisierung beim Montieren und die Verminderung der Baugröße. Aber auch neue, verbesserte und wirtschaftlichere Herstelltechniken können die Einengung von Toleranzen auslösen. Das sichere Einhalten von Maß- und Formtoleranzen um $1 \mu\text{m}$ (Bild 5) unter Prozeßbedingungen erfordert neben hochwertigen Produktionseinrichtungen und Werkzeugen eine Reihe weiterer Voraussetzungen. Dazu gehören die optimierte Auslegung der Prozesse sowie sichere und hochsensible Einrichtungen zur Prozeßsteuerung und -überwachung.

Verbesserte Herstellmethoden kommen nicht nur dem Bauteil in seiner endgültigen Gestalt zugute. Sie schaffen vielfach die Voraussetzungen für wirtschaftlicheres Produzieren oder für neue Fertigungsfolgen. Als Beispiel dafür seien die Near-Net-Shape-Technologien in der Umformtechnik angeführt /10/.

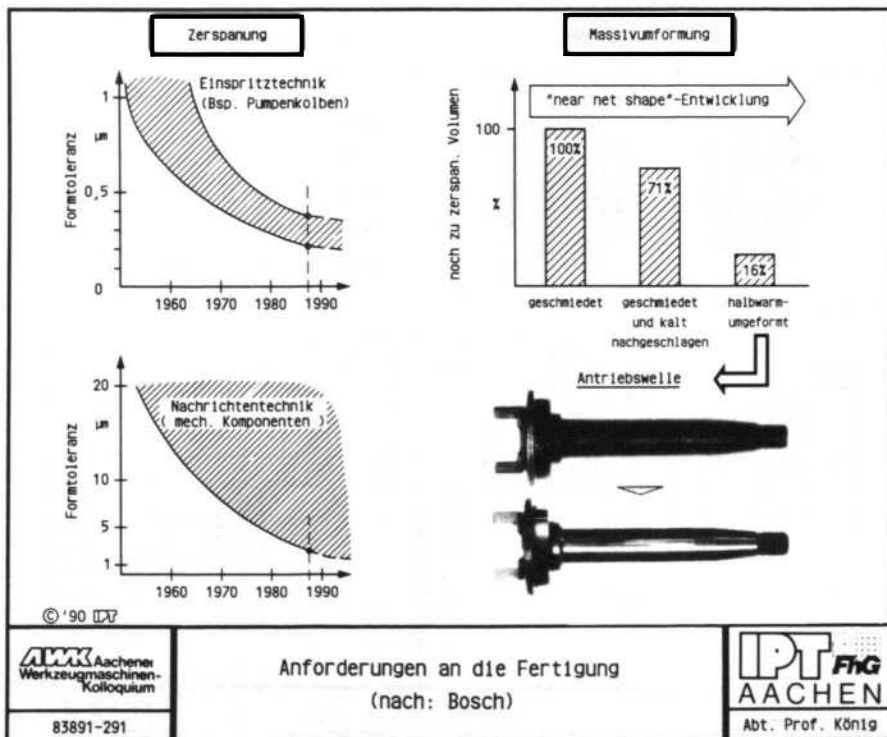


Bild 5

Möglichkeiten der Produktivitätssteigerung durch neue Fertigungsfolgen bestehen auch bei der Herstellung von komplexen Verzahnungsgeometrien durch den Einsatz beschichteter Umformwerkzeuge.

Ein Beispiel dafür ist das Kaltfließpressen von schrägverzahnten Stirnrädern (Bild 6). Strömungsorientierte Modifikationen im Einlaufbereich der Matrize und das PVD-Beschichten mit Titanitrid haben zu Standmengen weit oberhalb der Mindeststückzahl für eine wirtschaftliche Fertigung geführt /17/.

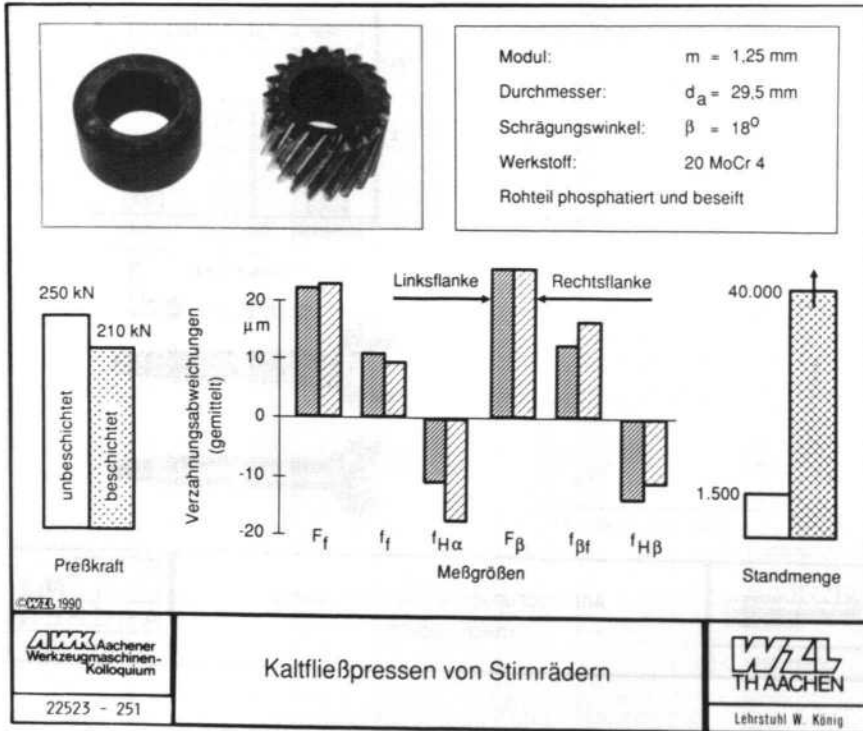


Bild 6

Die Qualität der fließgepressten Zahnräder liegt innerhalb enger Grenzen. Einzelne Absolutwerte entsprechen noch nicht denjenigen wälzgefräster Räder, weil mit einer nicht vorkorrigierten Matrize gearbeitet wurde. Dieser Mangel ist jedoch durch entsprechende Änderungen an der Matrize relativ einfach zu beheben.

Für die weitere Bearbeitung der durch Kaltfließpressen hergestellten Zahnräder ist eine angepaßte Fertigungsfolge zu entwickeln. So könnte die bisherige Fertigungsfolge Fräsen - Ein-

satzhärten - Schleifen durch die Bearbeitungsstufen Umformen - Einsatzhärten - Hartfeinbearbeitung (Schalwälzstoßen) ersetzt werden.

Die definierte Zerspangung der einsatzgehärteten Zahnräder bei kleinsten Zerspangungsquerschnitten mit Hilfe eines anforderungsgerechten Schneidstoffes (Feinstkornhartmetall) bringt dabei nicht nur in wirtschaftlicher Hinsicht Vorteile. So kann auf den Einsatz von KSS bei gleicher oder verbesserter Qualität des Bearbeitungsergebnisses verzichtet werden (Bild 7).

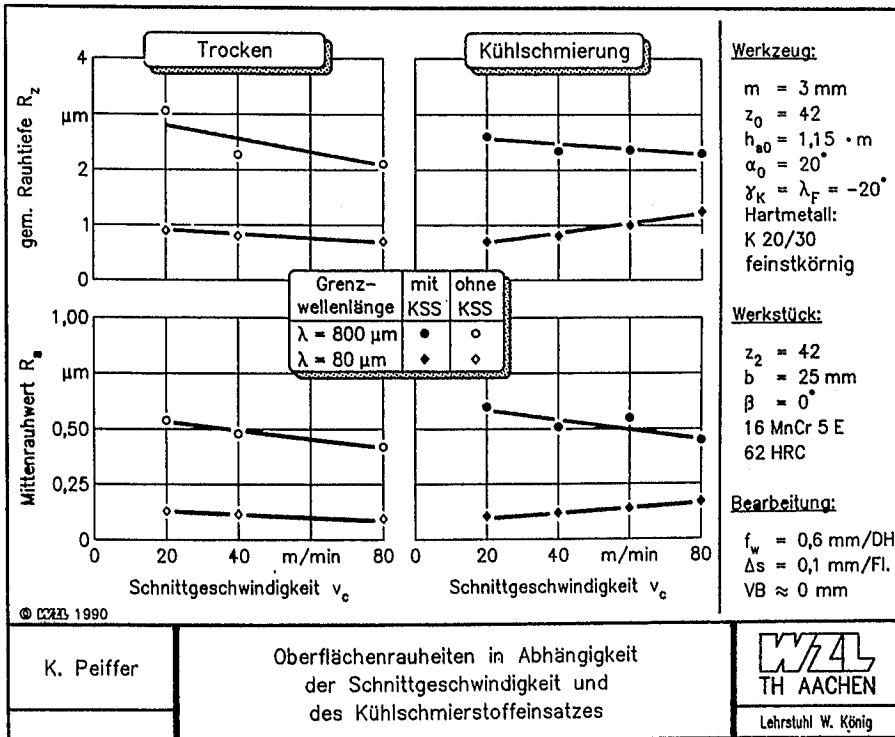


Bild 7

Vor allem bei der Anwendung höherer Schnittgeschwindigkeiten verbesserten sich im Gegensatz zum Naßschnitt sowohl die langwelligigen ($c = 800 \mu\text{m}$) als auch die kurzwelligen ($c = 80 \mu\text{m}$) Rauheitsanteile, was auf den insgesamt besseren Schneidkanten-zustand zurückzuführen ist.

Gleiche oder eher bessere Resultate werden für den Trockenschnitt auch im Hinblick auf

- den Werkzeugverschleiß,
- die Zerspankräfte,
- die Verzahnungsabweichungen und
- die Randzonenbeeinflussung

erzielt /18/.

Kleinste Spannungsquerschnitte sind jedoch auch bei der Bearbeitung weicher Stahlwerkstoffe zu realisieren. Einen geeigneten Schneidstoff stellen die Cermets dar, deren Anteil an Zerspanungsaufgaben in den nächsten Jahren, unter Berücksichtigung der Entwicklung in Japan, auf Kosten der beschichteten und unbeschichteten Hartmetalle stark zunehmen wird (Bild 8).

Cermets sind hochverschleißfest, temperaturbeständig und weisen gegenüber Stahlwerkstoffen eine geringe Klebneigung auf.

Die bearbeitbaren Materialien sind Stähle bis zu einer Härte von etwa 350 HB, ferritische Gußwerkstoffe und verschiedene rostfreie Stähle, wie z. B. X 5 CrNi 18 10, X 12 CrMoS 17, X 10 CrNiMoTi 18 10.

Haupteinsatzgebiete von Cermets sind das Drehen und das Fräsen. Sie eignen sich ebenfalls zum Einstechen und zum Gewindedrehen.

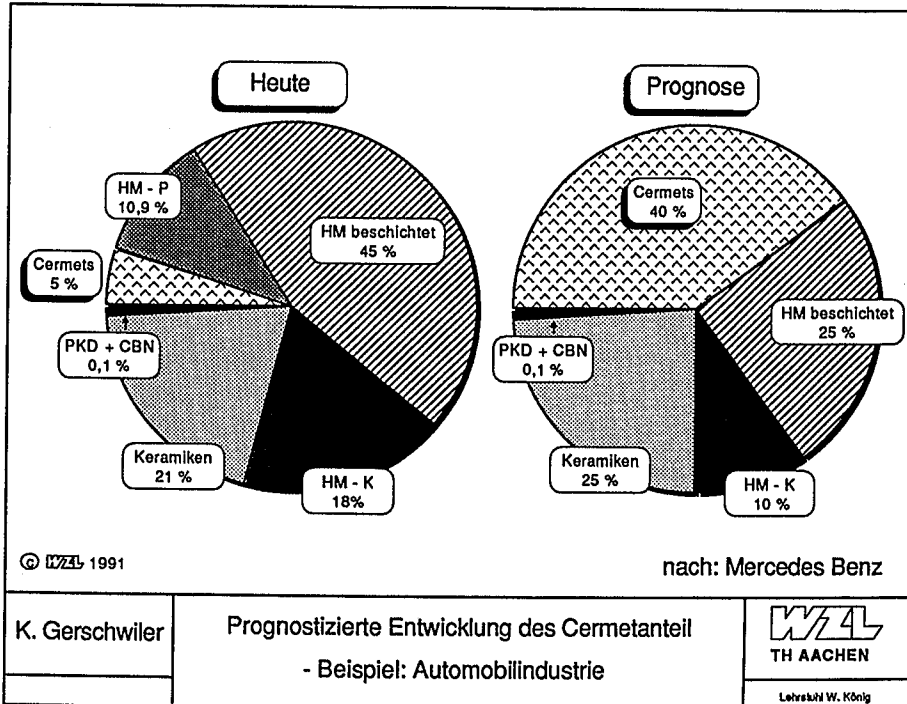


Bild 8

Die Analyse der Anwendungsempfehlungen verschiedener Cermet-Hersteller zeigt, wie sich der Anwendungsbereich beim Drehen von Stahlwerkstoffen gegenwärtig darstellt (Bild 9) /19-29/. Die anwendbare Schnittgeschwindigkeit überdeckt den für beschichtete Hartmetalle üblichen Bereich von 180-400 m/min. Sie tangiert nach oben hin die für Oxidkeramiken charakteristischen Werte. Die Vorschübe sind demgegenüber enger begrenzt. Sie liegen unterhalb der beim Schruppdrehen einzustellenden Größen. Bei der Analyse fiel auf, daß die Anwendungsempfehlungen japanischer Hersteller eher zu niedrigen Schnittdaten tendieren.

Die Ursache dafür dürfte nicht in der Qualität der Schneidstoffe, sondern in dem Bestreben nach erhöhter Prozesssicherheit begründet sein.

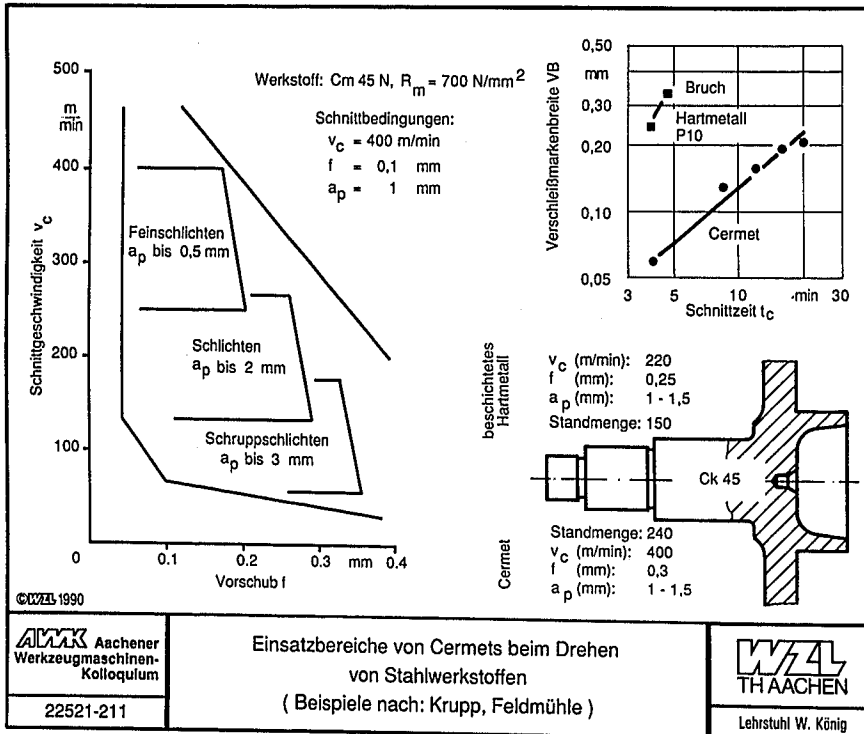


Bild 9

Heute verfügbare Cermets lassen sich in drei Gruppen unterteilen: Der ersten Gruppe sind hoch verschleiß- und oxidationsbeständige Sorten zum Feinschichten bei höchsten Schnittgeschwindigkeiten und kleinem Spanungsquerschnitt zuzuordnen. Die Werkstücke sollten vorgedreht sein oder - z. B. als Umformteile - vergleichbar gute Oberflächen und Rundlaufgenauigkeiten besitzen. Ist dies gegeben, dann können auf ausreichend steifen

Maschinen Qualitäten um IT 7 und Oberflächengüten wie beim Schleifen erreicht werden.

Die zweite Gruppe sind Cermets, die sich zum Schlichten eignen. Diese Aufgabe erfordert eine ausgewogene Kombination zwischen Verschleißfestigkeit und Zähigkeit, weil mit größeren Spanungsquerschnitten gearbeitet wird. Besonders beim ersten Schnitt ist, je nach Beschaffenheit des Werkstücks, mit wechselnder Schnitttiefe oder mit leichter Schnittunterbrechung zu rechnen.

Die Cermets zum Schrupp-Schlichten stellen die dritte Gruppe dar. Sie weisen das beste Zähigkeitsverhalten auf. Verglichen mit Hartmetallen der Gruppe P sind sie bezüglich der Zähigkeit etwa in den Bereich P10 - P15 einzuordnen. Eine direkte Vergleichbarkeit der Ceremets mit herkömmlichen Hartmetallen ist allerdings aufgrund der unterschiedlichen Zusammensetzungen nicht gegeben. Beim Drehen sind Schnitte mit vergleichsweise großen Spanungsquerschnitten entsprechend Bild 9 möglich. Die Schneidstoffe können bei wechselnden Schnitttiefen, für leicht unterbrochene Schnitte und zum (Schlicht-)Fräsen eingesetzt werden.

Neben hohem Verschleißwiderstand wird Zerspanwerkzeugen, die im kontinuierlichen Schnitt arbeiten, auch "Leistung" bei der Spanformung und der Spanbrechung abverlangt. Ein Praxisbeispiel (Bild 10) zeigt, welches Potential in diesem Fall zusätzlich zum Gewinn an Standmenge erschlossen werden kann. Bei unveränderten Schnittbedingungen werden die Maschinen mit einem Plattentyp, statt wie bisher mit elf verschiedenen, ausgerüstet. Dadurch vereinfachen und verbilligen sich z. B. die Bestellabwicklung und die Lagerhaltung.

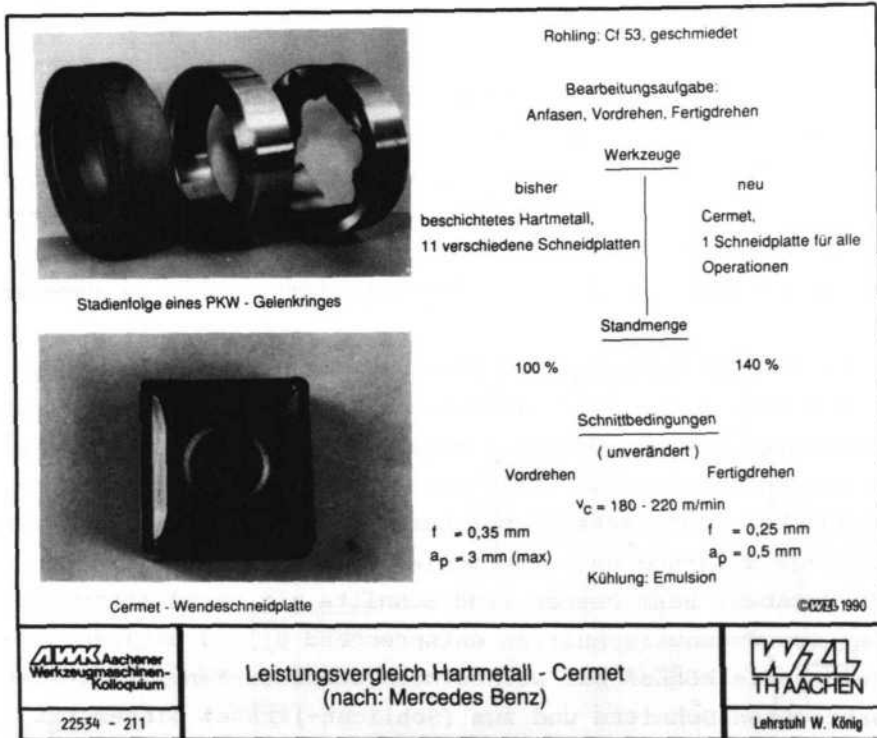


Bild 10

Eine weitere Möglichkeit zur Leistungssteigerung von einzelnen Bearbeitungsschritten ist der Einsatz hartstoffbeschichteter Schneidstoffe. Dadurch lassen sich die Anwendungsbereiche vieler Werkzeugstoffe erweitern. Durch die Beschichtung erhalten Schneidstoffe neue Eigenschaftsprofile, wodurch Lücken im bestehenden System der Werkzeugstoffe verkleinert oder geschlossen werden können /48/.

Das Standardverfahren zum Beschichten von Hartmetall ist auch heute noch fast ausschließlich die Chemical-Vapour-Deposition (CVD). Mit diesem ausgereiften Prozeß lassen sich bei Tempera-

turen um 1000°C Hartstoffe wie TiC, TiN, Ti(C,N), Al₂O₃, AlON und andere einzeln oder, wie heute üblich, in verschiedenen Kombinationen als Mehrlagenschichten aus der Gasphase abscheiden.

Die erwartete hohe Verschleißfestigkeit derart beschichteter Hartmetalle ist bei den Beanspruchungen, wie sie überwiegend beim Drehen vorliegen, gegeben. Das zeigt der sehr große Anteil beschichteter Hartmetalle bei diesem Fertigungsverfahren.

Beim Fräsen, und überhaupt bei unterbrochenen Schnitten, sind neben dem Verschleißwiderstand auch die Schlagfestigkeit und die Temperaturwechselbeständigkeit der Schneide entscheidend für ihre Standzeit. Die Schneidkante muß hohen Widerstand gegen abrasiven Verschleiß und vor allem gegen Kamm- und Querrisse besitzen.

Der Widerstand gegen mechanisch oder thermisch ausgelöste Ribbildung hängt von zwei Faktoren ab: dem Eigenschaftsprofil des Substrats im Bereich der Schneidkante und der "Haftung" des Hartstoff-Schichtsystems am Substrat. Dementsprechend konzentrieren sich Neu- und Weiterentwicklungen beschichteter Hartmetalle verstärkt auf die Verbesserung der Kantenstabilität. Dieses Ziel läßt sich auf unterschiedliche Art und Weise erreichen:

- * durch Beibehalten des CVD-Prozesses,
- * durch Anwendung des Plasma-CVD-Prozesses (P-CVD),
- * durch Einsatz der PVD-Beschichtungstechnik oder
- * durch Feinstkornsubstrate.

Beim "klassischen" Hochtemperatur-CVD-Prozeß wird die Stabilisierung der Schneidkante durch die Beeinflussung der Materialeigenschaften im Bereich des Übergangs Substrat/Schicht angestrebt (Bild 11). Eine Technik ist das Aufbringen von Titanitrid- oder Titancarbonitrid-Zwischenschichten. Derartige Zwi-

schenschichten wirken als eine Art "Puffer" zwischen dem vergleichsweise weichen und zähen Substrat und den wesentlich härteren und spröderen Carbiden, Nitriden oder Oxiden der Schicht. Das Anwendungsbeispiel (Bild 8, oben) zeigt, daß sich beim Fräsen signifikante Standmengengewinne zugunsten derart konzipierter neuer Hartmetalle im Vergleich zu älteren Beschichtungen ergeben /30-35/.

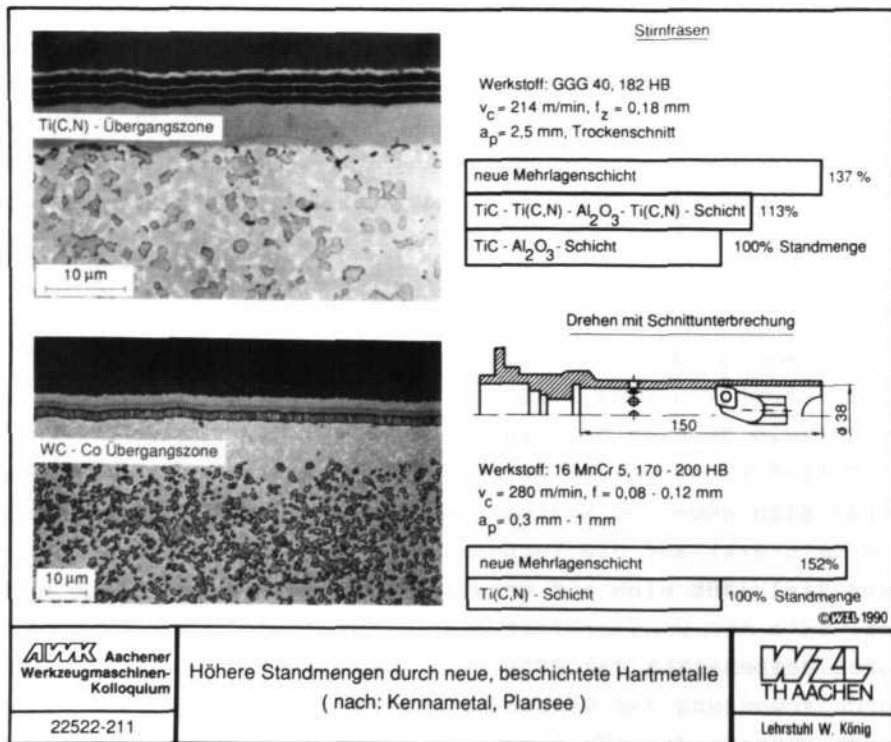


Bild 11

Das Beschichten mit Titannitrid im PVD-Prozeß ist eine seit Jahren bewährte Methode zur Steigerung der Verschleißfestigkeit von HSS-Werkzeugen. Neuere, noch nicht so weit verbreitete Hartstoffsysteme für diese Anwendung sind Titancarbonitrid

(Ti(C,N)) und Titanaluminiumnitrid ((Ti,Al)N). Seit etwa 1 1/2 Jahren werden Schaftfräser mit Ti(C,N)-Schichten angeboten. Die Markteinführung von Spiralbohrern mit (Ti,Al)N-Schichten läuft gegenwärtig an /36-46/.

Gesicherte Erkenntnisse darüber, welcher Hartstoff bei welchem Bearbeitungsverfahren optimale Ergebnisse bringt, liegen noch nicht vor. Versuche bei Werkzeugherstellern und im Labor deuten bisher übereinstimmend darauf hin, daß sich Ti(C,N)-Schichten u. a. gut für das Fräsen eignen.

Systematische Untersuchungen beim Stirnfräsen mit TiN-, Ti(C,N)- und (Ti,Al)N-beschichteten HSS-Wendeschneidplatten belegen dies (Bild 12). Im Bereich der hohen, nur mit beschichteten HSS-Schneiden realisierbaren Schnittgeschwindigkeiten nimmt die Standzeit in der Reihenfolge (Ti,Al)N, TiN, Ti(C,N) zu. Aber auch bei niedrigen Schnittgeschwindigkeiten sind Ti(C,N)- und TiN-Schichten dem unbeschichteten Substrat überlegen.

Beim Drehen zeigen dieselben Wendeschneidplatten ein anderes Verhalten. hier nehmen die Standzeiten von (Ti,Al)N über TiN zu Ti(C,N) hin ab (Bild 12, unten). In derselben Reihenfolge nimmt die Wärmeleitfähigkeit der Hartstoffe zu. Daraus ist zu folgern, daß hauptsächlich die Temperatur des HSS-Substrates unmittelbar unterhalb der Kontaktzone standzeitbestimmend ist und weniger der Verschleißwiderstand der Schicht. Bei verminderter Schnittgeschwindigkeit, was gleichbedeutend mit einer Absenkung der Temperatur in der Kontaktzone ist, lassen sich beim Drehen mit Ti(C,N)- und TiN-beschichteten Werkzeugen gleichlange Standzeiten realisieren wie mit (Ti,Al)N-beschichteten.

Die unterschiedlichen Kolkprofile, die qualitativ in gleicher Weise auch beim Fräsen entstehen, zeigen, daß die Kontaktzone des (Ti,Al)N-beschichteten Werkzeugs am nächsten an die Schneidkante heranrückt. Dies erhöht vor allem bei diskontinu-

ierlichen Schnitten die Gefahr von Mikroausbrüchen. Bei TiN- und Ti(C,N)-beschichteten Schneiden ist die Kantenbelastung geringer, weil die Kontaktzone weiter innen liegt.

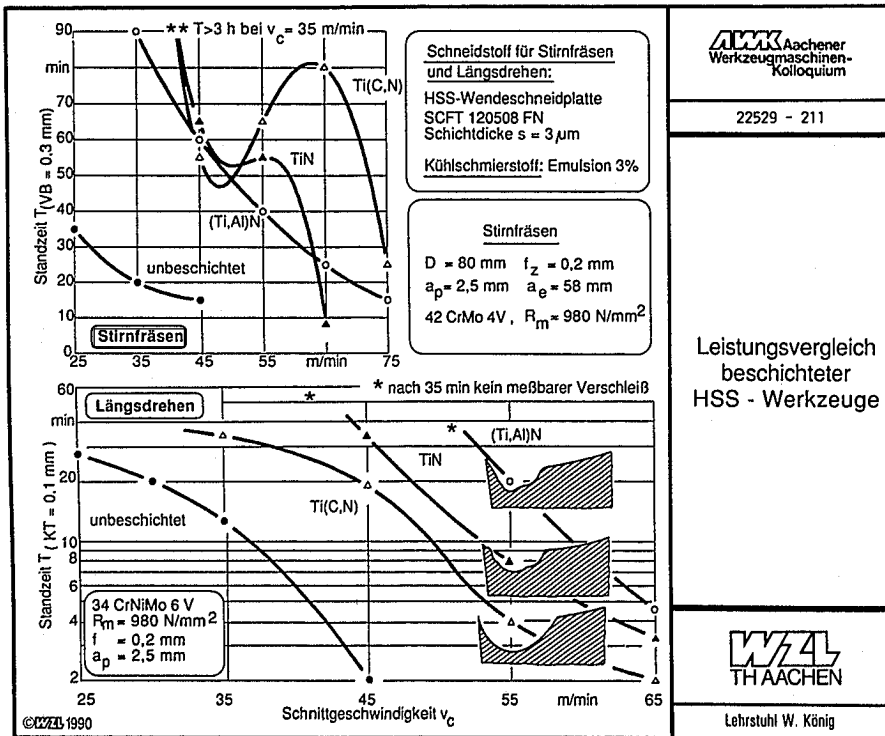


Bild 12

Aus den Ergebnissen dieser Laborversuche zeichnen sich Ansätze für einen an die Schichteigenschaften angepaßten Einsatz der drei Hartstoffe ab. Ist die thermische Beanspruchung standzeitbestimmend, weil die Anlaßtemperatur des Substrats überschritten wird, dann sind Schichten mit geringer Wärmeleitfähigkeit vorteilhaft. Bei Verwendung von Hartstoffschichten mit guter Wärmeleitfähigkeit ist die thermische Belastung der Kontaktzone durch Senken der Schnittgeschwindigkeit zu vermindern.

Erliegen die Werkzeuge überwiegend durch mechanische Überlastung der Schneidkante, wie z. B. beim Fräsen, dann sind Schichten, die eine Verlagerung der Kontaktzone von der Schneidkante weg bewirken, vorteilhaft. Andernfalls sind die Vorschübe zu vergrößern, um diesen Effekt herbeizuführen /47/.

3.2 Flexibilität

Die Forderung nach einer größtmöglichen prozeßbezogenen Flexibilität kann durch Optimierung von Fertigungsfolgen realisiert werden. Dabei hat die Arbeitsplanung heute mehr Entscheidungsmöglichkeiten als noch vor einigen Jahren. Die Erweiterung der Anwendungsbereiche einzelner Bearbeitungsverfahren führte zu einer größeren Überschneidung der typischen Einsatzgebiete (Bild 13).

Früher ließ sich für eine vorgegebene Aufgabe in der Regel aus prozeßtechnischen Gründen meist nur ein Verfahren einsetzen. So war bei Werkstückhärten von über 60 HRC neben den abtragenden Verfahren die Schleifbearbeitung die einzige Möglichkeit. Durch die intensiven Entwicklungsarbeiten auf dem Schneidstoffsektor gelangt die Zerspanung mit geometrisch definierter Schneide in immer größere Härtebereiche der Werkstoffe. Mit Schneidplatten aus Feinstkorn-Hartmetall, Misch- und Oxidkeramik oder CBN ist eine Feinbearbeitung vergüteter Stähle mit einer Härte von über 50 HRC möglich. Weiterhin lassen sich auch gehärtete Werkstoffe (bis 64 HRC) mit den genannten Schneidstoffen endbearbeiten. Dadurch werden Oberflächenqualitäten erreicht, die mit denen der Schleifbearbeitung vergleichbar sind.

Aus wirtschaftlicher Sicht ist bei kleinen Losgrößen sowohl aus Gründen der Geometrieflexibilität als auch der Investitionskosten das Drehen dem Schleifen vorzuziehen, solange keine dominierenden prozeßtechnischen Argumente für das Schleifen sprechen /9/. Um jedoch bei der Hartbearbeitung mit definierter

Schneide das gewünschte Bearbeitungsergebnis realisieren zu können, bedarf es einer eingehenden Abgleichung von Beanspruchungen und geforderten Eigenschaften der Schneidstoffe.

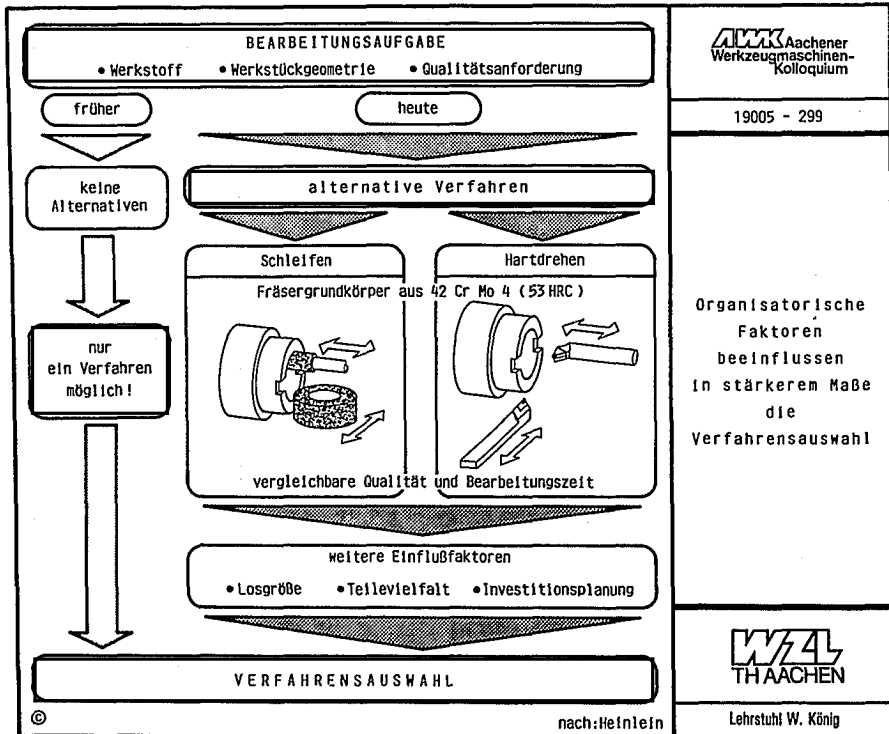


Bild 13

Das Anforderungsprofil an die Schneidstoffe ist bei der Hartbearbeitung stark vom jeweiligen Anwendungsfall abhängig.

Von besonderer Bedeutung für die Belastung der Schneide ist hier neben Schnittunterbrechungen vor allem die Stabilität des Prozesses. Diese wird maßgeblich durch das System Werkzeug-Maschine-Werkstück bestimmt und verdient infolge der charakteristischen Zerspankraftverteilung, d. h. einer ausgeprägten Passiv- und Vorschubkraft, besondere Beachtung /50/.

Die Wärmeleitfähigkeit des Schneidstoffes ist den jeweiligen Einsatzbedingungen anzupassen, bzw. es ist der geeignetste Schneidstoff auszuwählen (Bild 14). So ist beim Drehen im kontinuierlichen Schnitt eine hohe Wärmeableitung zur Reduzierung der Randzonenbeeinflussung zu fordern. Andererseits ist beim unterbrochenen Schnitt mit langen Abkühlzeiten eine zur Plastifizierung des Werkstoffes ausreichende Temperatur im Spanbereich sicherzustellen. Teilweise kann dies durch eine Erhöhung der Schnittgeschwindigkeit erzielt werden. Ist dies nicht möglich, so z. B. beim Räumen und Fräsen mit kleinen Werkzeugdurchmessern, sind Schneidstoffe mit einer geringeren Wärmeleitfähigkeit einzusetzen. Grundsätzlich ist für die Hartbearbeitung eine hohe Warmhärte und Kantenstabilität zu fordern.

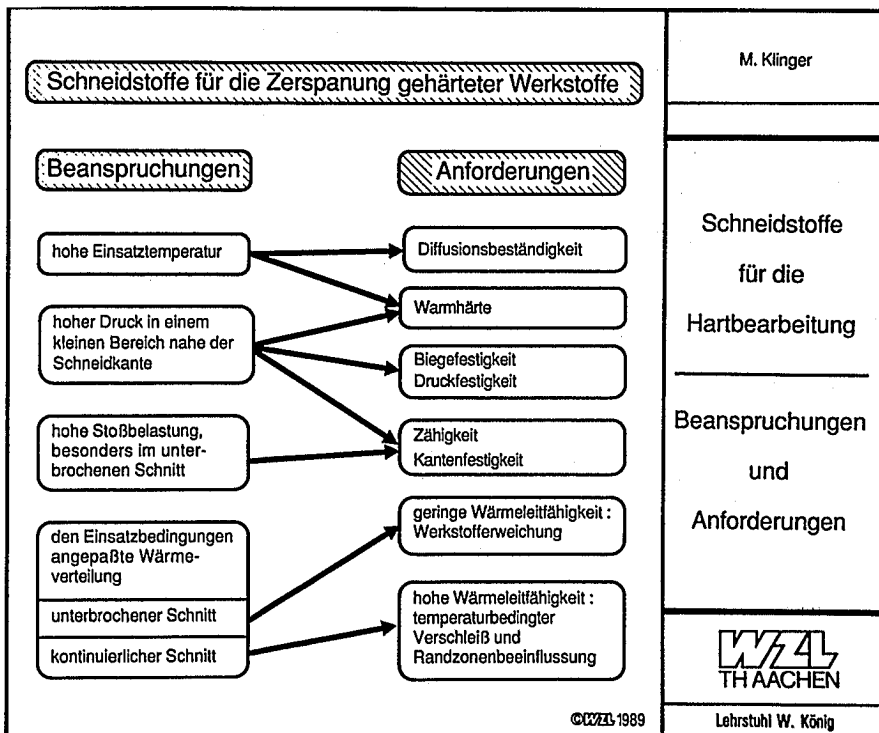


Bild 14

Durch die üblicherweise sehr kleinen Spannungsdicken ist der Kontakt des Spans auf der Spanfläche auf einen sehr kleinen Bereich nahe der Schneidkante beschränkt. Hierdurch ergibt sich eine sehr hohe Druckbelastung in diesem Bereich. Ein für die Hartbearbeitung geeigneter Schneidstoff muß also über eine ausgeprägte Kantenstabilität verfügen. Die Druckfestigkeit muß den hohen Belastungen genügen, der Schneidstoff darf sich auch bei den hohen im Kontaktbereich wirkenden Drücken und Temperaturen nicht plastisch verformen.

Naturgemäß sind die entstehenden Temperaturen beim kontinuierlichen Schnitt höher als beim unterbrochenen, so daß beispielsweise beim Drehen im glatten Schnitt eine ausgeprägte Diffusionsbeständigkeit notwendig ist. Beim unterbrochenen Schnitt wirkt bei der Zerspanung gehärteter Werkstoffe eine sehr hohe Stoßbelastung, die eine ausgeprägte Zähigkeit des Schneidstoffes erforderlich macht. Falls diese zu gering ist, tritt erhöhter Schneidenverschleiß durch Mikroausbrüche auf. Eine ähnliche Belastung mit entsprechenden Verschleißerscheinungen wird durch instabile Prozesse induziert, wie sie z. B. durch nicht ausreichend steife Werkzeugmaschinen oder Werkzeuge verursacht sein können /49/.

Dieses Anforderungsprofil erfüllen bei Beanspruchungen, wie sie überwiegend im glatten Schnitt bei der Bearbeitung gehärteter Stähle auftreten, am ehesten Mischkeramiken und neue CBN-basierte Schneidstoffe mit geringer Wärmeleitfähigkeit (Bild 15).

Beim Schlichtdrehen von gehärtetem Kugellagerstahl erweist sich ein neuer CBN-basierter Schneidstoff mit hohem Metallkarbidanteil gegenüber herkömmlichem CBN und Mischkeramik als deutlich überlegen.

Die Kantenfestigkeit und der Verschleißwiderstand sind höher, so daß auf die für Keramik typische Schneidkantenfase bei glat-

ten Schnitten verzichtet werden kann. Bei unterbrochenen Schnitten empfiehlt sich das Anfasen der Schneide und der Werkstückkante. Mit CBN-basierten karbidhaltigen Schneidstoffen wurde auch bereits erfolgreich im Schlichtschnitt gefräst, wobei die Schnitttiefe im Bereich weniger Zehntel Millimeter lag /50/.

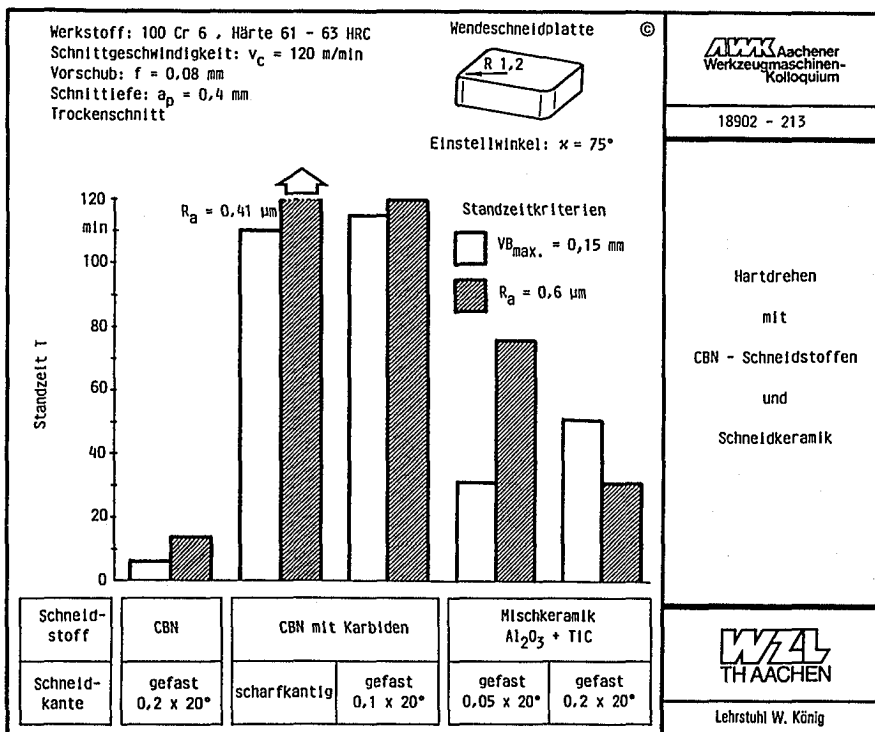


Bild 15

3.3 Sicherheit

Der Notwendigkeit, die in der Fertigung verursachten Kosten zu senken, wird vor allem durch Automatisierungsmaßnahmen Rechnung getragen. Über den Weg der Mehrmaschinenbedienung bis hin zur unbeaufsichtigten Fertigung wird versucht, kapitalintensive Produktionseinrichtungen zeitlich möglichst hoch auszulasten. Systeme zur Steigerung der Prozeßsicherheit gewinnen daher zunehmend an Bedeutung.

Zur Vermeidung von Folgeschäden von unvermittelten Prozeßstörungen, wie z. B. Werkzeugbruch, oder zur Überwachung des Werkzeugverschleißes ist es jedoch erforderlich, Schneidstoffe mit gesichertem, gleichmäßigem Verschleißverhalten bzw. hoher Zähigkeit zur Bruchvermeidung zur Verfügung zu haben. Gleichbleibende Schneidstoffqualität und hoher Verschleißwiderstand sind hier gefragt, um eine reproduzierbare, hohe Fertigungsqualität über einen möglichst langen Zeitraum ohne Werkzeugwechsel produzieren zu können.

Eine sichere Prozeßauslegung bedeutet nicht unbedingt eine Verringerung der Teileausbringung. Die Reduzierung bestimmter Prozeßparameter kann letztendlich über die Verringerung von Maschinenstillstandszeiten zu einer Steigerung der Fertigungsleistung bei erhöhter Prozeßsicherheit führen /9/.

3.4 Qualität

Die Weiterentwicklung von Bearbeitungsverfahren durch den Einsatz neuer Schneidstoffe beinhaltet vielfältige Möglichkeiten zur Erhöhung der Bauteilgenauigkeit und Verringerung von Fertigungstoleranzen (Bild 16 und 17).

Ein Beispiel ist das Innenräumen einer Verzahnung mit einem Werkzeug aus Feinstkornhartmetall. Die beiden letzten Operationen der herkömmlichen Fertigungsfolge sind das Nachräumen im

weichen Zustand und das anschließende Einsatzhärten. In der neuen Fertigungsfolge soll erst nach dem Härten nachgeräumt werden, so daß kein zusätzlicher Arbeitsgang anfällt. Vom Harträumen sind die Verbesserung des Traganteils der Verzahnung und eine bessere Schaltbarkeit des Getriebes zu erwarten, weil Maß- und Formfehler infolge von Härteverzug beseitigt werden.



Bild 16

Erste Räumversuche mit einem beschichteten Werkzeug zeigten, daß sich auch für diese anspruchsvolle Bearbeitungsaufgabe Hartstoffschichten als Verschleißschutz grundsätzlich eignen /48/.

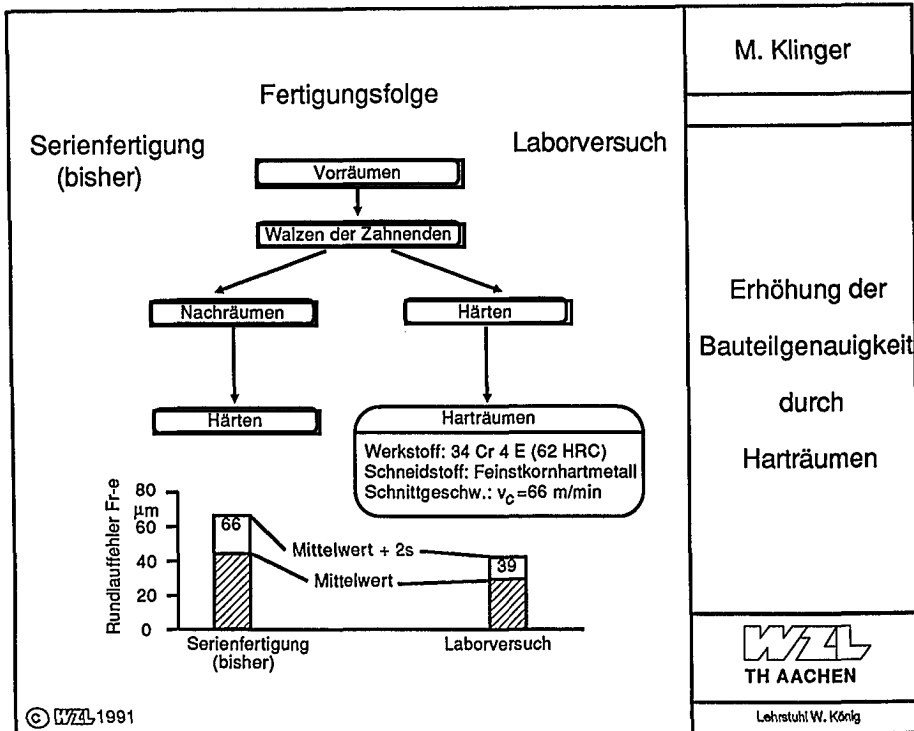


Bild 17

Neben technologischen Vorteilen ermöglicht das Harträumen durch Trockenbearbeitung die Vermeidung des Einsatzes von Kühlschmierstoff, so daß auch die ökologische Gesamtbeurteilung zugunsten der Hartbearbeitung ausfällt.

Eine weitere Möglichkeit, der technologischen Herausforderung nach immer extremen Toleranz- und Oberflächengrößen zu begegnen, stellt der Einsatz von Schneidstoffen mit extrem scharfer, schartenfreier Schneidkante in der definierten Zerspanung mit dem Ziel der ultrapräzisen Fertigung dar.

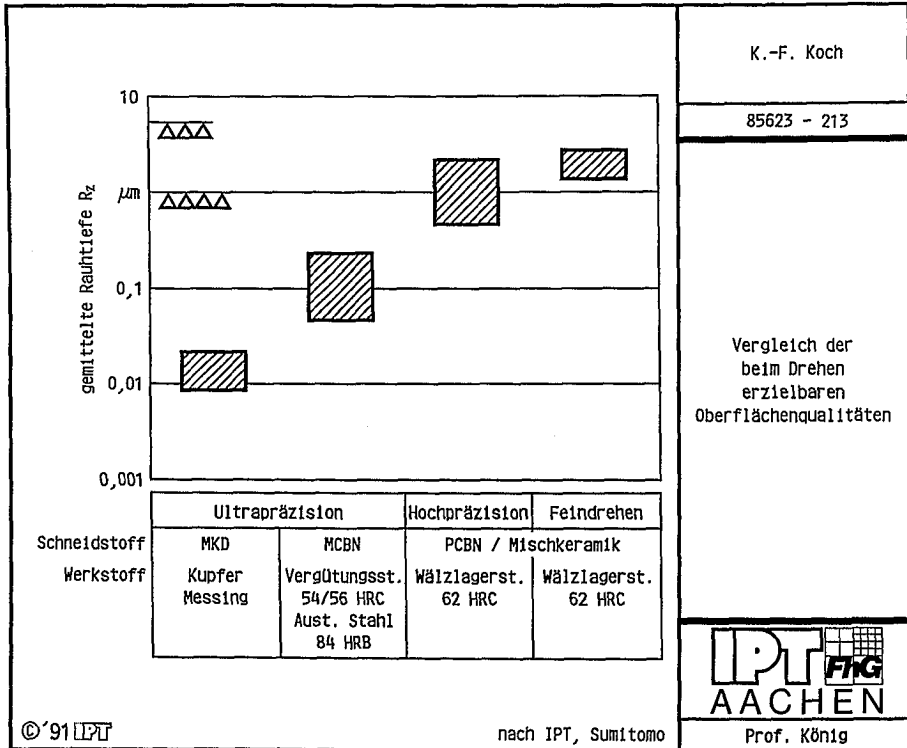
Abhängig von der gewünschten Form der Funktionsfläche (sphärisch, asphärisch oder plan) lassen sich extreme Qualitäten durch Schleifen, Läppen und Polieren entweder gar nicht oder nur mit unwirtschaftlich langen Prozeßzeiten erreichen, so daß unter Ultrapräzisionsbearbeitung ausschließlich Verfahren mit definierter Schneidteilgeometrie verstanden werden.

Grundlegende Voraussetzungen für höchste Genauigkeit des Werkstückes sind geringste Maschinenverformungen, also möglichst hohe Steifigkeiten und kleinste Zerspankräfte. Letztere sind zu erreichen, indem die Spanungsdicke auf ein Minimum reduziert und der Trennprozeß von seinem Wirkungsgrad her optimiert wird, d. h. mit geringstmöglichem Energieeinsatz bezogen auf den Spanungsquerschnitt abläuft.

Bei der konventionellen Dreh- und Fräsbearbeitung ist der spezifische Energieeinsatz geringer, da die Geometrie des Schneidteils der Bearbeitungsaufgabe angepaßt werden kann. Allerdings sind aufgrund des polykristallinen Aufbaus der Schneide nur verhältnismäßig große Rundungsradien zu verwirklichen, so daß der Spanungsdicke - wenn ein "definierter" Zustand der Schneidteilgeometrie beibehalten werden soll - zu kleineren Werten hin klare Grenzen gesetzt sind.

In der Ultrapräzisionsbearbeitung wird nun der Vorteil des geometrisch bestimmten Schneidteils - die geringe spezifische Schnittenergie - in den Bereich der Spanungsdicke geometrisch unbestimmter Schneiden übertragen. Dies gelingt durch die Fertigung von Werkzeugen mit extrem kleinen Schneidenrundungsradien. Während bisher als Schneidstoff hierfür nur der monokristalline Diamant mit der Beschränkung auf die Bearbeitung von NE-Metallen zur Verfügung stand, ist mit dem Einsatz von monokristallinem CBN nun auch die Ultrapräzisionsbearbeitung von Eisenwerkstoffen möglich (Bild 18 und 19). Die erzielbare Oberflächenqualität wird hierbei nicht mehr vom Schneid-

stoff, sondern von der Mikrostruktur des bearbeiteten Werkstoffes begrenzt /51/.



K.-F. Koch

85623 - 213

Vergleich der
beim Drehen
erzielbaren
Oberflächenqualitäten

IPT **FIG**
AACHEN

Prof. König

Bild 18

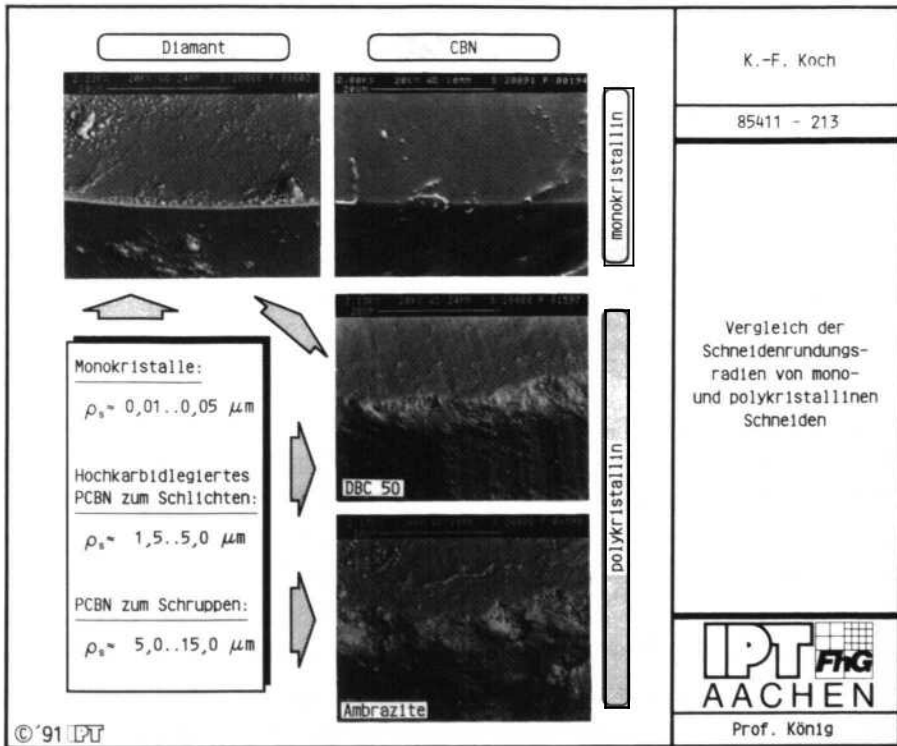


Bild 19

3.5 Clean - Technologie

Die Ursachen, die zur Berücksichtigung und einer stetigen Erhöhung des Stellenwertes von Umweltbelangen geführt haben, sind recht vielschichtig und schwierig voneinander abgrenzbar. Beispielhaften Charakter haben hier Einflußfaktoren wie die Problematik der Rohstoffverknappung, die Abnahme des zur Verfügung stehenden Deponieraumes und hiermit unmittelbar verknüpft ein zunehmend belastender Anstieg der Entsorgungskosten für als Abfälle deklarierte Produktionsrückstände.

In Folge dieser Entwicklung ist auch seitens der Industrie erkannt worden, daß von einem Produktattribut "Umweltverträglich" eine zusätzliche Wettbewerbswirksamkeit ausgeht. Diese äußert sich zum einen in einer erhöhten Produktakzeptanz seitens des Konsumenten (Recyclingpapier, Wasch- und Reinigungsmittel, Farben, etc.) und einer damit verbundenen Verbesserung von Marktchancen, zum anderen liefert die Berücksichtigung ökologischer Ansprüche nicht zu unterschätzende Identifikationsmerkmale für die Mitarbeiter des Unternehmens, die sowohl motivationsfördernd wirken als auch die Mitarbeiterwerbung erleichtern.

Während die genannten Einflußfaktoren den betroffenen Unternehmen und Produzenten noch einen weitgehenden kalkulatorischen Spielraum bei der internen Umsetzung gestatten, lassen die Regulative durch Gesetzgebung und Rechtsprechung hier weniger Freiheitsgrade. Dies gilt besonders für die einschlägige, den Umweltschutz betreffende Gesetzgebung, welche zum Teil eine inhaltliche Neuorientierung und Verschärfung erfahren hat, Bild 20. Hervorzuheben sind in diesem Zusammenhang das Abfall-, Wasserhaushalts- und das Bundesimmissionsschutzgesetz. Flankiert werden diese Gesetze von einer Reihe Technischer Anleitungen, die ebenfalls bereits neu gefaßt wurden bzw. in Überarbeitung befindlich sind.

Dadurch wird den Produzenten von Sonderabfällen, und dies sind in hohem Maße industrielle Produktionsunternehmen, eine neue Sichtweise auferlegt. Diese wird dazu zwingen, die Grenze des Betrachtungs- und Verantwortungshorizontes weder am Einzelprozeß noch an den Fabrikatoren zu ziehen, sondern den Bilanzrahmen weiter zu stecken /52/.

Es ergibt sich die Notwendigkeit, Fertigungsprozesse auf ihr Einsparpotential in Bezug auf Energie- und Rohstoffeinsatz sowie auf den Anfall von Abfallstoffen hin zu überprüfen und zu optimieren. Dabei sind nicht nur Einzeloperationen, sondern

ganze Fertigungsfolgen in die Betrachtung mit einzubeziehen. Dadurch wird im Idealfall nicht nur eine bessere Umweltverträglichkeit, sondern auch eine erhebliche Steigerung der Wirtschaftlichkeit erreicht. Dies wird am Beispiel der Endbearbeitung großer Wälzlagerringe deutlich (Bild 21).

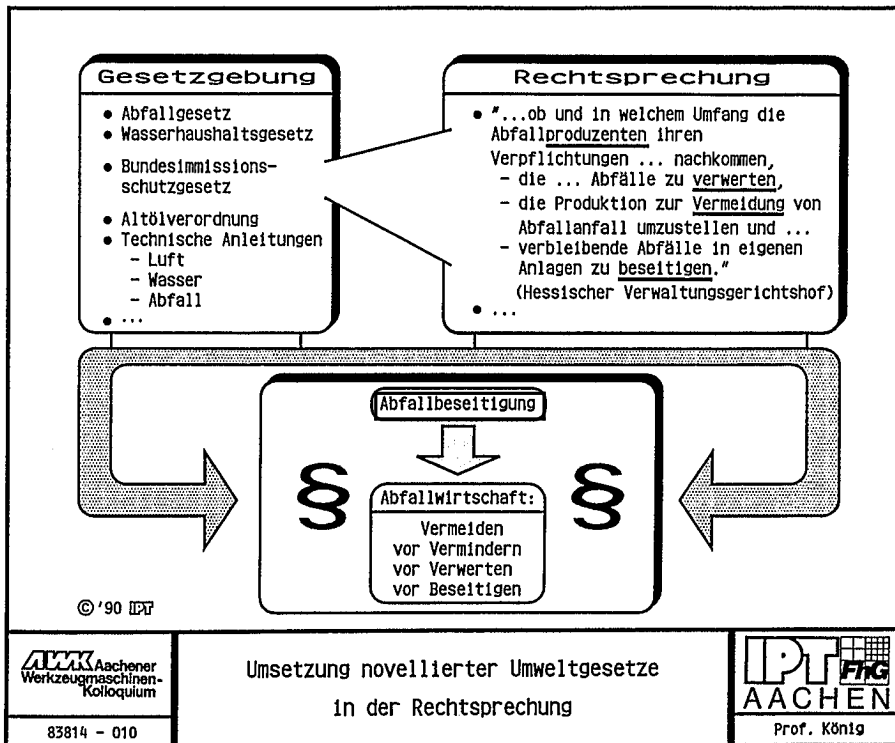


Bild 20

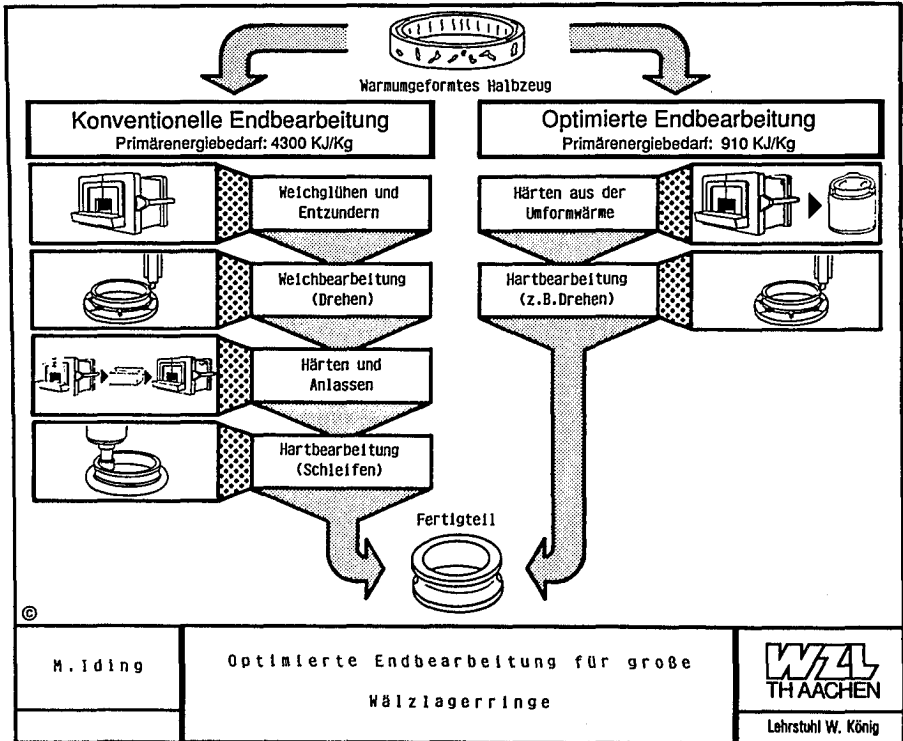


Bild 21

Ausgangsprodukt für Wälzlagering mit einem Durchmesser größer als 150 mm (bis ca. 4 m) ist üblicherweise ein warmgewalzter Ring. Der Ring weist aufgrund möglicher Walzfehler sowie aufgrund der bei jeder thermischen Behandlung auftretenden Zunderbildung und Randentkohlung nach der Umformung durchmesserabhängig relativ hohe Bearbeitungszugaben auf.

Bei der konventionellen Endbearbeitung wird die Abfolge im wesentlichen durch die vom Fertigteil geforderten Materialeigenschaften bestimmt. Besondere Merkmale der Fertigungsfolge einschließlich des Umformvorgangs sind daher die verschiedenen

zeit- und kostenintensiven Wärmebehandlungen. Dazwischen wird der Ring im weichen Zustand gedreht und abschließend im gehärteten Zustand mit hohem Energieaufwand fertiggeschliffen. Durch das Ausnutzen der Umformwärme für das Härten kann die Anzahl der Wärmebehandlungsschritte erheblich reduziert und Energie bzw. Wärmebehandlungskosten eingespart werden.

Insgesamt folgt aus der veränderten Fertigungsfolge neben einem geringeren Energiebedarf (um ca. 75% reduziert) und kürzeren Durchlaufzeiten vor allem eine größere Flexibilität des Produktionsprozesses durch die Vor- und Endbearbeitung auf einer Maschine. Darüber hinaus kann der Einsatz von Kühlschmierstoff vermieden werden, wodurch die Umweltverträglichkeit dieser Fertigungsfolge weiter erhöht werden kann /9/.

4. Zusammenfassung

Die konventionellen Zerspanaufgaben werden zunehmend durch neuartige, sich aus den Anforderungen des Marktes ergebende Fertigungsaufgaben ergänzt bzw. verdrängt (Bild 22). Daraus ergeben sich wesentliche Konsequenzen für die Entwicklung von Schneidstoffen. Nach wie vor sollen die Schneidstoffe hohen Widerstand gegen Verschleiß und Bruch aufweisen. Dazu kommt jedoch z. B. bei der Ultra-Präzisionsbearbeitung, wo höchste Oberflächengüten erzeugt werden, die Forderung nach der idealen Schneide. Diese ist ideal ausgebildet, schartenfrei und scharf, um die auftretenden Zerspankräfte möglichst klein und gleichbleibend zu halten. Die für die Fertigung von Bauteilen mit höchsten Maß- und Formgenauigkeit eingesetzten Schneidstoffe müssen die Qualität von Mono-Kristall-Schneidstoffen aufweisen.

Die Hochgeschwindigkeitsbearbeitung führt im glatten Schnitt zu hohem thermisch bedingten Verschleiß. Für Stahlwerkstoffe dürfte daher die Bearbeitung im glatten Schnittausscheiden. Die in Frage kommende Bearbeitung von Aluminiumwerkstoffen ist we-

gen des niedrigen Schmelzpunktes dieses Werkstoffes möglich; jedoch sind auch hier Grenzen durch das Auftreten der Schein-
spanbildung gegeben. Beim Unterbrochenen Schnitt muß der
Schneidstoff neben der hohen Temperaturbeständigkeit höchste
mechanische und thermische Wechselbeständigkeit bei gleichzei-
tig guter Zähigkeit aufweisen.

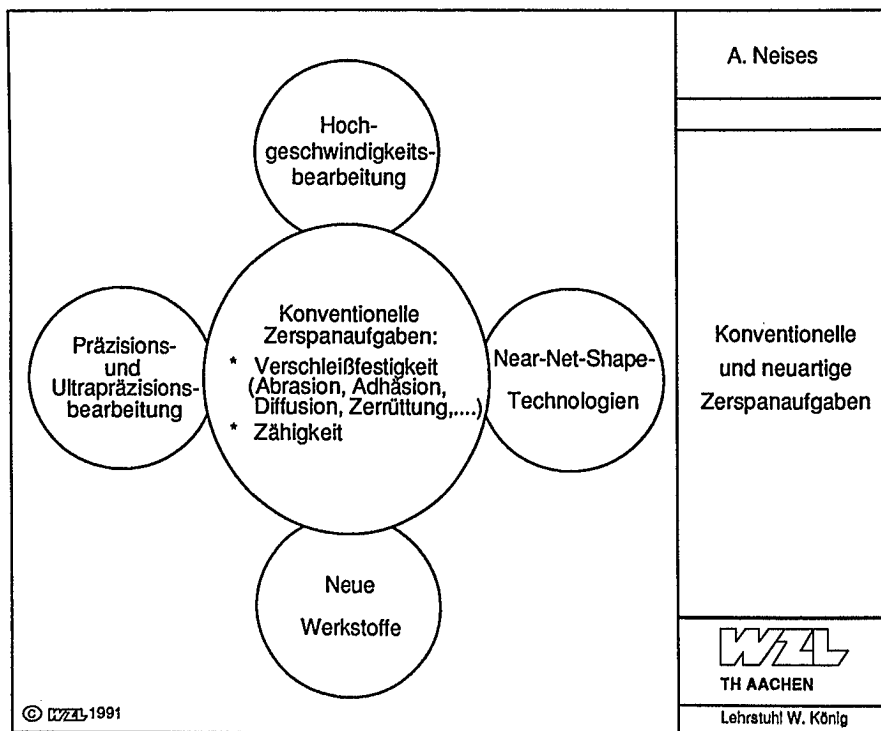


Bild 22

Die Near-Net-Shape-Technologien beinhalten Ein-Schnitt-Fertig-
bearbeitungsoperationen z. T. mit Schleifqualität. Derartige
Zerspanvorgänge sind heute nicht mehr nur auf weiche Werkstoffe
beschränkt. Auch vergütete, randschichtgehärtete und durchge-

härtete Werkstoffe kommen hierfür in Frage. Dabei sind die Zerspanquerschnitte immer klein und die Schnittgeschwindigkeit, bezogen auf den Werkstoffzustand, immer hoch. Daraus resultieren höchste Belastungen, nahe an der Schneidkante, die den Einsatz von Schneidstoffen mit hoher Kantenfestigkeit und Zähigkeit, wie z. B. Feinstkorn-Schneidstoffe, erforderlich macht. Darüber hinaus müssen derartige Schneidstoffe wegen der Schnittgeschwindigkeiten eine hohe Oxidations- und Diffusionsbeständigkeit aufweisen.

Neue Werkstoffe bedingen eine Fülle von neuen Bearbeitungsaufgaben. Hierfür müssen vorhandene Schneidstoffe angepaßt eingesetzt oder neue Werkzeugmaterialien entwickelt werden. Das Drehen, Bohren und Fräsen von Keramiken muß mit hochharten und kantenfesten Werkstoffen erfolgen, wobei der Werkstoff durch partielles Erwärmen in einen bearbeitungsfreundlicheren Zustand überführt werden kann.

Die spanende Bearbeitung von Kunststoffen mit abrasiven Fasern oder Füllstoffen und thermisch empfindlicher Matrix verlangt nach ideal scharfen, nicht verschleißenden Schneiden. Nur dadurch kann eine Zersetzung der Matrix vermieden und eine gute Oberflächenqualität garantiert werden.

Metalle werden in Zukunft vermehrt mit Hilfe von Faserverstärkung, Oxiddispersionshärtung oder Vergütung belastungsfähiger gemacht und eingesetzt werden. Dadurch nehmen die Schwierigkeiten bei der spanenden Bearbeitung zu. Der Auswahl entsprechend geeigneter aus der Gruppe der existierenden Schneidstoffe muß hier unter Berücksichtigung der Wärmeleitfähigkeit, der Beschichtung, der Schneidstoff-Art und der Haupt-Verschleißursachen ausgewählt und nach Anpassung der Geometrie und der Schnittbedingungen eingesetzt werden.

5. Literatur

- /1/ Soller, E. Integration - eine Herausforderung für das Topmanagement; Seminar "CIM-Integration in der Produktion", ITEM, St. Gallen, Zürich, 17.11.1989
- /2/ Eversheim et.al. Strategien auf dem Weg zur Fabrik von morgen; in: Wettbewerbsfaktor Produktionstechnik, Herausgeber: AWK Aachener Werkzeugmaschinen-Kolloquium, VDI Verlag, Düsseldorf 1990
- /3/ Siebenlist, J. Geeigneter Deponieraum wird knapp - Im Automobilbau keimt Recyclingdenken; VDI-Nachrichten Nr. 3, Jahrgang 44, 19.01.1990
- /4/ Friedl, C. Sanierung verseuchter Flächen kommt nur schleppend voran - Altlasten sind für Kommunen eine teure Bürde, VDI-Nachrichten Nr. 2, Jahrgang 44, 12.01.1990
- /5/ Warnecke, H.-J. Fabrikautomatisierung zwischen technischen Zielvorstellungen und wirtschaftlich-sozialer Realität; Vortrag zum Produktionstechnischen Kolloquium (PTK), Berlin, November 1986

- /6/ Niefer, W. Produktivität und Qualität -
Impulse aus zukünftiger Daten-
technik; Vortrag zum Pro-
duktionstechnischen Kolloquium
(PTK), Berlin, November 1986
- /7/ Koch, H. C. Integrierte Informations-
technik Chance für den Unter-
nehmenserfolg; Vortrag zum
Produktionstechnischen Kollo-
quium (PTK), Berlin, November
1986
- /8/ Käser, A. Informatik in der flexiblen
Fertigung; Technische Rund-
schau 51/86, S. 12-21
- /9/ König, W. Steigerung der Prozeßsicher-
et. al. heit und -flexibilität; in:
Produktionstechnik, Hrsg.: AWK
Aachener Werkzeugmaschinen-
Kolloquium, VDI-Verlag, Düs-
seldorf 1987
- /10/ König, W. Bearbeitungspotentiale durch
et. al. Werkstoffgerechte Prozeßge-
staltung; in: Wettbewerbsfak-
tor Produktionstechnik, Hrsg.:
AWK Aachener
Werkzeugmaschinen-Kolloquium,
VDI-Verlag, Düsseldorf 1990
- /11/ König, W. Fräsen langfaserverstärkter
Rummenhüller, S. Thermoplaste; WGP-Kurzbericht

- /12/ König, W.
Wagemann, A.
Mayrose, H.-G. Laserunterstütztes Drehen von
heißgepreßtem Siliziumnitrid;
Industrie-Anzeiger 111 1989,
S. 34-36
- /13/ Hedrich, H. D. Hochtemperatur-Konstruktions-
werkstoffe für Einsatztempera-
turen über 1000°C in der
Kraftfahrzeuggasturbine und in
Abgasturbosystemen; VDI-Be-
richte Nr. 600,4, 1987
- /14/ Tutmann, T. L. Mit Zuversicht in die 90er
Jahre; Industrie-Anzeiger
22/1989, S. 12-14
- /15/ Röger, E. In engen Grenzen; Maschinen-
Ufer, D. markt, Würzburg
- /16/ Geiger, R. Bedeutung moderner Präzisions-
umformtechnik für die Kaltmas-
sivumformung von Stahl; Draht
38 (1987) 11, S. 864-871
- /17/ Koll, W. Kaltfließpressen von Bauteilen
mit Verzahnungen; Disser-
tationsschrift, WZL, TH
Aachen, 1990
- /18/ König, W. Kühlschmierstoffarme oder -
freie Zahnradfertigung; in:
32. Arbeitstagung "Zahnrad-
und Getriebeuntersuchungen,
28./29.05.1991, Tagungsband,
Aachen 1991

- /19/ Hara, A.
Nomura, T. Übersicht über die Entwicklung
und den Stand der Technik der
Cermets in Japan; VDI-Berichte
Nr. 762, 1989, S. 13-22
- /20/ Ettmayer, P.
Kolaska, H. Cermets (Wolframcarbidfreie
Hartmetalle); Sonderdruck aus:
Pulvermetallurgie in Wissen-
schaft und Praxis, Bd. 4, 1988
- /21/ N.N. Kennametal MM 8500, Firmen-
schrift NT 85-10 (25) E5
- /22/ N.N. Mitsubishi Cermet Handbook
- /23/ N.N. Wendeschneidplatten; Sumitomo
Electric, Firmenschrift WSPD-2
(1.88)
- /24/ N.N. Schneidstoff Cermet HT1, Her-
tel; Firmenschrift 1041 D Cer-
met
- /25/ N.N. NTK Cutting Tools, NGK Spark
Plug Co., Ltd.; Firmenschrift
O C - 2076 - 8810
- /26/ N.N. Iscar Drehen, Iscar; Firmen-
schrift 0125/88-07/88-4/2-
5.000
- /27/ N.N. Wendeschneidplatten zum Dre-
hen, Sandvik Coromant; Firmen-
schrift, C-1000:226-GER

- /28/ N.N. Richtwerte für das Drehen,
Krupp Widia; Firmenschrift
0000 0503 10 W 589
- /29/ N.N. Applikationsberichte; Metall-
werk Plansee, Januar 1990
- /30/ Kolaska, H. Der Qualität der Schneidstoffe
kommt in Zukunft eine ent-
scheidende Rolle zu; Handels-
blatt, 19.10.1988/Nr. 202
- /31/ Reiter, N. Schneidstoffe heute und mor-
Kolaska, H. gen, Sonderdruck aus: Pulver-
metallurgie in Wissenschaft
und Praxis, Bd. 4, 1988
- /32/ Reiter, N. Unbeschichtete und beschich-
tete Hartmetalle ; Ergänzung
zu VDI Berichte Nr. 762, 1989,
S. 1-18
- /33/ Bryant, W. A. Ein neues CVD-mehrfachbe-
Santhanam, A. T. schichtetes Werkzeug für die
Grab, G. P. Bearbeitung von Stahl- und
Gußwerkstoffen, VDI Berichte
Nr. 762, 1989, S. 233-245
- /34/ Icks, G. Naßfräsen mit beschichtetem
Hartmetall, VDI Berichte Nr.
762, 1989, S. 221-232

- /35/ Skogsmo, J.
Liu, P.
Norden, H.
Chatfield, Ch. Microstructural Observations
on Alumina Coating Produced by
Chemical Vapour Deposition,
12th. Int. Plansee Seminar,
Proc. Vol. 3, S. 129-142
- /36/ Knotek, O.
Atzor, M.
Jungblut, F.
Pregel, H.-G. Über Verschleißigenschaften
reaktiv ARC-verdampfter und
gesputterter (Ti,Al)N-sowie
(Ti,Al,V)N-Schichten auf Sin-
terhartmetall; 12th. Int.
Plansee Seminar, Proc. Vol. 3,
S. 49-62
- /37/ Gühring, J.
Ebberink, J.
Leyendecker, T. Reproduzierbare Schichtquali-
tät; Industrie-Anzeiger 65/66
(1989), S. 68,69
- /38/ Leyendecker, T. Persönliche Mitteilung, Ceme
Coat; Aachen, Februar 1990
- /39/ Schulz, H.
Bergmann, E. Beschichtung von Hartmetall-
werkzeugen mit PVD-Verfahren;
ZwF 83 (1988) 7, S. 360-363
- /40/ Ratz, U. Schweizer Präzision; Ind.-Anz.
65/66/1989, S. 66,67
- /41/ Jehn, H.
Hofmann, S.
Münz, W.-D. (Ti,Al)N-Schichten .- Ein Bei-
spiel für "ternäre" Nitrid-
hartstoffschichten; Metall 42
(1988) 7, S. 658-669

- /42/ Münz, W.-D.
Ertl, M. Neue Hartstoffschichten für
Zerspanwerkzeuge, Ind.-Anz.
13/1987, S. 14-16
- /43/ Klein, M. Schneidstoffe mit Pfiff; Ma-
schinenmarkt, Würzburg 95
(1989) 44, S. 116-123
- /44/ Vogel, J.
Schulz, H. Beschichtete Werkzeuge aus
Schnellarbeitsstahl; VDI Be-
richte Nr. 762, 1989, S. 1-11
- /45/ N.N. Hartstoffschicht Balinit B für
spezielle Anwendungen, Appli-
kationsbericht Fa. Balzers, BD
800 012 AD (8907)
- /46/ Freller, H.
Haessler, H. Evaluation of Existing Ion
Plating Processes for the De-
position of Multicomponent
Hard Coatings; Surface and
Coatings Technology, 36
(1988), S. 219-232
- /47/ Kammermeier, D. Unveröffentlichte Untersuchun-
gen; WZL, TH Aachen, 1990
- /48/ König, W.
et. al. Leistungssteigerung von Werk-
zeugen; in: Wettbewerbsfaktor
Produktionstechnik, Hrsg.: AWK
Aachener Werkzeugmaschinen-
Kolloquium, VDI-Verlag, Düs-
seldorf, 1990

- /49/ König, W.
Lung, D.
Klinger, M.
Angepaßte Schneidstoffe für die Hartbearbeitung; in: VDI Berichte 762, Schneidstoffe und Werkzeuge, Hrsg.: VDI, VDI-Verlag, Düsseldorf 1989
- /50/ Ackerschott, G.
Lösungsansätze für die Bearbeitung hochharter Stähle; Schneidstofftagung des Gemeinschaftsausschusses für Pulvermetallurgie, Verlag Schmid GmbH, 1988
- /51/ König, W.
et. al.
Neue Werkstoffe und hohe Präzision - eine Herausforderung für die Fertigungstechnik; in: Produktionstechnik, Hrsg.: AWK Aachener Werkzeugmaschinen-Kolloquium, VDI-Verlag, Düsseldorf 1987
- /52/ Razim, C.
et. al.
Fertigung in umwelttechnischer Verantwortung; in: Wettbewerbsfaktor Produktionstechnik, Hrsg.: AWK Aachener Werkzeugmaschinen-Kolloquium, VDI-Verlag, Düsseldorf 1990

B_4C - TiB_2 - W_2B_5 - und TiB_2 - ZrO_2 -Kompositkeramiken
Beispiele für die Entwicklung und Erprobung von boridischen Hartstoffen

Rainer Telle¹, Günter Petzow¹, Helmut Vollmer² und Ernst-Dieter Franz³

¹Max-Planck-Institut für Metallforschung, Institut für Werkstoffwissenschaft,
 Pulvermetallurgisches Laboratorium, Heisenbergstrasse 5, 7000 Stuttgart 80

²Hilti AG Befestigungstechnik, Technisches Zentrum, FL-9494 Schaan,
 Fürstentum Liechtenstein

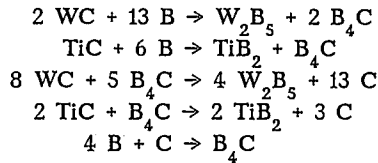
³Institut für Mineralogie und Kristallchemie, Universität Stuttgart
 Pfaffenwaldring 55, 7000 Stuttgart 80

Borcarbid-Keramiken

Die Entwicklung von keramischen Komposithartstoffen mit verstärkenden AlB_2 -Typ-Einlagerungen in B_4C -Matrix wird im Rahmen eines Verbundprojektes in COST 503 durchgeführt. Ziel der Untersuchungen ist der Versuch, die Lücke an Werkstoffen, die hinsichtlich der Härte zwischen Siliciumcarbid und Diamant besteht, durch Borcarbidkeramiken zu schließen und dabei das hohe Potential dieser Werkstoffe für den Einsatz als verschleißfeste Materialien auszuloten. Als besonders herausforderndes technisches Ziel wird dabei die Bearbeitung von Beton, Gestein oder anderen Baustoffen angestrebt, da hier bei einem Verständnis der wirksamen Abbaumechanismen Möglichkeiten für verfahrenstechnische Neuentwicklungen gegeben sind.

Da Borcarbid aufgrund seines hohen Anteils an kovalenter Bindung zwar hart aber spröde und zudem schwierig zu sintern ist, wurde die Werkstoffoptimierung nach vorhergehenden konstitutionellen Untersuchungen [1,2] über ein Reaktionsintern mit verschwindender flüssiger Phase angegangen. Als Flüssigphase wird eine Bor-Silicium-Schmelze verwendet, die zwischen $1350^{\circ}C$ und $1560^{\circ}C$ metastabil, oberhalb $1560^{\circ}C$ im Gleichgewicht neben einem $B_{12}(B,C,Si)_3$ -Mischkristall vorliegt [3]. Um den Bruchwiderstand von B_4C über die Mechanismen der Mikrorißbildung, Rißablenkung und Rißverzweigung zu steigern, wurden als zu dispergierende Phasen Übergangsmetallboride, in der Hauptsache TiB_2 und W_2B_5 , gewählt. Da B_4C - TiB_2 -Pulvermischungen schwierig zu verdichten sind, ohne bei den dazu benötigten hohen Temperaturen ein starkes Kornwachstum zu induzieren, wurde der Weg des Reaktionssinterns beschritten [4,5]. Als Ausgangsmaterial wird technisches B_4C , Si und amorphes B verwendet, das über einen Intensivmahlprozess mit WC und TiC aus Hartmetallmahlkugeltrieb mechanisch legiert wird.

Nach dem kaltisostatischen Pressen laufen im Temperaturbereich zwischen 1000 und 1200°C folgende Reaktionen ab:



Da alle beteiligten Phasen während der Reaktion einer Umwandlung unterworfen sind, ist mit diesem Prozess eine starke Kornfeinung verbunden. Aus Pulvermischungen, die nach dem Mahlen in der Regel 0.5-2.0 µm Korngröße aufweisen, entstehen Feinstkornpulver mit 200-500 nm Korngröße. Bei Temperaturen zwischen 1800 und 1900°C erfolgt die eigentliche Verdichtung durch axiales Heißpressen (Vakuum, 40-60 MPa Stempeldruck) zu maximal 97-98 % theoretischer Dichte. Während des Vorhabens wurde von der Firma Asea Cerama, Robertsfors, Schweden, die Kapseltechnik für das Heißisostatpressen dieser Keramik entwickelt und mit Erfolg angewandt. Eine Optimierung der Prozessparameter führte zu einer Verringerung der erforderlichen Temperaturen auf 1650-1700°C (200 MPa) bei einer Enddichte von > 99.7 %. Die erzielten mechanischen Eigenschaften sind in den Bildern 1 und 2 dargestellt. Ein typisches Gefüge ist Bild 3 dargestellt; im Massenkontrast des REM erscheinen die B₄C-Matrix schwarz, die Übergangsmetallboride hell. Die durchschnittliche Korngröße bei heißgepreßtem und gehipptem Material beträgt beim B₄C bei 0.8-1.2 µm, bei den Boriden zwischen 1.2 und 1.5 µm [4].

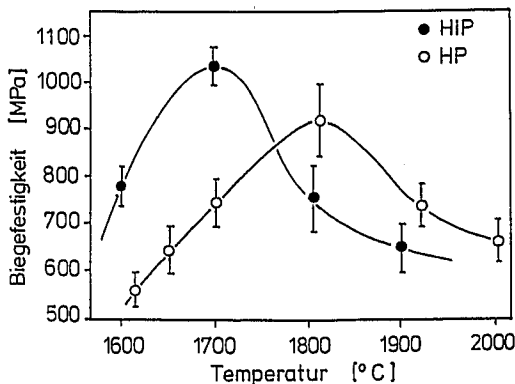


Bild 1: Vierpunktbiegebruchfestigkeit von B₄C-TiB₂-W₂B₅-Keramik in Abhängigkeit von der Sintertemperatur

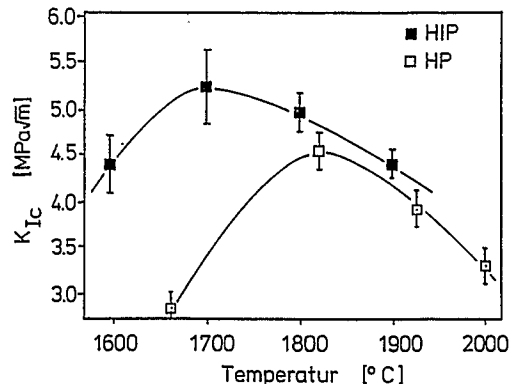


Bild 2: Bruchwiderstand von B₄C-TiB₂-W₂B₅-Keramik in Abhängigkeit von der Sintertemperatur

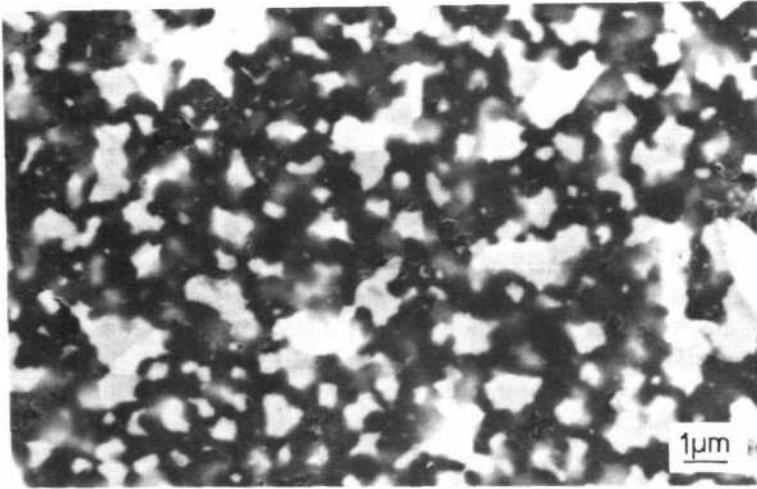


Bild 3: Gefüge einer heißgepreßten $B_4C-TiB_2-W_2B_5$ -Keramik

Aus kristallchemischen, konstitutionellen und bruchmechanischen Überlegungen konnte ein Gefügedesign abgeleitet werden, das zu einer weiteren beträchtlichen Verbesserung der mechanischen Eigenschaften führt. Durch in-situ-Wachstum von Übergangsmetallborid-Platten konnten bei heißgepreßtem Material in Abhängigkeit vom Verhältnis von Plattendurchmesser zu Dicke K_{IC} -Werte von 6-7 $MPam^{1/2}$ erreicht werden bei einer Biegefestigkeit von 800 ± 50 MPa. Andere aussichtsreiche Konzepte zur weiteren Steigerung der Bruchzähigkeit sind derzeit in Erprobung.

Die Übertragung der Werkstoffherstellung in den industriellen Maßstab sind ebenfalls Ziel der Untersuchungen im Rahmen des Verbundprojektes. Der Übergang vom 100 g-Maßstab zur Pilotfertigung im 10 kg-Maßstab brachte wie erwartet zunächst Probleme mitsich, die im wesentlichen auf den unterschiedlichen Erfordernissen in der Pulveraufbereitung beruhten. So war die Vermeidung von Verunreinigungen (insbesondere Sauerstoff) während des Mahlprozesses sowie die gezielte Einstellung von Korn- und Granulatgrößenverteilung verlangt. Bedingt durch die andersartigen, für den großtechnischen Einsatz konzipierten Mahlwerke konnte auf die Einbringung von WC und TiC über den Mahlkugelabrieb verzichtet und somit eine größere Reproduzierbarkeit der Chargen erreicht werden. Schwierigkeiten traten ferner bei der Verdichtung (Heißpressen, HIPen) auf, wo der Übergang von Laborpressen auf Produktionspressen eine völlig neue Optimierung der Sinterparameter erforderlich machte. Kritische Punkte beim

Heißisostatpressen sind insbesondere Reaktionen in der Aufheizphase, die mit einer Probenschwellung sowie mit der Bildung leichtflüchtiger Komponenten verbunden sind (Bild 4). Beim Abkühlen des Materials muß gegebenenfalls über das Einfügen von Auslagerungszeiten oder mit Hilfe unterschiedlicher Abkühlraten Einfluß auf den Aufbau innerer Spannungen genommen werden, ein Optimierungsschritt, der sowohl vom Ofen als auch von der Probengeometrie abhängt. Aus diesen Gründen konnten bislang die im Labor erzeugten Werkstoffe mit den genannten hohen Festigkeiten noch nicht zufriedenstellend reproduziert werden.

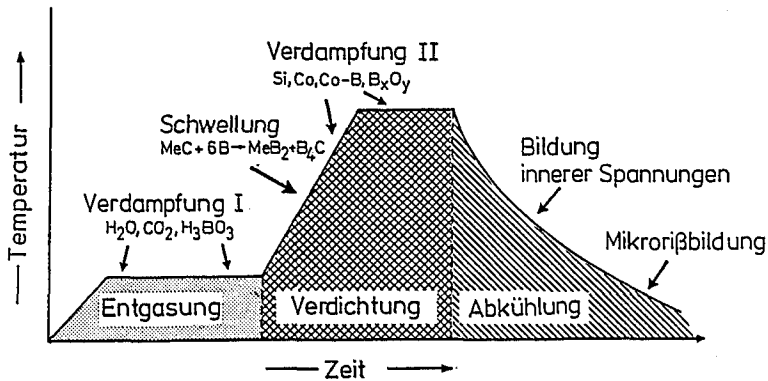


Bild 4: Schematischer Aufbau eines HIP-Zyklus

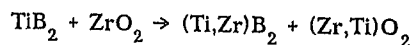
Daß die Entwicklung neuer Werkstoffe gleichzeitig mit der Konstruktion neuer Werkzeuge und Maschinen einhergehen muß, kann am Beispiel einer speziell entwickelten Universalbearbeitungsmaschine für Beton und Gestein demonstriert werden. Hier bedarf es einer ideellen und experimentellen Loslösung von herkömmlichen Abbau- und Bearbeitungstechniken, falls neuentwickelte Werkstoffe nicht als einfacher *Ersatz* vorhandener Materialien dienen sollen. So wurde der beschriebene Borcarbid-Hartstoff zunächst in Analogie zu Diamantwerkzeugen in Form von Körnungen in eine Cobalt-Matrix eingelagert und in Hohlbohrkronen erprobt. Diese Verfahrensweise führte aus zwei Gründen zum raschen tribochemisch-abrasiven Verschleiß bei minimalem Bohrerfolg in Beton. Einerseits reagierte B_4C mit Co zu Co_xB_y und C , was eine außerordentliche chemische Schwächung des Materials sowie eine schlechte Einbindung in die Matrix erbrachte. Andererseits wurde mit Parametern experimentiert, die dem Erkenntnisfeld der Diamantwerkzeugprüfung entstammten. In Laborversuchen konnte jedoch mit einer Hohlbohrkrone, die mit $3 \times 3 \times 5 \text{ mm}^3$ großen Formteilen bestückt war, armerter Beton (8 mm Baustahlgitter) 60 mm tief gebohrt werden, bis das Werkzeugversagen durch Bruch hinter der Schneidkante erfolgte. Eine Betonbearbeitung mit Keramik erscheint daher grundsätzlich möglich. Weitere Erfordernisse hinsichtlich der Werkzeugentwicklung sind selbstverständlich die Optimierung der Geometrie, der

Einspannung und der Abstützung, sowie die Ermittlung der optimalen Systemparameter wie Anpressdruck, Drehzahl und Antriebsleistung. Weitere Versuche, die auch mit Werkzeugen aus Diamantkörnungen, PKD-Schneidplatten, Cermets und Hartmetall an Beton durchgeführt wurden, zeigten jedoch, daß das Verständnis der realen Abbaumechanismen für die Werkstoff- und Werkzeugverbesserung wichtig ist. Eingehende Überlegungen führten zur Konzipierung einer neuen Maschine, in der Beton mit PKD-Formkörpern spanend bearbeitet werden kann. Kraftmessungen ermöglichen nun zusammen mit der Auswertung von Hochgeschwindigkeitsfilmen und einer parallel dazu laufenden physikalischen Modellbildung eine quantitative Analyse des gesamten Abbauprozesses. Dank einer in allen Raumrichtungen nachgiebigen Einspannung können die auftretenden Kräfte während des Bearbeitungsvorgangs detailliert gemessen werden. Auf der Grundlage dieser Untersuchungen ergibt sich die Chance, neuartige Hartstoffe zur Konzipierung neuer Werkzeuge und innovativer Abbausysteme einzusetzen.

Umwandlungsverstärkung von TiB_2

Erste Arbeiten über die Möglichkeit, Titanborid mit Zirkonoxid zu verstärken, stammen von Watanabe und Shoubu [6,7]. Sie zeigen, daß beide Phasen zumindest bei Sinter Temperatur nur geringfügigen Reaktionen unterworfen sind und daß die erreichbaren mechanischen Eigenschaften vielversprechend sind. Vorteile eines solchen Verbundwerkstoffes wäre eine wesentliche Steigerung der Härte sowie eine Erhöhung der Wärmeleitfähigkeit gegenüber ZrO_2 bei gleichzeitig hoher Festigkeit und Bruchzähigkeit. In Zusammenarbeit mit dem Institut für Mineralogie und Kristallchemie der Universität Stuttgart wurde das Sinterverhalten, die mit den benötigten hohen Temperaturen verbundenen Phasengrenzreaktionen und ihre Auswirkung auf das Umwandlungsverhalten von ZrO_2 untersucht [8].

Die Pulverherstellung erfolgt durch Attritieren von TiB_2 -Pulver mit 3Y-TZP-Kugeln a) durch mechanisches Legieren unter Ausnutzung des Mahlkugelabriebs, b) durch Einwaage von 3Y-TZP-Pulver, c) durch Einwaage von unstabiliertem m- ZrO_2 und d) durch Mischen von TiO_2 - mit ZrB_2 -Pulver und nachfolgendes Reaktionssintern. Zur Bestimmung des optimalen Anteils an ZrO_2 wurden Mischungen bis 50 vol.-% hergestellt. Die Verdichtung erfolgte drucklos unter Inertgasatmosphäre oder durch axiales Heißpressen unter Vakuum oder Argon. Beide Methoden führen bereits bei Temperaturen von $1700^\circ C$ zu Probekörpern von 97% (drucklos) bzw. 99% (heißgepreßt) Dichte. Bei diesen und höheren Temperaturen ist beim ZrO_2 ein starkes Kornwachstum und eine deutliche Neigung zur Koaleszenz zu beobachten (Bild 5). Oberhalb $1600^\circ C$ findet folgende Phasengrenzreaktion statt:



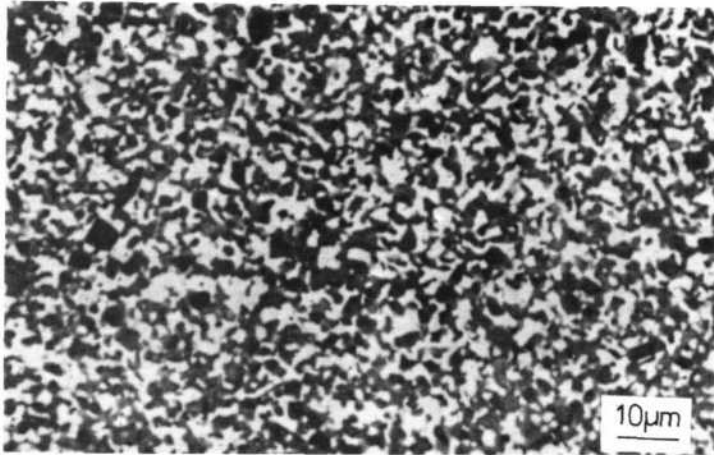


Bild 5: Gefüge einer $\text{TiB}_2\text{-ZrO}_2$ -Dispersionskeramik (hell: ZrO_2 , dunkel: TiB_2)

Bei Temperaturen oberhalb 2100°C erfolgt die spontane Zersetzung der Phasen zu Titansuboxiden, Titanboraten und Boroxid aufgrund innerer Oxidation, was wegen des hohen Dampfdrucks des Boroxides mit einem Aufblähen der Probe verbunden ist. Die Titandiffusion in das ZrO_2 -Gitter zwischen 1600°C und 2100°C bewirkt lokal eine chemische Stabilisierung der tetragonalen Hochtemperaturmodifikation des ZrO_2 . An Stellen hoher Ti-Anreicherung wird sogar das nichtumwandlungsfähige ZrTiO_4 als Korngrenzenphase beobachtet.

ZrB_2 kann mit TiO_2 gemäß der Bruttoreaktion



umgesetzt werden. Diese Reaktion ist mit der Bildung von Ti_2O_3 als Zwischenstufe verknüpft. Der Reaktionsprozess geht mit einer starken Kornfeinung einher, die jedoch durch das nachfolgende Kornwachstum bei den zur Verdichtung benötigten hohen Temperaturen teilweise kompensiert wird. Mit dieser Herstellungstechnik können sehr homogene Gefüge erzielt werden.

Untersuchungen des Umwandlungsverhaltens des ZrO_2 zeigen, daß in Abhängigkeit von der Pulveraufbereitung fünf Gefügestände unterscheidbar sind, die sowohl zu einer chemischen als auch zu einer mechanischen Stabilisierung bzw. Destabilisierung der tetragonalen HT-Phase führen können (Bild 6). Für die t-Stabilisierung ist vor allem eine geringe Korngröße, eine TiB_2 -Umgebung oder eine randliche $(\text{Zr,Ti})\text{O}_2$ -Mischkristallbildung verantwortlich, die die heterogene Keimbildung der m-Phase von der Teilchenoberfläche aus behindert. Zu große ZrO_2 -Partikel

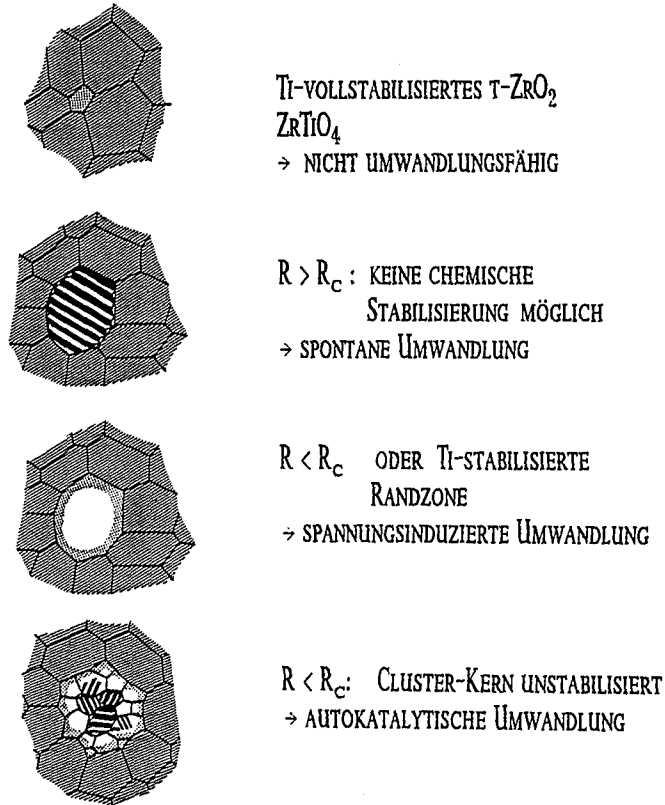


Bild 6: Einfluß von Gefügeständen auf das Umwandlungsverhalten von tetragonalem ZrO_2 in TiB_2 -Matrix

(Teilchenradius $R >$ krit. Radius R_c) führen zur spontanen Umwandlung, ZrO_2 -Cluster neigen zur autokatalytischen Umwandlung. Zwischen diesen Extrembedingungen befinden sich die Voraussetzungen für die spannungsinduzierte Umwandlung, die nach den vorliegenden Beobachtungen zumindest bei Y-freien ZrO_2 -Pulvern bisher nur wenig zur Verstärkung beiträgt. Stattdessen werden hauptsächlich Mikrorißmechanismen und Rißablenkung wirksam. Die erzielten K_{IC} -Werte variieren je nach Aufbereitungstechnik und Volumenanteil an ZrO_2 zwischen 6 und 9 $MPa^{1/2}$, als maximale Biegefestigkeit wurde im Vierpunktversuch $810^{+/-}30$ MPa bei 35 vol.-% ZrO_2 ermittelt (Bilder 7 und 8). Die weiteren Untersuchungen konzentrieren sich auf die Separation der Verstärkungsmechanismen und die Ausnutzung der Umwandlungsverstärkung durch eine weitere Gefügeoptimierung.

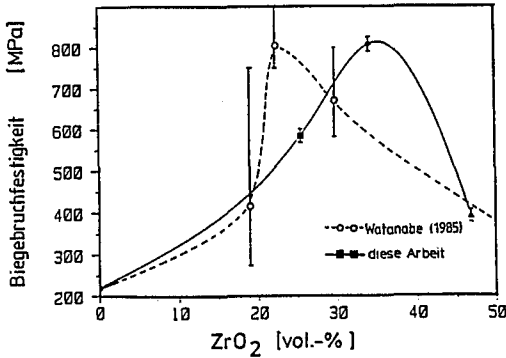


Bild 7: Vierpunktbiegebruchfestigkeit von $\text{TiB}_2\text{-ZrO}_2$ -Kompositkeramiken

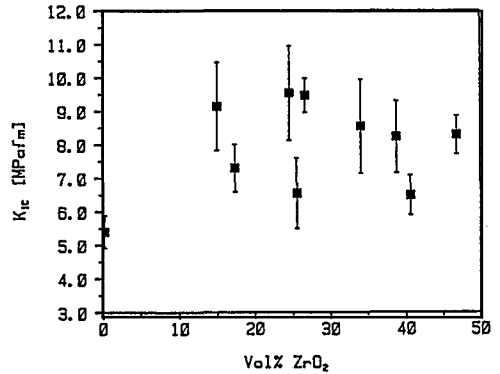


Bild 8: Bruchwiderstand von $\text{TiB}_2\text{-ZrO}_2$ -Kompositkeramiken

Ausblick

Die Möglichkeit des Einsatzes von boridischen Hartstoffen für mechanische (tribologische) Anwendungen wird als aussichtsreich bewertet. Die bislang erzielten Eigenschaften zeigen klar, daß das Potential bei weitem noch nicht ausgeschöpft ist. Probleme liegen in der geringen Oxidationsbeständigkeit und der relativ hohen Reaktionsfreudigkeit mit Metallen begründet (tribochemischer Verschleiß). Übergangsmetallboride als Verstärker für Nitrid- und Carbidkeramiken oder Metallegierungen werden sich unabhängig davon weiter durchsetzen. Ein neues Potential an Werkstoffen könnte durch Ungleichgewichtskomposites bei Beherrschung der kinetischen Parameter (Borid-Oxid-, Borid-Nitrid-Keramiken), durch Korngrenzendesign (Borid-Carbid-Keramiken) und durch Ultrakornfeinung (Kristallisation von amorphen pyrolytisch erzeugten Keramiken) eröffnet werden. Als mögliche Anwendungsgebiete im Werkzeugbereich sind Verschleißteile (Spezialitäten) oder die spanende (bohrende) Bearbeitung von Sonderwerkstoffen zu nennen. Weitere Möglichkeiten liegen auf dem Gebiet der Funktionswerkstoffe (Elektrodenmaterial für Al-Elektrolyse, HT-Halbleiter, thermische Schilde etc.), wo die gute Thermoschockbeständigkeit, Wärmeleitfähigkeit und elektr. Leitfähigkeit im Vordergrund stehen.

Danksagung

Die Arbeiten über verstärkte Borcarbidkeramiken werden im Rahmen der konzentrierten Aktion COST 503 der Europäischen Gemeinschaft vom BMFT unter dem Kennzeichen 3 HI 230787 gefördert. Der Dank der Autoren gilt dabei auch den vielen deutschen und internationalen Verbundpartnern. Die Aktivitäten zur Umwandlungsverstärkung von Titanborid werden im Rahmen des Keramikverbundes Karlsruhe-Stuttgart (KKS) vom Ministerium für Wissenschaft und Kunst des Landes Baden-Württemberg unterstützt.

Literaturangaben

- [1] Telle, R. and Petzow, G.,
 Reaction Sintering of Boron Carbide (B_4C) with Silicon and Titanium.
 Horizons of Powder Metallurgy, Proc. 1986 Int.Symp.Powder Met.,
 Düsseldorf 1986,
 W.A.Kaysser and W.J.Huppman (Eds.), II (1986) 1155-1158
- [2] Telle, R., and Petzow, G.
 Mechanisms in the Liquid Phase Sintering of Boron Carbide with Silicon
 Based Melts.
 High Tech Ceramics C, P.Vincenzini (Ed.), Amsterdam 1987, 961-973
- [3] Telle, R.
 Structure and Properties of Si-Doped Boron Carbide
 The Physics and Chemistry of Carbides, Nitrides, and Borides
 Robert Freer (Ed), Proc. NATO Adv.Res.Workshop, Manchester 18-22 Sept
 1989, NATO ASI Series E, Applied Science, Vol.185, Kluwer (1990) 249-268
- [4] Hofmann, H., and Petzow, G.,
 Structure and Properties of Reaction Hot-Pressed B_4C - TiB_2 - W_2B_5 Materials,
 J.Less-Common Metals 117 (1986) 121-127
- [5] Telle, R. and Petzow, G.
 Strengthening and Toughening of Boride and Carbide Hard Material Composites
 J.Mat.Sci.and Engineering, A105/106 (1988) 97-104
- [6] Watanabe, T. and Shoubu, K.
 Mechanical Properties of Hot-Pressed TiB_2 - ZrO_2 Composites
 J.Am.Ceram.Soc. 68(2) (1985) C34-C36
- [7] Shoubu, K., Watanabe, T., Drennan, J. et al.
 Toughening Mechanisms and Microstructure of TiB_2 - ZrO_2 Composites
 Proc. 4th Int.Conf.Sci.Techn.Zirconia Advanced Ceramics, "Zirconia 86",
 Tokyo 1986
- [8] Telle, R., Meyer, S., Petzow, G. and Franz, E.-D.
 Sintering Behaviour and Phase Reactions of TiB_2 with ZrO_2 Additives
 Mat.Sci.Eng. A 105/106 (1988) 125-129

"Herstellung von Hartstoffverbundpulvern mittels Mikropelletisierung und Teilchenumhüllung sowie anschließender Plasmaverdichtung"

E. Lugscheider, M. Loch, I. Rass

Einleitung

Verbundpulver bilden die Vorstufe zu Verbund-Werkstoffen, wodurch sich von selbst die wichtige Rolle, die sie bei der Herstellung von Hochleistungsbauteilen einnehmen, erklärt. Es ist dabei nahezu unerheblich, ob die Verbundpulver in der pulvermetallurgischen Bauteilherstellung oder für die Spritz- und Schweißtechnologie bzw. in einem anderen pulverweiterverarbeitenden Verfahren eingesetzt werden. Immer ist es der Ausgangswerkstoff "Verbundpulver", durch den die Eigenschaften des späteren Endproduktes eingestellt werden.

Ein Verbundpulver besteht aus heterogenen Einzelpartikeln, wobei durch gleichmäßige Verteilung der unterschiedlichen Phasen ein möglichst homogener Ausgangswerkstoff für die weiterverarbeitenden Verfahren angestrebt wird.

Anhand der Art und Weise, wie die Pulver aufgebaut sind, kann man unterscheiden, ob ein Verbundpulver die Eigenschaften der Ausgangspulver nebeneinander, d.h. ohne Reaktion der Einzelbestandteile vereinigt, oder ob durch eine Reaktion der Ausgangspulver während der Pulverherstellung ein neuer Werkstoff entstanden ist. So ergibt sich bei der Verbundpulverherstellung mit Hilfe des Sprühtrocknens ein kugeliges Pulver, bei dem die Ausgangsstoffe - durch einen organischen Binder adhäsiv verbunden - nicht miteinander reagiert haben. Bei der Plasmaveredelung hingegen kommt es zu einem Auf- oder Anschmelzen der einzelnen Phasen, so daß in dem resultierenden Verbundpulver die Eigenschaften der Ausgangspulver verändert vorliegen können und dem Verbundpulver ein eigenes Eigenschaftsprofil vermitteln. Verbundpulver bieten z.B. den interessanten Aspekt, daß "intelligente Komponenten" homogen verteilt werden können, die eine Online-Werkzeug-Überwachung ermöglichen würden.

Teilchenumhüllung

Eine eigene Stellung innerhalb der Verbundpulver nehmen die umhüllten Pulver ein - das sind Pulver, bei denen eine der beteiligten Komponenten (z.B. Oxidkeramik) von mindestens einer anderen (z.B. Metall-) Komponente vollständig umschlossen ist.

Umhüllte Pulver bieten mehrere Vorteile:

1. Entmischungen der beteiligten Komponenten während der Verarbeitung entfallen.
2. Die beteiligten Komponenten liegen sowohl im Pulver als auch im Fertigteil besonders homogen verteilt vor.
3. Die chemische Zusammensetzung kann gezielt eingestellt werden.

4. Die einhüllende Komponente kann zum Schutz des Kerns vor äußeren Einflüssen eingesetzt werden. Dies ist insbesondere bei Kernen wichtig, die z.B. leicht oxidieren oder bei denen die Gefahr einer Sublimation oder Degradierung in der chemischen Zusammensetzung besteht.
5. Die Benetzbarkeit von Oxiden wird durch metallische Hüllen entschieden verbessert.
6. Findet keine Legierungsbildung zwischen Hülle und Kern statt, entfällt die Mischkristallhärtung. Damit lassen sich in der Regel umhüllte Pulver leichter zu Grünlingen für die Sintertechnik verpressen als nichtumhüllte Pulver.
7. Beim thermischen Spritzen ergibt sich bei keramischen Pulvern ein schnellerer Wärmeübergang und somit eine höhere Aufschmelzrate, wenn die Pulver in umhüllter Form vorliegen /1/.
8. Die Umhüllung kann den Reibungskoeffizienten der Pulver vermindern und somit die Fließfähigkeit verbessern /2/.
9. Bei der Erzeugung spezieller Ausgangspulver für Filter, Katalysatoren und Isolatoren, führen die Umhüllungen während des Sinterprozesses zu den erwünscht porösen Gefügen /3/.
10. Wie in /4/ beschrieben, kann die Zugfestigkeit von gesinterten hoch Ni-haltigen Stählen durch den Einsatz Ni-umhüllter Eisenpulver verbessert werden.
11. Die Hülle kann mit dem Kern während der Pulverweiterverarbeitung eine gleichmäßig verteilte exotherme Reaktion auslösen, die zu thermodynamisch günstigeren Bedingungen führen und verbesserte Bauteileigenschaften bewirken. Z.B. wird in /5/ auf den bewährten Einsatz von Ni-umhüllten Al-Pulvern als Haftgrund hingewiesen. Die erreichte Haftzufestigungssteigerung der plasmagespritzten Gleitschichten von 30 % erklärt die häufige Anwendung dieses Haftgrundes.

Umhüllung von Pulvern auf chemischem Wege (Das HYPREPOC-Verfahren)

Der wichtigste Vertreter der Verfahren, die auf der chemischen Reduktion von Metallsalzlösungen ohne elektrischen Strom beruhen, ist die Wasserstoffdruckreduktion (Hyprepoc). Im Rahmen eines BMFT-geförderten Projektes wurden die technologischen Einrichtungen zur Verfügung gestellt, mit deren Hilfe zur Zeit an der Umhüllung der unterschiedlichsten Pulversysteme gearbeitet wird (Abb. 1). In einem 2,5 ltr - Versuchsautoklav können grundsätzliche Fragestellungen zu Pulver/Umhüllungssystemen geklärt werden. Die gewonnenen Erkenntnisse lassen sich dann durch Versuche in einem 400 ltr - Pilotautoklav auf Produktionsmaßstab übertragen.

Mit dem Hyprepoc lassen sich wirtschaftlich Pulverumhüllungen herstellen, die hohen Qualitätsansprüchen genügen. Ein ganz großer Vorteil besteht darin, daß man theoretisch jedes Pulvermaterial beschichten kann. Lediglich unter den herrschenden Prozeßbedingungen muß es beständig bleiben. Abb. 2 zeigt die REM-Aufnahme des metallographischen Schiffs eines Ni-umhüllten Molabdänpulvers.

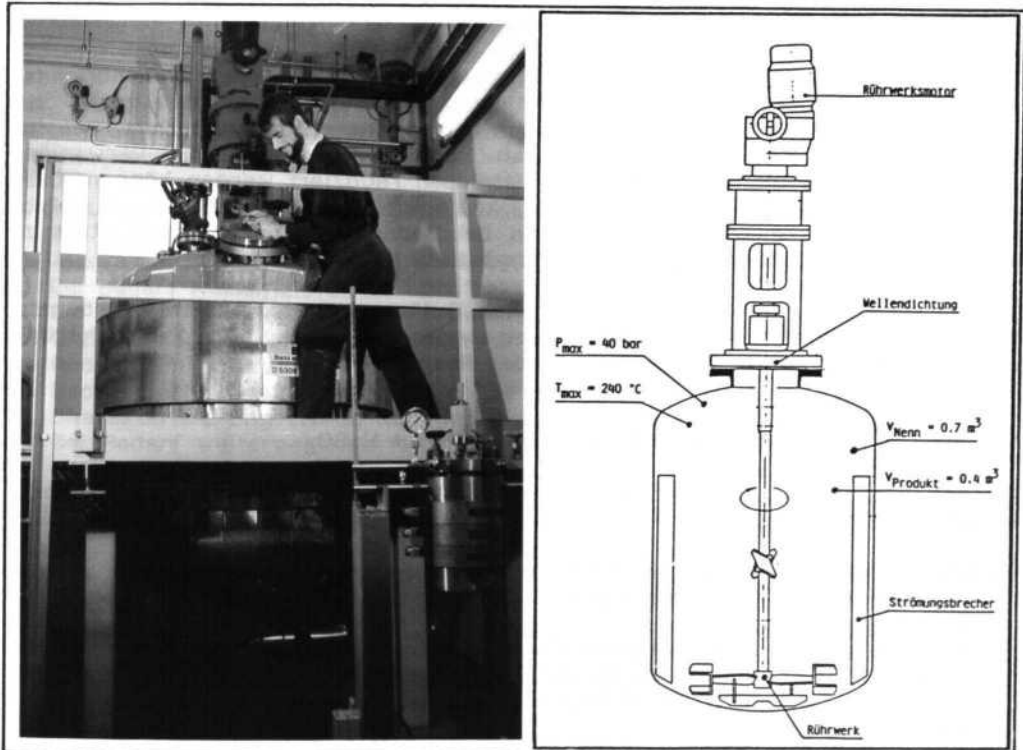


Abb. 1: Pilotanlage und Versuchsautoklav (Vordergrund) für die Herstellung umhüllter Pulver

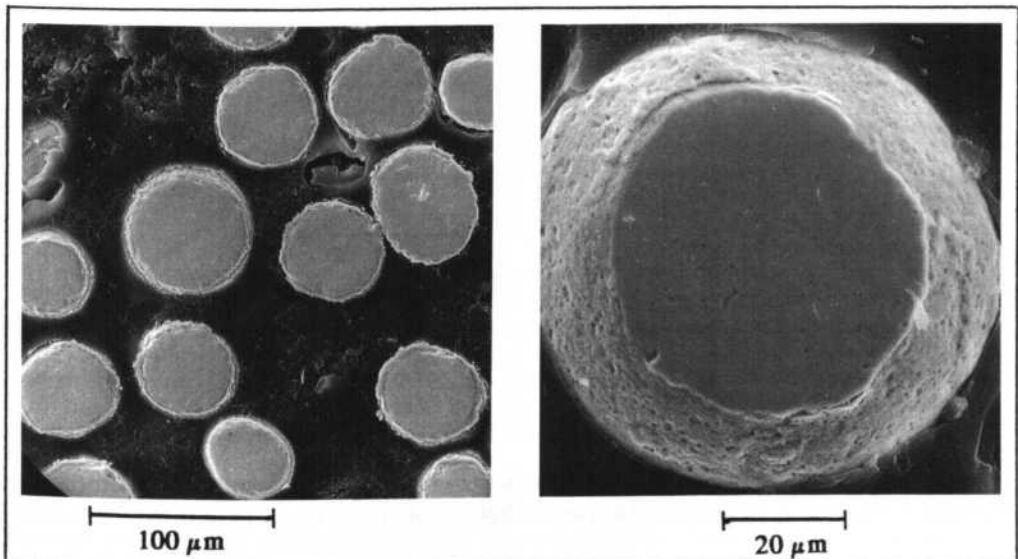
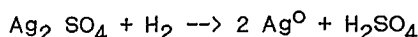


Abb. 2: REM-Aufnahme des metallographischen Schiffs eines Ni-umhüllten Molybdänpulvers

Umhüllungen

Ausgehend von einer wässrigen Metallsalzlösung, in der die zu umhüllenden Pulver suspendiert sind, wird das Metallsalz in einem Rührwerksautoklav bei erhöhter Temperatur und erhöhtem Druck durch Wasserstoff reduziert. Bei den zur Umhüllung eingesetzten Materialien kann man nur Metalle verwenden, deren Salze unter den gegebenen Verhältnissen reduziert werden können. Dazu zählen u.a. alle Edelmetalle (Pt, Pd, Au, Ag) sowie Cu, Ni und Co. Auch Molybdänoxid läßt sich abscheiden, das dann bei Bedarf in einer zweiten Stufe zu metallischem Molybdän sintertechnisch reduziert wird.

Als metallische Salze können grundsätzlich Sulfate, Nitrate, Acetate, Karbonate, Chloride und auch organische Metallsalze eingesetzt werden. Die chemische Umsetzung erfolgt dabei prinzipiell nach der Reaktionsgleichung:
z.B. für Silber:



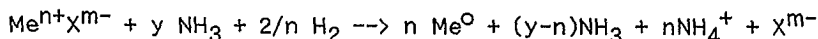
Es hat sich gezeigt, daß durch Zugabe von Ammoniak mehrere positive Effekte ausgehen:

1. Die Löslichkeit der Salze wird verbessert.
2. Der sich bildende Ammoniakkomplex läßt sich leichter durch den Wasserstoff reduzieren.
3. Die Veränderung des PH-Wertes führt zu einer Verschiebung der Elektronen negativität der Metallionen, so daß deren Reduktion überhaupt erst ermöglicht wird.

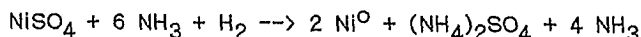
Prinzipiell läßt sich der dabei ablaufende chemische Vorgang in folgende Gleichung fassen:



Die chemische Reduktion in einer ammoniakalischen Metallsalzlösung verläuft also prinzipiell nach folgender Gleichung



z.B. für Nickelsulfat:



Durch geeignete Maßnahmen muß dafür gesorgt werden, daß das Reduktionspotential an der Oberfläche der suspendierten Pulver am größten ist, d.h. die Reduktion des gelösten Metallsalzes wird genau an der Oberfläche des Pulverpartikels, z.B. durch katalytisch wirksame Substanzen eingeleitet.

Durch die Reduktion von Salzen unterschiedlicher Metalle lassen sich mehrkomponentige Schichten abscheiden, so daß man legierungstechnisch auf die Schichtzusammensetzung Einfluß nehmen kann.

Die Schichtdicke kann bei wenigen µm eingestellt werden und ist mit Hilfe von Mehrfachabscheidungen beliebig steuerbar.

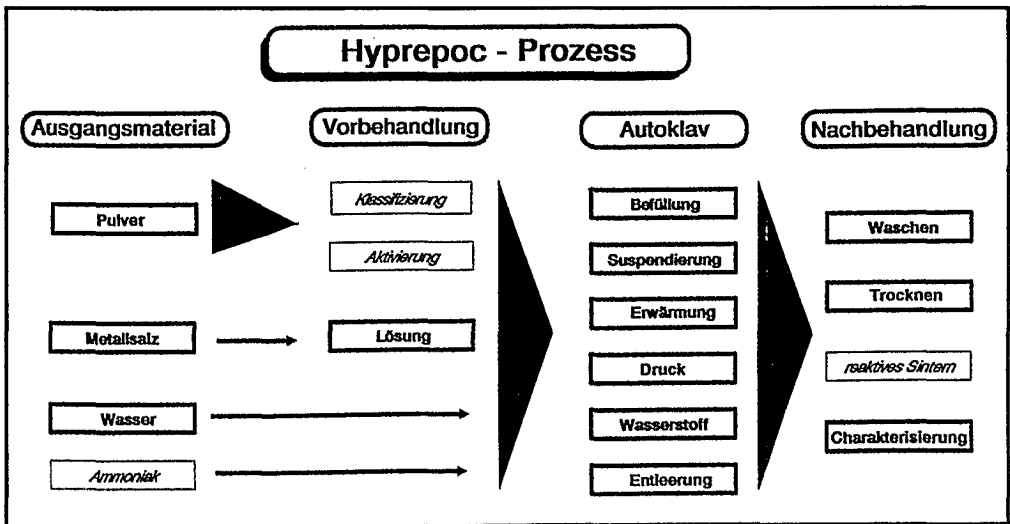
Kernmaterial

Bei dem zu umhüllenden Kernmaterial gibt es in der Auswahl fast keine Grenzen. Metalle, Legierungen, Nichtmetalle, metallische Hartstoffe, nichtmetallische Hartstoffe, Keramiken, Cermets, Graphit und Diamanten, Kunststoffe etc. können umhüllt werden.

Der grundsätzliche Verfahrensablauf läßt sich folgendermaßen gliedern:

1. Auswahl von Kern- und Hüllenwerkstoff
- (2. Bei Bedarf Klassifizieren in Kornfraktionen)
- (3. Bei Bedarf Aktivierung des Kernwerkstoffs)
4. Chargieren, Suspendieren und Erwärmen im Autoklav
5. Reduzieren mit z.B. H_2
6. Dechargieren, waschen, trocknen
7. Charakterisierung (IBAS, Korngröße, Umhüllung)
- (8. Bei Bedarf weitergehende Modifizierung durch Sprühtrocknung, Plasmaveredelung etc.)
9. Weiterverarbeitung zu einem Bauteil (Sintern, Thermische Spritzschichten, auftraggeschweißte Panzerungen etc.)

Schema 1 zeigt die Verfahrensschritte 1. bis 6. in einer prinzipiellen Darstellung. Tabelle 1 stellt die wichtigen Verfahrensmerkmale zusammen.



Schema 1: Verfahrensschritte beim Hyprepoc
(nicht generell notwendige Schritte sind kursiv gedruckt)

Multikomponentenpulver

Das Multikomponentenpulverkonzept ist eine im Rahmen eines BMFT-geförderten Projektes am Lehr- und Forschungsgebiet Werkstoffwissenschaften der RWTH Aachen entwickelte Technologie, die es ermöglicht, Verbundpulver in maßgeschneiderter Qualität den pulverweiterverarbeitenden Verfahren zur Verfügung zu stellen.

| Kernmaterial (Größe: submikron bis zu einigen hundert µm) | metallische Salze | Umhüllung | |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------|-----------------------------------------------------|
| | | Material | Eigenschaften (Größe: > 2 µm) |
| Metalle Legierungen Nichtmetalle Hartstoffe Keramiken Cermets Graphit Diamant Kunststoffe | Sulphate Nitrates Acetate Carbonate Chloride org. metall. Salze ... | Pt Pd Au Ag Cu Ni Co Mo ... | homogen oder heterogen dicht glatt |

Tabelle 1: Wichtige Verfahrensmerkmale des Hypreproc

Die Gesamtkonzeption der Multikomponentenpulverentwicklung setzt sich aus zwei Stufen zusammen (Abb. 3).

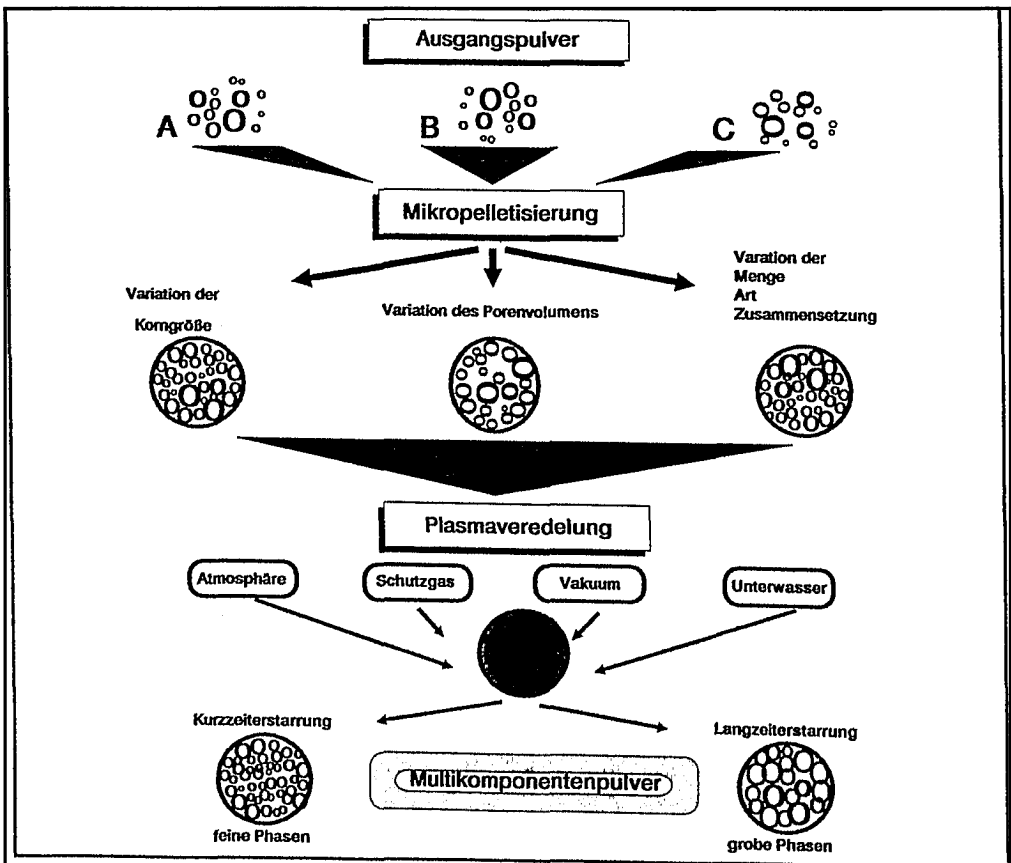


Abb. 3: Überblick zum Multikomponentenpulverkonzept

Die erste Stufe sieht die Mikropelletisierung der Ausgangsstoffe durch das Sprühtrocknen vor. Die zu kombinierenden Ausgangspulver werden in einer Flüssigkeit (Wasser oder Lösungsmittel) intensiv suspendiert, wobei gleichzeitig ein Binder und evtl. weitere notwendige Hilfsmittel wie Benetzer, Entschäumer etc. zugesetzt werden. Die Suspension wird dann mit Hilfe von Düsen in einer beheizten Kammer versprüht. Die sich bildenden Tröpfchen trocknen durch rasches Verdunsten des Suspensionsmediums im freien Flug, wobei die Ausgangspulver – nun durch den Binder kugelig miteinander verklebt – die Mikropellets bilden.

Das Verfahren und die Eigenschaften der resultierenden Mikropellets haben mehrere beeindruckende Vorteile:

1. Nahezu alle Werkstoffe können miteinander kombiniert werden.
2. Die Korngröße der Mikropellets ist in Abhängigkeit der Verfahrensparameter reproduzierbar einstellbar. ("maßgeschneiderte" Pulver)
3. Es ergibt sich eine gleichmäßige, homogene Verteilung der Ausgangskomponenten mit erheblicher Reduzierung von Entmischungserscheinungen.
4. Durch die Ausbildung nahezu ideal kugelliger Partikel erhält das Pulver eine hervorragende Fließ- bzw. Rieselfähigkeit.
5. Staubanteile in Pulvern entfallen nahezu, so daß z.B. Arbeitsplatzbelastungen reduziert werden.

Die auf diese Weise aufbereiteten Mikropellets sind die Ausgangsstoffe für die Hauptstufe des Prozesses, das plasmametallurgische Veredeln. Darunter versteht man das Einbringen der Mikropellets in die hochenergetische Plasmaflamme, wobei man je nach Vorprodukten, die Plasmaveredelung an Atmosphäre unter Schutzgas, im Vakuum oder Unterwasser durchführt.

Dieser Weg der Pulverherstellung, der immerhin einen zusätzlichen Prozeßschritt benötigt, führt z.B. zu folgenden Vorteilen:

- Bei der Plasmaveredelung werden in den Mikropellets Reaktionen zwischen den einzelnen Komponenten eingeleitet, die dann durch den Pulverweiterverarbeitungsprozeß (z.B. Plasmabeschichtung) vollendet werden und zu einem stabileren Gefüge im Bauteil führen. Bei der Bauteilherstellung ohne vorherige Plasmabehandlung der Pulver würde die Reaktionszeit nicht ausreichen, so daß ein daraus resultierendes metastabiles Gefüge eventuell zu unerwünschten Eigenschaftenänderungen während des Bauteileinsatzes führt.
- Die Plasmaveredelung ermöglicht hohe Abkühlgeschwindigkeiten, so daß unerwünschte Gefügestände, z.B. Sprödphasen oder Auflösung wichtiger Gefügebestandteile unterdrückt werden. Dies ist ein wesentlicher Vorteil gegenüber schmelzmetallurgischen Herstellungsprozessen.

Untersuchte Werkstoffe

Refraktäre Hartstoffe, also Karbide, Nitride, Boride und Silizide der IV- bis VIa-Metalle weisen eine Reihe von Eigenschaften /6/ auf, die sie für den Einsatz bei hohen Temperaturen prädestinieren:

- hoher Schmelzpunkt
- große Härte und Verschleißfestigkeit
- Warmfestigkeit und Temperaturwechselbeständigkeit
- gute Benetzbarkeit durch Metallschmelzen
- hohe Korrosionsbeständigkeit
- gute thermische und elektrische Leitfähigkeit.

Die hochschmelzenden metallischen Nitride der IVa- und Va-Metalle sind im Schnitt weniger hart als deren Karbide. Dagegen weisen diese refraktären

Verbindungen neben ihrer relativ guten Korrosionsbeständigkeit, speziell gegenüber vielen Metallschmelzen auch befriedigende Zunderfestigkeit auf. Im Unterschied von Karbiden zeigen viele Nitride als Oberflächenschicht wesentlich geringeren Verschleißneigungseffekt mit heißen Metallen.

Silizide weisen unter den metallischen Hartstoffen die vergleichsweise niedrigsten Schmelzpunkte und Härtezahlen auf. In Bezug auf elektrische Leitfähigkeit, Wärmeleitfähigkeit und Korrosionsfestigkeit in wässrigen Lösungen bestehen gewisse Ähnlichkeiten mit Boriden. Silizide haben den Charakter intermetallischer Verbindungen und weisen größtenteils kongruentes Schmelzverhalten auf. Die Löslichkeit in vielen Metallschmelzen ist zum Unterschied zu anderen Hartstoffen ausgeprägt.

Silizide sind kaltspröde und von geringer Temperaturwechselbeständigkeit. Die Zunderbeständigkeit speziell der VIa-Metallsilizide ist außerordentlich hoch und besonders hervorzuheben. Die bevorzugte Anwendung metallischer Silizide ist der Oxidationsschutz.

Aufgrund der oben beschriebenen Eigenschaften wurden verschiedene Hartstoffkombinationen zu Multikomponentenpulvern veredelt und zur Herstellung plasmagespritzter Funktionsschichten weiterverarbeitet /7,8/.

Eine unter triologischen Gesichtspunkten erzeugte Multikomponenten-Legierung mit

56 % TiC, 24 % TiN, 10 % MoSi₂, 10 % Cr₃C₂

wird im folgenden näher beschrieben.

Ergebnisse

Morphologische und metallographische Untersuchungen

In Abb. 4 sind die Ausgangspulver, die Mikropellets und die veredelten Pulver zu sehen. Abb. 5 zeigt die relative Verteilung der flächenäquivalenten Partikeldurchmesser für das Pulver in mikropelletisierter bzw. plasmaveredelter Form. Wie dem Balkendiagramm zu entnehmen ist, bewirkt die Plasmaveredelung eine Reduzierung der Partikeldurchmesser, bei gleichzeitiger Einengung des Korngrößenspektrums. Dieser Effekt ist mit der Verdichtung der Mikropellets zu erklären. Der Korngrößendurchmesser variiert bei den Mikropellets zwischen 8 und 95 µm mit einem Hauptanteil kleiner 50 µm. Das veredelte Pulver weist einen Korngrößbereich von 4 bis 50 µm mit einem Hauptanteil kleiner 30 µm auf.

Recht deutlich zeigt sich die Verbesserung des Formfaktors PE (Maß für die Kugeligkeit) nach der Veredelung (Abb. 6).

Um den Einfluß der Korngröße auf die Gefügeausbildung zu untersuchen, wurden die Mikropellets bei 63 µm in zwei Fraktionen getrennt. Abb. 7 zeigt das Gefüge von Partikel -63 µm. Deutlich erkennbar ist, daß aus porösen Mikropellets dichte Pulverpartikel mit verschiedenen Phasen entstanden sind. Die Elementenanalyse wies nach, daß es sich bei den dunklen Phasen um Ti-Hartstoffe, d.h. TiC und TiN, handelt.

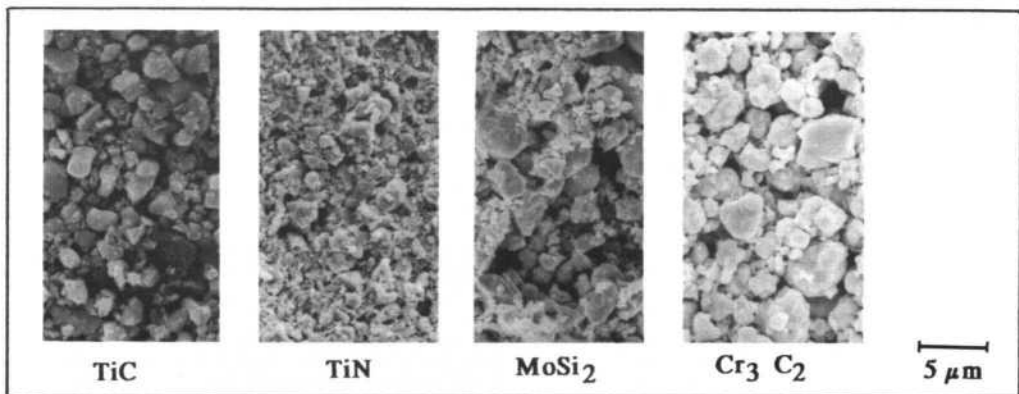


Abb. 4a: REM-Aufnahme des Ausgangspulvers

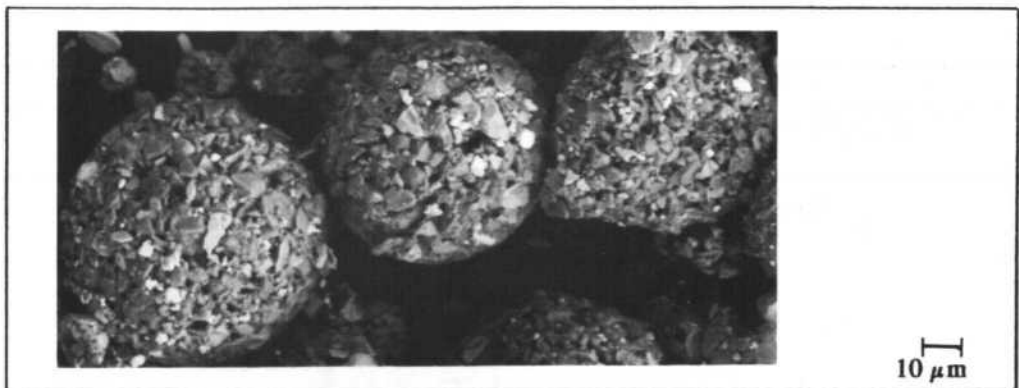


Abb. 4b: REM-Aufnahme des Mikropellets

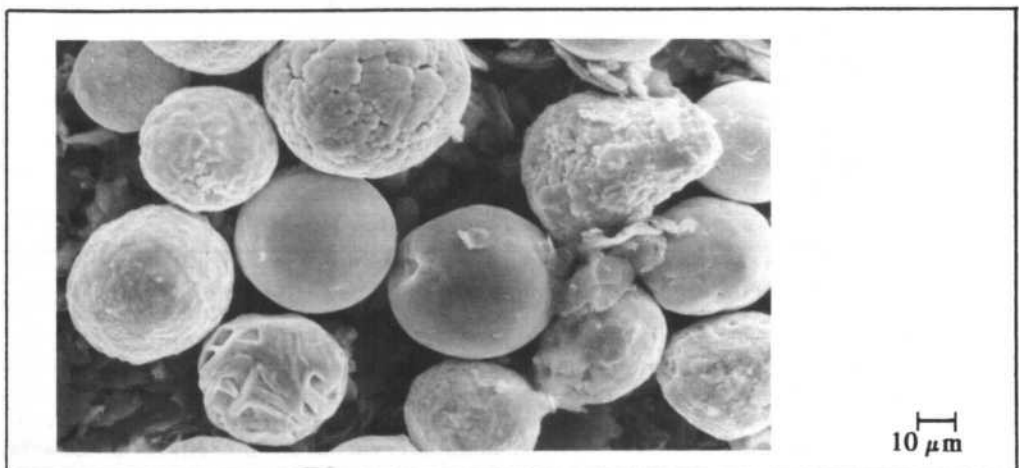


Abb. 4c: REM-Aufnahme der plasmaveredelten Mikropellets

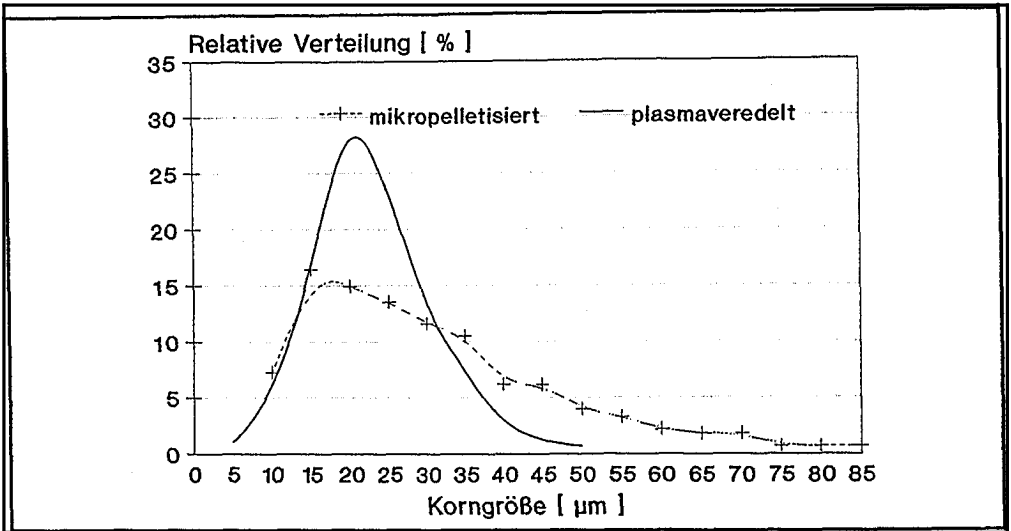


Abb. 5: Relative Verteilung der flächenäquivalenten Korndurchmesser des Systems TIC-TiN-MoSi₂-Cr₃C₂

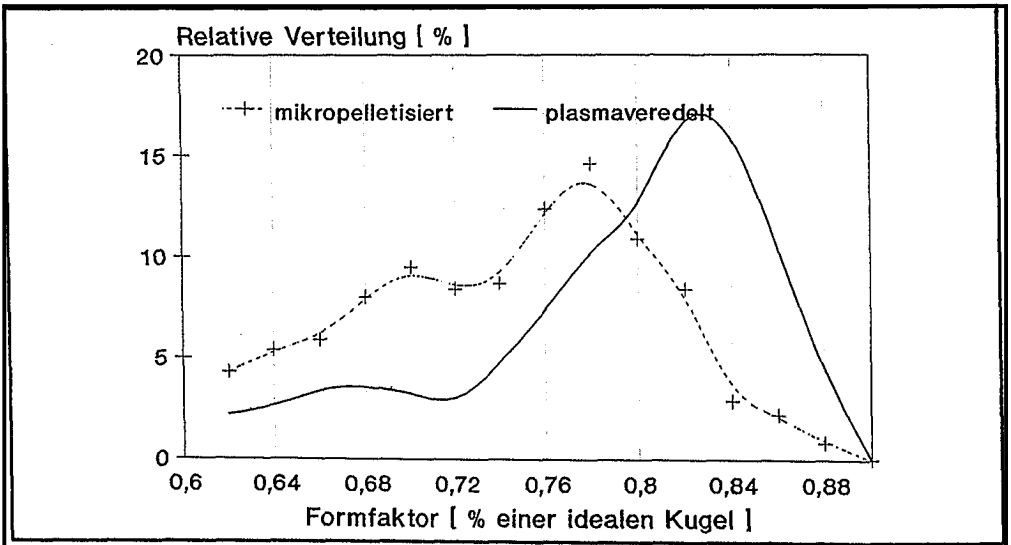


Abb. 6: Relative Verteilung des Formfaktors PE des Systems TIC-TiN-MoSi₂-Cr₃C₂

Die Elementenverteilung der hellen Matrix deutet auf eine Komplexphase aus den Elementen Ti-Mo-Si-Cr-C hin. Der Ti-Gehalt steigt in der Nähe der Ti-Hartstoffe an, woraus auf eine Reaktion an den Korngrenzen geschlossen werden kann. Mit den Konzentrationsunterschieden variieren die Mikrohärtewerte, die zwischen 1200 und 1500 HV 0,1 liegen.

Betrachtet man veredelte Partikel der zweiten Fraktion +63 µm, so erkennt man, daß die Ti-Hartstoffe mit der sie umgebenden Matrix reagiert haben (Abb. 8).

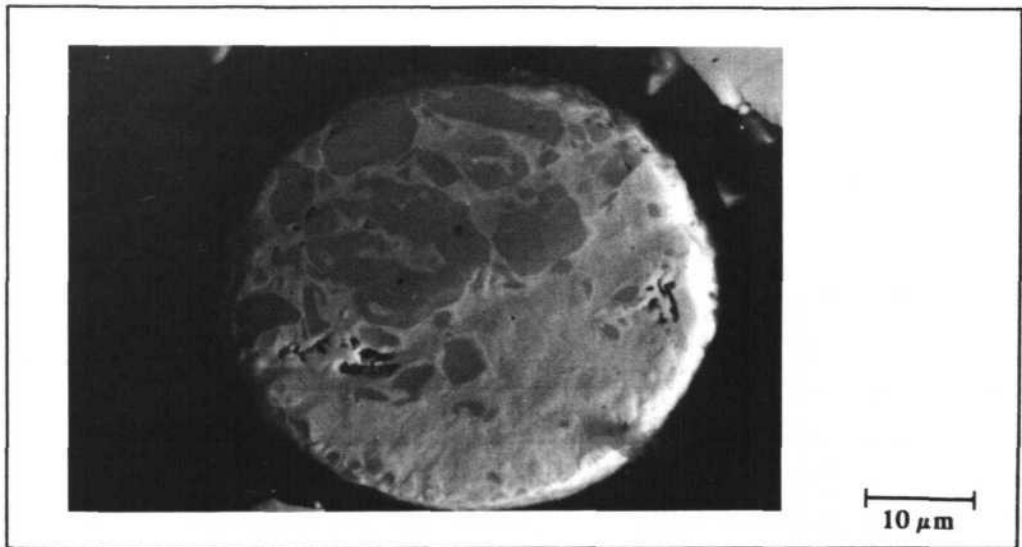


Abb. 7: Querschliff des plasmaveredelten Pulvers auf der Fraktion $< 63 \mu\text{m}$

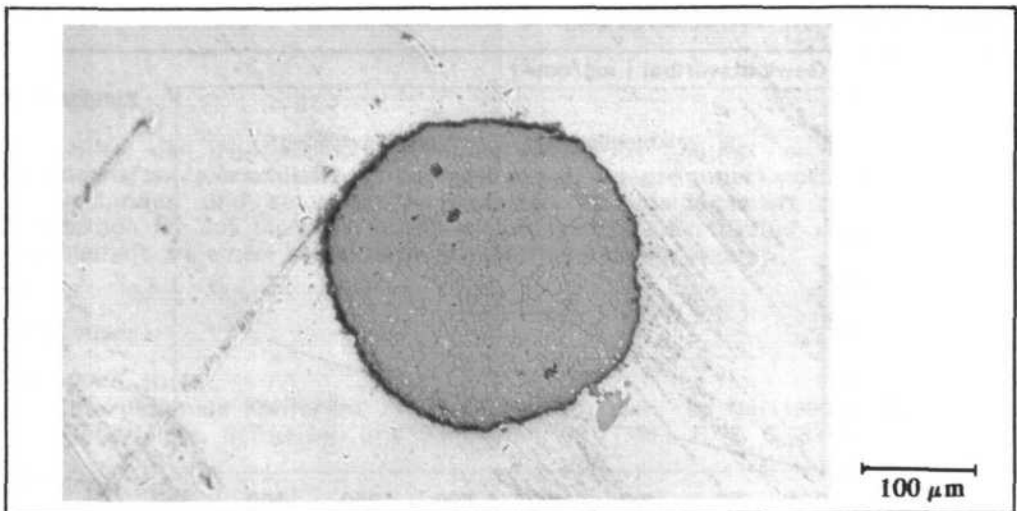


Abb. 8: Querschliff des plasmaveredelten Pulvers auf der Fraktion $> 63 \mu\text{m}$

Die Abkühlgeschwindigkeit der Partikel ist, bedingt durch die Korngröße, geringer, so daß die flüssige Matrix die Hartstoffe benetzt und auflöst bzw. auflöst.

Vergleichende Ergebnisse der plasmagespritzten Schichten

Bei den im folgenden beschriebenen Schichten muß deutlich darauf hingewiesen werden, daß es sich hier um reine Hartstoffschichten ohne Metallbinder handelt.

Die Multikomponentenpulver wurden ohne bindende Zwischenschicht direkt auf die St-37-Substrate aufgetragen. Verarbeitet wurden sowohl die plasmaveredelten Pulver als auch die mikropelletisierten Pulver. Im folgenden werden vakuumpasmagespritzte Schichten beschrieben.

Die Porosität der MKP-Schicht ist gegenüber der Mikropellet-Schicht erhöht. Signifikant ist die deutliche Härtesteigerung der MKP-Schicht gegenüber der Mikropellet-Schicht. Die Schichten zeigen eine gleichmäßige Phasenverteilung.

Verschleißeigenschaften

Abb. 9 zeigt die Ergebnisse der Stift-Scheibe-Verschleißversuche bei abrasivem Verschleiß. Wie dem Diagramm entnommen werden kann, zeigen die Werte nach der Plasmaveredelung eine deutliche Verbesserung im Verschleißverhalten. Während bei den Mikropellet-Schichten der Verschleiß kontinuierlich ansteigt und es ab ca. 200 m Verschleißweg zu Ausbrüchen größerer Schichtteile kommt, weisen die MKP-Schichten nach der Meßstrecke einen um den Faktor 2,5 niedrigeren Abtragswert auf. Hier ist eine Korrelation zwischen den Härtewerten der Schichtbestandteile erkennbar. Während bei den mikropelletisierten Pulvern die MoSi_2 -Matrix die Hartstoffe, bedingt durch die Sprödigkeit, nur schwach hält, ist bei den veredelten Pulvern, eine Pseudolegierung verarbeitet worden, in der TiC und TiN-Körner durch das Matrixmaterial Ti-Mo-Si-Cr angelöst worden sind. Dies führt bei der Schichtherstellung zu einer weiteren Verfestigung unter zunehmende Lösung der Hartphasen.

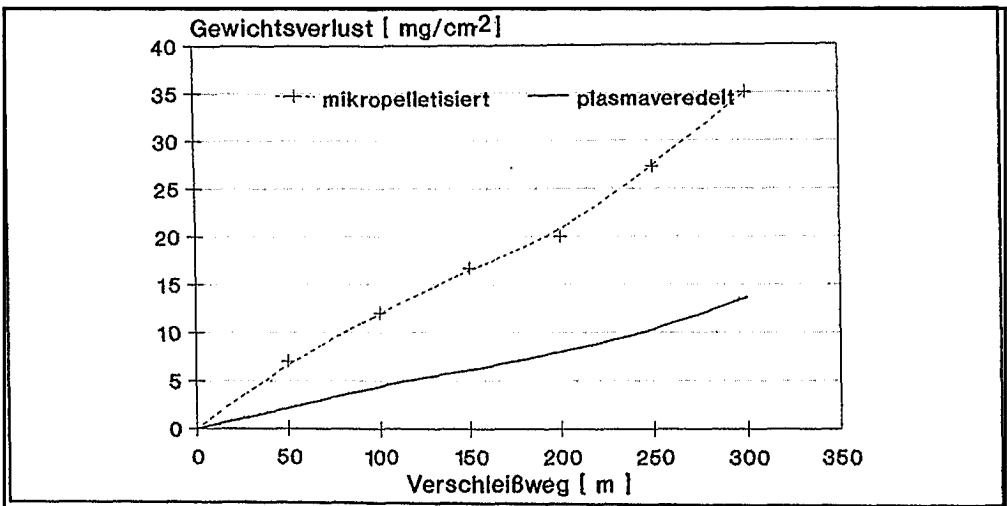


Abb. 9: Verschleißverhalten der Schichten des Systems TiC-TiN-MoSi₂-Cr₃C₂ bei abrasivem Verschleiß

In diesem Zusammenhang wurde die Ausbildung des Spinoidalbereiches des Systems Ti-Mo-C-N nicht deutlich nachgewiesen. Sie könnte jedoch zur Klärung bei der Analyse dieser Ergebnisse herangezogen werden. Dabei bildet sich eine innere Titan- und stickstoffreiche Phase, deren Hülle molybdänreicher ist und somit eine gute Benetzung in der Matrix Ti-Si-Ti-Cr hat. Die darauf resultierende bessere Festigkeit bewirkt eine erhöhte Zähigkeitssteigerung gegenüber den nur mikropelletisierten Pulvern und führt gleichzeitig zu einer deutlich verbesserten Verschleißfestigkeit.

Bei der Untersuchung des adhäsiven Verschleißes (Abb. 10) zeigte sich ebenfalls eine deutliche Verbesserung der Beständigkeit durch die Plasmaveredelung der Pulver.

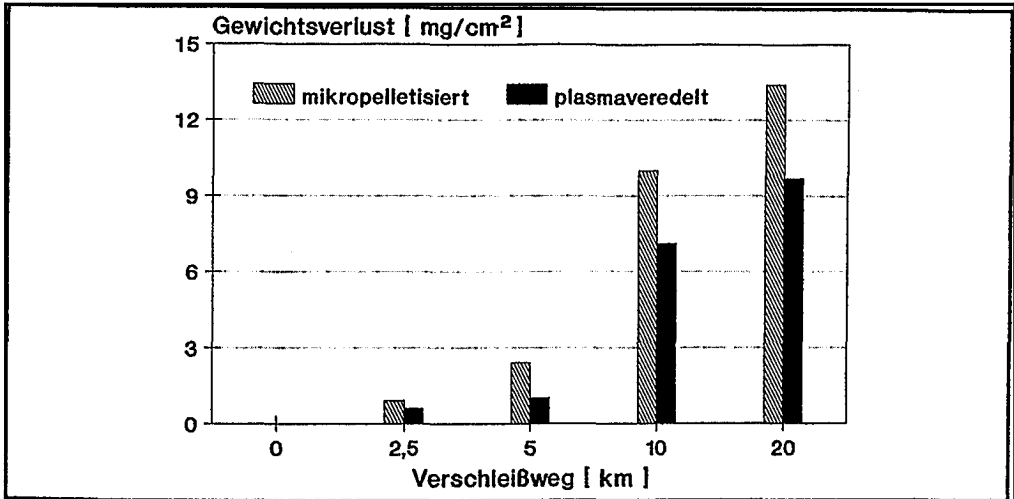


Abb. 10: Verschleißverhalten der Schichten des Systems TIC-TiN-MoSi₂-Cr₃C₂

Schlußsatz

Mit Hilfe der Multikomponentenpulverkonzepktion gelingt es, die positiven Eigenschaften verschiedener pulverförmiger Ausgangswerkstoffe multiplikativ zu verbinden und zu einer verbesserten Gesamteigenschaft zu führen. Die Konzeption ist auf viele Werkstoffverbundsysteme übertragbar und wurde hier beispielhaft an einem refraktären Hartstoffsystem aufgezeigt.

References

- /1/ Höhle, H.-M.:
Internationale Konferenz "Thermisches Spritzen" im Mai 1980 in Den Haag/
Niederlande. Schweißen und Schneiden, 33 (1981), H. 2, S. 83-84
- /2/ Amin, K.E.:
Friction in Metal Powders. Int. J. Powder Metall, V. 23 (1987), No. 2, S. 83-93
- /3/ Aldinger, F. und G. Petzow:
Preparation of Hollow Particles and Extremely Light Sintered Materials.
Powder Metallurgy International, Vol. 6 (1974), No. 2, S. 84-87
- /4/ Cifuentes, L., und A.J. Fletcher:
The Modulus of Rupture of Nickel Steels Slowly Cooled from the Sintering
Temperatur. Int. J. Powder Metall. Powder Technol., Vol. 20 (1984), No. 1,
S. 51-60

- /5/ Zemskov, G.V. et al.:
Use of Undercoats to Improve the Adhesion of Plasma-Sprayed Antifriction Deposits to the Basis Metal. Sov. Powder Metall Met. Ceram, Vol. 12 (1973), No. 7, S. 964-966
- /6/ Binder, F.:
Refraktäre metallische Hartstoffe. Sonderdruck aus Radex Rundschau (1975), H. 4
- /7/ Lugscheider, E., Li, Z, und M. Loch:
Entwicklung von Multikomponentenpulvern auf Hartstoffbasis für Hochtemperatur-Verschleiß-Korrosions-Beanspruchung durch plasmametallurgisches Veredeln. BMFT-Bericht 03M 0011 4, 1989, S. 128
- /8/ Li, Z.:
Entwicklung von plasmaveredelten Multikomponentenpulvern auf Hartstoffbasis für die Beschichtungstechnologie. Dissertation, RWTH Aachen 1990, S. 92

Gesichtspunkte zur Entwicklung von Metallmatrix–Teilchenverbund–Werkstoffen für Werkzeuge

von Hans Berns, Ruhr–Universität Bochum

1. Einleitung

Metallmatrix–Teilchenverbund–Werkstoffe (MMT) werden im angelsächsischen Schrifttum den MMC (metal matrix composites) zugeordnet. Es handelt sich um pulvermetallurgische (PM) Werkstoffe. Vollkörper entstehen durch Mischen von Matrixpulver MP (Fe–, Ni–, Co–Legierungen) und Hartstoffpulver HP (Karbide, Boride und Nitride) mit anschließendem Heißverdichten. Im Gegensatz zu Hartmetall und Cermets liegt der HP–Gehalt in der Regel unter 50 Vol. % und die Bruchzähigkeit $K_{IC} > 15 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$. MMT eignen sich für Werkzeuge zum Umformen von Metallen, zum Urformen von verstärkten oder gefüllten Polymeren und zum Verarbeiten mineralischer Stoffe. Sie ersetzen karbidreiche, seigerungsbehaftete Werkzeugstähle, wenn es auf ein hohes Produkt aus Verschleißwiderstand und Zähigkeit ankommt. Es besteht auch die Möglichkeit MMT z.B. durch heißisostatisches Pressen (HIP) als Schicht auf einen Grundkörper aufzubringen.

Neben der Verdichtung zweier fester Pulver durch HIP bietet sich das thermische Spritzen (APS, VPS) vor allem zur Beschichtung an, wobei nur das Matrixpulver aufgeschmolzen wird. Es besteht die Möglichkeit, den HP–Gehalt vom Substrat zur Oberfläche hin ansteigen zu lassen. Ziel dieser gradierten Schichten ist ein allmählicher Übergang der Eigenschaften (z.B. E–Modul, thermischer Ausdehnungskoeffizient) um gute Haftung mit hohen HP–Randgehalten zu verbinden.

2. Reaktionen zwischen Matrix– und Hartstoffpulver

Beim heißisostatischen Pressen kommt es um die HP–Teilchen durch diffusionsbedingte Reaktion mit der Matrix zu Schalen aus Mischphasen mit geringem C, B, N–Gehalt unter Neuausscheidung von kleinen Hartphasen in der Metallmatrix. CrB_2 reagiert mit Stahl zu CrB , M_3B und $\text{M}_{23}(\text{BC})_6$ (Bild 1) und aus TiB_2 entsteht mit dem Kohlenstoffgehalt des Stahles TiC /1,2,3/. In Nickel– oder Kobaltbasis–Werkstoffen kommt es – auch bei niedriger HIP–Temperatur – zu ähnlichen Reaktionen /4/, (Bild 2).

Zur Verbesserung der Bindung zwischen HP und MP ist ein schmaler Bindsaum erwünscht. Breite Säume führen dagegen zu einer unnötigen Volumenzunahme an Hartphase unter Verlust ihrer hohen Härte. Hier zeigt sich ein Problem bei der Herstellung von HIP–MMT mit besonders harten Boriden. Es sind geeignete Verfahrensparameter zu finden und ggfs. umhüllte HP zu verwenden. Für die Nutzung hoher Drücke bei niedriger Temperatur stellt sich die Frage der Druckabhängigkeit der Reaktionen. Zwar sind die zu erwartenden Volumenänderungen bei der Umwandlung fester Phasen klein, doch ist ein Einfluß nicht ausgeschlossen.

3. Verhältnis der Pulverkorngößen

Bei einem Verhältnis der mittleren Korndurchmesser ϕ HP/ ϕ MP ≈ 1 entsteht eine Dispersion von HP in der Matrix. Ist das Verhältnis $\ll 1$, so bildet sich vor allem bei höheren HP–Gehalten ein Netz von kleinen HP um die großen MP (Bild 3). Ein Netzgefüge erhöht durch das HP–Gerüst den E–Modul, dagegen führt eine HP–Dispersion zu höherer Bruchzähigkeit. Die Biegefestigkeit wird durch grobe HP einer Dispersion ebenso beeinträchtigt wie durch feine HP in Netzanordnung (Bild 4). Der Widerstand W_{ab}^{-1} gegen furchenden Verschleiß steigt durch HP–Zusatz, wenn (Härte HP) > (Härte Abrasiv) und HP > Furchenquerschnitt. Gegen Flint nimmt W_{ab}^{-1} daher zunächst mit HP zu, und zwar sowohl für eine Dispersion als auch für ein Netzgefüge. Hohe HP–Gehalte bewirken jedoch bei Netzanordnung eine Verschlechterung durch Mikrobrechen (Bild 5). Im Gegensatz zu Hartmetall und Cermets wird die Matrix aufgrund der größeren HP–Abstände gefurcht. Mit steigender Matrixhärte geht dieser Furchungsanteil zurück und die HP werden besser gestützt. Sowohl die martensitische Härtung als auch feinlamellare Eutektika dienen der Verfestigung der Grundmasse.

Verdüstete Werkzeugstähle und Hartlegierungen zeigen nach HIP ausgeschiedene Hartphasen HP mit einer Größe $< 5 \mu\text{m}$, die für manche Anwendungen zu klein sind. Der Vorteil von MMT liegt in der Möglichkeit, größere HP einzubetten, z.B. $< 25 \mu\text{m}$. Am Markt sind HP dieser Größe erhältlich, MP jedoch zu üblichen Kosten nicht. Die Entwicklung von Voll–MMC–Werkstoffen mit einer günstigen HP–Dispersion hängt damit von der Entwicklung auf dem Gebiet feinkörnig verdüster Matrixpulver ab. Für Spritzschichten gilt dies nicht, da die MP in Tröpfchen überführt werden. Ein mechanisches Legieren von HP mit MP endet zwar unabhängig von der Ausgangspulvergröße in einer Dispersion, jedoch mit viel zu feinem HP.

4. Werkstoffe und Schichten für komplexe Beanspruchung

Interessante Anwendungen für MMT ergeben sich bei zusätzlicher Beständigkeit gegen Korrosion und erhöhte Temperatur. Aus Ergebnissen von gegossenen und auftraggeschweißten Hartlegierungen /5, 6/ ist bekannt, daß die meisten Hartphasen HP relativ beständig gegen Naß- und Hochtemperaturkorrosion sind. Als wichtig erweisen sich ausreichend hohe Chromgehalte in der Matrix, um eine stabile Deckschicht zu erzielen. Die unter Abschnitt 2 geschilderten Reaktionen können zum Abbinden von Chrom aus der Matrix führen, so daß der Mindestwert für eine Schutzwirkung unterschritten wird. Besonders gefährdet sind die MP/HP-Phasengrenzen durch mögliche Chromverarmung und Eigenspannungen (Bild 6). Die Lokalkorrosion von MMT ist kaum erforscht, so daß hier Entwicklungsbedarf besteht. Eine Entwicklungsrichtung zur Steigerung des Widerstandes gegen Naßkorrosion geht von einer durch Stickstoff gehärteten nichtrostenden martensitischen Stahlmatrix mit z.B. 15% Cr und 1% Mo aus, in die Nitride (CrN) eingelagert sind /7/. Hier werden Erfahrungen von druckaufgestickten HNS (high nitrogen steels) genutzt /8,9/.

Untersuchungen über den Warmverschleiß von Hartlegierungen zeigen eine starke Abhängigkeit des Verschleißbetrages von der Warmfestigkeit der Matrix /10,11/. Bei Gleitverschleiß wird die Adhäsion durch Tribooxydschichten beeinflusst. Bei Korngleitverschleiß kommt es zu einer Art von mechanischem Legieren der Randschicht mit abrasiven Teilchen (Bild 7). Die Warmverschleißprüfung von MMT steht noch aus und auch ihre Weiterentwicklung durch Erhöhung der Warmfestigkeit von krz- und kfz-Matrices mittels Ausscheidungshärten.

5. Festigkeitsberechnung

Die Kombination von CAD- und FEM-Rechnung liefert heute genaue Lastspannungsverteilungen in Werkstücken. Dem hat die Werkstoffkunde auf der Seite der Werkstoffkennwerte nichts Vergleichbares entgegen zu setzen. Die großen Unterschiede zwischen HP und MP bezüglich E-Modul, Wärmeausdehnung, Fließgrenze und Duktilität stehen einer mittelnden kontinuumsmechanischen Berechnung entgegen und führen zu großen Streuungen im Versagensablauf. Es gibt daher Bemühungen, die Eigenschaftsunterschiede bei der FEM-Rechnung zu berücksichtigen, indem die Netzgröße so verfeinert wird, daß die einzelnen Phasen abgebildet und die einzelnen Netzbereiche mit unterschiedlichen Eigenschaften belegt werden können (Bild 8), /12, 13/. Endziel ist der Einbau eines mikroskopischen Last- und Versagenskonzeptes als Subroutine in ein FEM-Programm.

6. Fertigung

Die HIP Bedingungen bedürfen, auch im Hinblick auf Abschnitt 2, der Optimierung. Zu klären ist, warum beim Sinter-HIP wesentlich geringere Drücke für eine porenfreie Verdichtung ausreichen. Bei HP-Gehalten < 20 Vol.% kann alternativ das Sinterschmieden erwogen werden. Beim Plasmaspritzen besteht das Problem in der geeigneten Zuführung fester HP in den Strom aus Matrixtröpfchen, um eine gute Bindung und geringe Porosität zu erreichen. Die Hartbearbeitung durch Schleifen ist teuer, so daß neben Untersuchungen zum chemischen und funkenerosiven Senken Versuche zum Spanen mit definierter Schneide erforderlich sind. Ergebnisse von gegossenen Hartlegierungen deuten auf eine ausgeprägte Abhängigkeit der Randschichtveränderung und des Werkzeugverschleißes von den Schnittbedingungen hin (Bild 9), /14/.

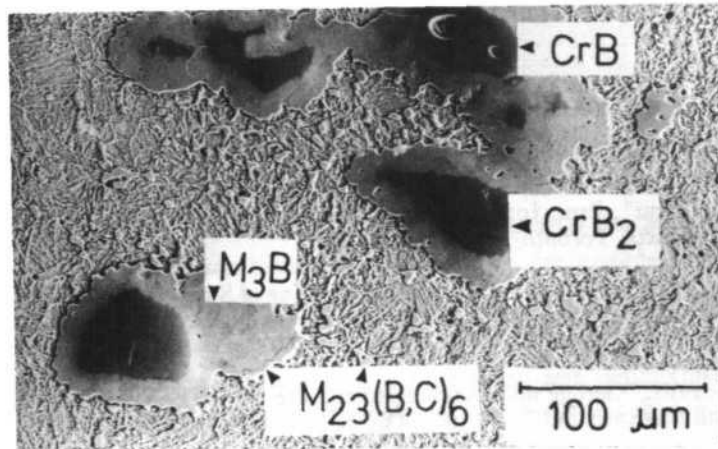
7. Zusammenfassung

Die pulvermetallurgische Einbettung von Hartstoffteilchen in eine feste Metallmatrix führt zu verschleißbeständigen Voll- oder Schichtwerkstoffen. Diese MMT erreichen gegenüber gegossenen oder auftraggeschweißten Hartlegierungen eine höhere Zähigkeit und erlauben die Anpassung der Hartstoffgröße an die Verschleißart.

Beim heißisostatischen Pressen treten Reaktionen zwischen Hartstoff und Matrix auf, die der weiteren Klärung bedürfen. Die Einstellung eines zähen Dispersionsgefüges hängt vom Größenverhältnis der Hartstoff- und Matrixpulver ab. Es fehlen kostengünstige feine Matrixpulver für die HIP-Verarbeitung.

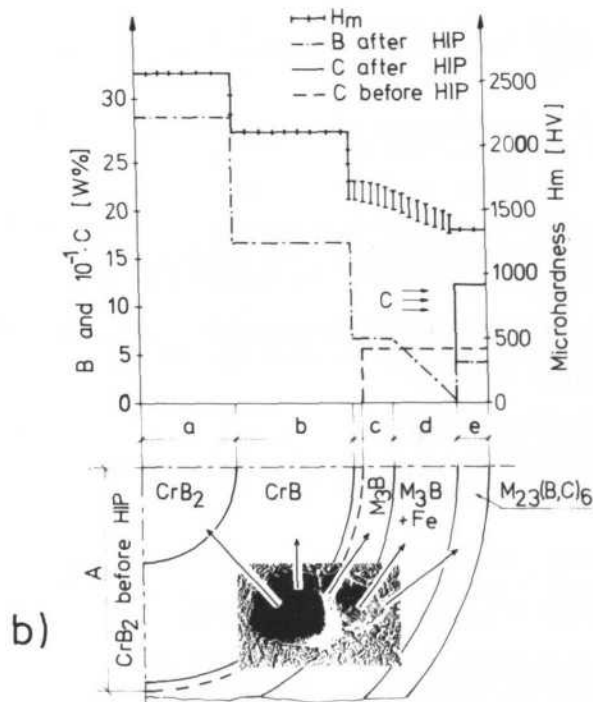
Das Korrosionsverhalten der MMT wird noch nicht verstanden. Eine gezielte Entwicklung in Richtung höheren Warmverschleißwiderstandes steht noch aus. Für den betrieblichen Einsatz sind neue FEM-Berechnungsmethoden auf Gefügebene wünschenswert. Die Bearbeitbarkeit von MMT muß eingehender untersucht werden.

- /1/ Ch. v. Nguyen: "Härtbare PM-Hartlegierungen mit gradierter Struktur", Dissertation Ruhr-Universität Bochum, 1990; siehe auch VDI-Fortschr.Ber. Reihe 5, Nr. 192 (1990), VDI-Verlag, Düsseldorf
- /2/ H. Berns, A. Fischer, Ch. v. Nguyen: "Wear Resistant Surface with a Hardphase Gradient", Proc. Intern. Conf. on Surface Eng.: Currents Trends and Future Prospects, Toronto/Canada, June 1991
- /3/ L.S. Sigl, K.A. Schwetz: "On the Sintering of Superhard TiB₂-Fe Cermets", Proc. 10th Intern. Symposium on Boron, Borides and Related Compounds, Albuquerque, NM (1990)
- /4/ B. Bolz: "Gefüge und Furchungsverschleiß von HIP-Verbundwerkstoffen auf Co- und Ni-Basis mit TiB₂ und CrB₂", Studienarbeit Ruhr-Universität Bochum, 1991
- /5/ A. Fischer: "Hartlegierungen auf Fe-Cr-C-B-Basis für Auftragschweißung", Dissertation Ruhr-Universität Bochum, 1984; siehe auch: VDI-Fortschr.-Ber. Reihe 5, 83 (1984), VDI-Verlag, Düsseldorf
- /6/ W. Theisen: "Neue Hartlegierungen auf Ni- und Co-Basis für die Auftragschweißung", Dissertation Ruhr-Universität Bochum, 1988, siehe auch: VDI-Fortschr.-Ber. Reihe 5, Nr. 153 (1988), VDI-Verlag, Düsseldorf
- /7/ H. Berns, G. Wang: "High Nitrogen Hard Alloys by Powder Metallurgy", Proc. High Nitrogen Steels HNS 90, Oct. 1990, Aachen, Verl. Stahleisen, Düsseldorf, S 332-337
- /8/ J. Lueg: "Druckstickstofflegierte Werkzeugstähle", Dissertation Ruhr-Universität Bochum, 1990; siehe auch VDI-Fortschr.-Ber. Reihe 5, Nr. 188 (1990), VDI-Verlag, Düsseldorf
- /9/ H. Berns, J. Lueg, W. Trojahn, H.-W. Zoch: "High Nitrogen Steels (HNS) for Corrosion Resistant Rolling Contact Bearings", Proc. High Nitrogen Steels HNS '90, Oct. 1990, Aachen, Verlag Stahleisen, Düsseldorf, S. 425-429
- /10/ A. Fischer: "Mechanisms of High Temperature Sliding Abrasion", Proc. Conf. "Wear of Materials '91", K.C. Ludema (Ed.), April 1991, Orlando, FL, USA, ASME, New York
- /11/ A. Fischer: "Sliding Wear of Metallic Materials at 25 and 550 °C " Proc. Conf. Fall Meeting MRS, Symposium S, L.E. Pope, L.L. Fehrenbacher, W.O. Winer (Ed.), Dec. 1988, Boston, MA, USA, Materials Research Society, Pittsburgh, PA, USA (1989), pp. 455-461
- /12/ W. Hänsch: "Gefüge und Bruchzähigkeit ledeburitischer Chromstähle – Messung und Finite Elemente Nachbildung" Dissertation Ruhr-Universität Bochum 1990, siehe auch: VDI-Fortschr.-Ber., Reihe 18, 81 (1990)
- /13/ H.F. Fischmeister, S. Schmauder, L.S. Sigl: "Finite Element Modelling of Crack Propagation in WC-Co Metals", Materials Science and Eng., A 105/106 (1988), pp. 305 – 311
- /14/ D. Meister, W. Theisen: "Einfluß der Drehbearbeitung von Hartlegierungen auf die Oberflächenrandzone", Industrie Diamanten Rundschau, 3 (1990) 24, S. 143-148



a)

56NiCrMoV 7 < 100 μm, CrB₂ < 100 μm



b)

Bild 1:

Reaktion zwischen HP (CrB₂, < 100 μm, 15 Vol.%) und MP (Stahl 56 NiCrMoV 7, < 106 μm) nach HIP (1090 °C, 140 MPa, 4 h);
 (a) Der Volumenanteil an Hartphasen hat sich verdoppelt.
 (b) Die WDX-Analyse zeigt eine Abnahme des B-Gehaltes nach außen und eine Verdrängung von C aus der M₃B-Schale. Die Mikrohärtte (HV 0,05) nimmt mit dem B-Gehalt ab.

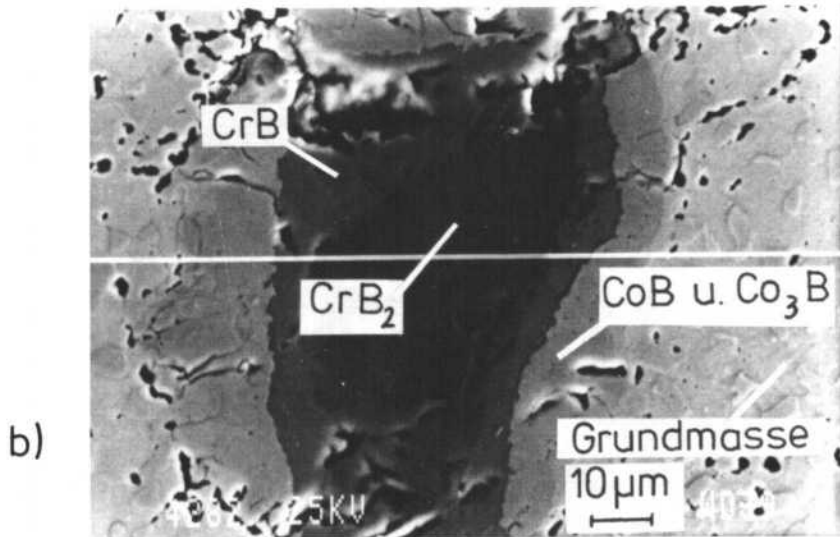
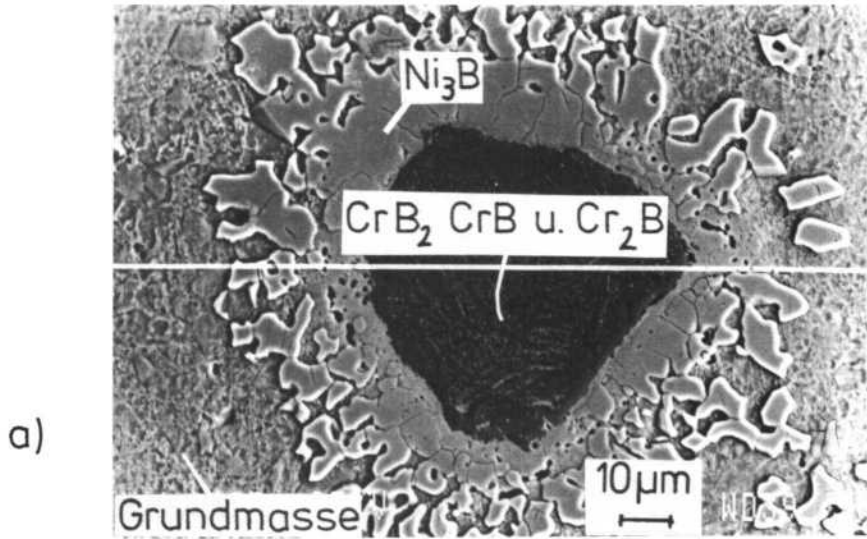


Bild 2:

Reaktion zwischen HP und MP nach HIP

(a) CrB_2 , $< 100\ \mu\text{m}$, 10 Vol. % + Ni 10, $< 100\ \mu\text{m}$ nach $920\ \text{°C}$, 140 MPa, 4 h

(b) CrB_2 , $< 100\ \mu\text{m}$, 10 Vol. % + CoCr 10, $< 100\ \mu\text{m}$ nach $1020\ \text{°C}$, 140 MPa, 4 h

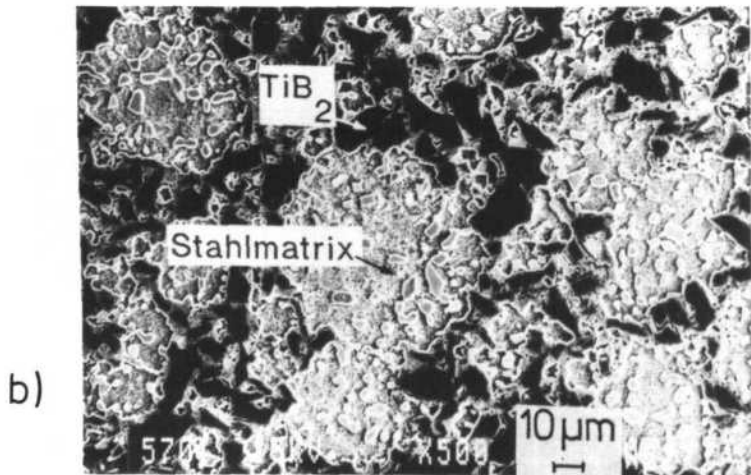
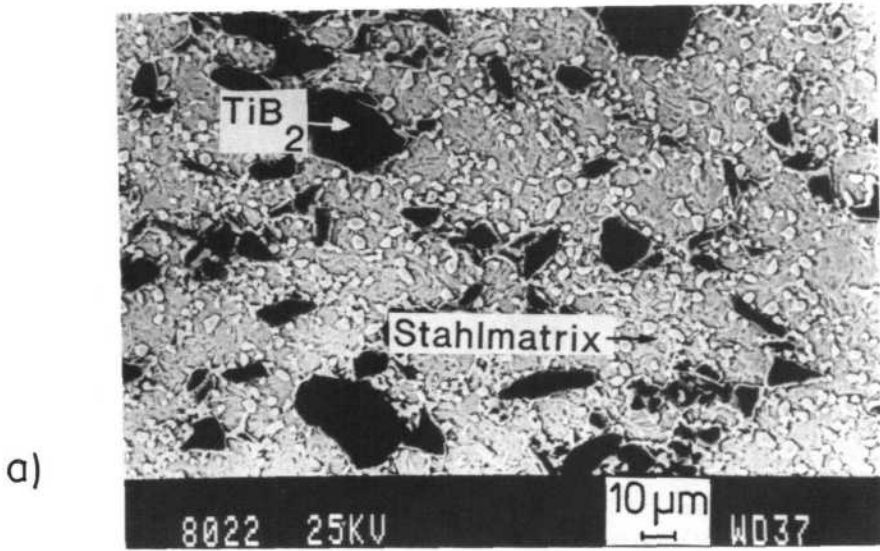
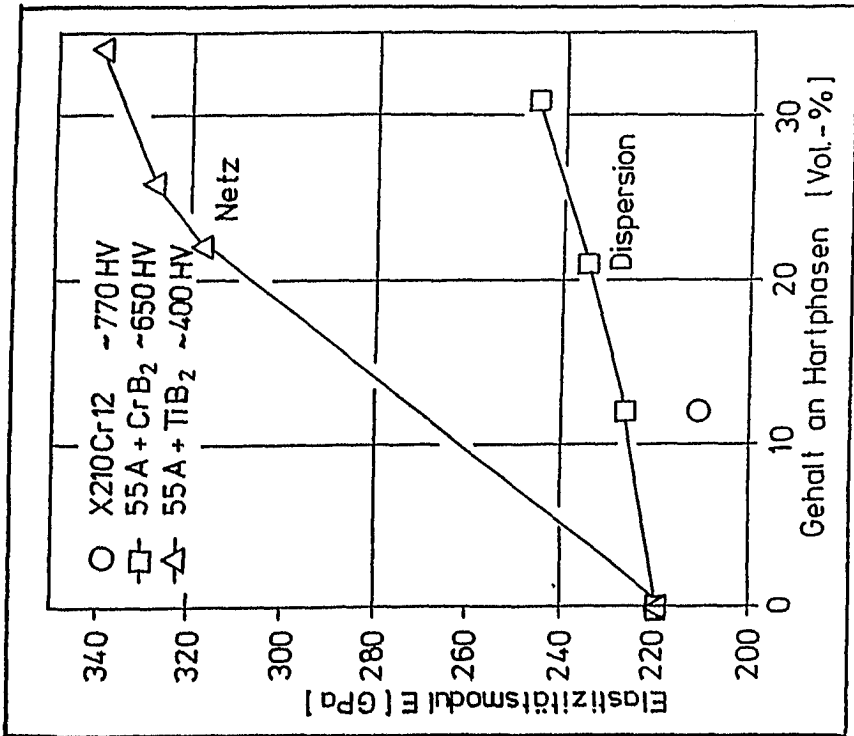
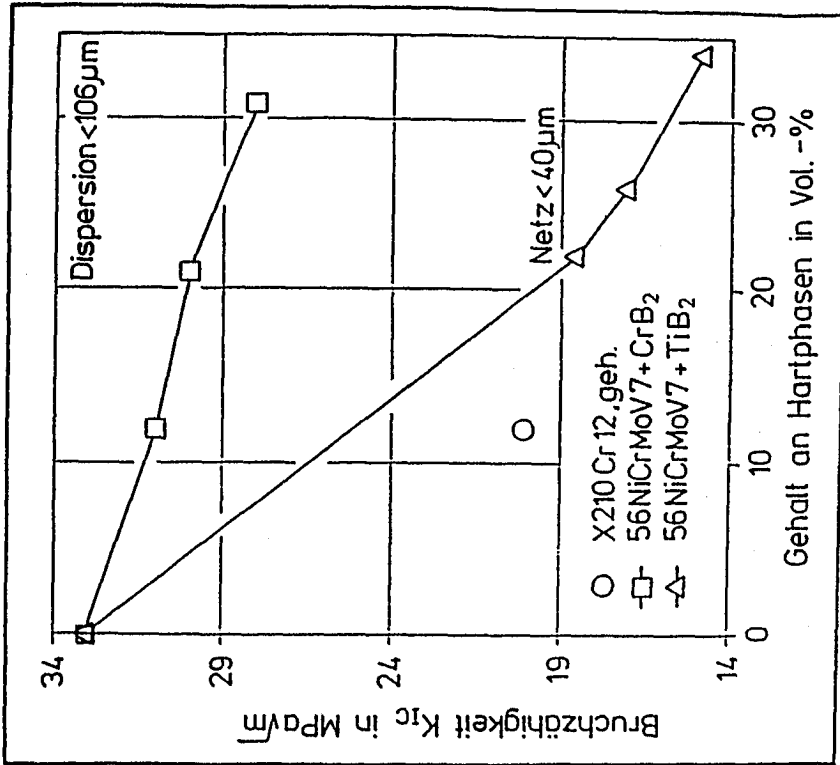


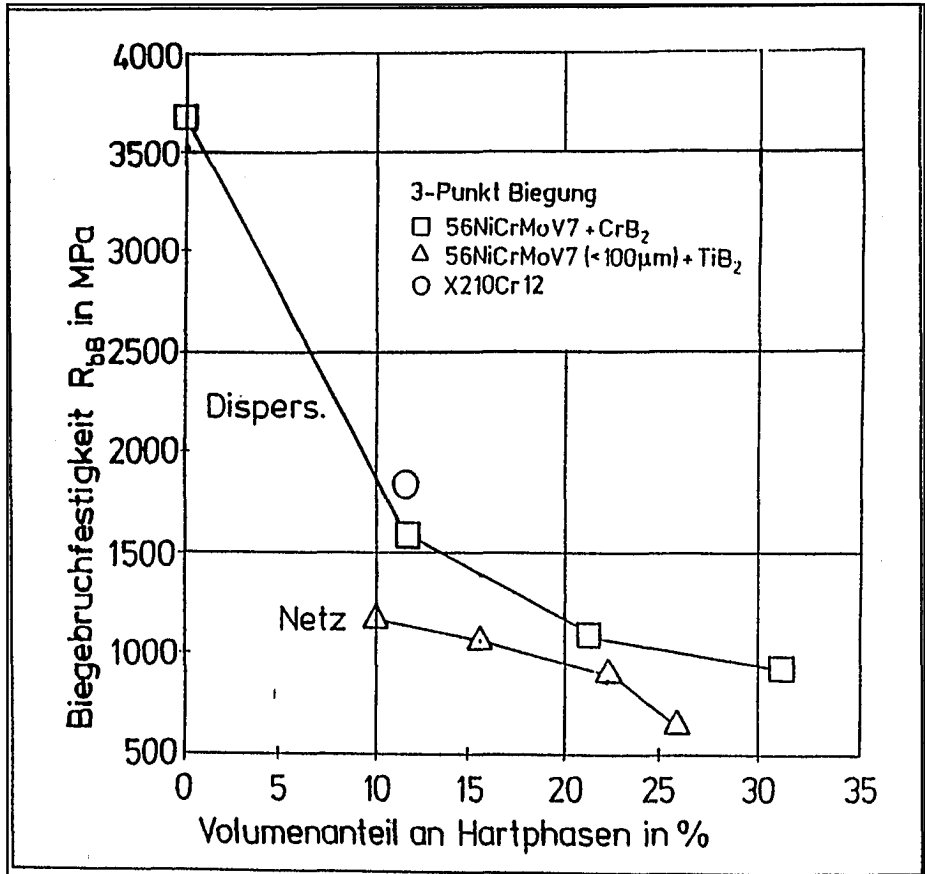
Bild 3: Dispersions- und Netzgefüge nach HIP/1/
 Beispiel: MP = Stahl, HP = TiB₂
 (a) MP < 36 mm, HP < 40 µm → Dispersion
 (b) MP < 106 µm, HP < 40 µm → Netz



a)

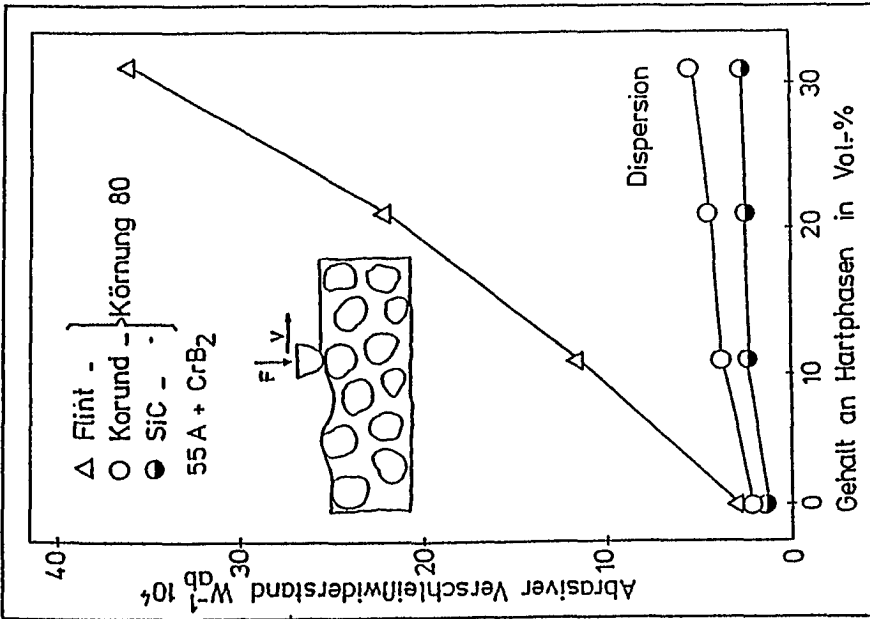


b)

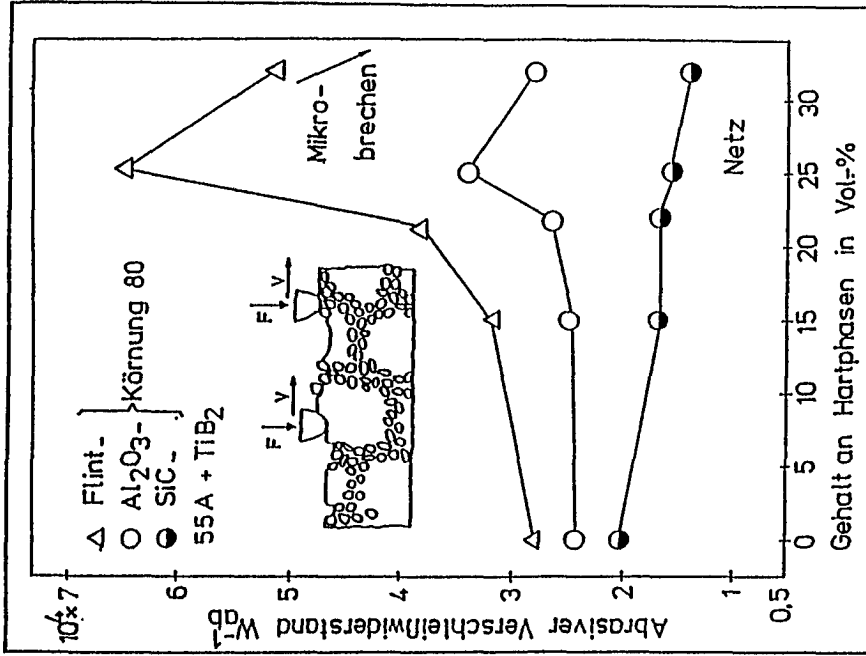


c)

Bild 4: Mechanische Eigenschaften in Abhängigkeit vom Gefüge /1/
 MP (55 A) 56 NiCrMoV 7, < 106 μm (~55 μm)
 HP CrB₂, < 100 μm (~50 μm) → Dispersion oder
 HP TiB₂, < 40 μm (~12 μm) → Netz
 HIP 1080 °C, 140 MPa, 4 h
 Härten 950 °C, Öl, Anlassen 200 °C, 2 h
 Vergleich X 210 Cr 12, geschmiedet, gehärtet und angelassen auf 770 HV
 (a) E-Modul, (b) Bruchzähigkeit, (c) Biegefestigkeit



a)



b)

Bild 5: Widerstand gegen furchenden Verschleiß / 1/
Werkstoffe wie in Bild 4
Stift-Schleifpapier Versuch, (a) Dispersionsgefüge, (b) Netzgefüge

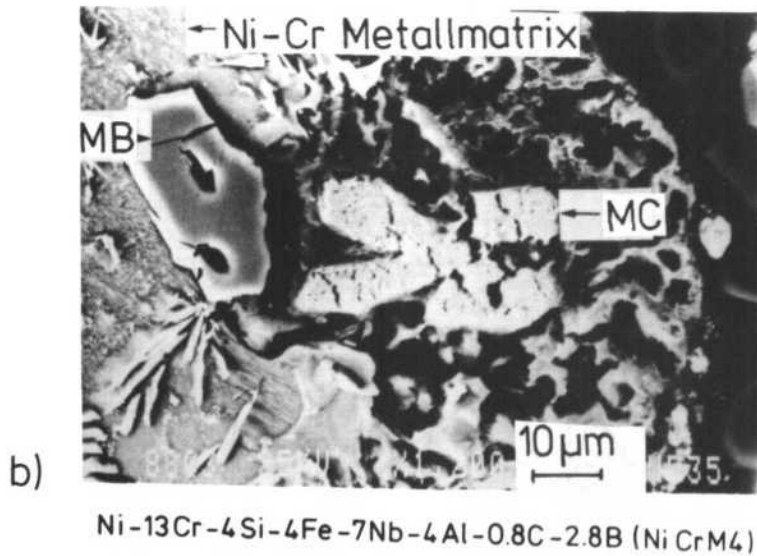
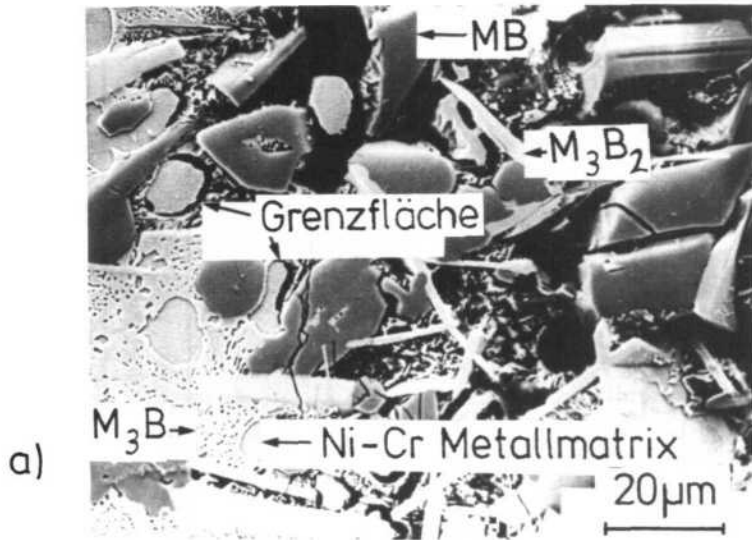
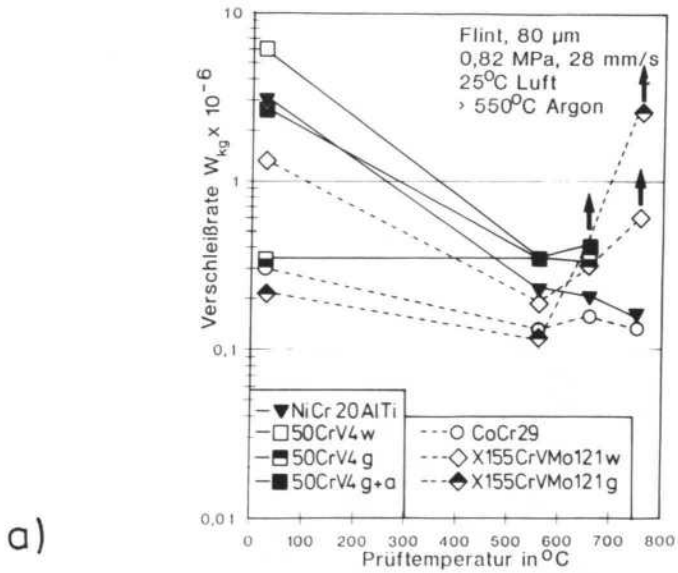
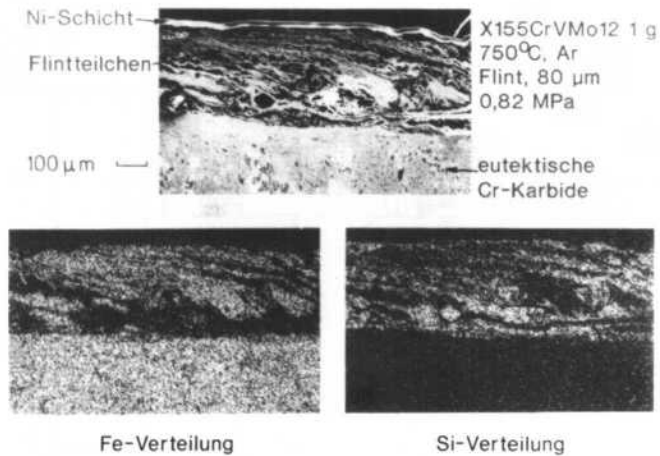


Bild 6: Korrosion einer übereutektischen Nickel-Hartlegierung, Schliffebene senkrecht zur Oberfläche
 (a) Naßkorrosion (300 h/RT/ H_2SO_4)
 (b) Hochtemperaturkorrosion (100 h/850 °C/ $\frac{g H_2O}{kg \text{ trockene Luft}}$)



a)



b)

Bild 7: Korngleitverschleiß metallischer Werkstoffe bei erhöhter Temperatur
(a) Verschleißrate, (b) in die Oberfläche eingedrückte Abrasivteilchen

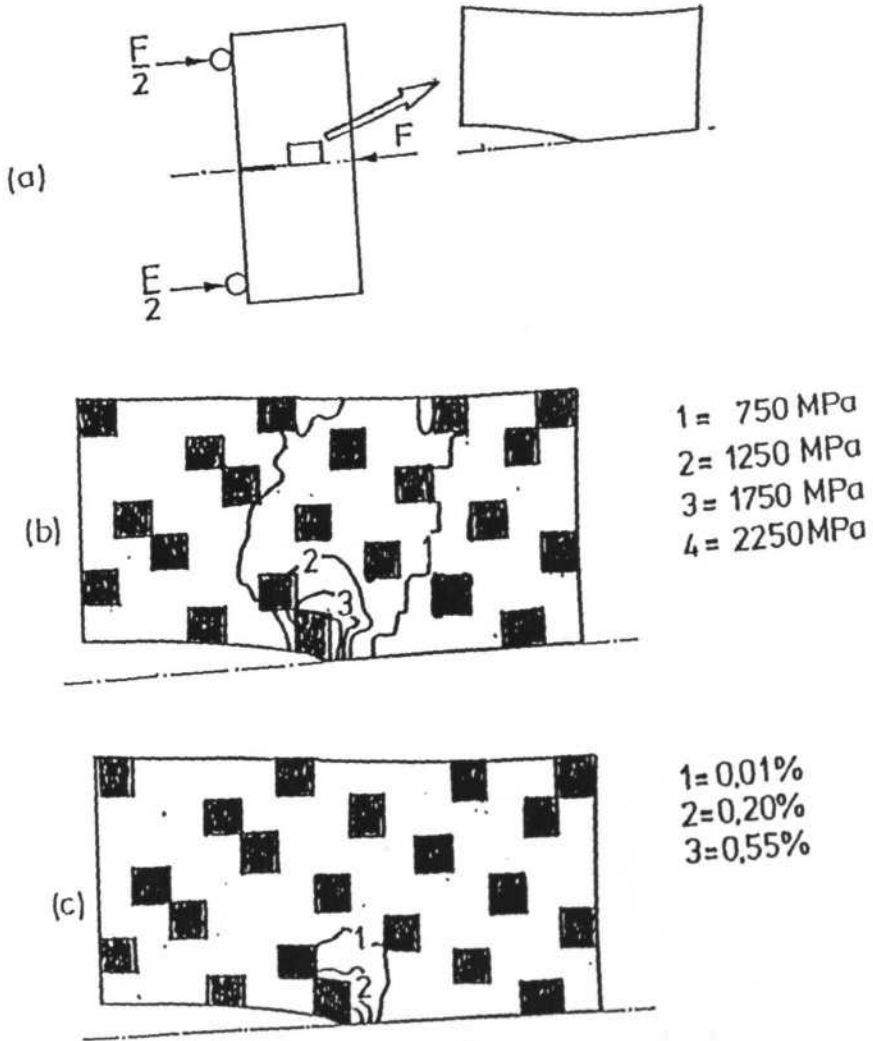
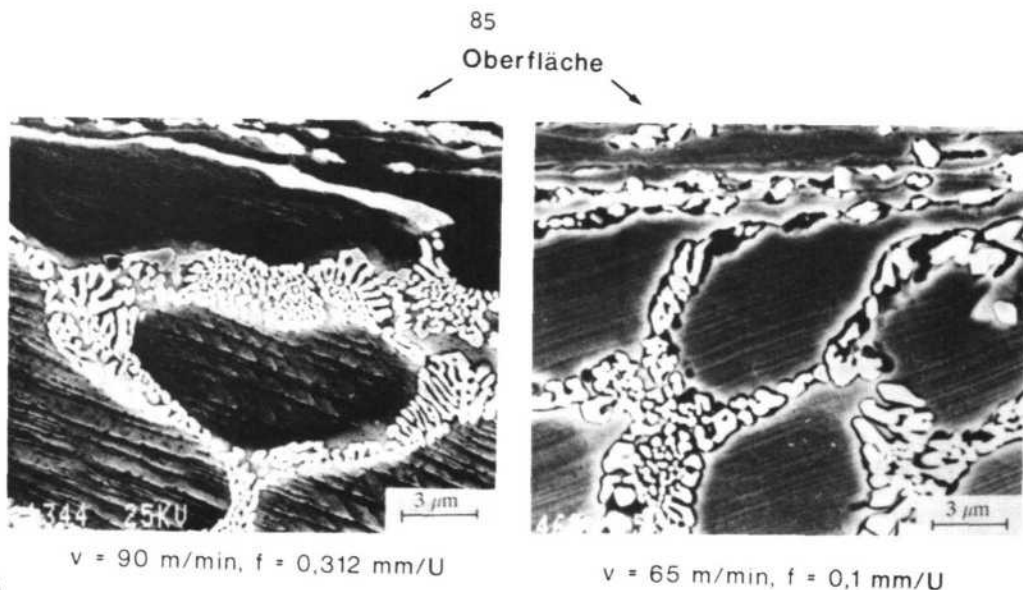


Bild 8: Belastung eines zweiphasigen Gefüges, Querprobe des Stahles X 210 Cr 12 mit 770 HV 30 und Anriß im Dreipunktbiegeversuch (a) (b) Vergleichsspannung (c) Vergleichsdehnung vor der Rißspitze



a)

| Werkstückstoff : Stellite 6 | Schneidplatte : PKB, rund | | | | | | | | | | |
|--------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|----------|-----------|--------|------|-----------|------------|-----------|---------|----------|
| Schnittiefe : $a_p = 1,0 \text{ mm}$ | Schneidteilgeometrie | | | | | | | | | | |
| Vorschub : $f_p = 0,1 \text{ mm/U}$ | <table border="1" style="display: inline-table; vertical-align: middle;"> <thead> <tr> <th>α</th> <th>γ</th> <th>λ</th> <th>ϕ</th> <th>Fase</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>8°</td> <td>-8°</td> <td>0°</td> <td>9,52 mm</td> <td>0,20x20°</td> </tr> </tbody> </table> | α | γ | λ | ϕ | Fase | 8° | -8° | 0° | 9,52 mm | 0,20x20° |
| α | γ | λ | ϕ | Fase | | | | | | | |
| 8° | -8° | 0° | 9,52 mm | 0,20x20° | | | | | | | |
| Einsatzdauer : $t_E = 5 \text{ min}$ | | | | | | | | | | | |

b)

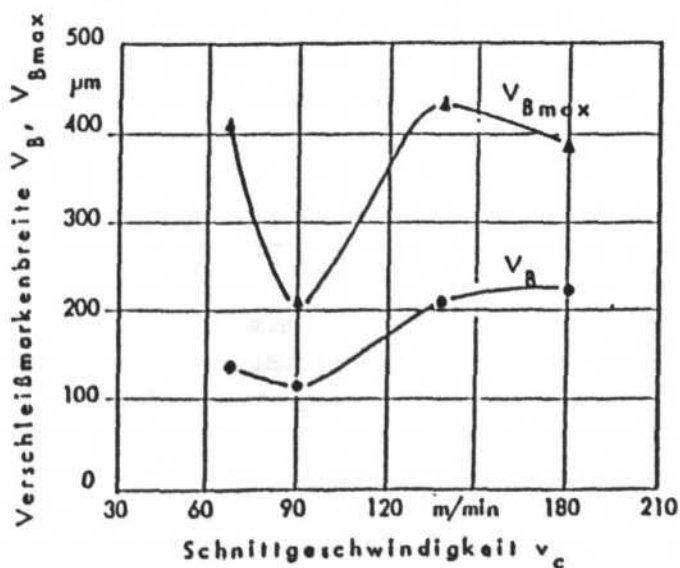


Bild 9: Drehen einer Kobalt-Hartlegierung (Stellit 6)
 (a) Veränderungen in der Werkstückoberfläche: Verformung des eutektischen Karbidnetzes bis zur Anschmelzung
 (b) Werkzeugverschleiß

DIE HARTSTOFFE DER CERMETS

von

Peter Ettmayer und Hans Kolaska

aus dem

Institut für Chemische Technologie anorganischer Stoffe
TU Wien, Österreich
und Krupp-Widia, Essen, Bundesrepublik Deutschland

1. EINLEITUNG

Unter dem Begriff "Cermets" werden im Bereich der Schneidstoffhersteller und Schneidstoffanwender jene Hartmetalle zusammengefaßt, die in ihrem Gefüge - im Gegensatz zu konventionellen Hartmetallen auf WC-Co-Basis - ausschließlich kubische Hartstoffphasen auf der Basis von Titancarbonitrid enthalten. In diese Carbonitridphasen sind in der Regel weitere Komponenten wie Mo, W, Ta, Nb, V usw. eingebaut, häufig nicht ganz gleichmäßig über den Querschnitt der Hartstoffpartikel verteilt, sondern eher in den Randzonen angereichert, was zu der für Cermets typischen Kern-Rand-Struktur der Hartstoffphase führt.

Die Hartstoffpartikel sind - wie beim konventionellen Hartmetall - in ein duktiles und zähes Bindemetall eingebettet, so daß im "Cermet" wie in allen Verbundwerkstoffen die erwünschten Eigenschaften der Gefügebestandteile, nämlich die Härte der Hartstoffkomponente mit der Zähigkeit der Bindephase in glücklicher Weise miteinander vereinigt werden.

Obwohl die - zunächst stickstofffreien - Cermets schon seit vielen Jahren bekannt sind, konnten sie sich trotz ihrer guten Verschleißigenschaften gegen die titancarbid- und tantalcarbidlegierten konventionellen WC-Co-Hartmetalle

wegen der zunächst unbefriedigenden Zähigkeit nicht durchsetzen. In den beiden letzten Jahrzehnten kam es aber durch Entwicklungen auf dem Gebiet der Titancarbonitridcermets, die vor allem in Japan vorangetrieben wurden, zu einer so deutlichen Anhebung des für den Anwender wesentlichen Eigenschaftsprofils der Cermets, daß dieser Schneidstoff verstärkt das Interesse der Zerspanungstechnologen hervorruft (1).

2. EIGENSCHAFTEN DER CERMETS

Die physikalischen Eigenschaften der Hartstoffkomponenten in Cermets sind in Tabelle 1 zusammengefaßt. Es fällt auf, daß die Hauptkomponenten der Cermets, nämlich TiC und TiN sich in drei wesentlichen Eigenschaften vom Hauptbestandteil konventioneller Hartmetalle, nämlich dem WC unterscheiden: die Dichtewerte sind viel niedriger, die Wärmeleitfähigkeiten betragen nur etwa ein Drittel der von WC, allerdings ist die chemische Stabilität - ausgedrückt als Freie Bildungsenthalpie der Verbindungen bei 1000 °C - erheblich höher als die von WC.

Diese Eigenschaften der Komponenten prägen natürlich auch die Gebrauchseigenschaften der Cermets für Spanungsoperationen. Ohne auf zusammensetzungsbedingte Unterschiede einzugehen, die zu einer gewissen Sortenvielfalt an Cermets für Dreh- und Fräsanwendungen geführt haben, sollen doch die in Tabelle 2 angeführten Gebrauchseigenschaften vorgestellt werden. Daß auch die Zähigkeitsmerkmale der Cermets der neuen Generation bereits Werte erreichen, die mit denen konventioneller Hartmetalle innerhalb derselben Zerspanungsklasse vergleichbar sind, illustriert Tabelle 3.

2.1 Technologie der Cermetherstellung

Die Herstellung der Cermets folgt über weite Strecken der eingeführten Hartmetalltechnologie auf pulvermetallurgischem Weg mit den Verfahrensschritten: Mischen, Mahlen, Granulieren, Pressen, Vakuumsintern bzw. Sinterhippen. Der Verfahrensablauf ist in Bild 1 schematisch dargestellt.

Als Ausgangssubstanzen werden häufig die unlegierten binären Hartstoffkomponenten TiC, TiN, Mo₂C, WC, TaC, NbC, VC und als Bindemetallkomponenten Co- und Ni-Pulver verwendet. Alternativ dazu kommen aber auch alle denkbaren Mischkristalle zwischen TiC und TiN (Titancarbonitrid), zwischen TiC und Mo₂C, bzw. WC, zwischen TaC und NbC, aber auch "Tripelcarbide" wie (Ti,Ta,W)C oder (Ti,W,Ta,Nb)C zum Einsatz. Es ist aber auch denkbar, Mischkristalle zwischen Nitriden, wie etwa (Ti,Ta)N, oder, wie Rudy (2) in seinem Patent empfohlen hat, Mischcarbonitride einzusetzen, die alle Komponenten in Form einer "Legierung" (Ti,Nb,Ta,Mo,W)(C,N) enthalten.

3. HARTSTOFFKOMPONENTEN

Die Carbide und Nitride der Übergangsmetalle zählen alle zur Klasse der "metallischen Hartstoffe" und kristallisieren häufig in hochsymmetrischen metallähnlichen Strukturen. Sie sind auch vielfach dazu fähig, miteinander feste Lösungen oder eben "Legierungen" zu bilden. Als wesentliches Kriterium für die Fähigkeit zur Legierungsbildung kann neben dem Strukturtyp - der möglichst gleich sein sollte - der Gitterparameter herangezogen werden. Wenn sich die Gitterparameter zweier isotyper Hartstoffe um mehr als 10 - 15 % unterscheiden, dann ist mit dem Auftreten einer Mischungslücke im festen Zustand zu rechnen.

Die gegenseitigen Löslichkeiten der Carbide und Nitride der Übergangsmetalle sind in den Bildern 2 und 3 schematisch

dargestellt. Die Bereitschaft zur Legierungsbildung zwischen Carbiden und Nitriden wird von ähnlichen Gesichtspunkten bestimmt, allerdings überlagert sich noch ein chemischer Einfluß: wenn die Affinitäten der auf den Zwischengitterplätzen befindlichen Nichtmetallatome Kohlenstoff und Stickstoff gegenüber den Metallatomen im Wirtgitter sehr unterschiedlich sind, dann kann es nach grundlegenden Untersuchungen von Rudy (3) zu einer spinodalen (einphasigen) Entmischung kommen. Bei dieser Entmischungsreaktion suchen sich die Nichtmetallatome die für sie jeweils energetisch günstigste Position in Bezug auf die Metallatome, was beispielsweise dazu führt, daß in einem Titan-Molybdän-Carbonitrid $(Ti,Mo)(C,N)$ die Entmischung zu einem stickstoffreichen Titancarbonitrid und einem molybdänreichen Titan-Molybdän-Carbid führt. Diese Reaktionen sind - soweit experimentell nachgewiesen - in Bild 4 durch das Symbol "spinodaler Zerfall" gekennzeichnet.

3.1 Wechselwirkungen zwischen Hartstoffen und Bindemetallen

Bei der Sinterung der Pulvermischungen kommt es vermutlich schon vor dem Auftreten der flüssigen Phase zu Wechselwirkungen zwischen Hartstoff- und Bindemetallteilchen, die sich aber bei der Bildung der flüssigen Phase sehr intensivieren. Wann beim Aufheizen erstmals mit der Bildung einer flüssigen Phase zu rechnen ist, hängt wahrscheinlich nicht nur von der Bruttozusammensetzung des Sinteransatzes, sondern auch vom Legierungszustand der Hartstoffkomponenten und möglicherweise sogar von der Zusammensetzung und dem Druck der während des Sintervorganges herrschenden Gasatmosphäre ab. Tabelle 4 gibt die in den einfachen quasibinären Randsystemen der Hartstoffe mit den Bindemetallen auftretenden Schmelzpunktminima wieder. In vielen Fällen handelt es sich nicht um wirkliche pseudobinäre Eutektika, sondern um den

Schnittpunkt der Verbindungslinie zwischen Hartstoff und Bindemetall mit einer monovarianten Schmelzrinne, die in der Regel in ein ternäres Eutektikum mit Carbid, Graphit und Bindemetall mündet.

Die Gleichgewichte, die sich bei der Sinterung mit flüssiger Phase einstellen, können außerordentlich komplex sein und stellen auch keine echten Gleichgewichte im Sinne der Gibbs'schen Phasenlehre hinsichtlich der Gesamtzusammensetzung dar, sondern sind in der Regel wohl nur auf die Randschichten der Hartstoffkörnchen beschränkt, die mit der flüssigen Phase in Kontakt stehen. Diese Tatsache zeigt sich in den unterschiedlichen Gefügeausbildungen von Cermets, die aus im Legierungszustand differenten Ausgangsmaterialien gesintert worden sind. In Bild 5 sind die Gefügebilder von zwei Cermets mit gleicher Bruttozusammensetzung - aber links aus den Einzelkomponenten, rechts aus vorlegierten Komponenten hergestellt - wiedergegeben. Die hellen Kerne der Hartstoffpartikel im Rückstreu-Elektronenbild rechts lassen auf eine deutlich höhere mittlere Kernladungszahl der "Kerne" schließen, was nichts Anderes bedeutet, als daß sich die mit Mo, W, Ta, und Nb vorlegierten Hartstoffteilchen des Pulveransatzes mit der Metallschmelze nicht vollständig ins Gleichgewicht gesetzt haben.

Der Legierungszustand der Bindelegierung zwischen den Hartstoffteilchen ist in komplexer Weise von der Bruttozusammensetzung, aber auch von der während der Sinterung herrschenden Gasatmosphäre abhängig. In der Regel enthält die Bindelegierung erhebliche Mengen an Titan, Molybdän und Wolfram gelöst. Von diesen Legierungselementen ist bekannt, daß sie die Warmfestigkeit von Co- und Ni-Legierungen maßgeblich erhöhen. Zusätze von komplexen Aluminiumverbindungen wie beispielsweise Ti_2AlC zum Cermet-Ansatz, wie dies in einem neueren Patent (4) beschrieben wird, können bei geeigneter Dosierung durch Reaktion mit Nickel und Cobalt zu einer

weiteren Anhebung der Warmfestigkeit ohne Beeinträchtigung der Zähigkeit des Binders führen. Wie man sich den Ablauf dieser metallurgischen Reaktionen zwischen Ti_2AlC , der Bindephase und den Hartstoffteilchen vorzustellen hat, ist in Bild 6 schematisch dargestellt.

3.2 Einfluß der Sinteratmosphäre und des Stickstoffgehalts

Wie bereits erwähnt, kommt es schon vor Erreichen der Endtemperatur der Flüssigphasensinterung zu Wechselwirkungen nicht nur zwischen Hartstoffen und Bindephase - die sich in den in Bild 7 gezeigten Schwindungskurven unterschiedlich zusammengesetzter Cermets offenbaren - sondern auch zwischen Pulveransatz und Gasatmosphäre, die sich in der Freisetzung von Stickstoff aus dem Sinteransatz bei der Vakuumsinterung zu erkennen gibt. Die Untersuchung dieser Reaktionen ist Gegenstand eines laufenden Forschungsprojekts. Jedenfalls kristallisiert sich bereits ein erkennbarer Trend heraus, daß nämlich die Gegenwart von Nitriden in der Ansatzmischung die optimale Sintertemperatur zu höheren Werten verschiebt, während die Bindermenge die Sintertemperatur offenbar nicht so stark beeinflusst. Illustriert wird diese Beobachtung durch einen Vergleich der Sinterschwindungskurven in Bild 7 mit den Nominalzusammensetzungen der Legierungen in Tabelle 5, wobei als Maß für den Stickstoffgehalt das Mengenverhältnis $TiN/TiN+TiC$ herangezogen wird. In Bild 7 ist im Vergleich zu den Cermet-Schwindungskurven außerdem die lineare Schwindung einer konventionellen WC-Co-Legierung mit aufgeführt.

4. EIGENSCHAFTEN DER CERMETS AUS UNTERSCHIEDLICHEN VORMATERIALIEN

Die Bruttozusammensetzung eines Cermets kann durch Mischen unterschiedlich zusammengesetzter Ausgangsstoffe eingestellt werden. An Stelle der binären Komponenten TiC , TiN , WC , Mo_2C , TaC , NbC , können Carbonitride, wie etwa $Ti(C,N)$, Mischnitride, wie etwa $(Ti,Ta)N$, ternäre oder quaternäre Mischcarbide, wie etwa $(Ti,Mo)C$, $(Ti,W)C$, oder $(Ti,Ta,W)C$ oder sogar Vielkomponenten-Carbonitride, wie etwa $(Ti,Ta,Mo,W)(C,N)$, eingesetzt werden. Obwohl die Präparation derartiger komplex zusammengesetzter Ausgangsstoffe nicht ohne Problem ist, konnten spezielle Vorlegierungen hergestellt werden, die es ermöglichen, Cermets entsprechend der Bruttozusammensetzung der Legierung III (siehe Tabelle 5) herzustellen.

Aus den unterschiedlichen Vorlegierungspulvern wurden die Ansätze in folgender Weise gefertigt:

1. Alle Carbide werden homogen vorlegiert. Der Stickstoff wird vollständig in Form von TiN zugegeben (Vorlegierung Nr. 1).
2. Alle Hartstoffe werden in einem einzigen Carbonitridpulver vorlegiert (Vorlegierung Nr. 2).
3. Die Cermetlegierung wird aus je einem $(Ti,W)C$ - und einem $(Ti,Ta)N$ - Pulver hergestellt (Vorlegierung Nr. 3+4).

Zur Untersuchung des Einflusses von Mo_2C wurden noch zwei Legierungen entsprechend den Cermets mit den Vorlegierungspulvern 1 und 2 mit jeweils 10 % Mo_2C hergestellt.

Rasterelektronenmikroskopische Gefügaufnahmen zeigen bei allen Legierungen die typische Kern-Randstruktur der Hartstoffteilchen. Die Versuchssorten aus den neuen Vorlegierungen weisen deutlich höhere Anteile mit hellen Kernen auf als die Sorten aus den Standardvorlegierungen. Beim Vergleich der Versuchscermets mit und ohne Mo_2C fällt die ungleichmäßigere Struktur der beiden Mo_2C -haltigen Legierungen auf.

Die Festigkeitseigenschaften (Härte HV 30, Biegefestigkeit) sind den Bildern 8 und 9 zu entnehmen. Sowohl Härte als auch Biegefestigkeit zeigen keine signifikanten Unterschiede. Ein Vergleich der Legierungen mit und ohne Mo_2C zeigt, daß die Mo_2C -haltigen Cermets eine etwas höhere Härte aufweisen.

Zur Bestimmung der Schneidhaltigkeitseigenschaften wurden folgende Versuche durchgeführt:

1. Drehen im glatten Schnitt, Vergütungsstahl 42CrMo4V.
2. Fräsen von Vergütungsstahl 42CrMo4V, Bearbeitungsfläche mit 8 Bohrungen (siehe Bild 10).
3. Fräsen des Stahles C m 45V mit einem M40-Fräser.

Die Ergebnisse der Schneidhaltigkeitsuntersuchungen sind in Tabelle 6 zusammengestellt. Die Auswertung dieser orientierenden Schneidhaltigkeitsuntersuchungen ergibt folgendes Bild:

1. Beim Drehen im kontinuierlichen Schnitt zeigt die Legierung ohne Mo_2C aus Vorlegierung 2 (Vorleg. aller Hartstoffe) das günstigste Verschleißverhalten. Die beiden Mo_2C -haltigen Legierungen fallen im Verschleißverhalten gegenüber den Mo_2C -freien Legierungen stark zurück.

2. Das Zähigkeitsverhalten beim Fräsen mit zusätzlicher Schnittunterbrechung durch die Bohrungen ist bei den Mo₂C-haltigen Legierungen ebenfalls deutlich schlechter. Dies geht auch deutlich aus dem Bild 11 hervor.
3. Beim Normalfräsvorgang zeigen sich keine signifikanten Unterschiede.

5. ENTWICKLUNGSTENDENZEN

1. Nach den bisherigen Erfahrungen scheint die Entwicklungstendenz bei Cermets in Richtung erhöhter Zähigkeit zu gehen, um den Cermets auch den Markt der Bearbeitung von Gußwerkstoffen und im Schruppschlicht- und sogar im Schruppereich zu eröffnen. Dieses Ziel soll auf unterschiedlichen Wegen erreicht werden: durch Optimierung der Zusammensetzung auch im Hinblick auf das Metall/Nichtmetallverhältnis, aber auch durch Anpassung des Korngrößenspektrums, durch Einstellung eines günstigen Kohlenstoff-Stickstoffverhältnisses usw.
2. Generell ist die Tendenz zu höheren Stickstoffgehalten in den Cermets festzustellen. Offenbar werden dadurch, sofern der Bindergehalt gleich gehalten wird, die Verschleißfestigkeit der Cermets und die Oberflächengüte des zu bearbeitenden Werkstoffs verbessert. Allerdings bereitet die Sinterung stickstoffreicher Cermets zur Zeit noch Schwierigkeiten.
3. Cermets sollten sich wegen des relativ hohen Legierungszustands der Bindephease auch auf dem Gebiet des Verschleißschutzes vor allem in chemisch aggressiver Umgebung bewähren. Hier sind sicherlich noch nicht alle Möglichkeiten in der Legierungsentwicklung ausgereizt.

4. Auch in der Beschichtung der Cermets sind noch Optionen offen, wenn es gelingt, die gute Kantenschärfe auch in beschichteten Cermets zu bewahren. Diese Forderung könnte durch die in den letzten Jahren entwickelte PVD- oder Plasma-CVD-Beschichtungstechnologie erfüllt werden.

6. LITERATUR

1. P.Ettmayer und H.Kolaska: "Cermets der neuen Generation" Metall 43 Heft 8 (1989) 742-749
2. US Pat. 3971656 (1976) "Spinodal Carbonitride Alloys for Tool and Wear Applications" (1976) Erfinder: E.Rudy
3. E.Rudy: "Boundary phase stability and critical phenomena in higher order solid solution systems"
J.Less-Common Met. 33 (1973) 43-70
4. DE-OS 3806602 (1988) Hartmetallkörper und Verfahren zu seiner Herstellung.
Erfinder: H.Kolaska und P.Ettmayer; Anmelder Fried.Krupp.GmbH.

| Eigenschaft | Hartstoff | | | Al ₂ O ₃ |
|--------------------------------------------------------|---------------------------------------|----------------------------------------|-------------------------|--------------------------------|
| | WC | TiC | TiN | |
| Struktur | hexagonal | kubisch | kubisch | hexagonal |
| Gitterparameter (nm) | a=0,291 c=0,284 | a=0,433 | a=0,424 | a=0,4758 c=1,299 |
| Dichte (g/cm ³) | 15,7 | 4,94 | 5,43 | 3,99 |
| Härte (HV ^{0,05}) bei Raumtemp. bei 800°C | 1800 800 | 3000 800 | 2000 ? | 2200 1400 |
| Elastizitätsmodul (GN/m ²) | 696 | 451 | ? | 380 |
| therm. Ausdehnungs- koeffizient (K ⁻¹) | 4,7 10 ⁻⁶ | 7,8 10 ⁻⁶ | 9,35 10 ⁻⁶ | 8,5 10 ⁻⁶ |
| Wärmeleitfähigkeit (W/m.K) | 90 | 33 | 29,1 | 8,4 |
| Existenzbreite bei 1450°C | WC _{,995} -WC _{1,0} | TiC _{,52} -TiC _{,96} | TiN _{,45} -TiN | keine |
| Freie Bildungsenthalpie bei 1000°C (kJ/Grammatom) | -23,02 | -85,12 | -109 | -217,7 |
| Löslichkeit im Binder (Co) bei 1250°C (Gew %) | 8,7 | 1,8 | 1,4 | keine |

**Physikalische und mechanische Eigenschaften
der Hartstoffe WC, TiC, TiN und Al₂O₃**

Tabelle 1

Cermeteigenschaften:

- niedrige Dichte
- unerschöpfliche Rohstoffbasis
- hohe Härte und Verschleißfestigkeit
- ausreichende Bruchzähigkeit
- gute Kantenschärfe
- geringer Reibbeiwert gegen den ablaufenden Span
- hohe Schnittgeschwindigkeiten bei moderaten Spanquerschnitten
- hohe Oberflächengüte des bearbeiteten Werkstückstoffs
- hohe chemische Beständigkeit

aber

geringe Wärmeleitfähigkeit, daher nur
mäßige Temperaturwechselbeständigkeit und
nicht geeignet zur Bearbeitung im Schrubbereich

Eigenschaften der Cermets

Tabelle 2

| | | Konventionelle Hartmetalle | | Cermets | |
|-------------------------|------------------------------------------------------|----------------------------|-------------|----------------|-------------------|
| | | TTX P 10 | TTM P 25 | TTI P01-P10 | TTI-15 P10-P25 |
| Dichte | $[\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}]$ | 10,6 | 12,5 | 6,1 | 7,1 |
| Härte HV 30 | | 1550 | 1450 | 1700 | 1600 |
| Biegefestigkeit | $[\text{N} \cdot \text{mm}^{-2}]$ | 1700 | 2200 | 2000 | 2300 |
| Druckfestigkeit | $[\text{N} \cdot \text{mm}^{-2}]$ | 4500 | 4600 | 5000 | 4600 |
| Bruchzähigkeit K_{IC} | $[\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}]$ | 8,2 | 10,0 | 8,5 | 9,8 |
| E-Modul | $[\text{kN} \cdot \text{mm}^{-2}]$ | 520 | 550 | 465 | 445 |
| Poisson-Konstante | | 0,22 | 0,22 | 0,21 | 0,22 |
| Wärmeleitfähigkeit | $[\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}]$ | 25 | 45 | 10 | 11 |
| Wärmeausdehnungskoeff. | $[10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}]$ | 7,2 | 6,7 | 9,5 | 9,4 |

**Eigenschaftsvergleiche zwischen konventionellen Hartmetallen
(ISO Anwendungsgruppe P) und Cermets**

Tabelle 3

| System | Temperatur (°C) | Zusammensetzung (Mol.-%) |
|---------|--------------------|-----------------------------|
| Ti-C-Ni | 1300 | 20 TiC |
| Ti-C-Co | 1350 | 18 TiC |
| Ti-N-Ni | 1410 | 1 - 2 TiN |
| Ti-N-Co | 1480 | 1 - 2 TiN |
| Mo-C-Ni | 1280 - 1300 | 32 Mo ₂ C |
| Mo-C-Co | 1220 | 32 Mo ₂ C |
| W-C-Ni | 1370 | 13 WC |
| W-C-Co | 1350 | 20 WC |
| Nb-C-Ni | 1320 ± 20 | 4 - 5 NbC |
| Ta-C-Ni | 1370 ± 20 | 2 - 3 TaC |
| Nb-C-Co | 1380 ± 20 | 5 - 6 NbC |
| Ta-C-Co | 1370 ± 20 | 2 - 3 TaC |

**Schmelzpunktminima auf den Verbindungslinien Hartstoff
(Carbid/Nitrid)-Bindermetall**

Tabelle 4

| Komponenten (Massen %) | Legierung I | Legierung II | Legierung III |
|---------------------------|-------------|--------------|---------------|
| TiC | 48,8 | 34,9 | 25,9 |
| TiN | 16,8 | 15,0 | 26,9 |
| WC | 14,1 | 19,1 | 19,9 |
| Mo ₂ C | 8,1 | 7,0 | 0 |
| (Ta,Nb)C | 6,1 | 9,9 | 9,6 |
| Ni | 2,0 | 4,8 | 8,1 |
| Co | 3,8 | 8,5 | 8,6 |
| Ti ₂ AlC | 0,3 | 0,8 | 1,0 |

Bruttozusammensetzung verschiedener Cermets

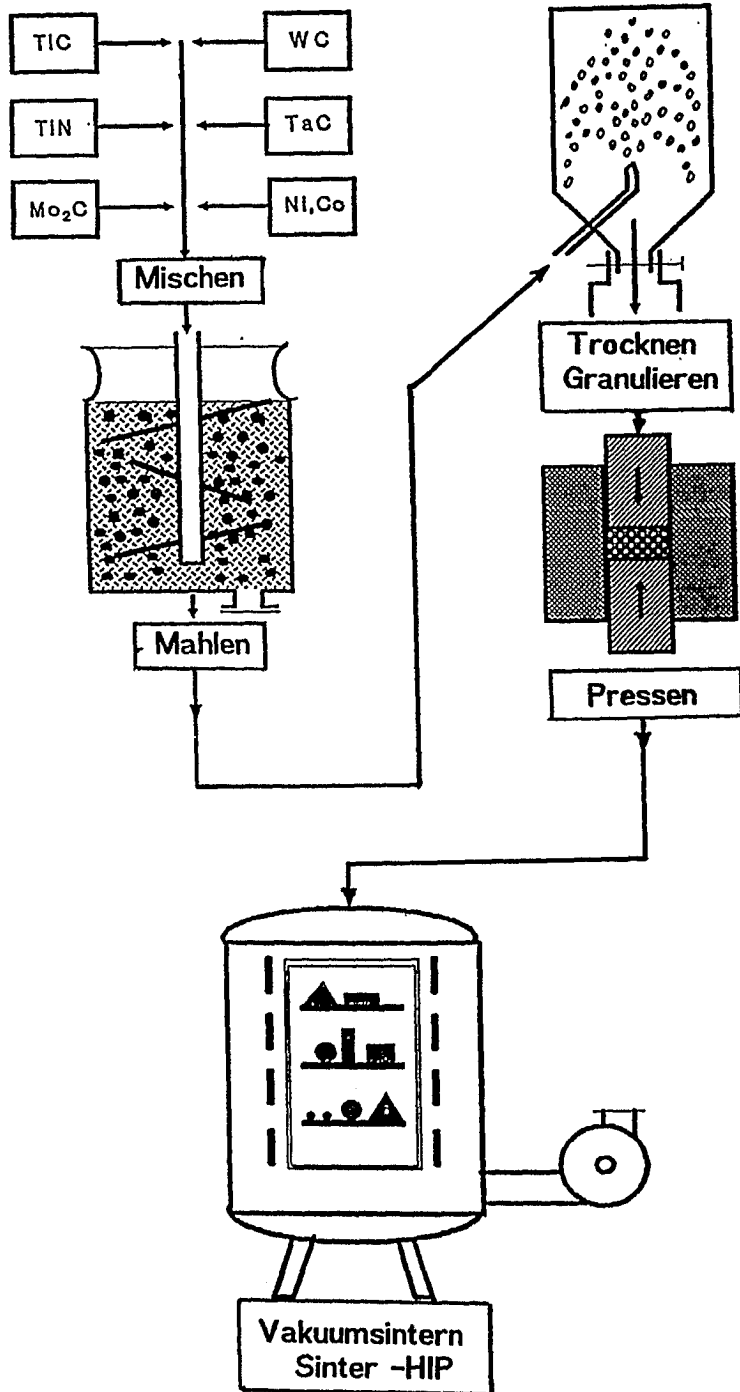
Tabelle 5

| Cermet-Vorlegierungen | Drehen, kontinuierlicher Schnitt WSP: SNGN 120308, $r_n = 20 - 30 \mu\text{m}$ 42CrMo4V $v_c = 200 \text{ m/min}$ $a_p = 2,0 \text{ mm}$ $f = 0,2 \text{ mm}$ | | | | Fräsen, unterbrochener Schnitt WSP: SPKN 1203 EDR 42CrMo4V $v_c = 160 \text{ m/min}$ $a_p = 1,5 \text{ mm}$ $f_z = 0,2 \text{ mm}$ | | Fräsen, glatter Schnitt WSP: SPKN 1203 EDR Cm45V $v_c = 250 \text{ m/min}$ $a_p = 1,5 \text{ mm}$ $f_z = 0,1 \text{ mm}$ | | |
|-----------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------|---------------------------------|------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------|--|
| | t_c (min) | KT (μm) | VB_{max} HS (mm) | VB NS (mm) | L_f^* (mm) | L_f (mm) | KT (μm) | VB_{max} HS (mm) | |
| Nr. 1, ohne Mo_2C | 8 | 90 | 0,21 | 0,07 | 400 | 1200 | 28 | 0,28 | |
| Nr. 1, mit Mo_2C | 4 | 149 | 0,46 | 0,34 | 148 | 1200 | 39 | 0,33 | |
| Nr. 2, ohne Mo_2C | 16 | 84 | 0,25 | 0,08 | 348 | 1200 | 32 | 0,34 | |
| Nr. 2, mit Mo_2C | 2 | 75 | 0,33 | 0,07 | 239 | 1200 | 39 | 0,33 | |
| Nr. 3 + 4 | 8 | 111 | 0,30 | 0,09 | 400 | 1200 | 27 | 0,31 | |

*) Mittelwert aus 6 Schneiden





































Schneidhaltigkeitsuntersuchungen an Cermetlegierungen mit 16,7 Massen-% Binder aus verschiedenen Vorlegierungen





Tabelle 6



Schema der Cermet-Herstellung

Bild 1

| | TiC | ZrC | HfC | VC | NbC | TaC | Cr_3C_2 | Mo_2C | WC |
|-----------|-----|-----------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| TiC | |  |  |  |  |  |  |  |  |
| ZrC | | |  |  |  |  |  |  |  |
| HfC | | | |  |  |  |  |  |  |
| VC | | | | |  |  |  |  |  |
| NbC | | | | | |  |  |  |  |
| TaC | | | | | | |  |  |  |
| Cr_3C_2 | | | | | | | |  |  |
| Mo_2C | | | | | | | | |  |
| WC | | | | | | | | | |

-  Volle Mischbarkeit
-  Mischungsluecke bei tiefen Temperaturen
-  Unmischbarkeit
-  Temperaturabhaenglge Loeslichkeit nichtisotyper Phasen

Mischbarkeit der Carbide im festen Zustand




























Bild 2






| | TiN | ZrN | HfN | VN | NbN | TaN | CrN | MoN | WN |
|-----|-----|-----|-----|----|-----|-----|-----|-----|----|
| TiN | | ○ | ○ | ○ | ● | ● | ○ | ⊗ | ? |
| ZrN | | | ○ | ● | ● | ● | ● | ⊗ | ? |
| HfN | | | | ● | ● | ● | ● | ⊗ | ? |
| VN | | | | | ● | ● | ○ | ⊗ | ? |
| NbN | | | | | | ● | ⊕ | ⊕ | ? |
| TaN | | | | | | | ⊕ | ⊕ | ? |
| CrN | | | | | | | | ○ | ○ |
| MoN | | | | | | | | | ○ |
| WN | | | | | | | | | |

- Volle Mischbarkeit
- Teilmischbarkeit (temperaturabhängig)
- Unmischbar
- ⊕ Ternäre Phasen
- ⊗ Löslichkeit in Abhängigkeit von der Stoechiometrie

Mischbarkeit der Nitride

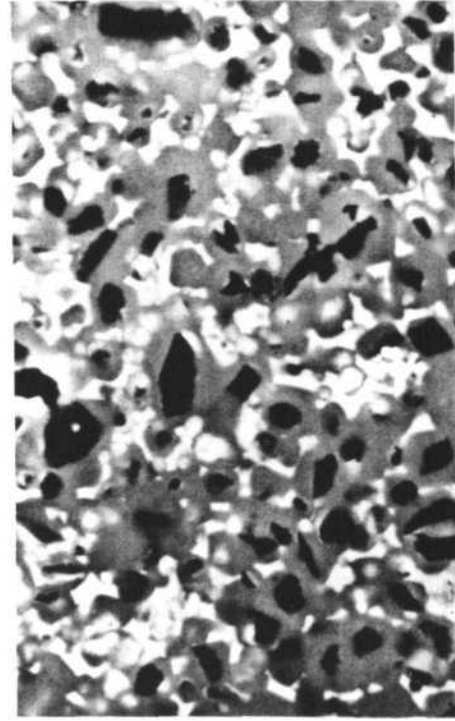
Bild 3

| | TiN | ZrN | HfN | VN | NbN | TaN | CrN | MoN | WN |
|--------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------|
| TiC |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| ZrC | |  |  |  |  |  | ? | ? | ? |
| HfC | | |  |  |  |  | ? | ? | ? |
| VC | | | |  |  |  | ? | ? | ? |
| NbC | | | | |  |  | ? | ? | ? |
| TaC | | | | | |  | ? | ? | ? |
| Cr ₃ C ₂ | | | | | | |  | ? | ? |
| Mo ₂ C | | | | | | | |  | ? |
| WC | | | | | | | | |  |

-  Volle Mischbarkeit
-  Temperaturabhaengige Mischbarkeit nichtisotyper Phasen
-  Unmischbarkeit
-  Spinodaler Zerfall
-  Ternaere Phasen

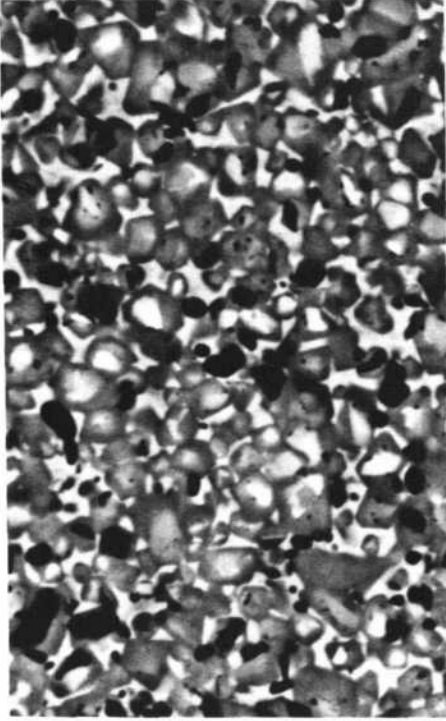
Mischbarkeit der Carbide mit den Nitriden

Bild 4



4 μm

Cermet aus Einzelkomponenten

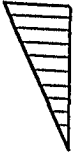


4 μm

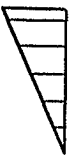
Cermet aus vorlegierten Komponenten

Gefüge von Cermets

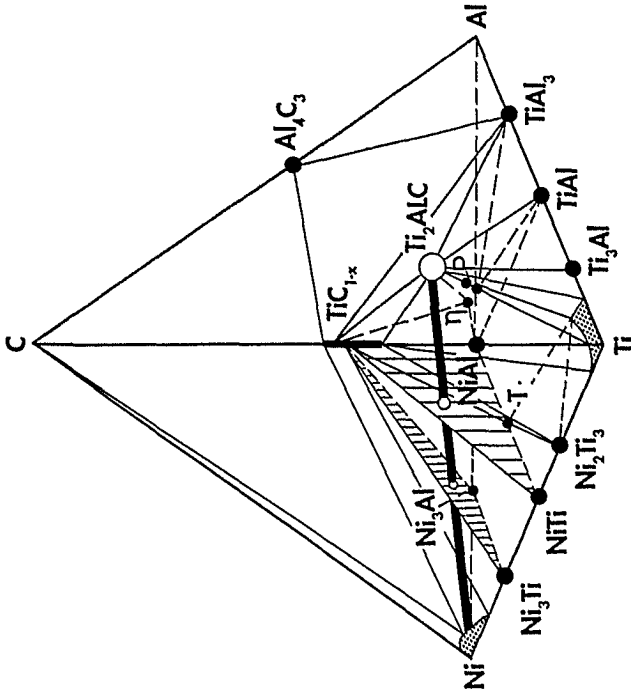
Bild 5



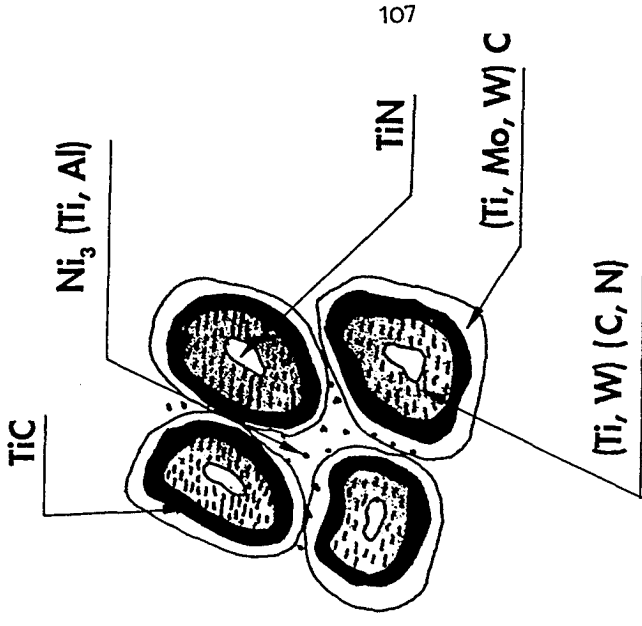
Dreiphasenfeld: $Ni_3Ti + Ni_3(Ti, Al) + TiC$



Dreiphasenfelder: $NiTi + T + TiC$ ($T = Ni_2TiAl$)
bzw.
 $NiAl + T + TiC$



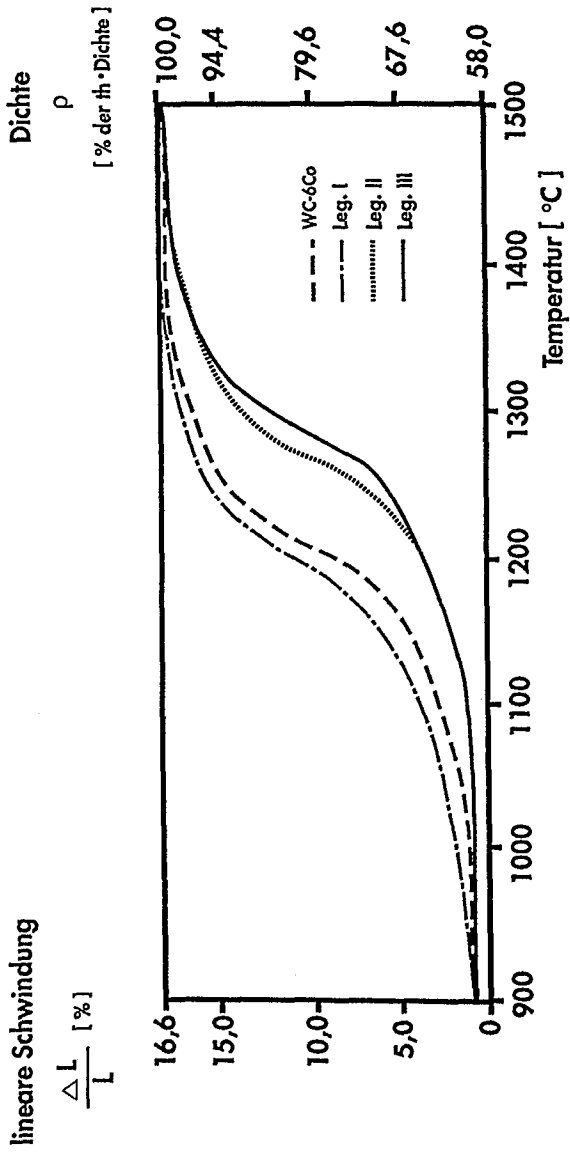
Schematisierte Gleichgewichtsverhältnisse
im System Ni-Ti-Al-C bei 1100°C nach Nowotny et al.



Schematischer Aufbau der
Gefügestruktur

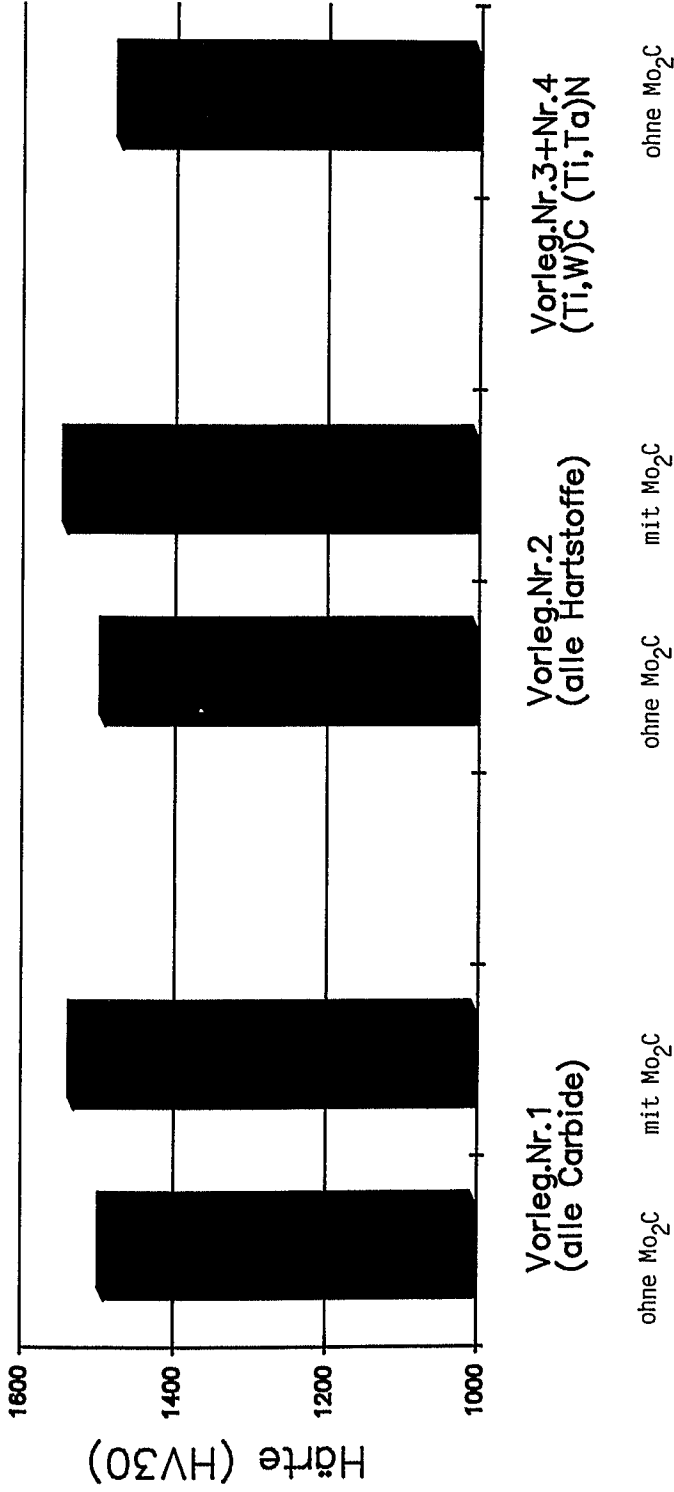
Gleichgewichtsverhältnisse Ti_2AlC -haltiger Cermets

Bild 6



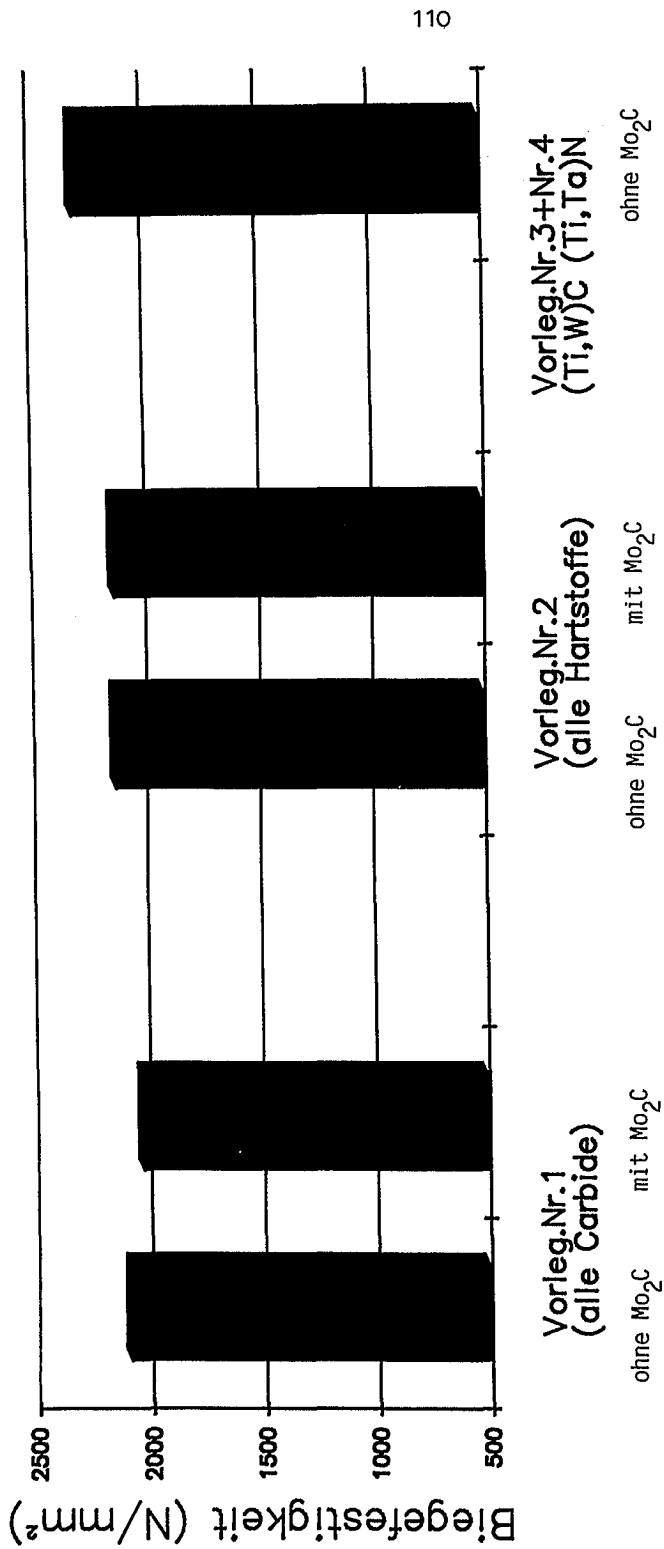
**Lineare Schwindung und Dichte eines WC-6Co-Hartmetalls
und verschiedener Cermets beim Sintern**

Bild 7



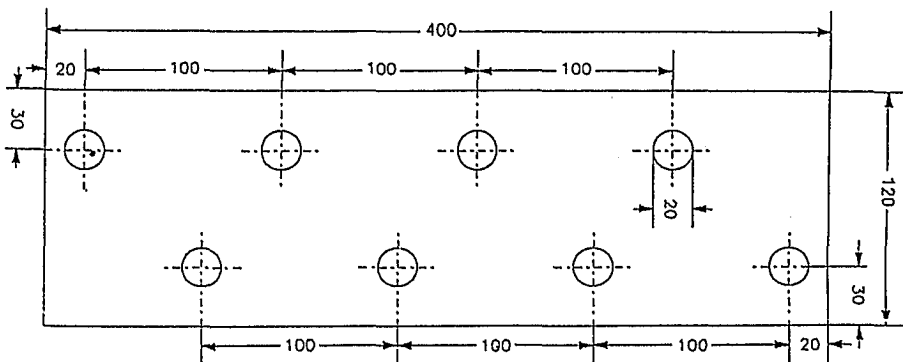
**Härte von Cermetlegierungen mit 16,7 Massen% Bindemetal
aus verschiedenen Vorlegierungen**

Bild 8



**Biegefestigkeit von Cermetlegierungen mit 16,7 Massen% Bindemetall
aus verschiedenen Vorlegierungen**

Bild 9



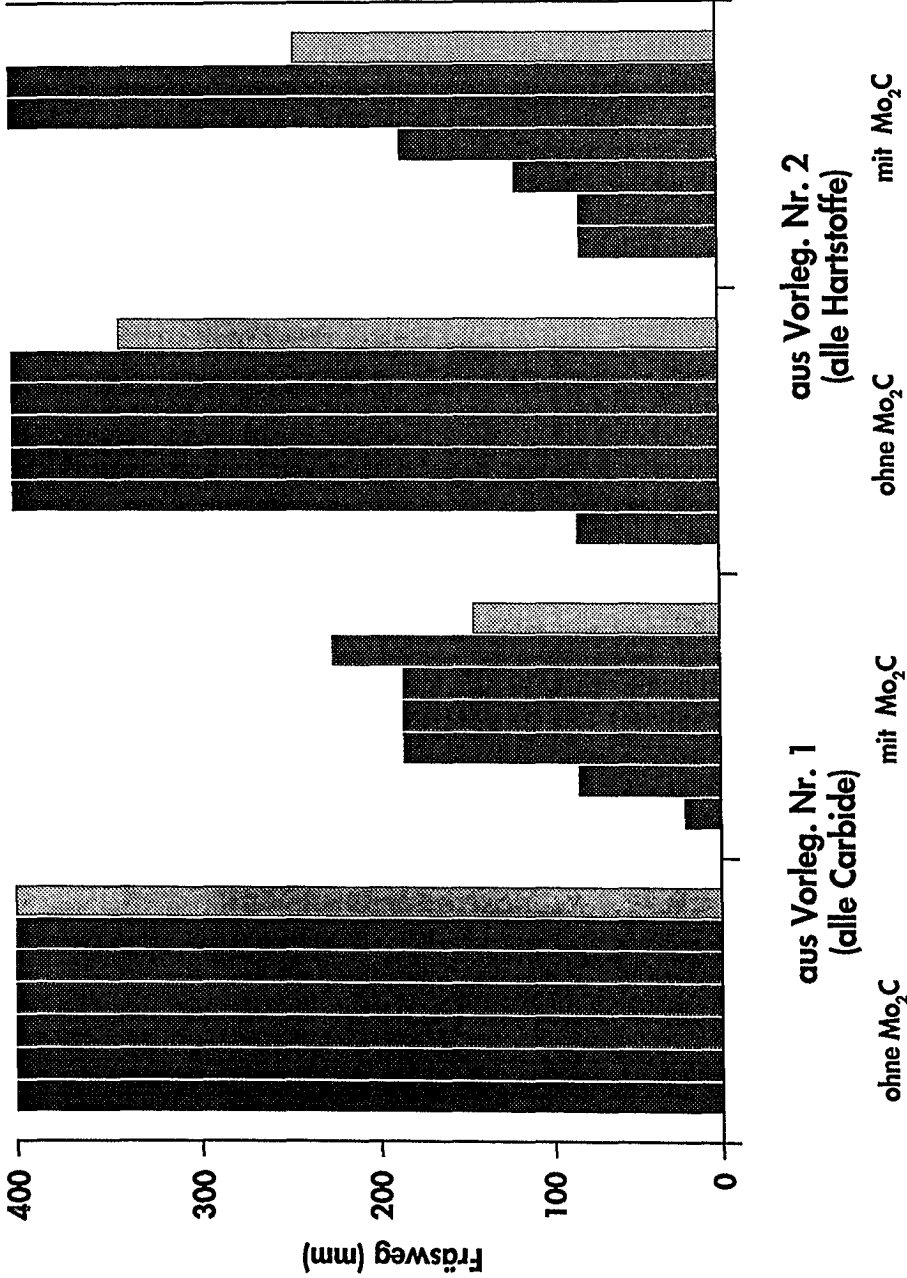
Werkstückstoff: 42CrMo4V; Festigkeit 900 - 1000 N/mm²

**Werkstück mit Bohrungen für den Fräsest
mit zusätzlich unterbrochenem Schnitt**

Bild 10

■ Einzelwerte
 ▨ Mittelwerte

Fräser M40, D 150 mm, mittig
 Werkstückstoff:
 42 CrMo4V mit 8 Bohrungen,
 980 N/mm²
 WSP-Form:
 SPKN 1203 EDR
 Schnittdaten
 v_c: 150 m/min
 a_p: 1,5 mm
 f: 0,20 mm



aus Vorleg. Nr. 1 (alle Carbide) ohne Mo₂C mit Mo₂C
 aus Vorleg. Nr. 2 (alle Hartstoffe) ohne Mo₂C mit Mo₂C
Fräsen mit Cermets aus verschiedenen Vorlegungen
 (16,7 Massen-% Bindemittel)

Bild 11

Einsatz von WC, TiC und VC in Teilchenverbundwerkstoffen für PM/HIP-Beschichtungen

Vortragender:

C. Willems, Thyssen Guss AG, Feingußwerk Bochum

Einleitung

Häufige Ausfallursache von Umformwerkzeugen ist Verschleiß; im Fall von Schmiedegesenken ca. 70 %, Bild 1. Die unterschiedlichen Verschleißmechanismen sind Adhäsion, Abrasion, Tribooxidation und Oberflächenzerrüttung /1/.

Großen Einfluß auf das Verschleißverhalten heutiger Warmarbeitsstähle haben Gefügeveränderungen in der Werkzeugrandzone, da diese als thermodynamisch offenes System zu betrachten ist, dem periodisch thermische und mechanische Energie zugeführt wird.

Das die Randzone bildende metastabile Vergütungsgefüge wird bei jedem Schmiedevorgang aktiviert. Bei Überschreiten einer kritischen Aktivierungsschwelle wird das Gefüge instabil und strebt dann einem neuen Zustand zu, der den Ausgangszustand der Randzone vor dem nächsten Schmiedevorgang darstellt (Rückkopplung).

Untersuchungen im Sonderforschungsbereich 300 an der Universität Hannover haben gezeigt, daß die Randzone im Bereich von Radien aufgrund hoher Kontakttemperaturen bereits beim ersten Schmiedevorgang austenitisiert wird, wodurch generell ein verändertes Lösungsvermögen für die Legierungselemente vorliegt.

Mit zunehmenden Umformschritten und damit verbundenen zyklischen Temperaturwechseln und chemischen Potentialunterschieden kommt es in der Randzone zu Entmischungsvorgängen sowie zu Polygonisation und Rekristallisation. Der Werkstoff wird weicher, durch Adhäsion kommt es zu Materialverschiebung und letztlich zu Materialabtrag /2/.

Um dieser Problematik zu begegnen, muß das Gefüge der Randzone dahingehend modifiziert werden, thermomechanisch und thermochemisch - oder zumindest reaktionskinetisch - höhere Stabilität aufzuweisen als die heute üblichen Warmarbeitsstähle. Dies beinhaltet höhere Warmfestigkeit bzw. -härte, geringere Adhäsionsneigung und höhere Korrosionsbeständigkeit der Werkzeugrandzone.

Teilchenverbundwerkstoffe und Pulvermetallurgie

Hier bietet sich als ein Lösungsansatz an, Umformwerkzeuge bzw. deren gefährdete Randzonen aus Teilchenverbundwerkstoffen herzustellen, die, je nach Anforderung,

aus einem geeigneten Matrixmetall oder -Legierung als Bindematerial und einer oder mehreren Hartstoffphasen bestehen, Bild 2.

Ausgehend von den Anforderungen an den Teilchenverbundwerkstoff erfolgt die Auswahl des Bindemetalls zur gezielten Anpassung an Zähigkeit, Bearbeitbarkeit und Korrosionsbeständigkeit. Der Hartstoffanteil dient zur Optimierung der Härte, Warmhärte und Verschleißfestigkeit.

Nicht nur durch die Wahl der Matrixwerkstoffe und der Hartstoffe sondern auch durch die Variation der Gefügeparameter wie Volumenanteil, Korngröße, -form und -verteilung der Hartstoffphase sind Eigenschaftssteuerungen in weitem Bereich möglich.

Zur Einstellung bestimmter Gefügeparameter und bei Verwendung hochschmelzender Metalle, Legierungen und Hartstoffe in den Teilchenverbundwerkstoffen bietet sich die Pulvermetallurgie an. In Verbindung mit dem heißisostatischen Pressen und einer geeigneten Kapseltechnik lassen sich so Teilchenverbundwerkstoffe für Umformwerkzeuge bzw. Beschichtungen mit nahezu 100 % Dichte herstellen, was sich auf die mechanischen Kenngrößen sehr positiv auswirkt.

Gefüge dieser Art sind weder schmelzmetallurgisch noch durch Sintern allein zu erreichen. Daß dennoch in der Praxis eine Vielzahl von Problemen auftreten können, soll hier am Beispiel einiger Entwicklungen von Teilchenverbundwerkstoffen aufgezeigt werden, Bild 3.

Als Bindematerial bieten sich Stähle sowie Nickel- und Kobaltlegierungen an, wobei letztere aufgrund ihres höheren Preises nur in Sonderfällen zum Einsatz kommen. Hier sollten aus Homogenitätsgründen nur rasch erstarrte, inertgasverdünnte Pulver verwendet werden.

Als Hartstoffe wurden je ein karbidischer Vertreter der 4., 5. und 6. Nebengruppe des PSE ausgewählt: TiC, VC und WC.

Near-Net-Shape-Technik

Zur Rohstoffeinsparung und zur Verringerung des Bearbeitungsaufwandes wird in der Pulvermetallurgie die Near-Net-Shape-Technik angewendet. Das Pulver bzw. die Pulvermischung wird in eine Blechkapsel gefüllt, die nach dem Verdichtungs Vorgang durch das heißisostatische Pressen nahe der späteren Endkontur liegt, Bild 4. Diese Technik läßt sich jedoch nicht dort anwenden, wo die Pulvermischungen nur geringe Klopfdichten unter 55 % aufweisen, da die Kapsel infolge fehlender Stützwirkung des Pulvers zunächst bei Verdichtungsbeginn entsprechend ihres Eigenspannungszustandes ein Eigenleben entwickelt und dahin schrumpft, wohin sie will. Die Klopfdichten der Pulvermischungen ließen sich eventuell durch richtige Frak-

tionierung verbessern, es stellt sich jedoch die Frage, ob diese Fraktion dann den geforderten Gefügeparametern hinsichtlich Hartstoffanteil, -größe, -form und -verteilung entspricht.

Außerdem müssen die Pulvermischungen ausreichende Rieselfähigkeit aufweisen, um wirtschaftliche Füllzeiten erreichen zu können.

Beispiel Stahlmatrix - TiC

Ein Beispiel aus dem Bereich der Teilchenverbundwerkstoffe für Umformwerkzeuge des mittleren Temperaturbereiches soll dies verdeutlichen, Bild 5.

Ferro-Titanit ist der Markenname von Thyssen Edelstahl für pulvermetallurgisch hergestellte, höchstlegierte Stähle, die im weichgeglühten Zustand zerspannt und anschließend auf 68 - 71 HRC gehärtet werden. Ferrotitanit enthält einen Titan-Karbidanteil von etwa 45 Vol%, was zu einem niedrigen spezifischen Gewicht führt. Kombiniert mit einem Stahl mit 13,5 % Cr und 3 % Mo hat dieses Material eine hohe Anlaßbeständigkeit bis etwa 500 °C, eine hohe Warmhärte von ca. 68 - 70 HRC und gute Korrosionsbeständigkeit. Es wird in der Umformtechnik bei Walzführungsrollen, Rohreinziehmatrizen, Fließpressmatrizen u.ä. eingesetzt.

Das Ausgangsmaterial wird durch mechanisches Legieren hergestellt, was eine extrem feine Vermengung von TiC und Stahl bewirkt. Thyssen Edelstahl sintert dieses Material auf eine Dichte von 97 - 98 % . /3/

Werden Bauteile mit einer höheren Dichte gefordert, können diese gesinterten Materialien über heißisostatisches Pressen auf nahezu 100 % theoretische Dichte verdichtet werden. Mittels der Heißisostatischen Preßtechnik wird außerdem eine große Palette von Verbundkörpern für Umformwerkzeuge, z. B. Ziehringe, aus einem Stahlträgermaterial mit einer Ferrotitanit-Schicht versehen.

Variante I in Bild 6 verdeutlicht dabei zwei alternative Vorgehensweisen. Entweder wird vorgesintertes Ferrotitanit mittels Diffusionsschweißen auf den Stahlträger aufgebracht (fest-fest) oder aber es wird Ferrotitanit-Pulver auf das Trägermaterial aufgeht (pulverförmig-fest).

Variante II zeigt einen weiteren Lösungsweg, wie er bei einigen großen Bauteilen in letzter Zeit beschrieben wurde: Heißisostatisches Pressen von Ferrotitanit-Pulver in Kapseltechnik ohne vorheriges Sintern.

Bild 7 zeigt den guten Diffusionsverbund von Ferrotitanit auf vier verschiedenen Stählen nach Variante I (fest-fest).

Der Einsatz des gemahlten Ferrotitanit-Pulvers wirft enorme Probleme bei der Kapselfüllung und dem anschließenden Kapselschrumpf auf.

Erste Ansätze, diesem Problem zu begegnen, liegen in der Verwendung eines Pulvergemisches aus verdüstem Stahlpulver der Richtzusammensetzung der Matrix und TiC-Pulver. Diese Mischung zeichnet sich durch eine Klopfdichte von ca. 62 % und weit verbesserte Rieselfähigkeit aus.

Bild 8 zeigt die gegenüber dem gemahlenen Ferrotitanit völlig veränderten Gefüge im gehipten, im weichgeglühten und im gehärteten Zustand. Die erreichte maximale Härte von 67 HRC liegt dennoch nur wenig unterhalb der des gemahlenen Ferrotitanits, eine Optimierung der Pulvermischung könnte hier noch zu besseren Ergebnissen führen.

Beispiel Nickelbasis - WC

Ein weiteres Problem ergibt sich, wenn große Dichteunterschiede zwischen Matrixmetall und Hartstoff bestehen. Es ist dann oft schwer, homogene Mischungen herzustellen bzw. diese beim Umfüllen in die Kapsel aufrechtzuerhalten. Es treten Entmischungen auf, die zu lokal unterschiedlichem Verhalten des Bauteils führen können. Für eine verschleißfeste und korrosionsbeständige Sonderausführung eines Stempels sollten Mischungen aus zwei Nickelbasislegierungen mit Wolframkarbidanteilen von 20 und 40 Vol % hergestellt werden, um die optimalste Kombination zu ermitteln. Vorversuche mit größeren WC-Teilchen um ca. 200 μm , die der Größe der Matrixpulverkörner entsprachen, scheiterten an der bereits erwähnten starken Entmischungsneigung.

Die Verwendung von WC-Teilchen $< 50 \mu\text{m}$ ergab zwar makroskopisch eine Verbesserung, es traten nach dem Mischen nur noch leichte Schlieren auf, jedoch zeigt die Verteilung der WC-Teilchen im Gefüge ein noch unbefriedigendes Ergebnis, Bild 9.

Um die Matrixpulverkörner herum haben sich Säume von WC gebildet, die partiell von Poren durchsetzt sind. Solche Nester können sich bei der nachfolgenden Bearbeitung negativ auswirken, indem ganze Gefügebereiche ausbrechen und zu unsauberen eventuell sogar korrosionsanfälligen Oberflächen führen. Auffällig ist außerdem, daß das WC Diffusionssäume zeigt, die auf eine chemische Unbeständigkeit in der Matrix hinweisen.

Beispiel Stahlmatrix - VC

Für den Einsatz in Schmiedegesenken müssen Karbide zum Einsatz kommen, die eine relativ hohe Warmhärte bei ausreichender thermo-chemischer Stabilität aufweisen. Da die Karbide der 4. Nebengruppe relativ niedrige Warmhärte zeigen und die Karbide der 6. Nebengruppe vergleichsweise geringe chemische Beständigkeit aufweisen, bieten sich als Kompromiß die Karbide der 5. Nebengruppe an, von denen VC und NbC ideal die Dichtebedingungen erfüllen. /4/

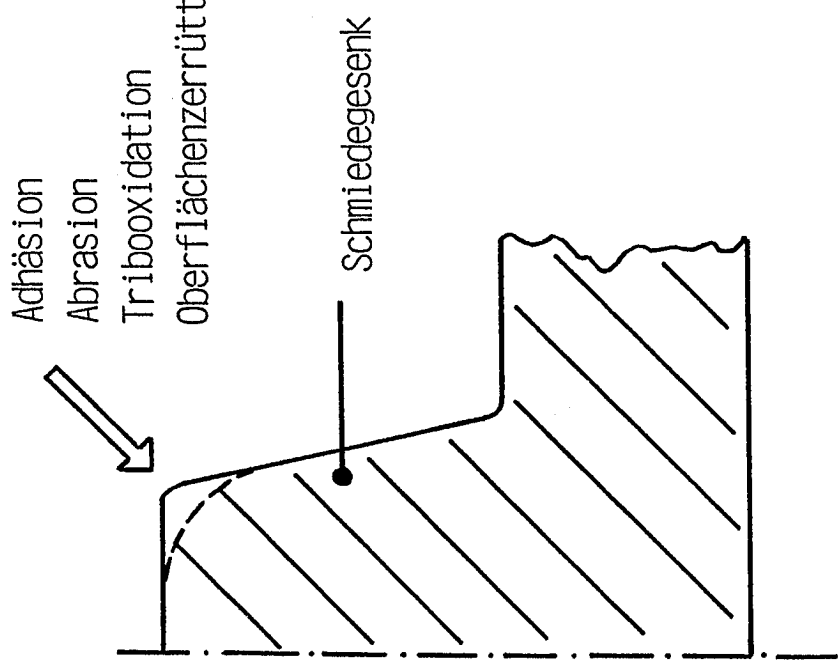
Wegen seiner geringen Dichte ist das VC vor allem aus wirtschaftlichen Gesichtspunkten das interessanteste Carbid dieser Gruppe. Es ruft bei relativ geringen Massezusätzen einen höheren Carbidphasenanteil hervor und trägt außerdem zur Verringerung der dynamischen Kräfte durch die Gesenkmasse bei. Zur Zeit laufen Untersuchungen an Schmiedegeselen, in die ein pulvermetallurgischer über HIP hergestellter Teilchenverbund aus einem Warmarbeitsstahl und Vanadiumkarbid an besonders verschleißrelevanten Stellen eingebracht wurde. Voruntersuchungen an Mischungen aus dem Warmarbeitsstahl und Vanadiumkarbid ergaben in Abhängigkeit vom Vanadiumkarbidanteil die in Bild 10 gezeigten Härtewerte der Mischungen nach der Vergütung zwischen 600 HV 30 für 15 Vol % und 740 HV 30 für 30 Vol %. Die Matrix hat eine Härte von 550 HV 30. Heute übliche Härtewerte der Schmiedegesenke liegen bei 450 HV 30. Bild 11 zeigt die entsprechenden Gefüge in 200facher Vergrößerung. Deutlich ist die Zunahme des VC-Anteils zu erkennen.

Bild 12 gibt in 1000facher Vergrößerung die Matrix zwischen den VC-Teilchen wieder. Es fällt die gute Verbindung zwischen Hartstoff und Matrix auf. Außerdem sind in Abhängigkeit vom VC-Gehalt zunehmend kleine Ausscheidungen zu erkennen, wobei es sich vermutlich um ausgeschiedenes Vanadiumkarbid handelt, das zusätzliche matrixverfestigende Effekte bewirken kann.

Schlußfolgerungen

Es besteht ein enormes Entwicklungspotential für Teilchenwerkstoff-Beschichtungen in Umformwerkzeugen. Zukünftige Entwicklungen zielen auf die Kombination von Hartstoffen in der Matrix, eine Erhöhung des Volumenanteils, die vertiefte Kenntnis von Reaktionsgleichgewichten und die Entwicklung verarbeitungsgerechter Pulvermischungen für die Near-Net-Shape-Technik, vielleicht auch im Hinblick auf gradierte Schichten mit warmharten Oberflächen.

- /1/ Kloos, K. H.
Werkzeugbeanspruchung
in: Stand und Entwicklung der Werkzeugwerkstoffe
VDI-Berichte 432, 1982, S. 1 - 18
- /2/ n.n.
Untersuchung von Reibung und Verschleiß beim Schmieden
in: Arbeits- und Ergebnisbericht, SFB 300 "Werkzeuge und Werkzeugsysteme der Umformtechnik", Teilprojekt A4, 1990
- /3/ n.n.
Ferro-Titanit
Broschüre der Thyssen Edelstahlwerke AG, Krefeld, 1987, S. 5 - 6
- /4/ Schatt, W. (Hrsg.)
Pulvermetallurgie, Sinter- und Verbundwerkstoffe
Hüthig Verlag, Heidelberg, 1988

| | | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------|---------------|
| <p>THYSSEN GUSS AG PHS-Werkstofftechnik</p> | <p>Verschleißmechanismen / Werkzeugrandzone</p> | <p>BILD 1</p> |
| <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 45%;">  <p>Adhäsion Abrasion Tribooxidation Oberflächenzerrüttung</p> <p>Schmiegedesenk</p> </div> <div style="width: 50%;"> <p>Werkzeugrandzone ist offenes System, dem ständig thermische und mechanische Energie zugeführt wird.</p> <p><u>Forderung:</u></p> <p>Thermomechanisch/thermochemisch/reaktionskinetische Stabilität der Werkzeugrandzone, d.h.</p> <ul style="list-style-type: none"> • höhere Warmfestigkeit/-härte • geringere Adhäsionsneigung • höhere Korrosionsbeständigkeit </div> </div> | | |

Teilchenverbundwerkstoff:

Matrixmaterial/Bindematerial
 (Zähigkeit, Bearbeitbarkeit, Korrosionsbeständigkeit)

+ Hartstoffphasen
 (Härte, Warmhärte, Verschleißfestigkeit)

Variation/Gefügeparameter:

Volumenanteil } Breite Variation
 Korngröße } von
 Kornform } Eigenschaften
 Kornverteilung } einstellbar

Verfahren:

Pulvermetallurgie + HeiBisostatisches Pressen

Ziel:

Teilchenverbundwerkstoff mit nahezu theor.
 Dichte; Gefüge weder schmelzmetallurgisch
 noch durch Sintern allein herstellbar

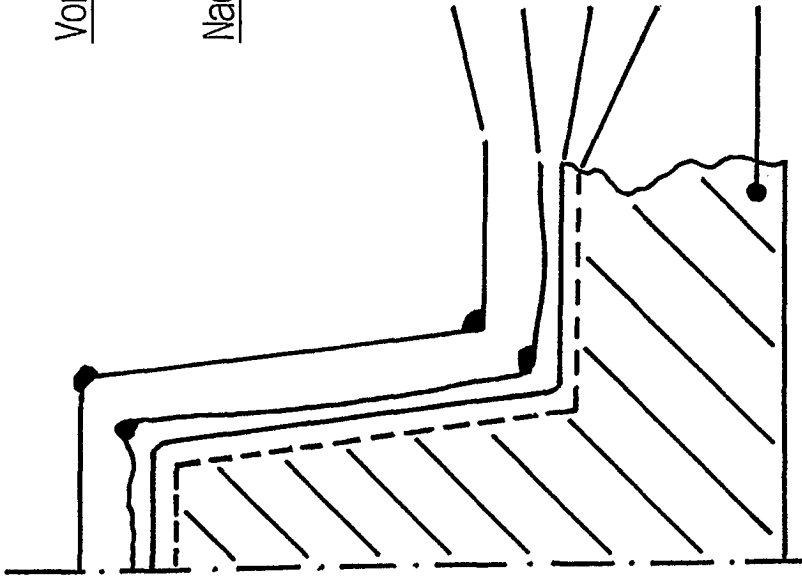
Teilchenverbundwerkstoffe für PM/HIP-Beschichtungen von Umformwerkzeugen der mittleren und höheren Temperaturbereiche

Bindemetalle:

- . Eisen- bzw. Stahl-Basis
- . Nickel-Basis
- . Kobalt-Basis

Ausgewählte Hartstoffe:

- . Titankarbid (TiC, 4. Nebengruppe PSE)
- . Vanadiumkarbid (VC, 5. Nebengruppe PSE)
- . Wolframkarbid (WC, 6. Nebengruppe PSE)

Vorteile:

- Rohstoffeinsparung
- verringerter Bearbeitungsaufwand

Nachteile:

- hohe Klopfdichten erforderlich
- Rieselbarkeit erforderlich

THYSSEN GUSS AG

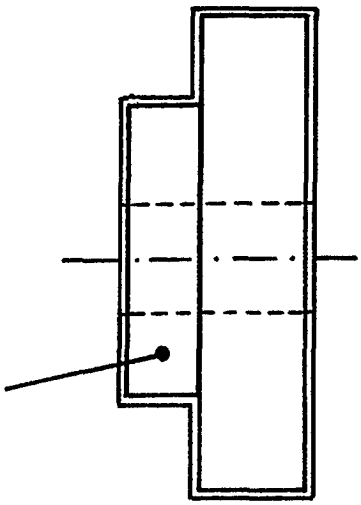
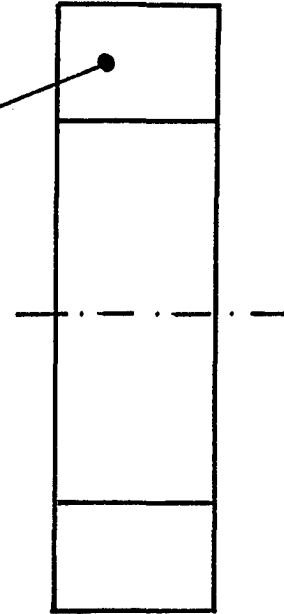
PHS-Werkstofftechnik

Umformwerkzeuge auf Stahl-TiC-Basis

BILD 5

Umformwerkzeuge des mittleren Temperaturbereiches auf Stahl-TiC-Basis
(FERROTITANIT ist ein Markenname der Thyssen Edelstahlwerke)

- . Zerspanbar im weichgeglühten Zustand
- . Härter auf 68 - 70 HRC
- . Titankarbidanteil von 45 vol%
- . Stahlmatrix mit 13,5 % Chrom und 3% Molybdän für hohe Anlassbeständigkeit bis 500°C, hohe Warmhärte, gute Korrosionseigenschaften
- . Anwendung in Walzenführungsrollen, Rohreinziehmatrizen, Fließpreßmatrizen
- . Herstellung durch mechanisches Legieren (Mahlen), extrem feine Vermengung von Stahlmatrix und Titankarbid
- . Sinterdichten 97 - 98 %

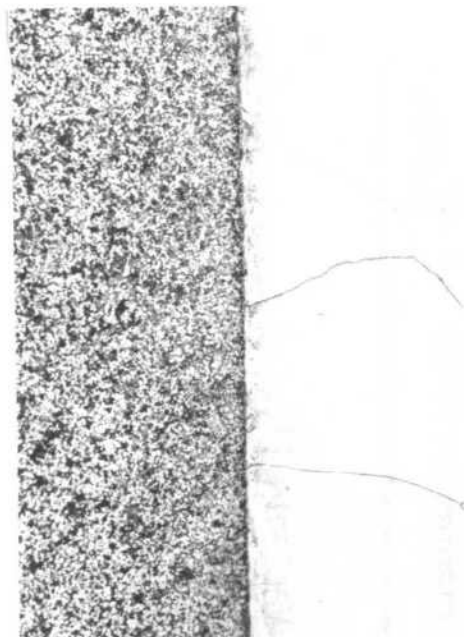
| | | |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------|
| <p>THYSSEN GUSS AG PHS-Werkstofftechnik</p> | <p>FERROTITANIT-Kapselvarianten</p> | <p>BILD 6</p> |
| <p><u>Variante I:</u></p> <p>Diffusionsschweißen von vor- gesintertem Ferrotitanit auf Stahlträger in Kapseltechnik durch HIP bzw. aufhipen von Pulver</p>  <p>Verbundkörper Ferrotitanit auf Stahl</p> | <p><u>Variante II:</u></p> <p>Ferrotitanit-Pulver in Kapsel hipen</p>  <p>Kapsel für Zieherring</p> | |

THYSSEN GUSS AG

PHS-Werkstofftechnik

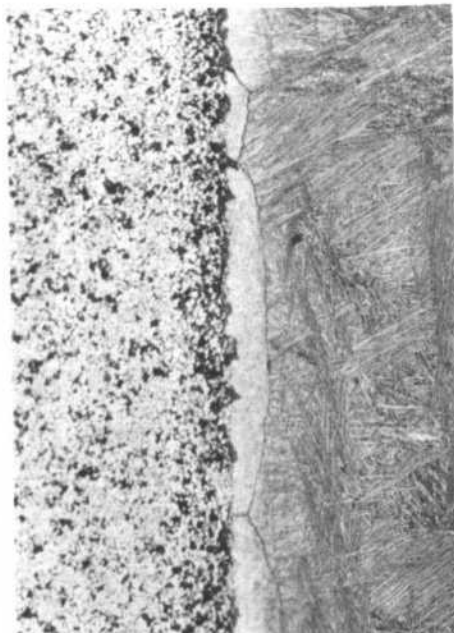
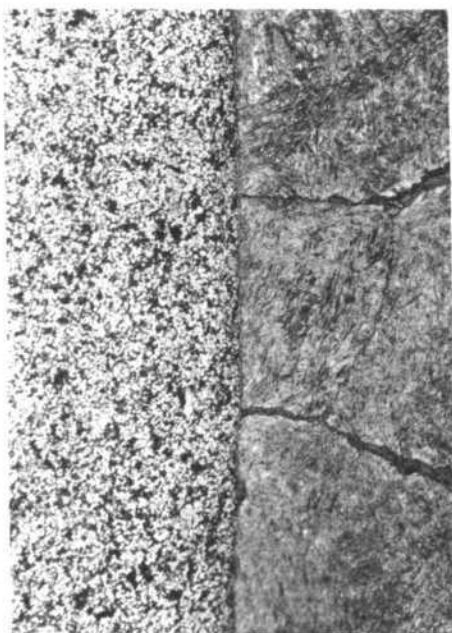
Diffusionsverbund

BILD 7



Ferrotitanit + Ck 45
Schliff-Nr.: 65754 Vergr.: 200 :1

Ferrotitanit + 1.4418
Schliff-Nr.: 65755 Vergr.: 200 :1



Ferrotitanit + 1.4021
Schliff-Nr.: 65756 Vergr.: 200:1

Ferrotitanit + 1.2344
Schliff-Nr.: 65757 Vergr.: 200:1

THYSSEN GUSS AG
PHS-Werkstofftechnik

Stahl - TiC - Pulvergemisch

BILD 8

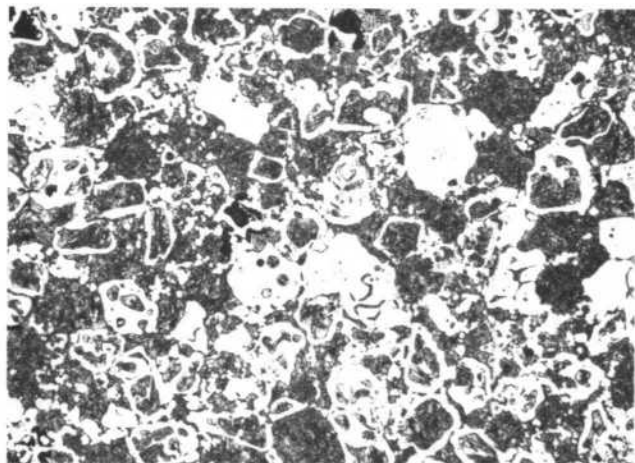


Bild-Nr.: a
Schliff-Nr.: 65580
Proben-Nr.: B/2393
Vergr.: 200 : 1
Sonstiges: "as hiped"

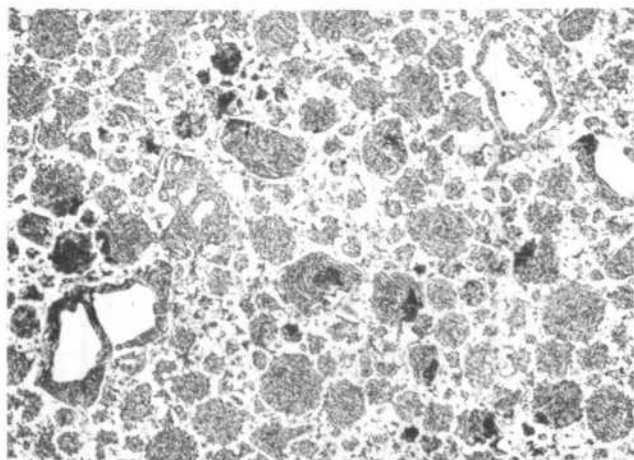


Bild-Nr.: b
Schliff-Nr.: 65549
Proben-Nr.: K 2235
Vergr.: 200 : 1
Sonstiges: "geglüht"
Matrix: 270 HV 100 p
Hartphase: 2450 HV 100 p
Härte: 45 HV 10

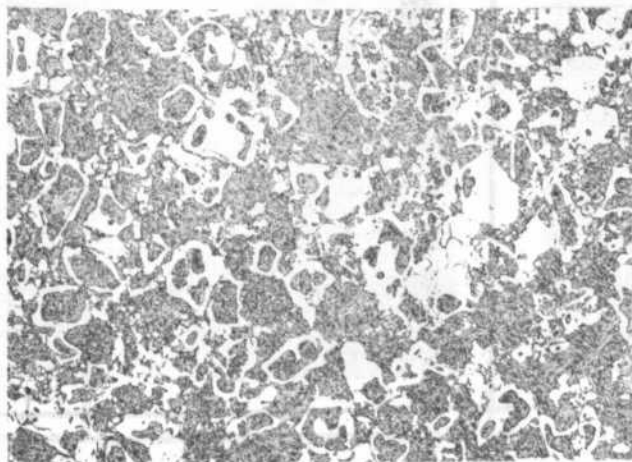
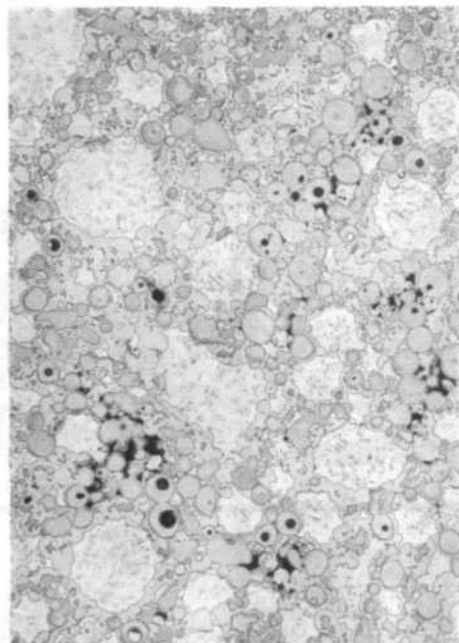
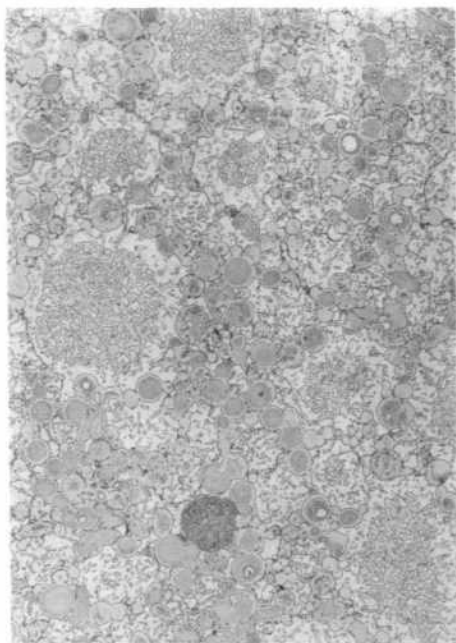


Bild-Nr.: c
Schliff-Nr.: 65550
Proben-Nr.: K 2235
Vergr.: 200 : 1
Sonstiges: "gehärtet"
Matrix: 630 HV 100 p
Hartphase: 2450 HV 100 p
Härte: 67 HV 10

THYSSEN GUSS AG
PHS-Werkstofftechnik

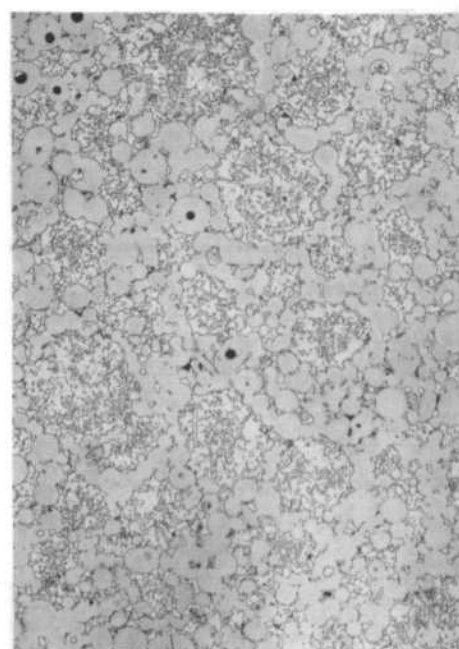
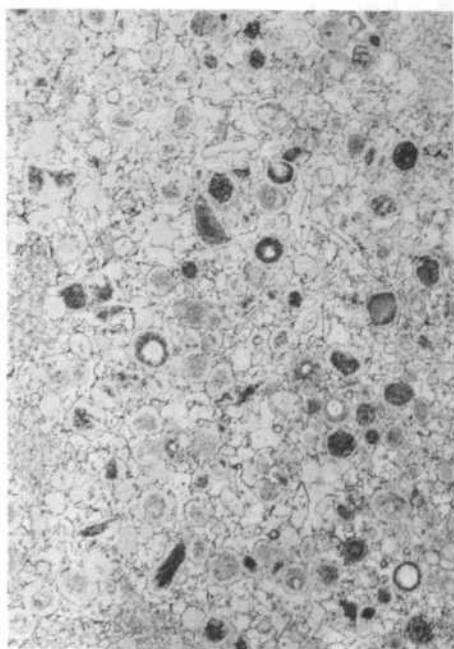
Nickel-Basis + WC

BILD 9



Ni-Basis + 20 Vol % WC
Schliff-Nr.: 65738 Vergr.: 200 :1

Ni-Basis + 20 Vol % WC
Schliff-Nr.: 65739 Vergr.: 200 :1



Ni-Basis + 40 Vol % WC
Schliff-Nr.: 65740 Vergr.: 200 :1

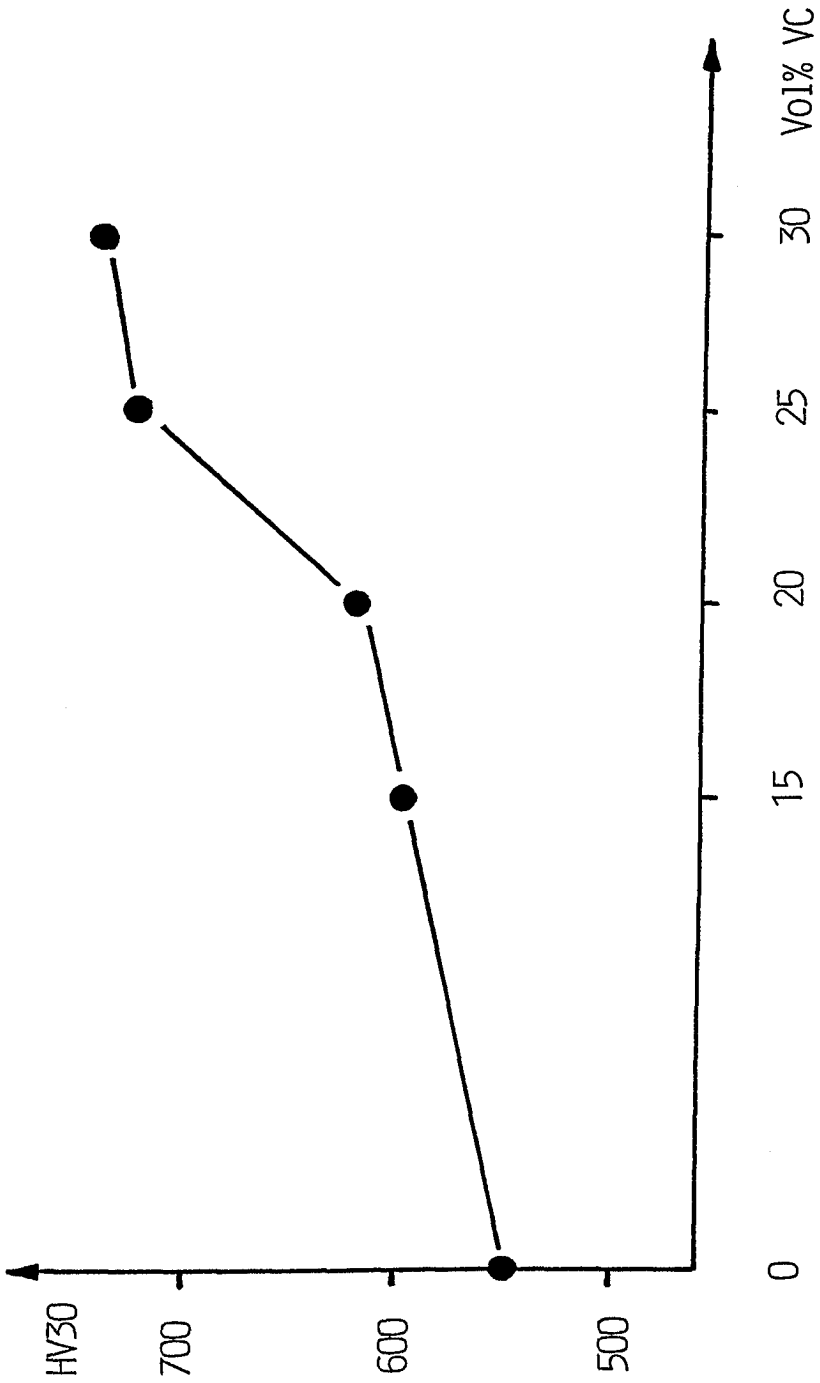
Ni-Basis + 40 Vol % WC
Schliff-Nr.: 65741 Vergr.: 200 :1

THYSSEN GUSS AG

PHS-Werkstofftechnik

Härte über VC-Gehalt in 1.2344

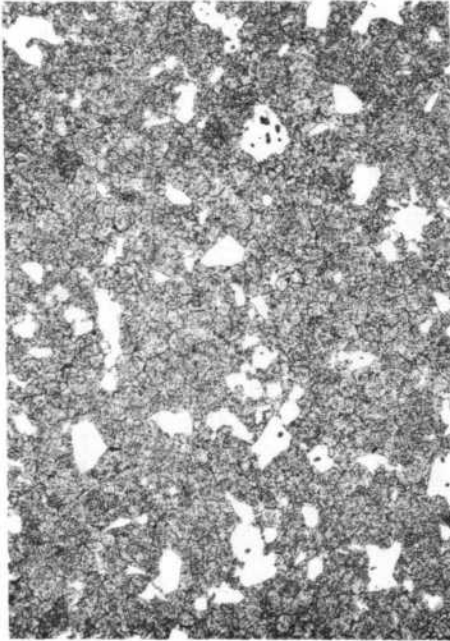
BILD 10



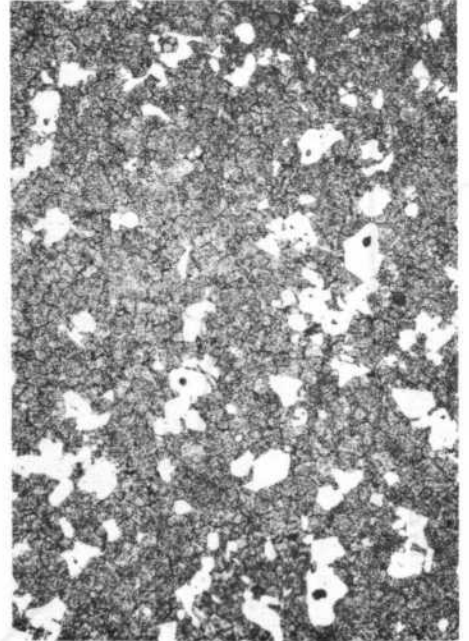
THYSSEN GUSS AG
PHS-Werkstofftechnik

1.2344 + VC

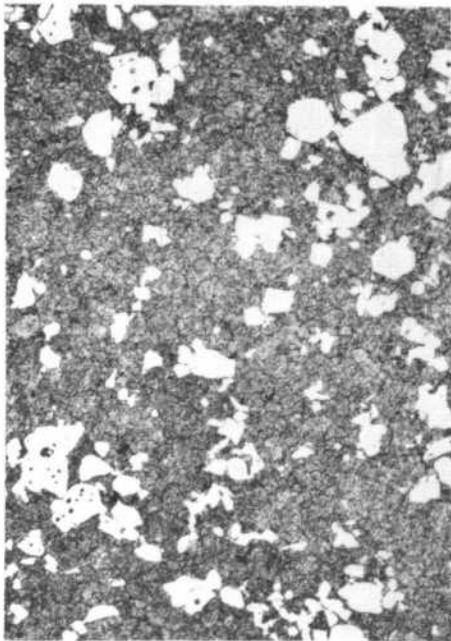
BILD 11



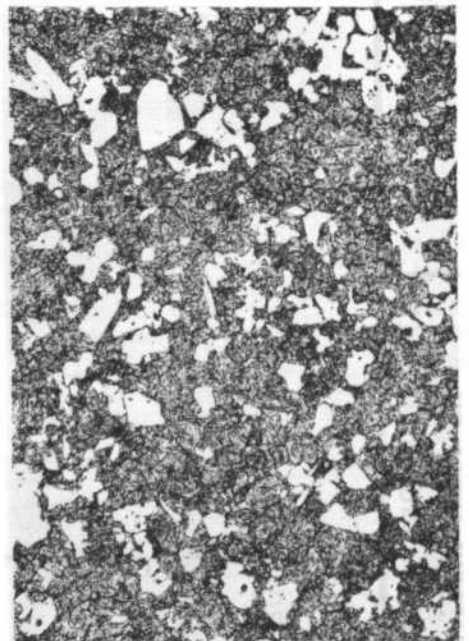
15 Vol % VC
Schliff-Nr.: 66645 Vergr.: 200 :1



20 Vol % VC
Schliff-Nr.: 66646 Vergr.: 200 :1



25 Vol % VC
Schliff-Nr.: 66647 Vergr.: 200 :1

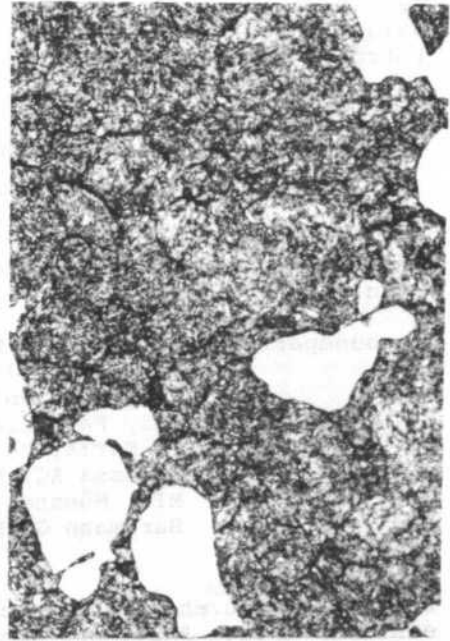
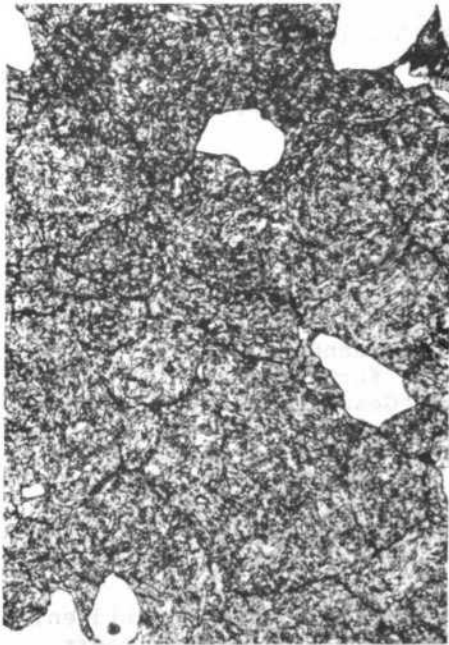


30 Vol % VC
Schliff-Nr.: 66648 Vergr.: 200 :1

THYSSEN GUSS AG
PHS-Werkstofftechnik

1.2344 + VC

BILD 12

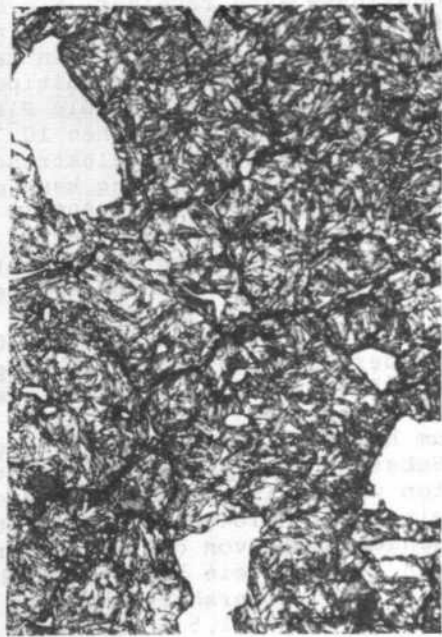
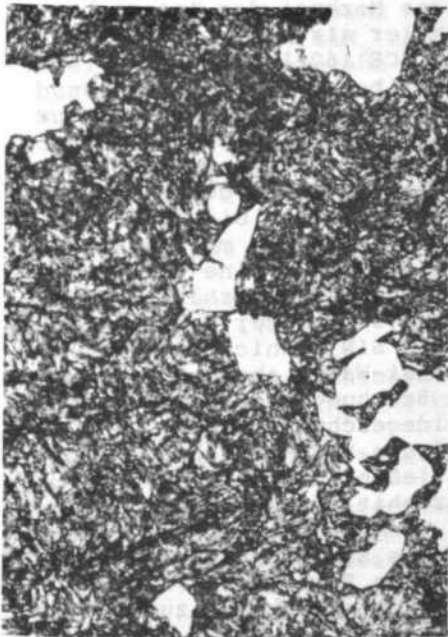


15 Vol % VC

Schliff-Nr.: 66645 Vergr.: 1000:1

20 Vol % VC

Schliff-Nr.: 66646 Vergr.: 1000:1



25 Vol % VC

Schliff-Nr.: 66647 Vergr.: 1000:1

30 Vol % VC

Schliff-Nr.: 66648 Vergr.: 1000:1

"Herstellung von keramischen Hartstoffschichten nach dem CVD-Verfahren und nach dem PECVD-Verfahren mit Mikrowellen-Multipolar-Plasma unterstützt durch DECR (Distributed Electron Cyclotron Resonance)".

M. Hrovat⁽¹⁾, H. Porth⁽¹⁾ und K. Brennfleck⁽²⁾
 NUKEM GmbH, Alzenau⁽¹⁾

SKT Schunk Kohlenstofftechnik, Gießen⁽²⁾

BMFT-Verbundprojekt 03M2036 "Keramische Hartstoffschichten bzw. -materialien aus der Gasphase mit hoher Haftfestigkeit und mechanischer Festigkeit."

Verbundpartner: SKT, Schunk Kohlenstofftechnik, Gießen;
 TU Clausthal, Institut für Metallkunde;
 Bergische Universität Gesamthochschule Wuppertal, Fachbereich Elektronik;
 TU Karlsruhe, Institut für Werkstoffkunde II;
 Degussa AG, Hanau;
 MTU, München;
 Burgmann GmbH, Wolfrathshausen.

Zusammenfassung

Zur Programmdurchführung wurden zwei neue Beschichtungsanlagen, eine CVD-Anlage BA200 und eine PECVD-Anlage RCE160 konzipiert und gebaut. Seit Anfang 1990 sind beide Anlagen in Betrieb und haben sich bewährt. Die BA200 hat einen Innenrohrdurchmesser von 200 mm, mit 190 KW Anschlußwert lassen sich Temperaturen von 2300 °C erreichen. Die Anlage ist für Normal- und Niederdruckbeschichtung geeignet. Der Druck, die Temperatur und die Gasflüsse sind regelbar. Ein besonderes Merkmal der Anlage besteht darin, daß sie sowohl in vertikaler als auch in horizontaler Lage betrieben werden kann. Die RCE 160-Anlage ist gekennzeichnet durch ein Multipolar Distributed Electron Cyclotron Resonance Plasma. Die Plasmaentladung erfolgt im Niederdruck im Bereich zwischen 10^{-2} und 10^{-1} mbar. An das Substrat ist ein zusätzliches elektrisches Potential angekoppelt. Mit einer Induktionsheizung kann das Substrat während des Beschichtungsvorganges bis auf 900 °C aufgeheizt werden. Die durch thermische Zersetzung von MTS hergestellten ca. 4 mm dicken SiC-Schichten haben eine Dichte von $3,2 \text{ g/cm}^{-3}$, eine Vierpunktbiegefestigkeit von 580 MPa bei RT und eine Vickershärte von 32,5 GPa. Die Biegefestigkeit nimmt mit steigender Temperatur zu und beträgt bei 1400 °C 670 MPa. Die Si₃N₄-Schichten wurden in der RCE 160-Anlage auf Graphit und Si-Wafer abgeschieden und folgende Eigenschaften gemessen: Brechungsindex 1,97, Schichtdicke 1,8 µm bei einer Abscheidegeschwindigkeit von $1,7 \text{ µm h}^{-1}$. Die REM-Aufnahmen zeigen, daß die Si₃N₄-Schichten das Substrat gleichmäßig und dicht umschließen. Die Si₃N₄-Schichten wurden in der BA200-Anlage auf Graphit abgeschieden. Bei einer Abscheidegeschwindigkeit von 1 µm min^{-1} wurde eine Schichtdicke von ca. 200 µm erzielt. Die Schlicffaufnahmen zeigen einwandfreie Strukturen ohne jegliche Einschlüsse und Poren. Die Vickershärte beträgt parallel und senkrecht zur Abscheideebene 21,5 GPa.

1. Einleitung

NUKEM verfügt über mehr als 2 Jahrzehnte lange Erfahrung zur Herstellung von Hartstoffschichten und zum Bau entsprechender Anlagen. Zunächst wurden Verfahren und Anlagen zum Beschichten von Kernbrennstoffen für Hochtemperaturreaktoren entwickelt und in den Produktionsmaßstab übertragen. Bereits Ende der siebziger Jahre wurde ein Beschichtungsverfahren für die Fertigung großflächiger CdS/CuS-Dünnschichtsolarzellen entwickelt. Zur Zeit wird eine Pilotanlage zur Herstellung von Solargeneratoren auf der Basis einer neuen photovoltaischen Zelle (MIS-Inversionsschicht-Solarzelle) aufgebaut. Ferner wurde Anfang der achtziger Jahre mit der Fertigung von Siliciumkarbidschichten für die Halbleiterindustrie begonnen. Dazu zählen insbesondere die Substratträger zur Herstellung epitaktischer Schichten. Die Substratträger verschiedener Geometrie bestehen aus Graphit, der mit CVD-SiC dicht umschlossen ist. Bei der Anwendung der Substratträger ergeben sich für die SiC-Beschichtung sehr hohe Anforderungen bezüglich:

- chemische Reinheit
- Gasdichtigkeit
- Homogenität der Schicht
- Gefüge
- Oberflächenbeschaffenheit

Die Abb. 1 zeigt einen faßförmigen und einen plattenförmigen Substratträger (Suszeptor) aus Graphit beschichtet mit SiC.

2. Ziel des Vorhabens

Im Rahmen des Vorhabens werden neben SiC weitere Hartstoffschichten (Si_3N_4 , SiN_x und kubisches BN) entwickelt. Das Ziel ist, Substrate aus Graphit, Silicium, Keramik und Verbundwerkstoffen mit anforderungsgerechten Hartstoffschichten zu beschichten. Dabei werden die Zusammenhänge zwischen der Art des Substrates und der Schicht-Struktur, -Dicke, -Zusammensetzung und -Textur sowie deren verschiedene mechanische bzw. chemische Eigenschaften untersucht.

Im Rahmen des Vorhabens werden zwei Verfahren angewandt:

- Herstellung von Schichten mit dem thermischen CVD-Verfahren (Si_3N_4 und CVD-SiC)
- Herstellung von Schichten mit dem Plasma unterstützten CVD-Verfahren (SiN_x und kubisches BN).

Jedes Verfahren beinhaltet drei Teilziele:

- Grundlegende Schichtentwicklung
- Beschichtung von Bauteilen
- Herstellung einer Testserie

Die Arbeiten sind darauf ausgerichtet, von Anwenderseite spezifizierte Bauteile (Brennkammerauskleidung, Gießwerkzeuge,

Gleitringdichtungen) mit geeigneten Schichten zu beschichten und bei Anwendern praxisorientiert zu testen.

3. Aufbau der Anlagen

Zur Herstellung der vorgenannten Schichten wurden 2 neue Anlagen, CVD-Anlage BA200 und PECVD-Anlage RCE160 aufgebaut und in Betrieb genommen.

3.1 BA200-Anlage

Die BA200-Anlage hat einen Arbeitsrohrdurchmesser von 200 mm. Um das Arbeitsrohr ist eine Graphit-Widerstand-Lattenheizung angeordnet. Mit 190 KW Anschlußwert ist eine hohe Leistung installiert, damit Temperaturen von etwa 2300 °C sicher erreicht werden, eine Voraussetzung für das Ausglühen von Substraten vor der Beschichtung. An der Anlage sind die wichtigen Prozeßparameter Druck, Gasflüsse und Temperatur regelbar. Die Anlage ist durch eine SPS-Steuerung frei programmierbar. Es ist sichergestellt, daß bei einer unzulässigen Veränderung des Betriebszustandes wie z. B. Druck, Temperatur, Kühlung, die Anlage selbsttätig in eine sichere Stellung umgeschaltet wird. Die Anlage kann sowohl vertikal als auch horizontal betrieben werden. Die Abb. 2a zeigt die vertikale, die Abb. 2b die horizontale Anordnung. Die Anlage ist für Normal- und Niederdruckbeschichtung geeignet, der Prozeßdruck kann im Bereich von 1 bis 1000 mbar durch ein im Bypass geschaltetes Membranventil geregelt werden. Die Abb. 3a zeigt die Detailaufnahme mit Vakuumpumpstand und Drucksicherheitssystem. Das Gasverteilersystem besteht aus 2 koaxial angeordneten Stahlrohren, wobei durch das innere Rohr NH_3 strömt und durch das umgebende Rohr mit Ar bzw. H_2 verdünntes SiH_2Cl_2 geleitet wird. Die Rohre münden in einen Verteilerkopf aus Molybdän, in der eine mit Austrittbohrungen versehene Graphitplatte eingebaut ist. Das Gasverteilersystem kann mit Hilfe eines Motors wahlweise während der Beschichtung gedreht werden. Damit ist sichergestellt, daß keine Reaktion der beiden Beschichtungsgase im Zuleitungssystem erfolgt. Die Abb. 3b zeigt die Detailaufnahme vom unteren Ofenbereich mit Gasverteilersystem und den Elektroden.

3.2 RCE160-Anlage

Die RCE160-Anlage ist geeignet zum Beschichten nach dem PECVD-Verfahren. In der RCE160-Anlage wird ein Mikrowellen Multipolar Distributed Plasma mit Magnetron Verstärkung (ECR = Electron-Cyclotron-Resonance-Verfahren) bei einer Mikrowellen-Frequenz von 2,45 GHz erzeugt. Die Mikrowellen werden durch 8 Antennen in den Reaktor eingespeist, an dessen wassergekühlter Außenwand Permanentmagnete angeordnet sind. Durch eine geschickte Anordnung wird gewährleistet, daß beim Plasmabrennen eine Wechselwirkung zwischen dem Plasma und der Reaktorinnenwand weitgehend vermieden wird. Die Mikrowellen-Beschichtungskammer besteht aus Edelstahl mit den

Innenabmessungen: Durchmesser 300 mm, Höhe 250 mm. Mit einer Induktionsheizung kann das Substrat während des Beschichtungsvorganges bis auf ca. 900 °C aufgeheizt werden. An das Substrat kann ein zusätzliches Potential (BIAS) angekoppelt werden. Die Anlage ist mit einer leistungsfähigen Turbomolekularpumpe ausgestattet, das Saugvermögen beträgt 900 l s^{-1} . Die Plasmaentladung erfolgt im Niederdruck, vorzugsweise im Bereich zwischen 10^{-2} und 10^{-4} mbar. Das DECR-Plasma ist weitgehend homogen und somit auch für eine dreidimensionale Beschichtung geeignet. Die Druckregelung erfolgt durch ein im Ansaugstutzen angebrachtes Schmetterlingsventil. Die Gasflüsse, BIAS-Spannung und die Substrattemperatur sind ebenfalls regelbar. Die Abb. 4a zeigt die Gesamtanlage und die Abb. 4b die Detailaufnahme mit Substratträger, Tiegel und Kühlglocke.

4. Ergebnisse

4.1 CVD-SiC

Im Anschluß an die Herstellung von SiC-Schichten für Suszeptoren wurde angestrebt bei einer möglichst hohen Abscheidegeschwindigkeit möglichst dicke Schichten von mehreren Millimetern herzustellen. Als Substrat dienten Ronden aus Graphit, deren Eigenschaften, insbesondere die thermische Ausdehnung, auf den Beschichtungswerkstoff abgestimmt ist. Bei der SiC-Abscheidung wurde eine Schichtdicke von 3-5 mm angestrebt, mit dem Ziel, daraus Testproben mit Standardabmessungen auszuarbeiten. Als Beschichtungsgas diente Methyltrichlorsilan und als Prozeßgas Wasserstoff. Beim Prozeßdruck von 1035 mbar betrug die Beschichtungstemperatur 1550 °C. Unter diesen Bedingungen betrug die Aufwachsrate $11 \mu\text{m min}^{-1}$. Bei der Beschichtung wurden die Graphitronden frontal angeströmt. Nach der Entfernung des Graphitträgermaterials wurden aus der SiC-Scheibe Teststäbchen mit den Abmessungen 3 x 4 x 45 mm durch Trennschleifen ausgearbeitet und anschließend poliert und geläppt. Die Abb. 5 zeigt die Schlifffaufnahmen bei 20-facher Vergrößerung ungeätzt und bei 300-facher Vergrößerung geätzt. Die Dicke der CVD-SiC-Schicht beträgt ca. 4 mm. Die Struktur ist sowohl im unteren als auch im oberen Bereich der Abscheideebene weitgehend isotrop. Die REM-Aufnahmen in der Abb. 6 deuten bei 1000- und 3000-facher Vergrößerung ebenfalls auf eine isotrope Struktur hin. Die Kriechuntersuchungen bei 1450 °C und einer aufgelegten Spannung von 220 MPa ergaben, daß der Werkstoff extrem formstabil ist. Die Dehnung während der Versuchszeit von 45 h betrug 1,2 %, was einer sehr günstigen minimalen Kriechgeschwindigkeit von $3 \times 10^{-6} \text{ h}^{-1}$ entspricht. Die weiteren physikalischen Eigenschaften sind in der Abb. 7 zusammengestellt. Mit 32 GPa liegt die Vickershärte relativ hoch. Alle Werte unabhängig von der Abscheideebene liegen in einem sehr engen Bereich von $\chi_{\text{min}} = 31,1$ und $\chi_{\text{max}} = 32,7$ GPa. Der Dichtewert von $3,2 \text{ g cm}^{-3}$ entspricht der theoretischen Dichte. Die Vierpunktbiegefestigkeit bei RT beträgt 580 MPa und nimmt mit steigender Temperatur zu und liegt bei 1400 °C bei 670 MPa. Der entsprechende Wert für gesinterten SiC hoher Qualität liegt bei RT um 20 % und bei 1400 °C um den Faktor 3 niedriger.

Die Zunahme der Biegefestigkeit mit steigender Temperatur ist besonders hervorzuheben. Ein analoges Verhalten zeigt auch Graphit, bei dem ebenfalls bei steigenden Temperaturen die Festigkeiten zunehmen. Der E-Modul beträgt 390 GPa und stimmt mit den Werten für gesintertes SiC gut überein. Er nimmt mit steigender Temperatur ab und beträgt bei 1400 °C 290 GPa.

4.2 CVD-Si₃N₄

Analog dem CVD-SiC wurden die Si₃N₄-Schichten auf Graphitronen abgeschieden. Als Prozeßgase dienten SiH₂Cl₂ und NH₃, als Trägergas wahlweise H₂ oder Ar. Die besten Ergebnisse wurden bisher unter folgenden Bedingungen erzielt:

| | |
|--------------------------------------------------------------|--------------------------|
| Prozeßdruck | 4 mbar |
| Substrattemperatur | 1120 °C |
| Verhältnis NH ₃ /SiH ₂ Cl ₂ | 6:1 |
| NH ₃ Gasmenge | 1,2 Nl min ⁻¹ |
| H ₂ Gasmenge | 4 Nl min ⁻¹ |

Unter diesen Bedingungen wurde eine Abscheiderate von 1 µm min⁻¹ erzielt. Die Schlifffaufnahmen in der Abb. 8 zeigen, daß die abgeschiedenen Schichten dicht, ohne Einschlüsse und mit dem Graphitsubstrat übergangslos verbunden sind. Die Vickershärte beträgt parallel und senkrecht zur Abscheideebene 21,5 GPa. Die weiteren Untersuchungen stehen noch aus.

4.3 Siliciumnitrid SiN_x

Aufbauend auf die Erfahrungen bei der Herstellung von Siliciumnitrid für MIS-Inversionsschicht-Solarzellen, wurden bei der Beschichtung als Substrat zunächst Wafer eingesetzt und an den abgeschiedenen Schichten der Brechungsindex und die Schichtdicke bestimmt. Der Brechungsindex gibt Aufschluß über die stöchiometrische Zusammensetzung der Siliciumnitridschichten. Für reines SiO₂ beträgt er 1,55, bei Oxinitridschichten steigt er an und liegt bei Si₃N₄ im Bereich von 1,97 bis 1,99. Werte, die oberhalb von 2 liegen, deuten auf freies Silicium hin.

Bei den Versuchen wurden folgende Parameter untersucht:

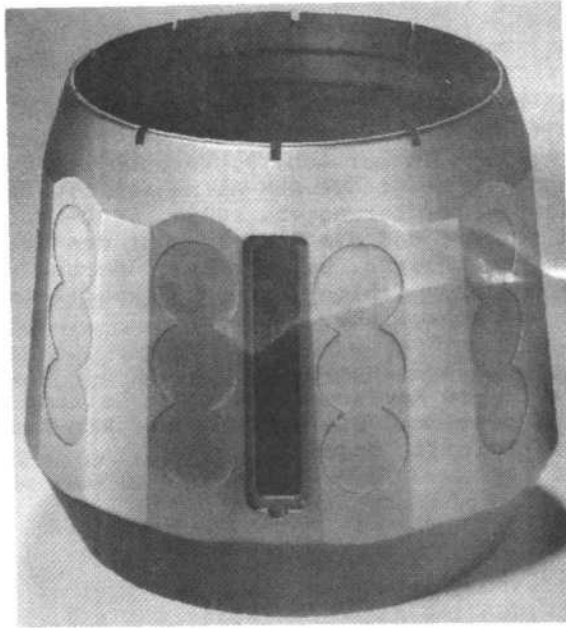
- Gasflüsse von SiH₂Cl₂, NH₃, N₂ und H₂
- Substrattemperatur
- Prozeßdruck
- Substratpotential (BIAS)

mit dem Ziel, bei einer möglichst hohen Abscheiderate, den Brechungsindex von etwa 1,97 zu erreichen. Die Versuchsergebnisse sind in der Abb. 9 zusammengestellt. Die Abbildung zeigt, daß die Aufwachsrate mit steigendem Druck zunimmt. Der Brechungsindex und damit die chemische Zusammensetzung (Stöchiometrie) wird stark von der Zusammensetzung der Prozeßgase, von der Substrattemperatur und von dem Substratpotential (BIAS) beeinflusst. Die günstigsten Werte wurden im Versuch

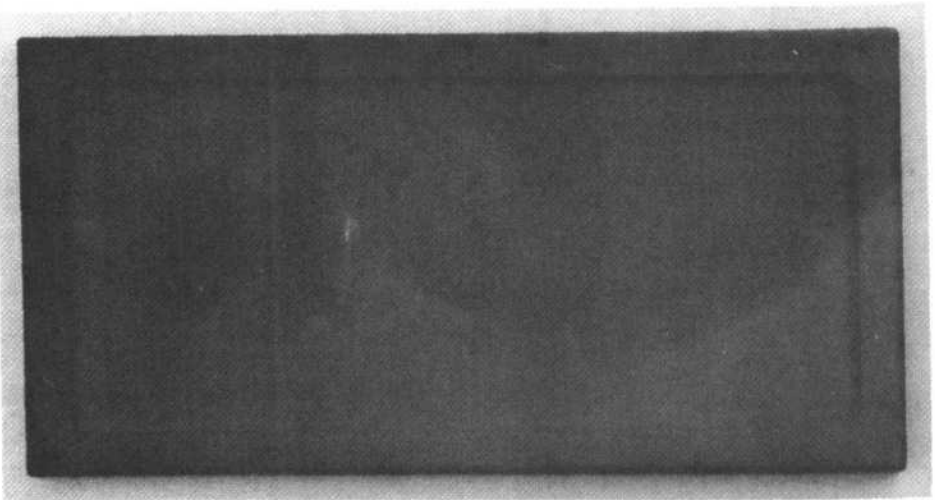
Nr. 3 erzielt.

Im Anschluß an die Versuche mit Si-Wafer wurden auch Scheiben aus Pocographit mit den Abmessungen 10 x 10 cm beschichtet. Die Prozeßparameter sind in der Abb. 9, Versuch Nr. 5, zusammengestellt. Die Abb. 10 zeigt die REM-Aufnahmen mit Sekundärelektronen bei einer Vergrößerung von 1000-, 3000- und 10000-fach. Die Aufnahmen zeigen, daß die SiN_x-Schicht den Graphit gleichmäßig und dicht umschließt. Bei der Vergrößerung von 10000-fach wird deutlich, daß die Schicht mit dem Graphit einwandfrei verbunden ist und eine Einheit bildet.

Die physikalischen Eigenschaften wurden an dem Institut für Werkstoffkunde II, in Karlsruhe unter der Leitung von Herrn Prof. Grathwohl bestimmt. Die Schliff- und REM-Aufnahmen führte Herr Dr. Seibold, Degussa AG durch.



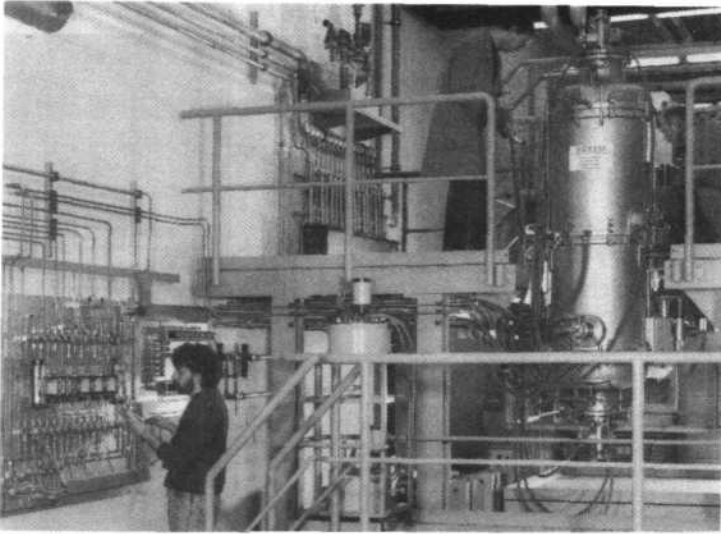
faßförmig



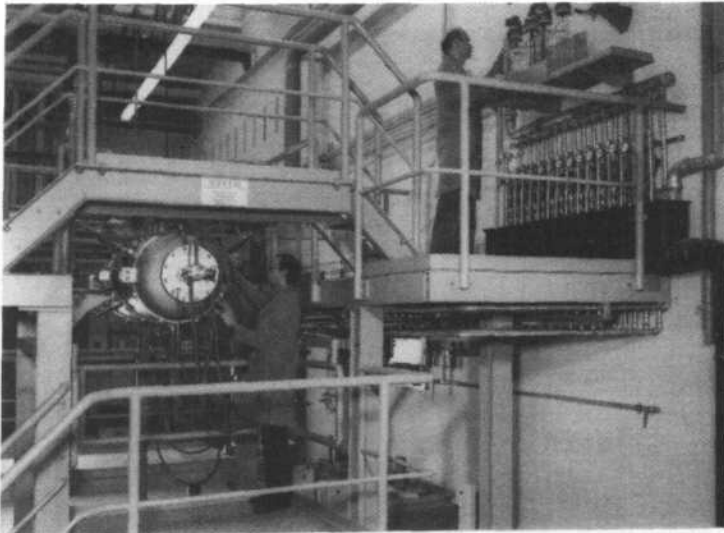
plattenförmig

Substratträger aus Graphit beschichtet
mit SiC

Abb. 1



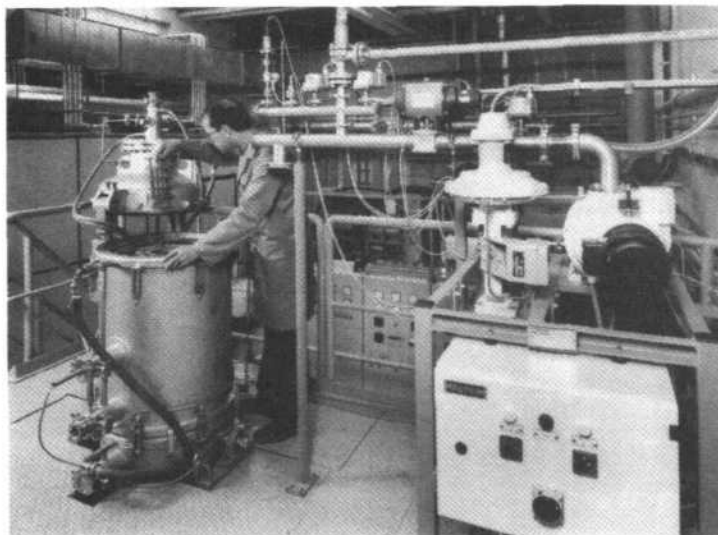
2 a vertikal



2 b horizontal

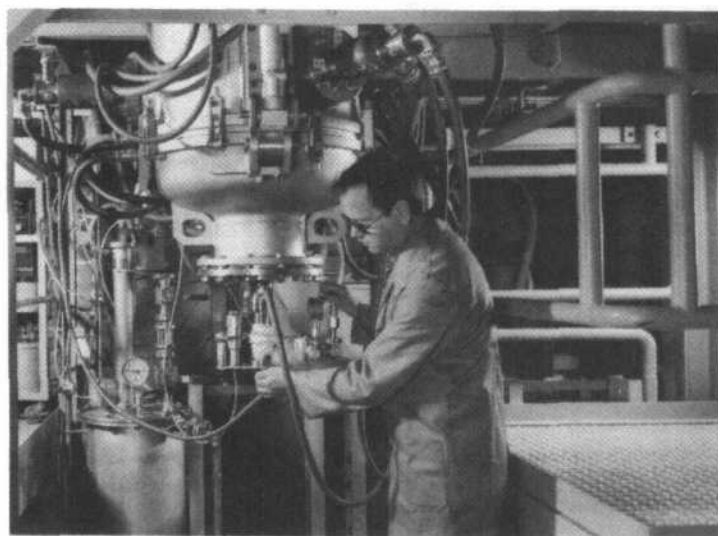
CVD-Beschichtungsanlage BA200

Abb. 2



3 a

oben

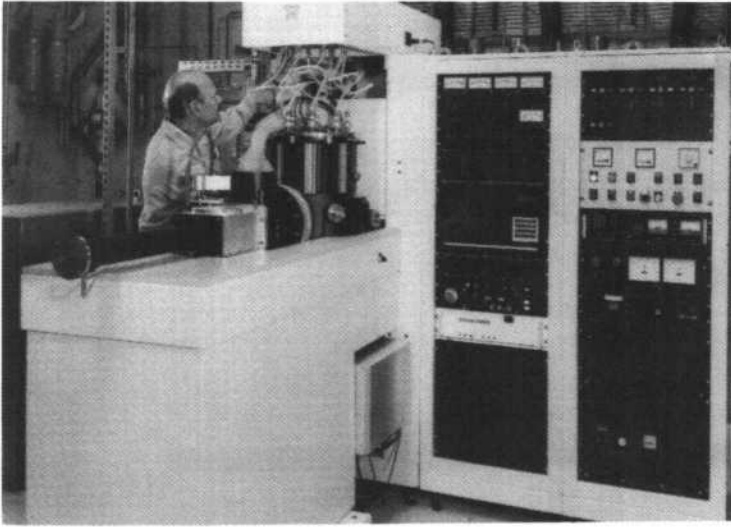


3 b

unten

CVD-Beschichtungsanlage BA200
Detailaufnahmen

Abb. 3



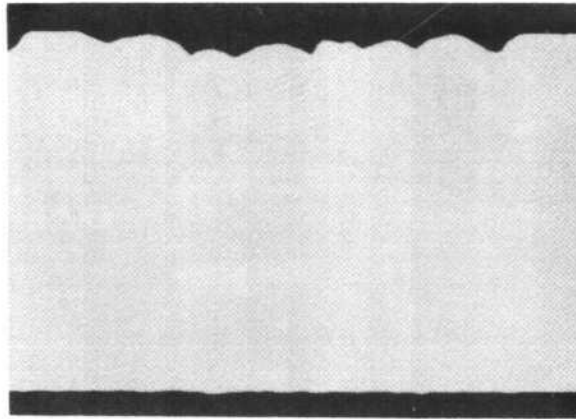
4 a

Gesamtansicht



4 b

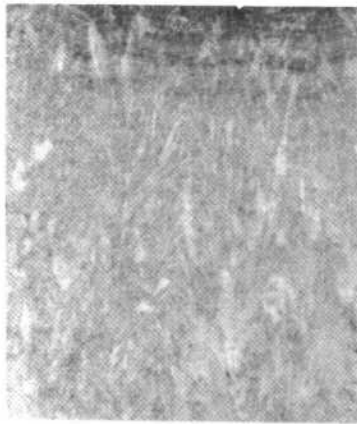
Detailaufnahme



oben

SiC

unten



X 300

oben



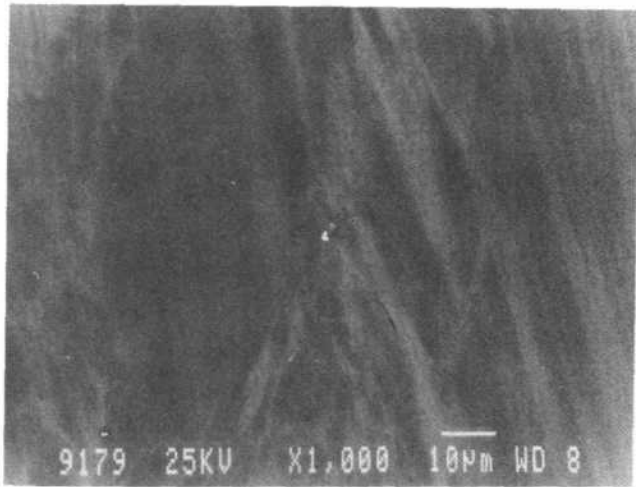
X 300

unten

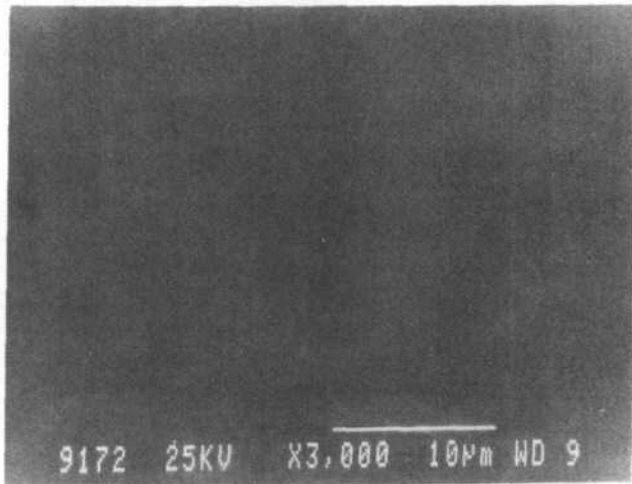
geätzt

Schliffaufnahme CVD-SiC

Abb. 5



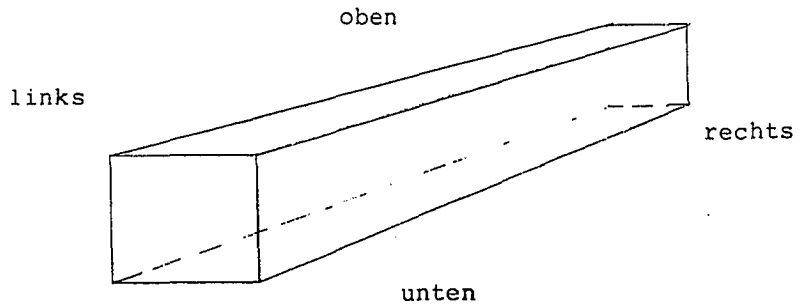
geätzt



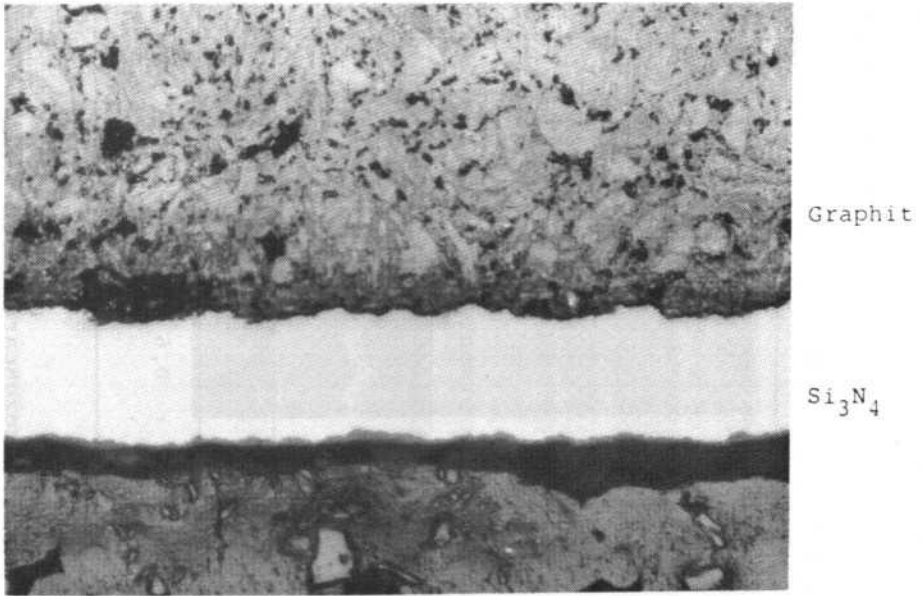
ungeätzt

REM-Aufnahme von geätztem und ungeätztem
CVD-SiC

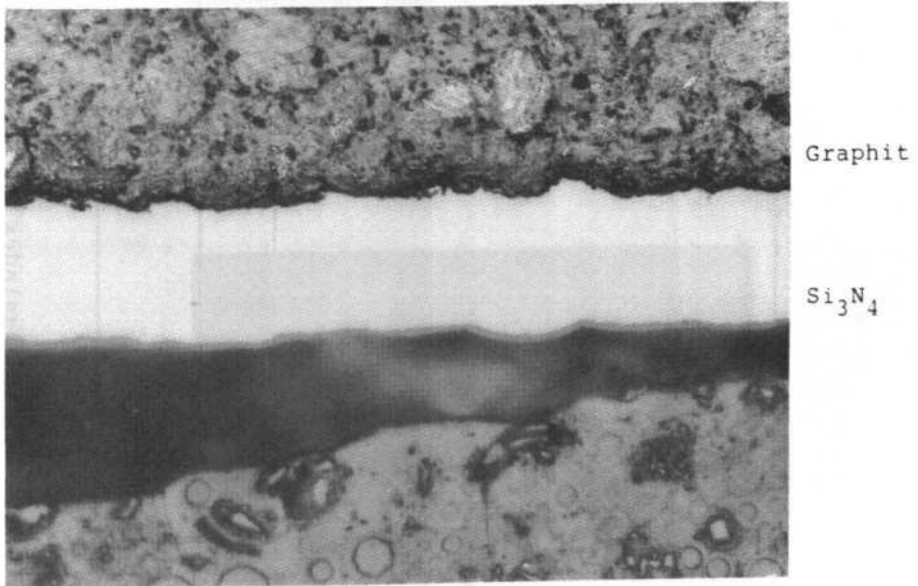
Abb. 6



| Härte (GPa) | unten | rechts | oben | links |
|----------------------------|----------------|--------|------|-------|
| X_{\max} | 32,7 | 32,7 | 32,5 | 32,2 |
| X_{\min} | 31,2 | 31,6 | 31,1 | 31,7 |
| \bar{X} | 31,8 | 32,1 | 31,8 | 31,8 |
| s | 0,75 | 0,4 | 0,5 | 0,2 |
| n | 10 | 5 | 10 | 5 |
| Dichte (g/cm^3) | 3,2 | | | |
| Biegefestigkeit (MPa) | | | | |
| - Raumtemperatur | 583 \pm 70 | | | |
| - bei 1400 °C | 670 \pm 36,6 | | | |
| E-Modul (GPa) | | | | |
| - Raumtemperatur | 390 | | | |
| - bei 1400 °C | 290 | | | |



längs



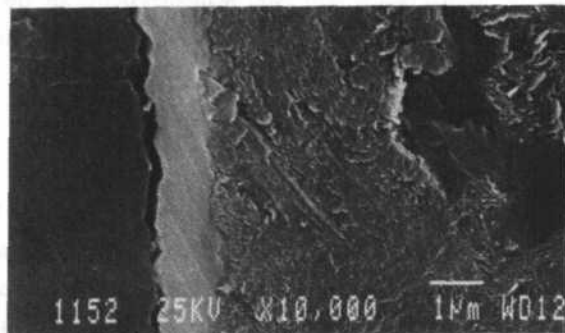
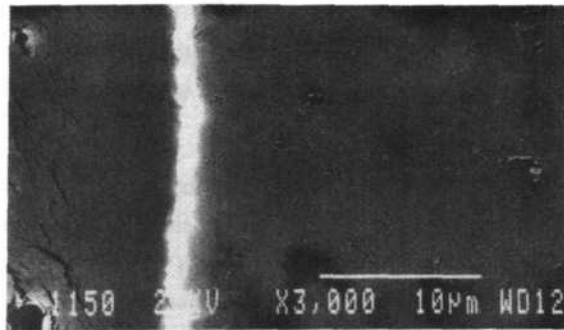
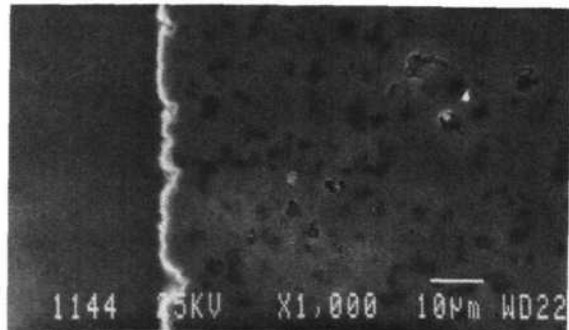
quer

Schliffaufnahmen CVD Si_3N_4

Abb. 8

| Substrat | Si-Wafer | | | | | Poco-Graphit |
|----------------------------------|------------------|------------------|----------------------|----------------------|----------------------|--------------|
| Versuch-Nr. | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | |
| Gasfluß (ml/min) | | | | | | |
| SiH ₂ Cl ₂ | 10 | 20 | 10 | 20 | 30 | |
| NH ₃ | 35 | 35 | 20 | 35 | 60 | |
| N ₂ | 20 | 20 | 10 | 20 | 30 | |
| H ₂ | - | - | 20 | - | 60 | |
| Temperatur (°C) | 600 | 600 | 700 | 600 | 700 | |
| Druck (mbar) | 10 ⁻² | 10 ⁻² | 3 x 10 ⁻² | 7 x 10 ⁻³ | 2 x 10 ⁻² | |
| Potential, BIAS (V) | 40 | - | 40 | 40 | 100 | |
| Leistung UHF (W) | 1000 | 1000 | 1000 | 1000 | 1000 | |
| Brechungsindex | 1,696 | 1,799 | 1,967 | 2,041 | - | |
| Aufwachsrate (µm) | - | 1,0 | 1,8 | 0,6 | 1,2 | |

Abhängigkeit des Brechungsindex und der Aufwachsrate von Prozeßparameter Abb. 9



Einbettmasse SiN_x Graphit

REM-Aufnahmen mit Sekundärelektronen von SiN_x abgeschieden auf Poco-Graphit

Abb. 10

Werkzeugbeschichtungen auf der Basis von Bornitrid

H. Dimigen; Fraunhofer Institut für Schicht- und Oberflächentechnik, Braunschweig

Die Beschichtung von Werkzeugen zur Reduzierung von Reibung und Verschleiß ist mittlerweile Stand der Technik. Im Bereich der dünnen Schichten werden Beschichtungen aus Titanitrid und Titankarbonitrid in großem Umfang eingesetzt. Darüber hinausgehende Entwicklungen zielen u.a. auf die Herstellung und Anwendung ternärer Schichtsysteme wie des Titan - Aluminiumnitrids.

Einen wichtigen Schritt in Richtung verbesserter Werkzeugbeschichtungen wird die Entwicklung von Schichtsystemen auf der Basis des Bornitrids sein. So liegen die Härtewerte des kubischen Bornitrids bei 5000 - 7000 kg/mm². Im Gegensatz zum Diamant wird es im Kontakt mit Eisen bei relativ geringen Temperaturen nicht in die hexagonale Phase überführt. Mit cBN beschichtete Werkzeuge sollten sich daher für die Bearbeitung von Stählen eignen, während mit Diamant beschichtete Werkzeuge hierfür ungeeignet sind.

Im Gegensatz zu den hervorragenden Eigenschaften, welche Schichten auf der Basis von Bornitrid bieten sollten, ist die Zahl der Arbeiten zu deren Herstellung im europäischen Raum bisher gering; dies liegt nicht zuletzt daran, daß sich erst in jüngster Zeit mit der Entwicklung einer großen Breite plasmaunterstützter Verfahren sich die Möglichkeiten erheblich verbessert haben, BN - Schichten abzuschneiden.

Im Rahmen des Bornitrids bieten sich zwei Schichtsysteme an, die außerordentlich interessante Eigenschaften für ihre Anwendung auf Werkzeugen besitzen.

1. Schichten auf der Basis B - Ti - N

Im System Bor - Titan - Stickstoff sind Schichten außerordentlich hoher Härte erreichbar. Bild 1 zeigt die Mikrohärtigkeit derartiger aufgestäubter Schichten als Funktion der Targetzusammensetzung. Abhängig davon, ob die Schichten in Argon bzw. Stickstoff gesputtert wurden, werden Härtewerte im Bereich von 6000 - 8000 H_K erreicht (1). Eine Analyse dieser Schichten zeigt, daß es sich um stark unterstöchiometrische Nitride handelt. Bild 2 gibt die Mikrohärtigkeit als Funktion des Stickstoffanteils sowie des Bor / Titanverhältnisses wieder.

Ein Problem dieser Schichten liegt in den hohen Schichtspannungen. Bild 3 zeigt die-

se sowie die Schichthärte als Funktion des Verhältnisses Target - Substrat - Abstand zu mittleren freien Weglänge.

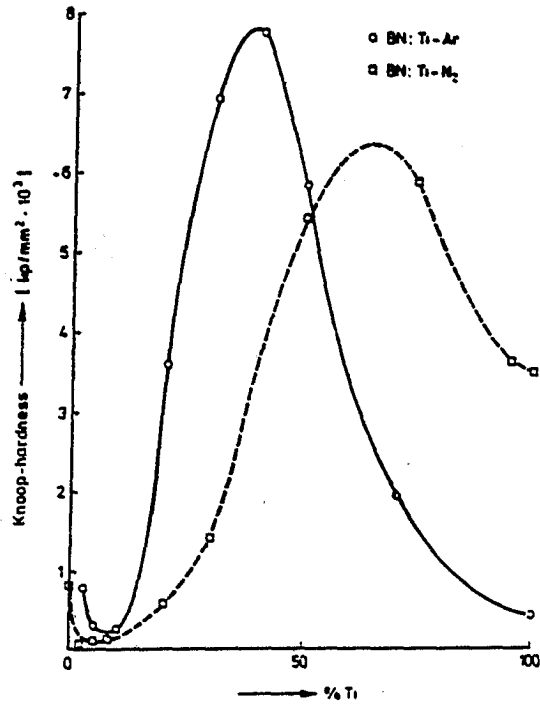


Bild 1 : Mikrohärtigkeit von B - Ti - N Schichten als Funktion der Targetzusammensetzung

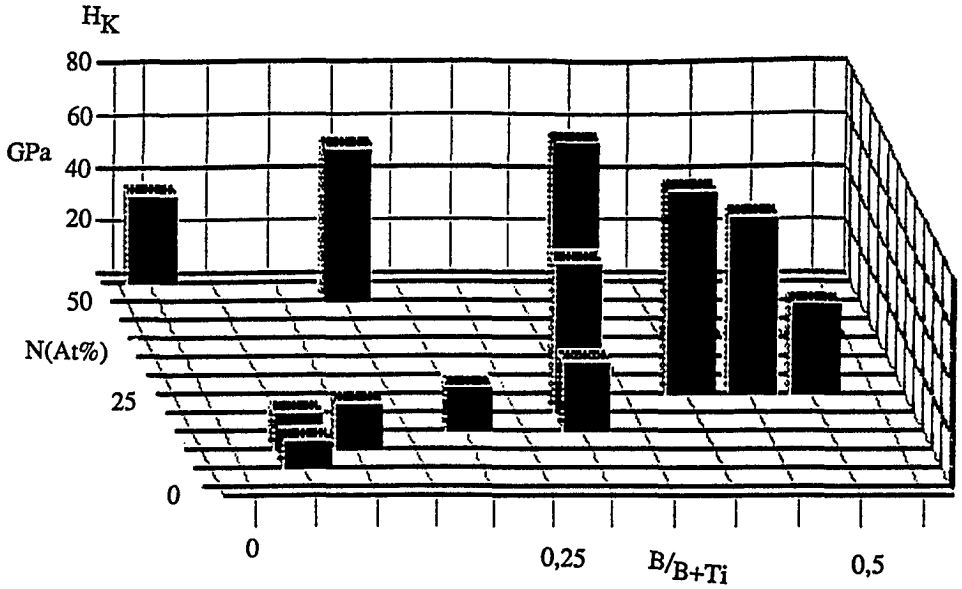


Bild 2: Mikrohärtigkeit von B - Ti - N Schichten als Funktion des Stickstoffgehaltes und des B/Ti Verhältnisses

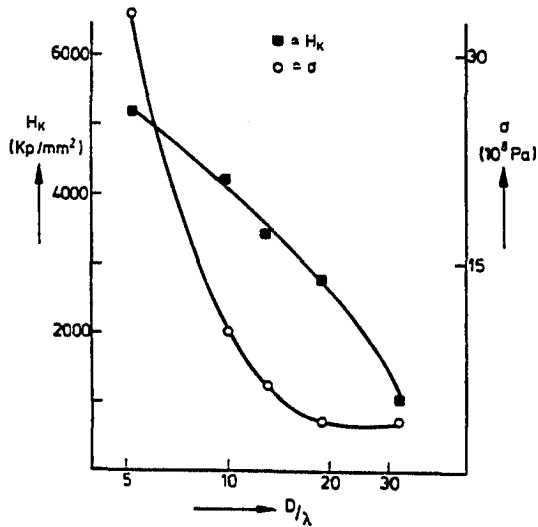


Bild 3: Mikrohärtigkeit und Schichtspannungen als Funktion des Abstands Target - Substrat D und mittlerer freier Weglänge λ

Das genannte Verhältnis bestimmt den Beschuß der wachsenden Schicht mit energiereichen Neutralteilchen. Es ist deutlich, daß Schichtstrukturen hoher Härte mit hohen Schichtspannungen verbunden sind.

Die hier dargestellten Resultate haben lediglich orientierenden Charakter. Schichtsysteme auf der Basis B - Ti - N haben aber so herausragende mechanische Eigenschaften, daß sie mit großer Intensität untersucht und optimiert werden sollten.

2. Schichten aus kubischem Bornitrid

In jüngster Zeit hat mit dem wachsenden Interesse an superharten Schichten eine rasche Entwicklung von cBN - Schichten eingesetzt, die zunächst im wesentlichen die Herstellung hafter Schichten zum Ziel hat. Vorangetrieben wurden diese Arbeiten, wie an den Publikationen und Tagungsberichten erkennbar (2-11), ganz überwiegend in Japan, mit geringerer Intensität auch in den USA. Einen guten Eindruck von der regionalen Verteilung der Forschungsanstrengungen auf dem Gebiet der cBN - Schichten gibt das jüngst erschienene Buch "Synthesis and Properties of Boron Nitride"; welches zeigt, daß ca. die Hälfte der Autoren in Japan arbeiten. In der BRD ist auf dem Gebiet der cBN - Schichten bisher kaum gearbeitet worden.

Große Probleme liegen darin, Schichten rein kubischer Struktur herzustellen. Nahezu alle Experimentatoren bedienen sich plasmaunterstützter Verfahren; auffällig ist, daß im Gegensatz zu üblichen Bedingungen plasmaunterstützter Schichtabscheidung die eingesetzten Substratbiaspotentiale sehr hoch sind; die kubische Phase bildet sich offenbar nur unter intensivem Ionenbeschuß aus. Ein Vorteil dieser Deposition ist, daß keine hohen Substrattemperaturen benötigt werden. Tabelle 1 zeigt Daten eines Prozesses zur Herstellung von cBN mittels RF - Diodensputterns

| | |
|-----------------|-----------------------------------------------|
| Target | : Bornitrid (hex.) |
| Sputtergas | : N ₂ / Ar 2*10 ⁻² mbar |
| Targetbias | : 900 V |
| Substratbias | : 300 V |
| Substrattemp. | : 100 - 350 °C |
| Depositionsrate | : 5nm / Min |

Tabelle 1

Ein Problem stellen die sehr hohen inneren Spannungen der cBN - Schichten dar. Die Haftung von Schichten mit mehr als $1\mu\text{m}$ Schichtdicke auf Stahlsubstraten ist daher sehr problematisch. Dennoch ist die Beschichtung von technischen Bauteilen, wie Bild 4 zeigt, möglich.

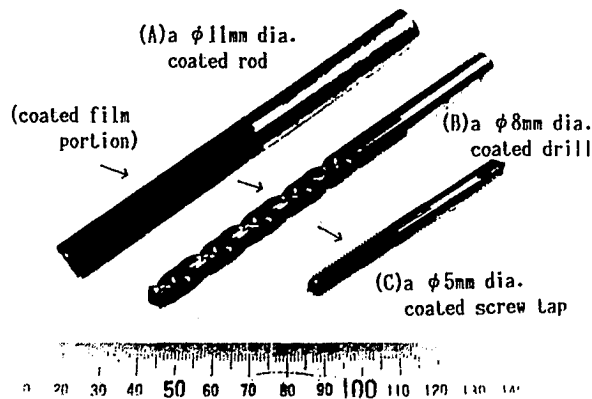


Bild 4: cBN beschichtete Bauteile (2)

Die gegenwärtig laufenden Arbeiten sind weltweit darauf gerichtet, cBN - Schichten mit hinreichend guter Haftung und unter ökonomisch günstigen Bedingungen im Labormaßstab herzustellen. Wenn die BRD ihren hohen technischen Stand gerade im Bereich der Werkzeugbeschichtungen behalten will, ist es dringend erforderlich, mit intensiven Forschungs- und Entwicklungsarbeiten auf dem Gebiet der Bor- basierten Schichten, insbesondere aber des cBN's zu beginnen.

Literatur

- (1) Tribologie Band 7, 135-206; Springer Verlag, ISBN 3-540-12448-9
- (2) M. Murakawa, S. Watanabe
The possibility of coating cBN - films on various substrates
Surface and Coatings Techn. 43/44 (1990) 145 - 153
- (3) M. Murakawa, S. Watanabe
The synthesis of cBN - films using a hot cathode plasma discharge within a parallel magnetic field Surface and Coating Techn. 43/44 (1990) 128 - 136
- (4) M. Murakawa, S. Watanabe, S. Miyake
Manufacture of cBN - films with improved adhesion
Paper presented at PSE 90 ; Garmisch-Partenkirchen
- (5) Y. Ichinose. et al.
Structures of BN films deposited by the thermally assisted RF plasma CVD with tungsten filament
PSE - Proceedings 1989; 793; ISBN 3 - 88355
- (6) W. Gissler et al.
Mixed phase nanocrystalline boron nitride films: Preparation and characterization
Thin Sol. Films, 199, 1991, 113-122
- (7) K. Inagawa et al.
Preparation of cubic boron nitride films by reactive evaporation with a gas activation nozzle
J. Vac. Sci. Technol. A5, 1987; 2696 - 2700
- (8) S. Muieta et al.
Preparation of cubic boron nitride film by CO₂ laser physical vapour deposition with simultaneous nitrogen supply
Thin Sol. Films, 189, 1990; 125 -138
- (9) V. Stambouli et al.
Ion energy effects on the intrinsic stress in B_xN_y layers deposited by ion beam assisted deposition
Surface and Coatings techn. 43/44 , 1990; 137 - 144

(10) M. H. W. Braun et al.

The role of geometric considerations in the diamond - cubic boron nitride hetero epitaxial system

J. Appl. Phys 69, 1991; 2679 - 2681

(11) K. H. Seidel, K. Reichelt, U. Schaal, H. Dimigen

The preparation of cubic boron nitride films by reactive diode sputtering

Thin Sol. Films ; 151, 1987, 243 - 249

(12) J. J. Ponch, S.A. Alterowitz

Synthesis and Properties of Boron Nitride

Materials Science Forum Vol s. 54 u 55

ISBN 0 - 87849 - 606 - 8

STAND UND PERSPEKTIVEN DER HARTSTOFFBESCHICHTUNGEN FÜR HARTMETALLWERKZEUGE

Udo König, Krupp Widia GmbH, Essen

1. Übersicht über Beschichtungsverfahren und Schichtstoffe

Die Beschichtung von Hartmetallwerkzeugen mit verschleißfesten Hartstoffschichten hat sich zu einer Schlüsseltechnologie entwickelt. Dies gilt insbesondere für Wendeschneidplatten, die für Drehoperationen zu mehr als 70% in beschichteter Ausführung eingesetzt werden (1). Auch bei Zerspanungswerkzeugen aus Schnellarbeitsstählen ist ein zunehmender Anteil an beschichteten Bohrern, Fräsern, Gewindebohrern und anderen Werkzeugen zu beobachten.

Eine Klassifizierung der beschichteten Schneidstoffe läßt sich nach der Art der Anwendung (Drehen, Fräsen), nach der Art der Schichtstoffe und der zu bearbeitenden Materialien oder auch nach den z.Z. angewendeten Beschichtungsmethoden vornehmen. Einen raschen Einblick in die Problematik der Hartstoffbeschichtung aus Gasphasen erhält man durch die in Bild 1 gegebene Darstellung der Prozeßtemperaturen und der Arbeitsdrucke der Beschichtungsverfahren, denn sie bestimmen weitgehend die Eigenschaften des Produktes. Es sind hier nur solche Beschichtungsmethoden berücksichtigt, die auch wirklich für die Herstellung von marktfähigen Produkten genutzt werden.

Gegenwärtig dominiert noch das thermische CVD-Verfahren, welches bei Temperaturen um 1000 C und Drucken von 10 bis 100 kPa durchgeführt wird. Heute werden mehr als 90% aller beschichteten Wendeschneidplatten aus Hartmetall nach dieser Methode hergestellt. Das Verfahren läßt sich relativ wirtschaftlich durchführen. Besonders bewährt im praktischen Einsatz haben sich die Schichtstoffe TiC, TiN, Ti(C,N) und Al₂O₃, die aus Gasmischungen aus Wasserstoff, aus Titanchlorid oder Aluminiumchlorid und Kohlenstoff-, Stickstoff- oder Sauerstoff-haltigen Gasen abgeschieden werden. Die relativ hohen Temperaturen des thermischen CVD verursachen einen gewissen Zähigkeitsverlust des Substrat-Hartmetalles. Um diesen Effekt zu vermeiden, sollte man aus legierungsspezifischen Gründen die

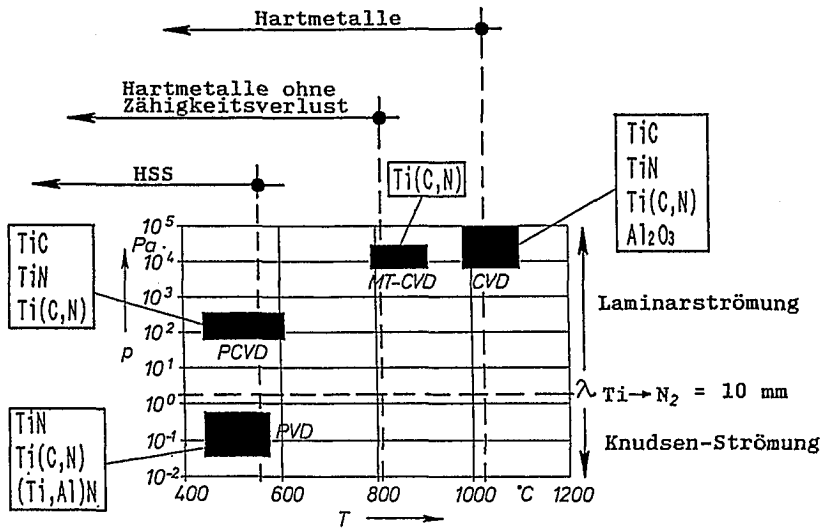


Bild 1: Druck-Temperatur-Bereiche von Verfahren zur Beschichtung von Hartmetallen

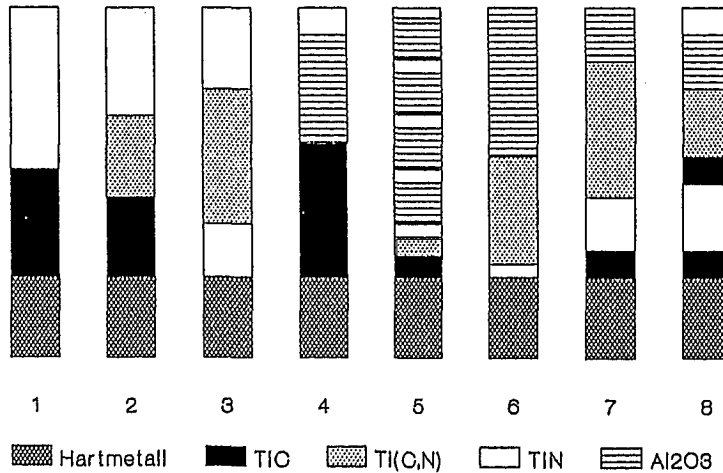


Bild 2: CVD-Beschichtungstypen von Wendeschneidplatten

Prozeßtemperatur unterhalb von etwa 800 °C halten. Einen Schritt in dieser Richtung stellen die Mitteltemperatur-CVD-Beschichtungen dar, bei denen zur Abscheidung von Titancarbonitridschichten anstelle des reaktionsträgen Stickstoffes organische Verbindungen z.B. Acetonitril verwendet werden (2), so daß die Beschichtungs-temperaturen auf ca 800 °C herabgesetzt werden konnten (Bild 1). Mit diesem Verfahren lassen sich nur Titancarbonitride darstellen. Eine wirklicher Fortschritt bei der Temperaturreduzierung konnte erst durch die Anwendung von plasmaaktivierten PVD- und CVD-Verfahren erzielt werden. Dagegen haben CVD-Verfahren auf der Basis von metallorganischen Precursor-Verbindungen, die ebenfalls Depositionen von Hartstoffen unterhalb von 500 °C ermöglichen, bis heute keine praktische Bedeutung erlangt.

Die größten Impulse zur Entwicklung der PVD-Techniken gingen von den Erfordernissen des Verschleißschutzes von HSS-Werkzeugen aus. Hier haben bisher Titanitridschichten die größte Bedeutung erlangt. In jüngster Zeit gewinnen jedoch auch Beschichtungen aus Titancarbonitrid und Titanaluminiumnitrid an praktischer Bedeutung (3, 4). Der letztere Hartstoff kann bisher nur auf dem Wege der PVD-Abscheidung hergestellt werden.

Eine wichtige Unterscheidung von CVD- und PVD-Verfahren ist durch den Arbeitsdruck gegeben. Während die CVD-Verfahren in Druckbereichen mit laminarer Gasströmung arbeiten, müssen die Drucke von PVD-Verfahren unterhalb von 1 Pa gehalten werden, um eine ausreichend große mittlere freie Weglänge der verdampften oder abgestäubten Metallatome zu erhalten. Dieser Sachverhalt ist in Bild 1 durch eine waagerechte Trennlinie zwischen Laminar- und Knudsen-Strömung angedeutet. Für die Beschichtung von kleinteiligen Werkzeugen wie Wendeschneidplatten eignen sich daher PVD-Verfahren weniger gut. Um den Nachteil der Abschattungseffekte beim PVD zu vermeiden, wurde in jüngster Zeit das plasmaaktivierte CVD zur Anwendungsreife entwickelt (5, 6). Zur Zeit werden mit diesem Verfahren Wendeschneidplatten mit TiN, TiC und Ti(C,N) hergestellt.

2. Stand und Perspektiven

2.1 CVD-Beschichtungen

Wie bereits erwähnt haben durch CVD beschichtete Wendeschneidplatten die größte Bedeutung. Als Schichtstoffe haben sich Titan-carbid, Titanitrid, Titancarbonitrid, Zirkonitrid, Aluminiumoxid und Aluminiumoxinitrid besonders bewährt. Diese Stoffe werden fast immer in Form von Mehrlagenbeschichtungen angewendet, um den unterschiedlichen Anforderungen gerecht zu werden. Auf dem Markt

gibt es viele unterschiedliche Kombinationen und Schichtfolgen der genannten Schichtstoffe. Bild 2 gibt eine (nicht vollständige) Übersicht von Beschichtungstypen für Wendeschneidplatten zum Drehen. Für mittlere Schnittgeschwindigkeiten und große Spannungsquerschnitte haben Mehrlagenbeschichtungen aus Titancarbid, Titan-carbonitrid und Titannitrid breite Anwendung gefunden (Typen 1, 2 und 3). Bei sehr hohen Schnittgeschwindigkeiten und somit hohen Temperaturen am Schneidkeil wendet man häufig Aluminiumoxid in Kombination mit Titancarbiden und Titannitriden an (Typen 4, 5 und 6). Viellagenbeschichtungen vom Typ 5 wurden entwickelt, um relativ hohe keramische Schichtanteile bei zugleich feinkörnigen Gefüge zu erhalten. Durch moderne Entwicklungen der CVD-Technik kann man jedoch heute auch relativ dicke Monolagen aus Al₂O₃ mit durchgängig feinem Gefüge und glatter Oberfläche erzielen (Typ 6). Zur Bearbeitung von harten Stählen benutzt man Schichten mit relativ hohen Titancarbid- und Titan-carbonitridanteilen (Typ 3, 7, 8). Jüngste Forschungsaktivitäten betreffen insbesondere Fragen der Ausbildung besonderer Gefügestrukturen (7). Durch Zugeben von z.T. artfremden Stoffen beim CVD-Prozeß (z.B. Aluminiumchlorid bei der Abscheidung von TiN aus TiCl₄, N₂ und H₂) kann man Wachstumsgeschwindigkeit und das Gefüge der Schicht (fein- oder grobkörnig, plättchenförmig) beeinflussen oder auch kristallographische Vorzugsorientierungen erzeugen. Insgesamt kann auf dem Gebiete der thermischen CVD-Beschichtungstechnik in den letzten Jahren ein stetiger, in der Anwendungstechnik spürbarer Fortschritt verzeichnet werden. In Verbindung mit einem vertieften thermodynamischen Verständnis sind hier noch weitere Entwicklungen zu erwarten, insbesondere, wenn die zumeist empirische Vorgehensweise durch eine vertiefte Grundlagenforschung unterstützt wird.

2.2 Ionengestützte Beschichtungstechniken (PVD, Plasma-CVD)

Die relativ hohen Temperaturen beim CVD-Prozeß von ca. 1000°C wirken sich - wie bereits erwähnt - nachteilig auf die Zähigkeit des Hartmetallkörpers aus, so daß bei Anwendungen im unterbrochenen Schnitt und bei der Bearbeitung von hochlegierten Stählen bei niedrigeren Temperaturen hergestellte Beschichtungen Vorteile bringen. Daher sind die Ionengestützte Beschichtungstechniken (PVD, Plasma-CVD), mit denen im Temperaturbereich von etwa 400 bis 600 °C Hartstoffschichten aufgetragen werden können, trotz höherer Kosten von besonderem Interesse. PVD-Beschichtungen haben bisher in der Hartmetallindustrie relativ begrenzte Anwendungen gefunden. Es ist bis heute die bevorzugte Technik für die Beschichtung von Werkzeugstählen. Das Fachgebiet der PVD-

Technik ist durch eine große Forschungsaktivität gekennzeichnet. Durch die Eigenart des Verfahrens, nämlich der Deposition der Stoffe bei Bedingungen, die weit vom thermodynamischen Gleichgewicht der Stoffbildung entfernt sind, können eine große Anzahl von kristallinen und amorphen Schichten dargestellt werden. Neben zahlreichen einfachen Boriden, Carbiden, Nitriden und Oxiden sind das auch ternäre Nitride (8), lamellare Vielfachschichten und amorphe, zumeist kohlenstoffhaltige Hartstoffschichten (9, 10). Die PVD-Verfahren arbeiten in Druckbereichen, bei denen eine weitgehend geradlinige Ausbreitung der reaktiven Spezies erfolgt. Die dabei auftretenden Abschattungseffekte müssen durch aufwendiges Chargieren und Bewegen der Substrate während des Prozesses kompensiert werden, um eine allseitig gleichmäßige Beschichtung zu erhalten. Dagegen haben CVD-Verfahren aufgrund des strömungsbedingten Umspülens der Substrate den Vorteil einer gleichmäßig und allseitig aufwachsenden Beschichtung auf unbewegten Substraten. Mehrlagenbeschichtungen können relativ einfach durch den Austausch der Speisegase hergestellt werden. Aus diesen Gründen war es wünschenswert, ein dem CVD-Hochtemperatur-Verfahren verwandtes Niedertemperaturverfahren zu entwickeln, mit dem bei einfacher Chargieren allseitig gute Beschichtungen hergestellt werden können. Diese Zielvorstellung konnte mit dem Plasma-unterstützten CVD-Verfahren erreicht werden (5, 6). Hier wird dem Reaktionsgas in einer Niederdruckglimmentladung ein Nichtgleichgewichtsplasma überlagert, in dem die Elektronentemperatur wesentlich höher als die Temperatur der Ionen- und Neutralteilchen ist. In einem solchen nichtisothermen Plasma sind die Temperatur des Neutralgases und seine Anregung zwei relativ unabhängig variierebare Parameter, so daß die innere Energie viel höher ist als die des Gases im thermodynamischen Gleichgewicht bei gleicher Temperatur. Dadurch werden chemische Reaktionen möglich, die im thermodynamischen Gleichgewicht sonst nur bei wesentlich höheren Temperaturen ablaufen können. Das Verfahren arbeitet in dem Druckbereich von 50 bis 500 Pa und bei Temperaturen von 400 bis 600 °C. Die Wachstumsgeschwindigkeiten der Schichten liegen, je nach Parameterwahl, zwischen 0,5 und 10 $\mu\text{m}/\text{h}$. Mit dem Pulsplasma-CVD-Verfahren können aus Gasgemischen von TiCl_4 , H_2 , N_2 und/oder CH_4 Schichten aus Titanitrid, Titancarbid und Titancarbonitrid einzeln oder in beliebiger Reihenfolge abgeschieden werden. Bild 3 zeigt als Beispiel eine Mehrlagenbeschichtung mit der Schichtfolge $\text{TiN}:\text{Ti}(\text{C},\text{N}):\text{Ti}(\text{C},\text{N}):\text{TiN}$ auf einem Hartmetallsubstrat. Titancarbonitrid kann wie beim Hochtemperatur-CVD in jedem beliebigen Mischungsverhältnis C/N abgeschieden werden. Die Schichten zeichnen sich durch eine außergewöhnliche Feinkörnigkeit aus. Durch Plasma-CVD beschichtete Hartmetallkörper behalten ihre ursprüng-

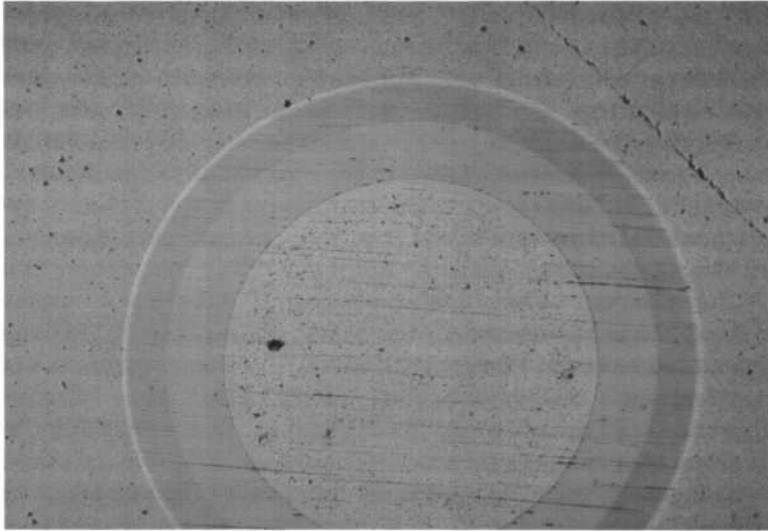


Bild 3: Kalottenschliff einer durch Plasma-CVD abgeschiedenen Mehrlagenbeschichtung $\text{TiN}:\text{Ti}(\text{C},\text{N}):\text{Ti}(\text{C},\text{N}):\text{TiN}$

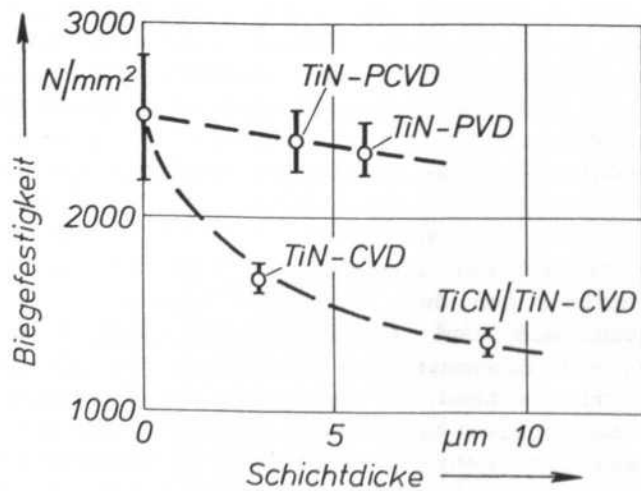


Bild 4: Biegefestigkeiten von durch CVD, PVD und Plasma-CVD beschichteten Hartmetall WC-6Co

liche Zähigkeit. Dies zeigt ein Vergleich der Biegefestigkeitswerte von durch CVD, PVD und Plasma-CVD beschichteten Prüfkörpern (Bild 4). Die durch die Plasma-CVD-Beschichtung nur geringfügig verminderte Zähigkeit wirkt sich insbesondere beim Fräsen günstig auf die Standzeit aus (6). Inzwischen ist es auch gelungen, Al_2O_3 -Schichten durch das Plasma-CVD auf Hartmetallsubstraten abzuschneiden (11). Das technische Problem, daß nichtleitende Schichten den Ionenstrom zum Substrat unterdrücken und die Ausbildung des Glimmsaumes verhindern, konnte durch ein modifiziertes Puls-Plasma-Verfahren gelöst werden. Damit eröffnet sich ein weites Feld neuer Möglichkeiten zur Abscheidung von Hartstoffschichten bei niedrigen Temperaturen. Es werden Stoffe darstellbar, die bisher wegen der hohen Temperaturen oder der großen Diffusionsfreudigkeit der Atome nicht zugänglich waren (z.B. SiC , TiB_2). Da die thermodynamischen Bedingungen gezielt zwischen Gleichgewichts- und Nichtgleichgewichtszuständen einstellbar sind, ergeben sich Möglichkeiten für die Darstellung neuer Stoffe und Stoffverbindungen mit kristalliner, mikro- und nanokristalliner und/oder amorpher Konstitution. Die Anwendungsmöglichkeiten dieser Stoffe dürften über den Sektor der Werkzeugtechnik hinausgehen und vermutlich auch Probleme der Optik, der Energietechnik und des Korrosionsschutzes erfassen. Daher wäre eine intensivierete Forschung auf diesem Spezialgebiet sehr wünschenswert.

3. Superharte Schichtstoffe

Gegenwärtig erfahren superharte Beschichtungen aus Diamant und in zunehmenden Maße auch aus kubischen Bornitrid ein weltweit starkes Interesse. Diese Thematik soll hier im Detail nicht erneut behandelt werden, vielmehr sei auf die Darstellung (12) verwiesen. Im Zuge der sehr zahlreichen Publikationen in wissenschaftlichen Zeitschriften, Journalen und sogar in Tageszeitungen könnte man annehmen, daß die oben angesprochenen Schichtstoffe in ihrer zukünftigen Bedeutung zurückgehen werden. Vor diesem Eindruck sei hier nachdrücklich gewarnt. Eine hohe Stoffhärte ist bei weitem nicht der einzige Faktor für eine gute Bewährung in der Technik, insbesondere in der Zerspanungstechnik. Die gegenwärtig bekannten, durch CVD, PVD und Plasma-CVD hergestellten Schichtstoffe werden neben den superharten Stoffen ihre gegenwärtige Bedeutung behalten und sogar noch ausweiten. Unter diesem Gesichtspunkt sind nach Ansicht des Verfassers vermehrte F&E-Aktivitäten notwendig und sinnvoll.

4. Literatur

- 1 U. König, K. Dreyer, N. Reiter, J. Kolaska, H. Grewe: Stand und Perspektive bei der chemischen und physikalischen Abscheidung von Hartstoffen auf Hartmetallen. Proceed. 10th Planseeseminar 1981, Volume 1, S. 411-441
- 2 M. Bonetti-Lang, R. Bonetti, H. E. Hintermann, D. Lohmann: Carbonitrid coatings at moderate temperatures obtained from organic C/N-compounds. Proceed. 8th Conf. on Chemical Vapour Deposition 1981, pp 606-627
- 3 H. Schulz, E. Bergmann: Beschichtung von Hartmetallwerkzeugen mit PVD-Verfahren. ZwF 83 (1988), S. 360-363
- 4 S. Esser, O. Lemmer: PVD-Beschichtung für den Verschleißschutz. Metalloberfläche 42 (1988), S. 477-479
- 5 R. Tabersky, H. van den Berg, U. König: Plasma-CVD of cemented coatings. in: Plasma Surface Engineering (Proceed. 1th Int. Conf. Plasma Surface Engineering Garmisch-Partenkirchen), DGM Informationsgesellschaft Verlag 1989, S. 133-138
- 6 U. König, H. van den Berg, R. Tabersky, V. Sottke: Niedrigtemperaturbeschichtungen für Hartmetalle. Proceed. 12th Planseeseminar 1989, Volume 3, S. 13-25
- 7 U. König: CVD-Beschichtungen für Hartmetalle. in: Hartstoffschichten. Herausgeber VDI-Technologiezentrum. VDI Verlag 1991
- 8 U. König: Deposition and properties of multicomponent hard coatings. Surface a. Coatings Technol. 33 (1987), S. 91-103
- 9 H. Hollek: Neuartige, metastabile Schutzschichtmaterialien. Proceedings 12th Planseeseminar 1989, Volume 3, S. 1-12
- 10 H. Dimigen, H. Hübsch: Applying low-friction wear resistant thin solid films by physical vapour deposition. Philips Techn. Rev. 41 (1984), pp 186-197
- 11 U. König, R. Tabersky, H. van den Berg: Research, development and performance of cemented carbide tools coated by plasma activated CVD. to be published in: Surface a. Coatings Technology 1991
- 12 B. Lux, R. Haubner: Low pressure synthesis of superhard coatings. Proceed. 12th Planseeseminar 1989, Volume 3, S. 615-660

In situ - Elektronenstrahlwärmehandlung bei PVD-Prozessen

A. Schulz, H.-R. Stock, P. Mayr
Stiftung Institut für Werkstofftechnik
Badgasteiner Str. 3, 2800 Bremen 33

Kurzfassung

Die Beschichtung von Werkzeugen mit verschleißhemmenden Hartstoffen erfolgt bei den PVD-Verfahren vielfach bei Substrattemperaturen zwischen 400 und 500 °C, wobei zur Verbesserung der Schichthaftung meist eine Substratvorwärmung erfolgt. Mit dem Elektronenstrahl ist eine genau lokalisierte Wärmeeinbringung in die Probe möglich, wobei Aufheizgeschwindigkeit und Temperatur in weiten Bereichen wählbar sind. Über die rein thermische Beeinflussung hinaus kann durch alternierende Bestrahlung zwischen den Beschichtungszyklen auch das Wachstum und die Zusammensetzung der Schichten beeinflusst werden.

1 Einleitung

Die PVD-Verfahren bieten heute die Möglichkeit der Beschichtung mit verschleißbeständigen Schichten bei Substrattemperaturen, die unter der Anlaßtemperatur hochlegierter Werkzeugstähle liegen, so daß eine nachfolgende Wärmebehandlung nicht erforderlich ist. Allerdings nimmt die Schichthaftung mit sinkender Substrattemperatur deutlich ab. Dies konnte mit Hilfe von Ritztests an Proben gezeigt werden, die während der Beschichtung auf einer Seite beheizt und auf der anderen Seite gekühlt wurden /1,2,3/.

Eine einfache Möglichkeit zur Probenerwärmung unabhängig vom Beschichtungsprozeß stellt die konduktive Heizung dar. Beim Erwärmen bewegter Teile im PVD-Rezipienten, wie z. B. von drehend zu beschichtenden Werkzeugen, ergeben sich modellmäßig nur schwer beherrschbare Wärmeübergangsprobleme. Das sich alternativ anbietende, berührungsfrei arbeitende induktive Heizen bringt in Verbindung mit dem Plasma und den Magnetronkathoden Probleme durch die starken Magnetfelder. Die häufig zur Anwendung kommenden schwer fokussierbaren Strahlungsheizungen, wie Infrarotstrahler, erwärmen neben den Proben auch die Rezipientenwände und Probenhalterungen, wodurch der Restgasdruck im Rezipienten - im wesentlichen durch Desorption von Wasser - erhöht wird. Dieser erhöhte Restgasdruck bewirkt prinzipiell eine Verschlechterung der Haftung zwischen Schicht und Substrat, die aber von der Haftfestigkeitsverbesserung aufgrund der er-

höhten Proben­temperatur überkompensiert und deswegen in vielen Fällen hingenommen wird.

Mit dem Elektronenstrahl läßt sich dagegen die Heizleistung berührungsfrei und konzentriert in die Probe einbringen. Das Magnetfeld am Magnetron wird dabei nur geringfügig beeinflußt. Allerdings sind neben dem rein thermischen Effekt an der Probe Wechselwirkungen der Elektronen mit der Atmosphäre im Rezipienten, z. B. Kathodolumineszenz oder Ionisation von Gasmolekülen, und mit der Probenoberfläche, z. B. elektronenstrahlinduzierte Desorption von Gasen, zu erwarten.

2 Experimentelles

Verwendet wurde eine Magnetron-Sputter-Anlage (Z700, Leybold AG) mit zwei Magnetronkathoden und einer Targetgröße von $488 \times 88 \text{ mm}^2$. Die Gleichstromversorgung der Targets erfolgt mit Leistungen bis zu 4 kW. Über einen Hochfrequenzgenerator mit maximal 2,5 kW Leistung können die Proben mit einem Bias beaufschlagt werden.

Der mit einem Turbomolekularpumpstand erreichbare Enddruck im Rezipienten ist besser als $3 \cdot 10^{-4} \text{ Pa}$. Die Prozeßgaszugabe (Argon, Stickstoff) für das reaktive Aufstäuben von Titan­nitrid erfolgt über rechnergesteuerte Massendurchflußregler. Zur Prozeßgaskontrolle wird ein Quadrupolmassenspektrometer verwendet, das die Partialdrücke von Ar, N_2 und H_2O während der gesamten Beschichtung erfaßt und an den Rechner zur Aufzeichnung weitergibt.

An dem zylindrischen Rezipienten ist im Winkel von 40° zu einer Targetnormalen eine axiale Elektronenstrahlquelle (ESQ, Leybold KA 6) mit einer Leistung von 6 kW bei einer Beschleunigungsspannung von 12 kV angeflanscht. Die ESQ ist mit einer elektromagnetischen Linse und Magnetspulen für die xy-Ablenkung des Strahls ausgerüstet. Durch die Linse kann der Elektronenstrahl auf 2,5 mm Durchmesser fokussiert werden, was einer maximalen Leistungsdichte von $3 \cdot 10^4 \text{ Wcm}^{-2}$ entspricht. Durch Strahlstromabsenkung und Strahlauflaufweite auf über 50 mm Durchmesser kann die Leistungsdichte auf wenige Wcm^{-2} gesenkt werden. Strahlstrom und Bestrahlungszeit werden vom Rechner gesteuert (Schema der Anlage in Abb. 1).

Für die Experimente wurden die Proben zum einen zwischen den Positionen A (Bestrahlung) und B (Beschichtung) bewegt, zum anderen konnten die Proben in Po-

sition Z gleichzeitig bestrahlt und beschichtet werden. Während der Bestrahlung konnte der von der Probe abfließende Strom gemessen werden.

Als Substrat wurde für die Beschichtungsversuche der Schnellarbeitsstahl S 6-5-2 verwendet. Die Strangabschnitte von 46 mm Durchmesser und 6 mm Dicke wurden vergütet (64 - 66 HRC), anschließend geschliffen und vor der Beschichtung mit metallographischen Verfahren (SiC-Naßschleifpapier, Diamantpaste bis 6 μm Körnung) poliert. Die polierten Proben wurden im Ultraschallbad mit kochendem 1,1,1-Trichlorethan entfettet, nach der Kühlung in kaltem Trichlorethan in der Trichlorethandampfphase gespült und unmittelbar nach dem Trocknen in dem Rezipienten plaziert.

Während der Evakuierung wurden der Rezipient und die Proben zur besseren Desorption des Wassers für 90 Minuten bei 350 °C ausgeheizt, wodurch der Enddruck von $2 \cdot 10^{-4}$ Pa schneller erreicht wurde. Unmittelbar vor der Beschichtung wurden die Proben über 15 Minuten einem Sputtercleaning unterzogen (2 kW Hochfrequenz, Proben kathodisch auf -200 V) und das Titantarget durch Vorsputtern gegen eine zwischen Proben und Target gebrachte Blende gereinigt.

3 Versuchsführung

3.1 Bestrahlung vor der Beschichtung

Mit dem Elektronenstrahl können die Proben vor der Beschichtung gezielt aufgeheizt werden, so daß bei Beschichtungsbeginn ein relativ kaltes Substrat und damit eine mangelnde Haftfestigkeit vermieden wird. Für die Vorheizung mit dem Elektronenstrahl werden die Proben nach der Vorbehandlung in Position A (siehe Abb. 1) gefahren.

Bei einer Beschleunigungsspannung von 11,4 kV und einem Strahlstrom von 100 mA beträgt die Leistungsdichte im aufgeweiteten Elektronenstrahl 645 Wcm^{-2} . Durch Rasterung wird die mittlere Leistungsdichte weiter auf ca. 275 Wcm^{-2} reduziert. Im wesentlichen durch Rückstreuelektronen verursachte Verluste begrenzen die auf die Probe aufgebrauchte Leistung auf etwa 65 % der von der ESQ abgegebenen Leistung. Aus der Messung von Strahlstrom und Probenstrom lassen sich die Proben temperatur und deren Verlauf während einer Elektronenstrahlbehandlung berechnen. Voruntersuchungen ergaben, daß bei Annahme einer homogenen Temperaturver-

teilung und unter Berücksichtigung der Wärmeabstrahlung der Probe die berechneten Temperaturverläufe gut mit den gemessenen übereinstimmen.

Durch Variation der vor der Beschichtung mit dem Elektronenstrahl in die Probe eingebrachten Energie wurde die Temperatur bei Beschichtungsbeginn zwischen 260 und 470 °C eingestellt. Da während der Umpositionierung von A nach B eine gewisse Abkühlung der Probe unvermeidbar ist, mußte die maximale Temperatur am Bestrahlungsende entsprechend höher gewählt werden. Dabei wurde die Anlaßtemperatur des S 6-5-2 von ca. 540 °C nur bei der höchsten eingestellten Temperatur überschritten. Die damit verbundene Gefügeänderung im Substratwerkstoff wurde bewußt in Kauf genommen, um die erzielbaren Eigenschaftsänderungen bis an die vom Grundwerkstoff gegebene Grenze zu erkunden (Abb. 2 zeigt die berechneten Temperaturverläufe).

Die Beschichtungen erfolgten unter konstanten Bedingungen mit einer Leistung von 3,6 kW bei -480 V, einem Argonpartialdruck von 0,64 Pa und einem Stickstoffpartialdruck von 0,03 Pa. Die Proben wurden mittels Hochfrequenz mit einem Bias von -100 V beaufschlagt. Die Schichtdicke betrug nach einer Beschichtungszeit von 15 Minuten ca. 3,5 µm.

Abb. 3 zeigt die Bruchfläche einer TiN-Schicht nach Abscheidung bei einer Temperatur von 470 °C Beschichtungsbeginn. Man erkennt ein feinfaseriges Schichtgefüge mit kaum erkennbaren Korngrenzen. Die bei 260 °C begonnene Beschichtung (Abb. 4) weist eine ähnliche Gefügestruktur auf, die einzelnen Fasern zeichnen sich hier jedoch deutlicher ab. Die geringen Unterschiede im Schichtaussehen erklären sich dadurch, daß sich die Temperatur nach Beschichtungsbeginn schnell auf die für die gewählten Parameter charakteristischen Werte zwischen 350 und 400 °C einstellt.

Zur Untersuchung der Haftfestigkeit der Schicht wurde der Ritztest eingesetzt, unter Verwendung eines Diamantkegels (Rockwell C) mit 0,2 mm Spitzenradius, der mit einer Geschwindigkeit von 0,1 mm/s und einer Lasterhöhungsrate von 1 N/s über die Proben geführt wurde. Abb. 5 stellt die lichtoptisch aus den auftretenden regelmäßigen Schichtabplatzungen bestimmten kritischen Lasten in Abhängigkeit von der Substrattemperatur bei Beschichtungsbeginn dar (Mittelwerte und Standardabweichungen aus 6 Messungen). Es zeigt sich zwischen 260 und 430 °C ein Anstieg der kritischen Last auf den doppelten Wert. Bei größerer Temperatur fällt die kritische

Last leicht ab. Dies erklärt sich aus der am Querschliff gemessenen Substrathärte (Abb. 6), die bei der längsten hier verwendeten Bestrahlung deutlich abgefallen ist.

Die röntgenographische Vermessung der Eigenspannungen im δ -TiN erfolgte mit Cu-K $_{\alpha}$ -Strahlung an den {422}-Reflexen und mit Cr-K $_{\alpha}$ -Strahlung an den {311}-Reflexen. Im ersten Fall erfolgt - bei einer Eindringtiefe der Röntgenstrahlung von ca. 5 μm (Abfall auf 1/e der Intensität) - eine integrale Messung über die gesamte Schichtdicke, d. h. insbesondere auch über den durch die Elektronenstrahlbehandlung beeinflussten Bereich unmittelbar über dem Substrat. Im zweiten Fall werden bei einer Eindringtiefe von ca. 2 μm nur die äußeren Schichtbereiche vermessen. Wie aus Abb. 7 hervorgeht, ergaben sich für die integrale Messung große Druckspannungen, die mit wachsender Substrattemperatur bei Beschichtungsbeginn bis auf -4000 N/mm 2 anstiegen, während die Spannungen in der äußeren Schicht mit ca. -1000 N/mm 2 praktisch für alle Temperaturen bei Beschichtungsbeginn konstant blieben.

3.2 Beschichtung und Bestrahlung alternierend

Bei Aneinanderreihung von mehreren Beschichtungsschritten mit einer jeweils vorgeschalteten Elektronenstrahlbehandlung zur Erhöhung der Temperatur bei Beschichtungsbeginn ergibt sich ein sägezahnförmiger Verlauf der Substrattemperatur während der Beschichtung (Abb. 8).

Unter Beibehaltung der Beschichtungs- und Bestrahlungsparameter aus Kap. 3.1 wurde ein Vierschichtsystem mit Einzelschichtdicken von 1,2 μm hergestellt, wobei die Temperatur zu Beginn jeder Beschichtung bei 550 °C, d. h. der Anlaßtemperatur des S 6-5-2, lag und dann auf etwa 450 °C abfiel. Für das Substrat bedeutete dies eine maximale Proben­temperatur am Ende der Bestrahlungen von kurzzeitig ca. 750 °C.

Der Kalottenschliff zeigt die vier Beschichtungsstufen (Abb. 9). Die Übergänge zwischen den Schichten sind durch charakteristische Hell/Dunkel-Übergänge getrennt. Eine Tiefenprofilanalyse der Schichtzusammensetzung erfolgte mit der optischen Glimmentladungsspektroskopie (GDOS), die zeigt, daß die Schicht leicht unterstöchiometrisch ist und einen scharfen Übergang zum Substrat aufweist (s. Abb. 10). Auffällig sind die mit Pfeilen gekennzeichneten Bereiche der Schicht mit kurzzeitigen leichten Anstiegen im Stickstoffgehalt. Der ab etwa 2,5 μm Abtragstiefe beobachtete Einfluß des Substrates (Fe) dürfte mit den Abtragsverhältnissen bei der GDOS-Analyse zusammenhängen /6/. Dadurch wird der dritte Stickstoffanstieg,

der auf die erste Beschichtungsunterbrechung zurückzuführen ist, nahezu verdeckt. In Abb. 11 ist das relative Intensitätsverhältnis von Stickstoff zu Titan bei der GDOS-Analyse aufgetragen, wobei zu Vergleichszwecken das Ergebnis einer gleichzeitig beschichteten, aber unbestrahlten Probe zusätzlich dargestellt wird. Die zuvor bestrahlte und dann beschichtete Probe weist einen deutlich niedrigeren Stickstoffgehalt auf als die Vergleichsprobe. Außerdem zeigt sich in der GDOS eine geringere Schichtdicke, was durch Kalottenschliffe bestätigt wird ($4,8 \mu\text{m}$ gegenüber $5,3 \mu\text{m}$). Der Anstieg der Stickstoffkonzentration im Bereich der Beschichtungsunterbrechungen sind in beiden Kurven zu erkennen (Pfeile).

Die Haftfestigkeit der Schichten wurde mit dem Ritztest untersucht (Abb. 12a). Dabei erwies sich die kritische Last bei der elektronenstrahlerwärmten Probe mehr als 50 % größer als bei der Vergleichsprobe, obwohl die Substrathärte aufgrund der kurzzeitig hohen Temperatur abgesunken ist (Abb. 12b).

3.3 Kurzzeitige Bestrahlung während der Beschichtung

Durch zeitweise Bestrahlung lassen sich während einer Beschichtung Systeme aus Einzelschichten mit stark unterschiedlichen Beschichtungstemperaturen erzeugen. Da der Beschichtungsprozeß dabei nicht unterbrochen wird, verlaufen die Übergänge zwischen den Einzelschichten kontinuierlich. Während dabei die Aufheizung mit dem Elektronenstrahl mit hoher Geschwindigkeit erfolgen kann, erfolgt die Probenabkühlung durch Wärmeabstrahlung relativ langsam (Abb. 13).

Für die Versuche wurde die Leistungsdichte an der Probe auf 20 Wcm^{-2} eingestellt. Die Bestrahlungsdauer betrug 4 mal 2 Minuten im Abstand von 20 Minuten, wobei die erste Bestrahlung zur Probenvorwärmung vor Beschichtungsbeginn erfolgte. Der Gesamtprozeß war somit 62 Minuten lang, mit 60 Minuten Beschichtungszeit. Während einer Bestrahlung wurde die Probe auf ca. $700 \text{ }^\circ\text{C}$ aufgeheizt; die 18 Minuten dauernden Abkühlphasen führten auf Endtemperaturen um $350 \text{ }^\circ\text{C}$. Die GDOS-Analyse der Probe zeigt Abb. 14. Die Schicht ist unterstöchiometrisch, wobei während der 2. und 3. Bestrahlung ausgeprägte Minima auftreten. Der Vergleich der GDOS-Intensitätsverhältnisse (Abb. 15) zeigt demgegenüber bei der unbestrahlten Probe eine überstöchiometrische Zusammensetzung. Die im Diagramm durch Pfeile gekennzeichneten Bestrahlungsphasen hatten keinen merklichen Einfluß auf die Schichtzusammensetzung der unbestrahlten Probe, bei der wieder eine deutlich größere Schichtdicke gefunden wurde als bei Bestrahlung ($5,0$ statt $4,2 \mu\text{m}$).

Der Kalottenschliff an der bestrahlten Probe (Abb. 16) zeigt analog zur GDOS-Analyse (Abb. 14) aufgrund des geringeren Stickstoffgehaltes hellere Schichtbereiche. Diese sind zum Kreiszentrum (früherer Zeitpunkt während der Beschichtung) scharf abgegrenzt. Nach außen erfolgen die Helligkeitsübergänge demgegenüber nahezu kontinuierlich.

4 Diskussion

Die Ergebnisse des ersten Versuchsteils (Kap. 3.1) haben gezeigt, daß die Probenerwärmung mit dem Elektronenstrahl als letzter Vorbehandlungsschritt vor der PVD-Beschichtung zu einer Verbesserung der Schichthaftung führt, wie der Ritztest belegt. Als Ursache kann zunächst eine Aktivierung der Substratoberfläche z. B. durch die bei höherer Temperatur erhöhte Desorption von relativ fest gebundenen, für die Haftung jedoch störend wirkenden Gasen angenommen werden. Bei Temperaturen über 400 °C kann die Haftungsverbesserung nach /1/ damit zusammenhängen, daß sich an der Substratoberfläche FeO durch Reduktion aus Fe_2O_3 und Fe_3O_4 bildet, das wie TiN kubisch ist mit sehr ähnlicher Gitterkonstante (0,418 nm gegenüber 0,424 nm), woraus eine gute Anpassung der aufwachsenden Schicht resultiert.

Die bei überhöhter Substrattemperatur und daher abnehmender Substrathärte unter sonst gleichen Beschichtungsbedingungen festgestellte Abnahme der kritischen Last wird mit der verringerten Stützwirkung des Substrats erklärt, die den Durchbruch des Ritzdiamanten durch die Schicht erleichtert /3,4/.

Die röntgenographischen Eigenspannungsmessungen zeigten in allen untersuchten TiN-Schichten hohe Druckeigenspannungen. Die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von TiN ($9,4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) und S 6-5-2 ($13,9 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) könnten hier Ursache für thermische Eigenspannungen sein. Die unter diesen Voraussetzungen nach /5/ für eine Temperaturänderung von ca. 300 K berechneten Spannungen sind aber nur halb so groß wie die in der äußeren Schicht gemessenen Werte und der lineare Anstieg der Druckeigenspannungen bei Messungen über die gesamte Schicht würde bei konstanter Temperatur siebenfach höher sein als der berechnete. Diese Diskrepanzen könnten z. T. damit zusammenhängen, daß die PVD-Beschichtungen nicht im Temperaturgleichgewicht erfolgten und starke Texturen vorliegen. Ferner ist zu berücksichtigen, daß durch Einbau von Argonatomen in die Schichten Eigenspannungen zusätzlich aufgebaut werden können. Hier scheint ebenfalls ein erheblicher Temperatureinfluß vorzuliegen.

Die abwechselnde Bestrahlung und Beschichtung (Kap. 3.2) erlaubt die Aufbringung von Schichten bei Temperaturen oberhalb der sich allein durch den Beschichtungsprozeß einstellenden Temperatur. Dadurch läßt sich bei reduzierten Beschichtungs-raten die Schichthaftung verbessern. Dies wird besonders daran deutlich, daß die bei hoher Temperatur aufgebrauchte Schicht trotz verringerter Stützwirkung des er-weichten Substrats eine erheblich höhere kritische Last aufweist. Die bei dieser Pro-zeßführung während der Beschichtungsphasen auftretenden Temperaturänderungen führen zu Stöchiometrieänderungen in der Schicht, so daß die entstehende Gesamt-schicht eine Sandwichschicht mit gradierten Einzelschichten ist. Dies wird am Ka-lottenschliff in Abb. 9 besonders deutlich.

Die während der Beschichtungsprozesse durchgeführten Elektronenbestrahlungen (Kap. 3.3) führen zu schnellen Temperaturerhöhungen und darauf folgenden lang-sameren Abkühlungen der Probe während des Aufwachsens der Schicht. Dadurch entstehen wiederum Konzentrationsgradienten, deren Steilheit vom Temperatur-verlauf während der Beschichtung abhängt, wobei analog zu den Beobachtungen in Kap. 3.2 höhere Temperaturen einen niedrigeren Stickstoffgehalt ergeben. Dieser Zu-sammenhang wird insbesondere am Kalottenschliff in Abb. 16 deutlich. Wie schon in Kap. 3.2 beobachtet, führt die höhere Beschichtungstemperatur auch hier zu einer niedrigeren Schichtwachstumsrate.

Mit dem Massenspektrometer wurden während dieses Beschichtungsprozesses die Partialdruckverhältnisse im Rezipienten aufgezeichnet, die zur Klärung der Prozeß-abläufe beitragen können. Abb. 17 zeigt den Verlauf des Argonpartialdruckes wäh-rend des Prozesses. Typisch für das Sputtern ist der Druckabfall beim Einschalten der Glimmentladung. Die Bestrahlung der Probe mit Elektronen hat auf den Argon-partialdruck keine erkennbare Auswirkung. Der Stickstoffpartialdruck in Abb. 18 weist beim Einschalten der Glimmentladung ebenfalls einen starken Abfall auf, der sich mit dem Einfangen von Stickstoff durch die zerstäubten Titanatome erklären läßt. Während der Bestrahlungsphasen 2 und 3 ist ein leichter Anstieg des Stickstoff-partialdrucks zu erkennen, was nicht mit dem Einschalten des Strahls sondern mit dem Erreichen hoher Temperaturen am Bestrahlungsende zusammenfällt. Ursache hierfür ist der reduzierte Stickstoffeinbau in den bestrahlten, d.h. hochoverhitzten Schichtbereich, der sich in der Schichtzusammensetzung bei der GDOS-Analyse widerspiegelt (Abb. 13).

Die massenspektrometrische Verfolgung des Wassergehaltes (18 amu für H_2O^+) ergab ein gegenüber dem Stickstoffpartialdruck anderes Bild (Abb. 19). Der mittlere Analysatorstrom von 3,4 pA entspricht einem Restgasdruck von $6 \cdot 10^{-4}$ Pa. Bei jedem Einschalten des Elektronenstrahls steigt das Signal sofort signifikant an, was damit erklärt werden kann, daß durch die Elektronenstöße (11,4 keV) an der Probenoberfläche vorhandenes Wasser desorbiert wird. Andererseits erfolgt bei dem relativ hohen Wasserpartialdruck im Rezipienten schnell eine Neubelegung der Probenoberfläche, was den gleichhohen Druckanstieg nach längerer Beschichtungszeit erklärt. Der leichte mittlere Anstieg der Kurve in Abb. 18 ist auf die Erwärmung des gesamten Rezipienten während der Beschichtung zurückzuführen.

5 Schlußfolgerung

Die Bestrahlung von Beschichtungsproben mit Elektronen zur Erhöhung der Proben temperatur beim reaktiven Aufstäuben von Titanitrid ergibt eine signifikante Erhöhung der mit dem Ritztest gemessenen Schichthaftung. Ursache hierfür kann zum einen die Reduzierung der an der nach der Probenvorbereitung hochaktiven Oberfläche befindlichen Kontaminationsschicht (vorwiegend Wasser) sein, zum anderen eine durch den Elektronenstrahl begünstigte chemische Umwandlung z. B. der an der Substratoberfläche vorliegenden Eisenoxide in das für die Haftung von TiN günstigere FeO. Die Vorheizung mit Halten der Temperatur während der Beschichtung durch den Elektronenstrahl erscheint hierbei vorteilhaft, da nach der Vorbereitung der Substratoberfläche durch den Elektronenbeschuß eine Wiederbelegung der aktuellen Oberfläche behindert wird. Neben der verbesserten Schichthaftung bewirkt die erhöhte Temperatur während der Beschichtung geänderte Schichteigenschaften. Gefunden wurden eine niedrigere Beschichtungsrate und ein gegenüber der unter sonst gleichen Bedingungen bei niedriger Temperatur erzeugten Schicht niedrigerer Stickstoffgehalt. Beides ist bei hoher Temperatur und unter Elektronenbestrahlung ausgeprägter, was darauf hindeutet, daß die Kombination von hoher Oberflächentemperatur und elektronenstrahlinduzierten physikalisch/chemischen Prozessen besonders den Einbau von Stickstoff in die Titanitridschicht behindert.

6 Danksagung

Das der vorliegenden Arbeit zugrundeliegende Vorhaben wurde mit Mitteln des Bundesministers für Forschung und Technologie unter dem Förderkennzeichen 03M5004B gefördert. Die Verantwortung für den Inhalt dieser Veröffentlichung liegt bei den Autoren.

Literatur

- /1/ U. Helmersson, B. O. Johansson, J. E. Sundgren, H. T. G. Hentzell, P. Billgren: Adhesion of Titanium Nitride Coatings on High-Speed Steels; J. Vac. Sci. Technol. A 3(2) 1985, 308 - 315
- /2/ H. Jehn, U. Kopacz: Einfluß der Substrattemperatur auf einige Eigenschaften reaktiv aufgestäubter TiN-Schichten; Z. Metallkunde 75(11) 1984, 862 - 867
- /3/ M. Y. Al-Jaroudi, H. G. T. Hentzell, J. Valli: The Influence of the TiN Deposition Temperature on the Critical Load and Hardness of Hardened Steels; Thin Solid Films 154 1987, 425 - 429
- /4/ P. Billgren: Eigenschaften und Wirtschaftlichkeit TiN-beschichteter HSS-Fräswerkzeuge; VDI-Z 128(19) 1986, 761 - 766
- /5/ A. A. Appen , A. Petzold: Hitzebeständige Korrosions-, Wärme- und Verschleißschutzschichten; VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie 1984, 146
- /6/ E. Rose, P. Mayr: Analyse von PVD/CVD-Verschleißschutzschichten mit der Glimmentladungsspektroskopie (GDOS); Härterei Techn. Mitt. 41(3) 1986, 127 - 132

Abb. 1
Schema der
Sputteranlage
mit integrierter
Elektronen-
strahlquelle

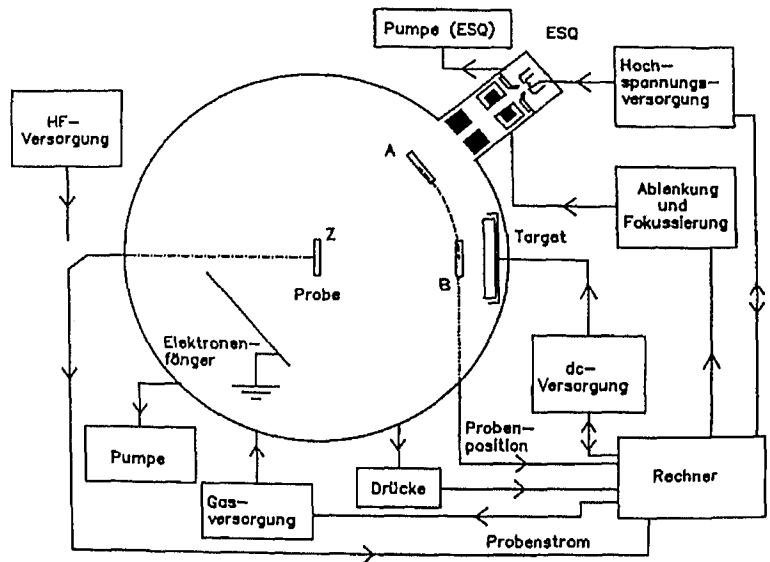


Abb. 2
berechnete Temperaturverläufe
an den Proben (Vorbehandlung
mit dem Elektronenstrahl mit
unterschiedlichem Energieein-
trag)

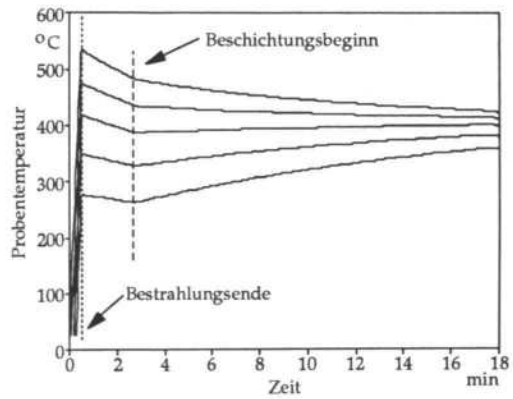


Abb. 3
Bruchfläche einer TiN-Schicht
auf S 6-5-2 im REM
(Temperatur bei Beschich-
tungsbeginn: 470 °C)

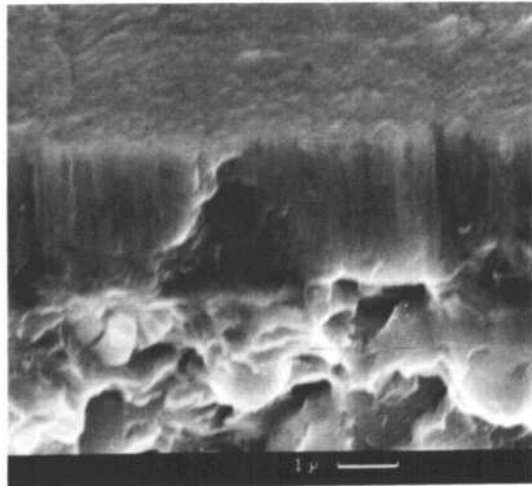


Abb. 4
Bruchfläche einer TiN-Schicht
auf S 6-5-2 im REM
(Temperatur bei Beschich-
tungsbeginn: 260 °C)

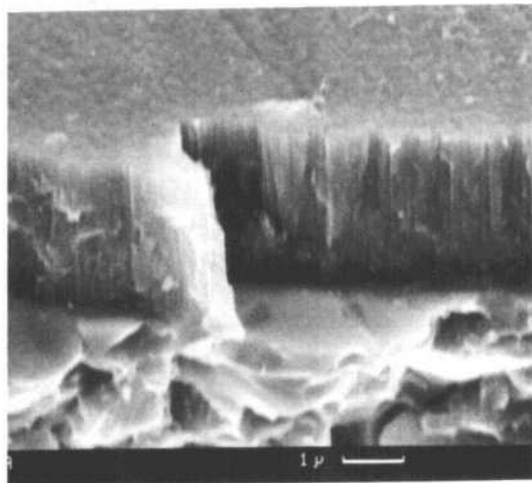


Abb. 5
Ritztest an TiN auf S 6-5-2
(Variation der Temperatur bei
Beschichtungsbeginn)

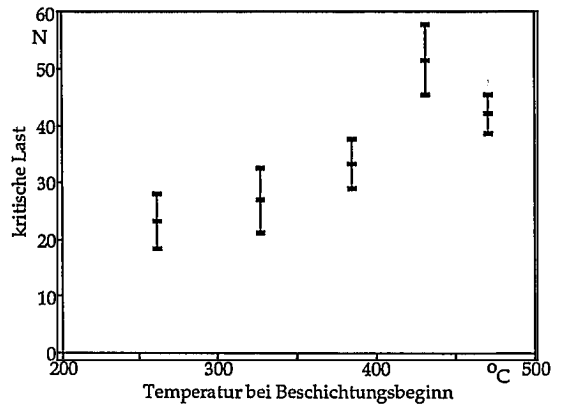


Abb. 6
Substrathärte (S 6-5-2)
(Variation der Temperatur bei
Beschichtungsbeginn)

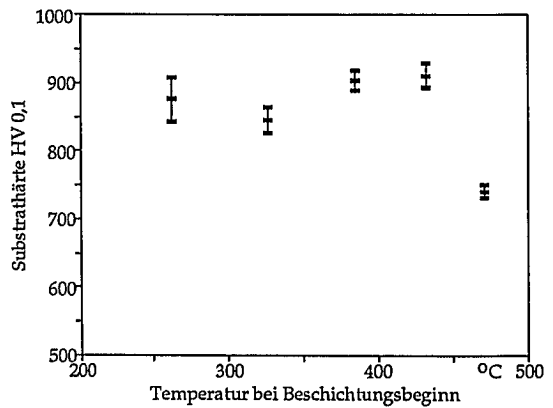


Abb. 7
Eigenspannungen im TiN und
in der Substratrandschicht bei
Variation der Temperatur bei
Beschichtungsbeginn

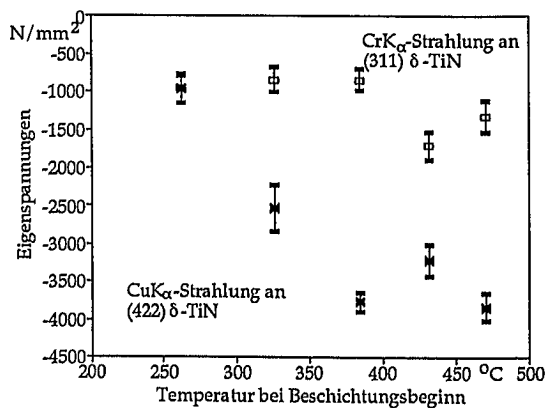


Abb. 8
berechneter Temperaturverlauf
in der Probe (Alternierende Be-
strahlung und Beschichtung)

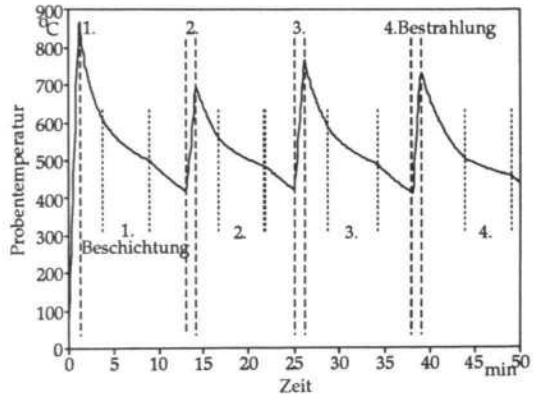


Abb. 9
Kalottenschliff (alternierend
bestrahlte und beschichtete
Probe)
100 μm
|—|

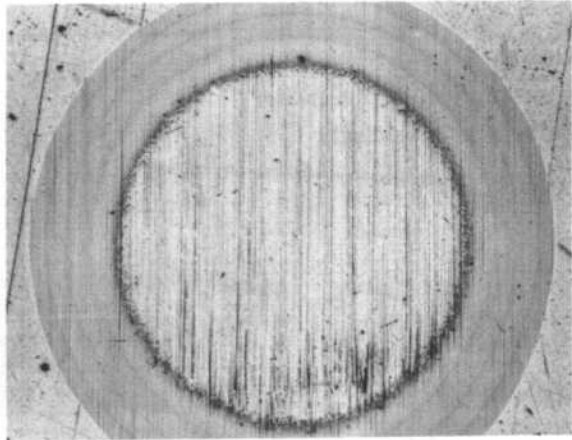


Abb. 10
Tiefenprofilanalyse (GDOS)
einer vierlagigen TiN_x -Schicht
(PVD mit Elektronenstrahlvor-
und -zwischenbehandlung)

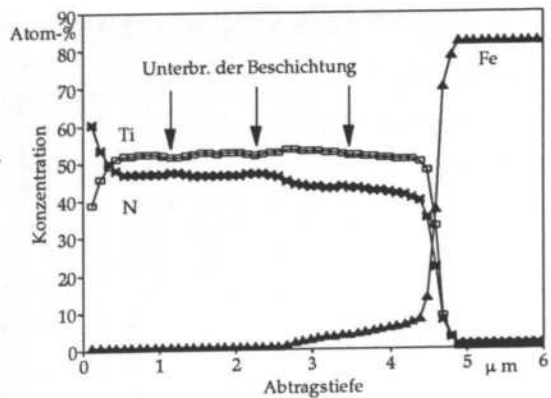


Abb. 11
Tiefenprofilanalyse (GDOS relative Intensitäten) Vergleich von PVD mit Elektronenstrahlvor- und -zwischenbehandlung und PVD mit Unterbrechungen

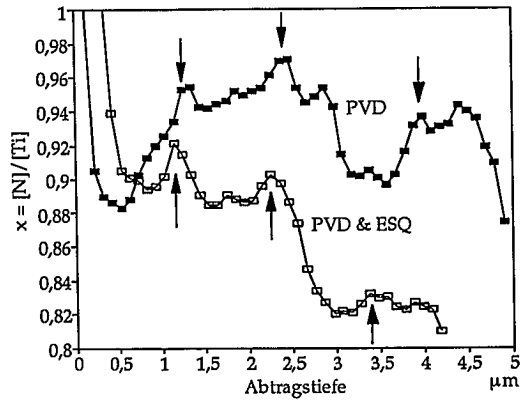


Abb. 12
Ritztest und Substrathärte der vierlagigen TiN-Schicht

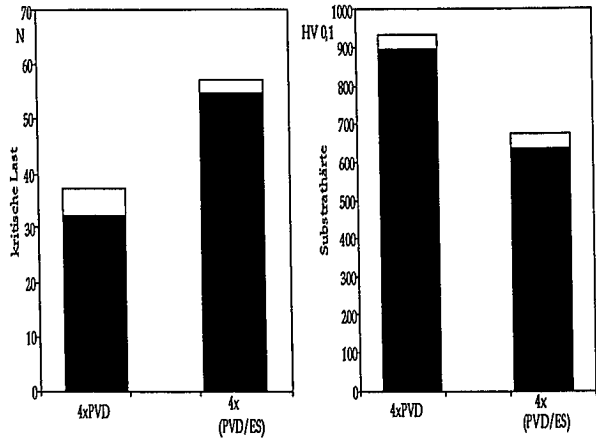


Abb. 13
Berechneter Temperaturverlauf an der Probe (gleichzeitige Bestrahlung und Beschichtung)

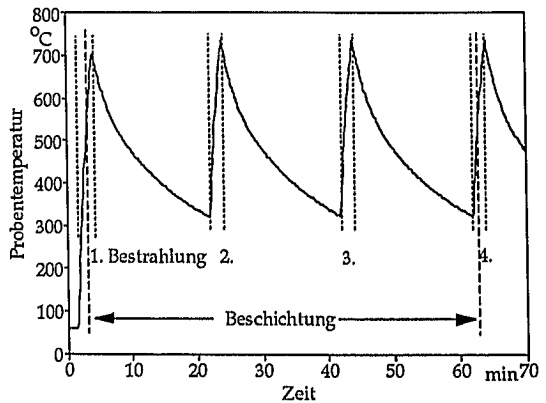


Abb. 14
Tiefenprofilanalyse (GDOS) einer TiN_x -Schicht PVD mit kurzzeitiger Elektronenstrahlbehandlung

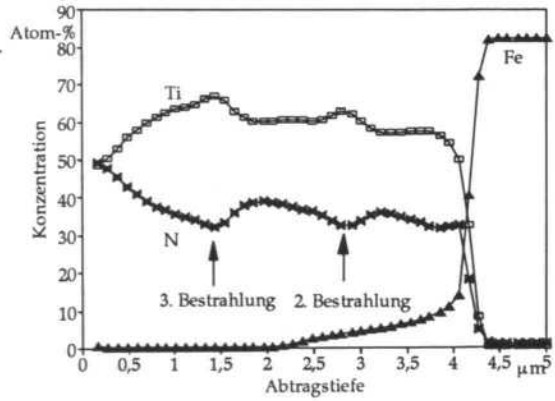


Abb. 15
Tiefenprofilanalyse (GDOS) von TiN_x -Schichten, Vergleich zweier PVD-Schichten mit und ohne kurzzeitige Elektronenstrahlbehandlung

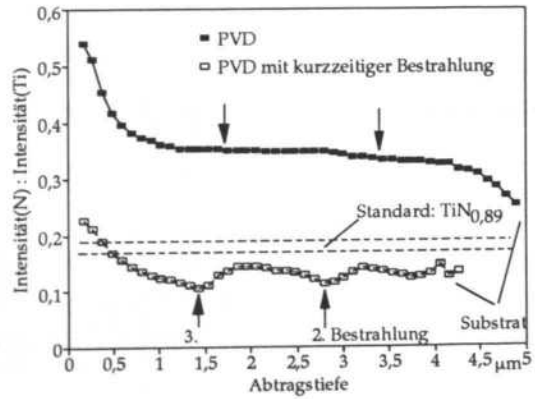


Abb. 16
Kalottenschliff (Ausschnitt)
(während der Beschichtung kurzzeitig bestrahlte Probe)
50 μm

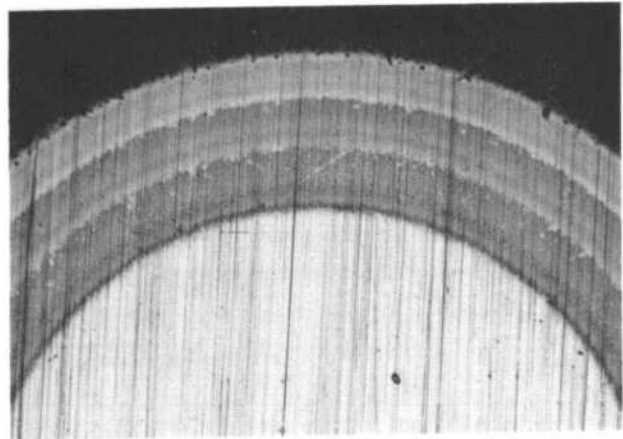


Abb. 17
Argonpartialdruck bei der Beschichtung

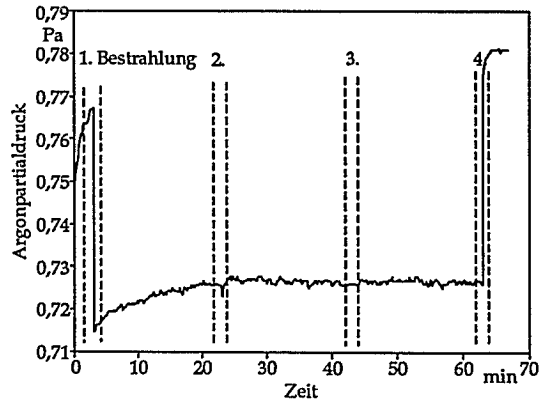


Abb. 18
Stickstoffpartialdruck bei der Beschichtung

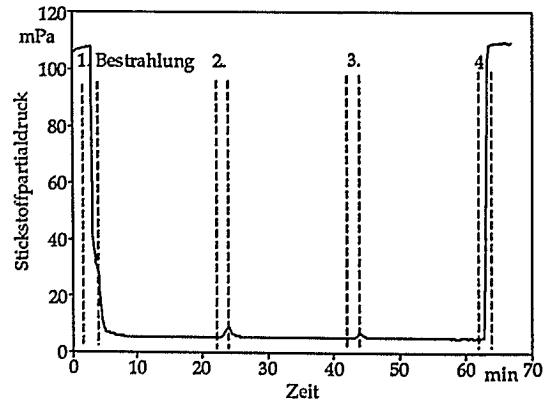
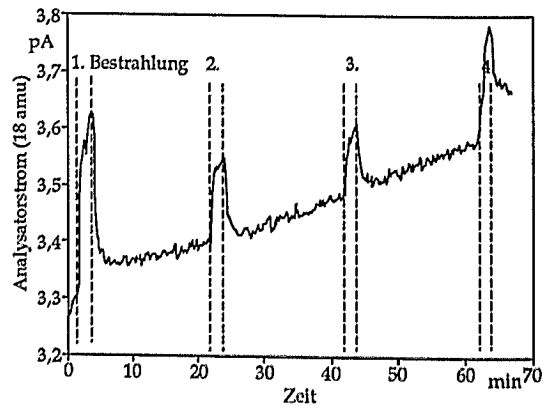


Abb. 19
Analysatorsignal im Massenspektrometer für die Masse 18 amu (H_2O^+) bei der Beschichtung



Seminar: "Hartstoffe in Werkzeugen" am 20./21.06.1991
bei der KFA, Jülich

Vortragsthema: **"Einsatzverhalten von hartstoffbeschichteten
Vollhartmetallwerkzeugen bei der Zerspanung"**

Prof. Dr.-Ing. H.K. Tönshoff
Dipl.-Ing. W. Spintig

Institut für Fertigungstechnik und
Spanende Werkzeugmaschinen
Universität Hannover

Einleitung

Die Entwicklungen neuer Schneidstoffe werden immer daran gemessen, wie sie sich bei der Zerspanung, die ein bedeutender Schritt des Gesamtfertigungsprozesses ist, verhalten. Am Ende von solchen Entwicklungen muß deshalb immer der praktische Einsatz im Zerspanprozeß stehen. Erst dann können Aussagen über die Eignung der Schneidstoffe für bestimmte Zerspanaufgaben gemacht werden. Nur wenn diese Versuche erfolgreich abgeschlossen werden können, ist auch der wirtschaftliche Einsatz von neuentwickelten Schneidstoffen in der Industrie gewährleistet. Welche besonderen Anforderungen an die Zerspanwerkzeuge gestellt werden und welche Forderungen sich an die Schneidstoffentwicklung ergeben, soll am Beispiel von beschichteten Vollhartmetallbohrern beschrieben werden.

Dazu soll zunächst kurz auf die Besonderheiten des Bohrens eingegangen werden, danach werden Ergebnisse aus Zerspanversuchen vorgestellt, die das zur Zeit bei Bohrern sehr unterschiedliche Einsatzverhalten beschreiben. Ziele von Weiterentwicklungen aus der Sicht der Zerspanung von derzeit vorhandenen Werkzeugen stehen am Ende des Beitrags.

Werkzeugbeanspruchung während des Bohrens

Im Gegensatz zu den spanabhebenden Verfahren Drehen und Fräsen stellt das Bohren mit Spiralbohrern ein kompliziertes Verfahren dar. Die Beanspruchung des Werkzeugs ist sehr komplex, so daß der Spiralbohrer, besonders der Schneidstoff, immer ein Kompromiß aus mehreren Forderungen darstellt.

Bild 1 zeigt eine Zusammenstellung der Randbedingungen beim Bohren mit Spiralbohrern. Bedingt durch den Prozeß "Bohren" ist eine aufwendige Geometrie des Werkzeugs notwendig, um einerseits an der Bohrerspitze das Zerspanen durchzuführen und andererseits die Späne aus der Wirkzone herauszutransportieren. Durch die Drehung des Werkzeugs bildet sich im Bohrer ein mehrachsiger Spannungszustand aus, der vom Werkzeug sicher ertragen werden muß. Das Ableiten der entstehenden Wärme aus der Zerspanzone gestaltet sich schwierig, da im Gegensatz zum Drehen und Fräsen die Späne nicht ungehindert ablaufen können. Dadurch kann auch die Wärme nicht so wirkungsvoll abgeführt werden.

Aus den geschilderten prozeßbedingten Problemen ergeben sich Forderungen an das Werkzeug bzw. an den Werkstoff des Werkzeugs. Hier ist besonders auf die sich widersprechenden Forderungen nach einem möglichst zähen Schaft und einer möglichst hohen Härte an der Bohrspitze hinzuweisen.

Aus diesem Grund sind gerade auf Spiralbohrern Hartstoffschichten von besonderem Interesse, da damit ein zähes Substrat in Verbindung mit einer harten Oberflächenschicht realisiert werden kann. Weiterhin kann durch Hartstoffschichten die Temperaturbeständigkeit des Werkzeugs erhöht werden, so daß die Schnittgeschwindigkeiten beim Bohren erheblich gesteigert werden können.

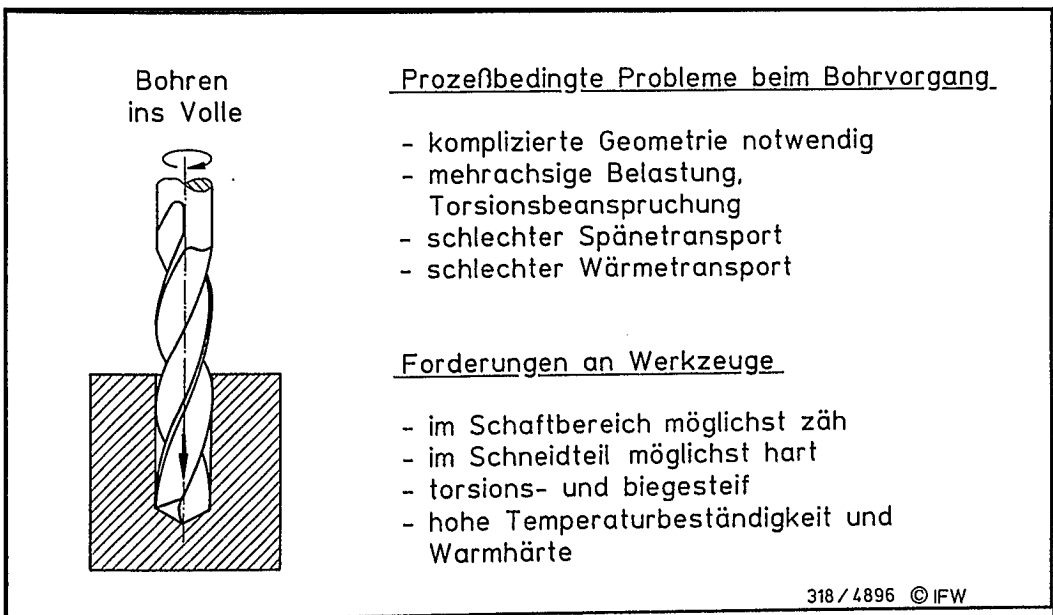


Bild 1: Randbedingungen beim Bohren

Beispielhafte Ergebnisse mit beschichteten Bohrern

Die hier vorgestellten Ergebnisse aus Zerspanversuchen können nur Beispiele aus einem ganzen Spektrum von Versuchsergebnissen sein. Sie sollen jedoch zeigen, daß die z.Z. auf dem Markt befindlichen Werkzeuge in ihrer Qualität stark streuen und die Eignung unterschiedlicher Hartmetalle und Beschichtungen für verschiedene zu zerspanende Werkstoffe genau überprüft werden muß. Die unterschiedliche Qualität der Beschichtung soll an einem Beispiel erläutert werden.

Bild 2 zeigt das Verschleißverhalten und die Anzahl von Bohrungen bis zum Standwegende durch Erreichen des Verschleißkriteriums von $VB = 300 \mu\text{m}$. Der Durchschnittswert, der minimale und maximale Wert bei 3 Versuchen ist aufgetragen. Gebohrt wurde in den Stahl Ck 45 N. Eingesetzt wurde ein Bohrer mit einem Durchmesser von 9 mm aus Hartmetall der Qualität P40. Das Werkzeug ist mit TiN beschichtet. Das hier beschriebene Werkzeug erreichte einen durchschnittlichen Standweg von etwa 73 m, entsprechend 2700 Bohrungen. Der Abtrag an der Schneidenecke des Bohrers ist gleichmäßig, größere Ausbrüche oder Abplatzungen sind nicht festzustellen. Damit läßt sich der Verschleißvorgang gut verfolgen und das Werkzeug ist prozeßsicher einsetzbar.

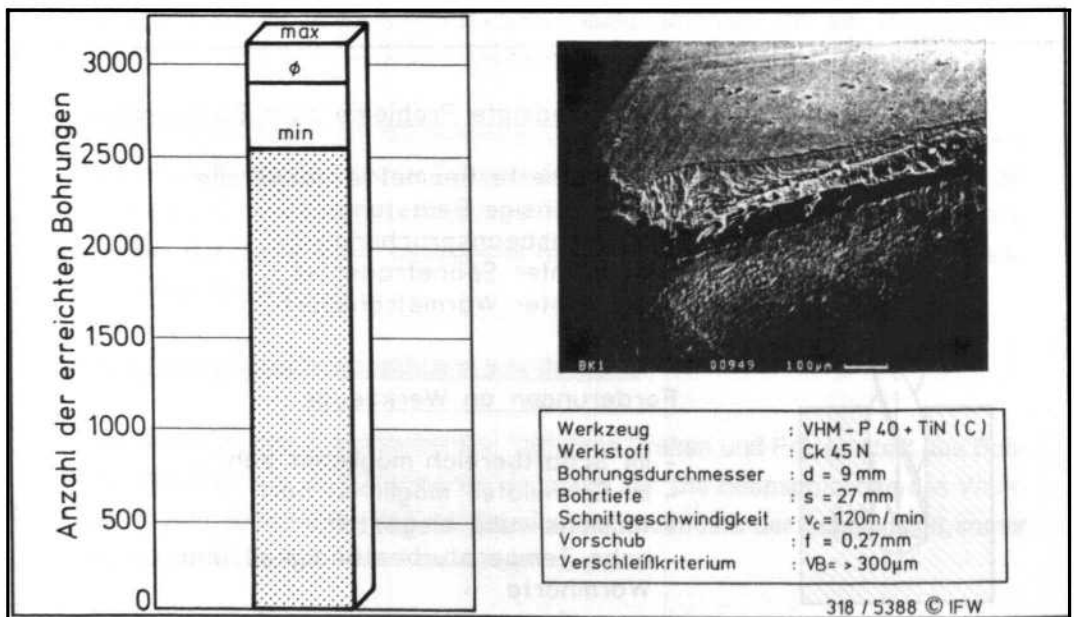


Bild 2: Verschleißausprägung an einem beschichteten VHM-Bohrer (P40, TiN-beschichtet)

Im Gegensatz dazu steht das Ergebnis, welches in Bild 3 dargestellt ist. Hier wurde der gleiche Werkstoff Ck 45 N bearbeitet. Das Werkzeug entsprach ebenfalls der Hartmetallqualität P40 und war mit TiN beschichtet. Der Spitzenanschliff beider Werkzeuge war identisch. Trotz dieser Übereinstimmung zeigte sich im praktischen Einsatz ein deutlicher Unterschied gegenüber dem ersten Werkzeug.

Gegenüber der Verschleißausprägung in Bild 2 sind hier größere Abplatzungen der Beschichtung zu erkennen. Durch das Abplatzen der Hartstoffschicht wird das

Grundsubstrat freigelegt und der Verschleiß verläuft weniger gleichmäßig. Dies zeigt sich auch bei der Betrachtung des erreichten Standweges, welcher mit nur etwa 43 m deutlich unter dem Wert des Werkzeugs aus Bild 2 liegt.

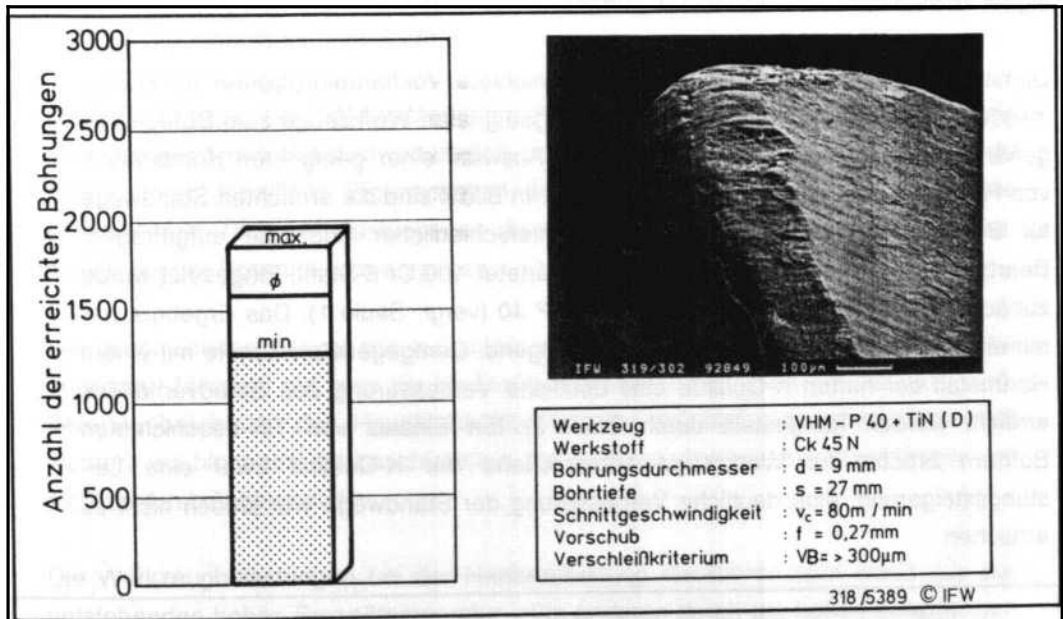


Bild 3: Verschleißausprägung an einem beschichteten VHM-Bohrer (P40, TiN-beschichtet)

Der Vergleich dieser beiden Ergebnisse soll zeigen, daß die Qualität der Beschichtung stark streuen kann. Substratvorbehandlung, Beschichtungstechnik und -verfahren können hierfür die Ursache sein. Aber auch Substratzusammensetzung und Korngröße können unterschiedlich sein, so daß eine Zuordnung der Verschleißerscheinungen zu einer der genannten möglichen Ursachen kaum möglich ist. Hier wären genauere Angaben der Hersteller wünschenswert und notwendig, um dem Anwender die Auswahl geeigneter Werkzeuge zu erleichtern.

Neben der Bearbeitung von konventionellen Werkstoffen, wie der beschriebene Einsatz von beschichteten Bohrern zur Bearbeitung von Ck 45 N, werden Hartmetalle bzw. beschichtete Hartmetalle auch für Sonderanwendungen eingesetzt. Eine solche Anwendung ist die spanende Bearbeitung von gehärteten Stahlbauteilen. Während durch den Einsatz von hochharten Schneidstoffen wie Schneidkeramik oder kubischem Bornitrid (CBN) das Hartdrehen schon wirtschaftlich in der Produktion einge-

setzt wird, ist das Bohren in gehärtete Werkstoffe noch in der Entwicklungsphase. Die oben erwähnten hochharten Schneidstoffe sind für Spiralbohrer nicht verfügbar und scheinen auch für solche Werkzeuge aufgrund ihrer hohen Sprödigkeit ungeeignet zu sein.

Damit sind Vollhartmetallbohrer, bzw. beschichtete Vollhartmetallbohrer im Durchmesserbereich < 20 mm die z.Z. am besten geeigneten Werkzeuge zum Bohren von gehärteten Stählen. Wichtig ist jedoch die Auswahl einer geeigneten Kombination von Hartmetallqualität und Beschichtungstyp. In Bild 4 sind die erreichten Standwege für Bohrer gleicher Konfiguration aber unterschiedlicher Substrate aufgetragen. Bearbeitet wurde ein auf 60 HRC durchgehärteter 100 Cr 6-Stahl. Eingesetzt wurde zunächst ein Bohrer der Hartmetallqualität P 40 (vergl. Säule 1). Das Ergebnis war mit etwa 20 erreichten Bohrungen unbefriedigend. Demgegenüber konnte mit einem Hartmetall der harten K-Qualität eine deutliche Verbesserung des Standverhaltens erreicht werden (dargestellt durch Säule 2). Ein Einsatz von TiN-beschichteten Bohrern brachte für Werkzeuge entsprechend der K-Qualität zwar eine Leistungssteigerung, eine deutliche Verbesserung der Standwege war jedoch nicht zu erreichen.

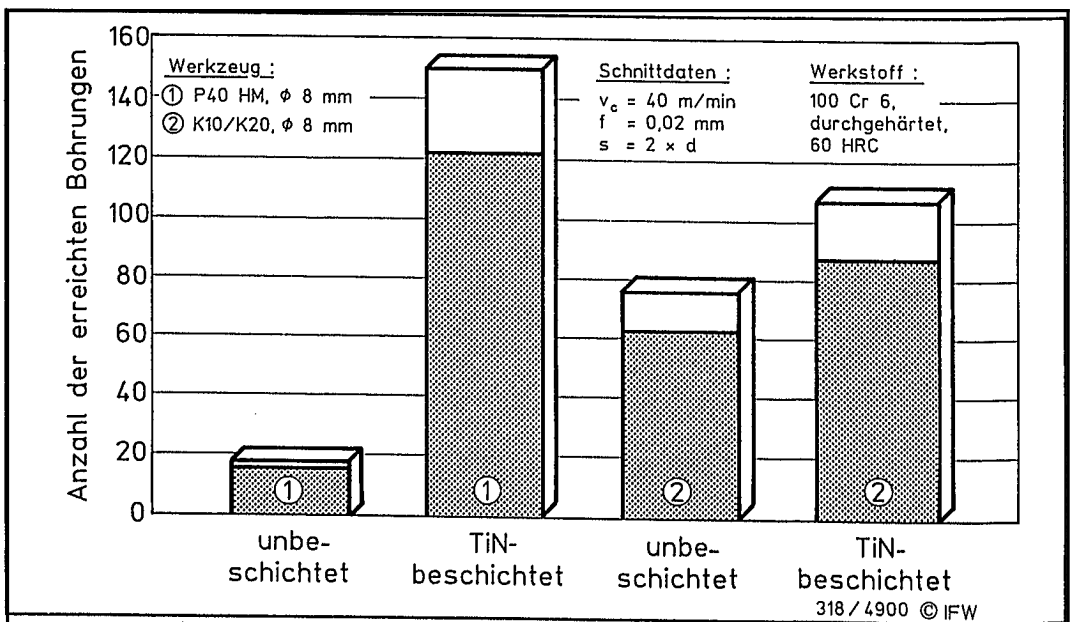


Bild 4: Standmengenvergleich bei beschichteten und unbeschichteten VHM-Bohrern

Im Gegensatz dazu konnte durch den Einsatz von TiN-beschichteten Hartmetallbohrern der Qualität P40 eine deutliche Verbesserung der Standwege erreicht werden, so daß diese Kombination als z.Z. am besten geeignet für das Bohren in gehärtete Stähle erscheint. Die Eignung von neuentwickelten Hartstoffschichten wie TiAlN oder TiCN wird gegenwärtig untersucht.

Die gute Eignung der TiN-beschichteten P40-Hartmetalle begründet sich durch die gute Zähigkeit des Substratwerkstoffes und der Härte der Oberflächenschicht, die sich in ihren jeweiligen Eigenschaften ergänzen. Das zähe Substrat erträgt die schwankende Torsionsbelastung und die harte Oberflächenschicht wirkt dem Verschleiß an der Schneidkante entgegen.

Die beschichteten Bohrer der K-Qualität weisen gegenüber den P-Qualitäten eine geringere Zähigkeit auf, was sie für Stoßbelastungen empfindlich werden läßt. Größere Ausbrüche an den Hauptschneiden konnten bei den Versuchen festgestellt werden, wo hingegen die beschichteten P-Qualitäten gleichmäßig verschlissen und nicht zu Ausbrüchen neigten.

Die Werkzeugbelastungen bei der Hartbearbeitung resultieren zum einen aus der entstehenden hohen Prozeßtemperatur, zum anderen durch die hohen notwendigen Zerspankräfte. Bild 5 zeigt Querschliffe von Werkstücken, welche mit einem Bohrer von 16 mm Durchmesser hergestellt wurden. Zum Hervorheben der Wärmebeeinflussung wurde der Schliff mit HNO₃ geätzt, wodurch sich die unterschiedlich wärmebeeinflussten Zonen der unterschiedlichen Temperaturen im Werkstoff in verschiedenen Farben ausbilden.

Deutlich erkennbar ist an der Bohrungsinnenwand ein 30-50 µm tiefer Bereich mit Neuhärtungsgefüge. Dies Gefüge entsteht, wenn von hohen Temperaturen (etwa 850°C bei 100 Cr 6) mit hohen Abkühlgeschwindigkeiten abgeschreckt wird, beispielsweise durch Hinzutreten von Kühlschmierstoff. Damit wird deutlich, welche Prozeßtemperaturen - trotz Kühlschmierstoffzuführung von außen - beim Hartbohren auftreten.

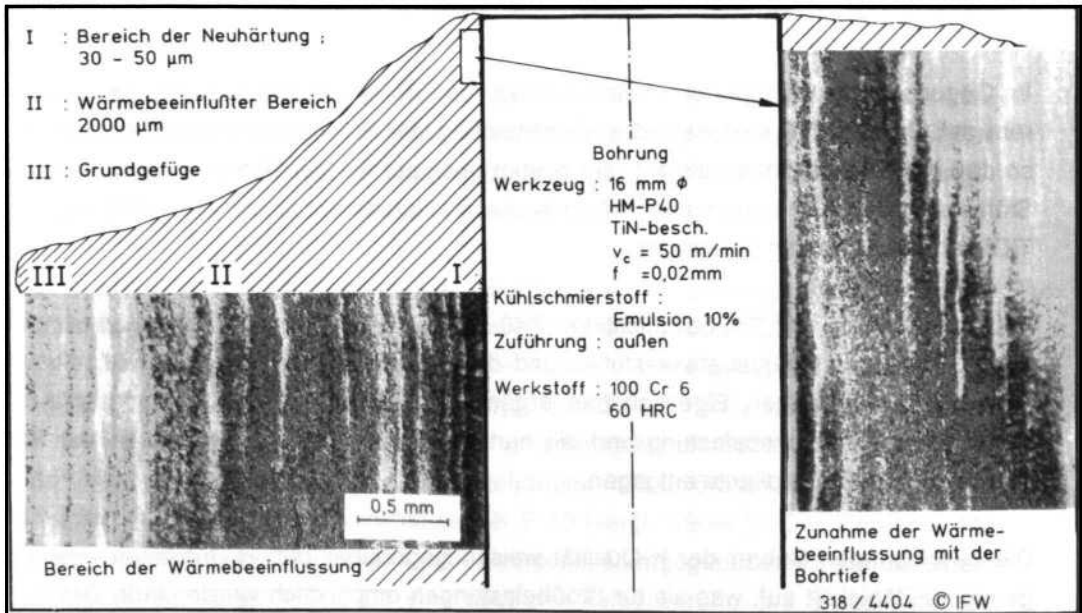


Bild 5: Gefügebeeinflussung durch hohe Prozeßtemperaturen

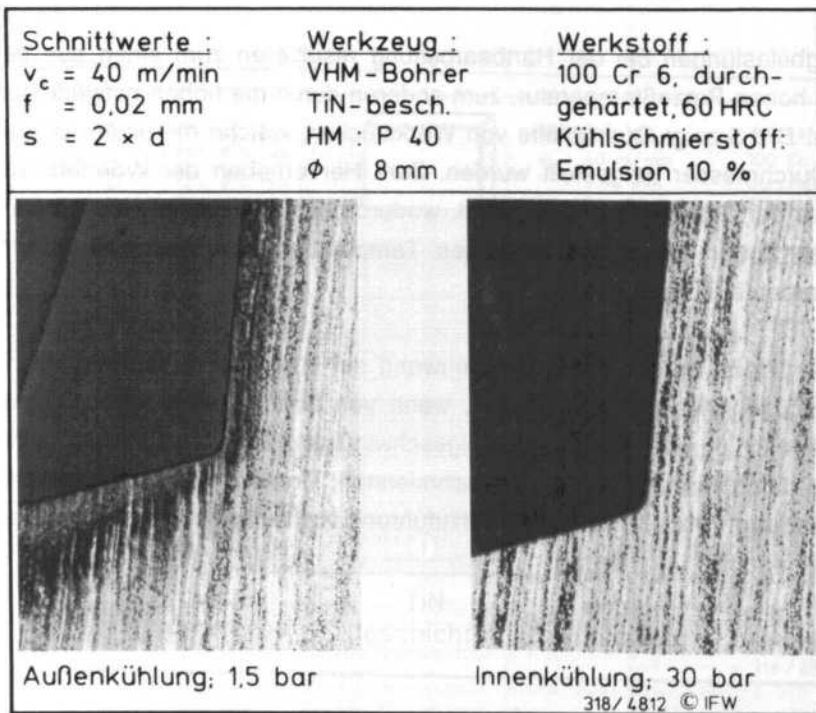


Bild 6: Gefügeveränderungen und deren Vermeidung

In Bild 6 ist dargestellt, wie eine solche Gefügeveränderung im Bauteil vermeidbar ist. Wird gegenüber der konventionellen Außenkühlung, wie in Bild 5 bzw. der linken Aufnahme in Bild 6 gezeigt, eine innere Kühlmittelzuführung eingesetzt, so wird die Prozeßtemperatur erwartungsgemäß erheblich herabgesetzt; eine Gefügeveränderung ist nicht feststellbar.

Ein gravierender Nachteil der inneren Kühlschmierstoffzuführung liegt in der erheblich höheren notwendigen Vorschubkraft, die bis zu 80% höher liegt als bei außengekühlten Werkzeugen. Dadurch treten, abhängig von der KSS-Zuführung, ganz unterschiedliche Verschleißverhalten auf, die einerseits auf die hohe thermische Beanspruchung, andererseits auf die erheblichen Schnittkräfte zurückzuführen sind.

Forderungen und Entwicklungsziele

Aus den geschilderten Belastungen der Werkzeuge bei der Zerspanung verschiedener Werkstoffe wird deutlich, in welche Richtung die Entwicklung von hartstoffbeschichteten Bohrwerkzeugen gehen sollte. Die Stichworte sind in Bild 7 zusammengefaßt.

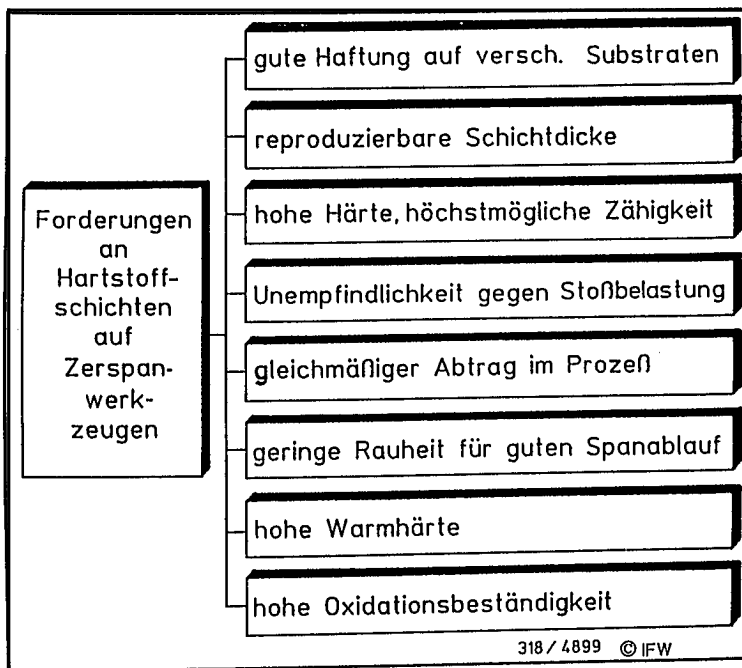


Bild 7: Forderungen an Hartstoffschichten

Zunächst ist eine gute Haftung der Schichten auf verschiedenen Substratwerkstoffen unerlässlich. Großflächige Abplatzungen der Beschichtung führen zu vorzeitigem Versagen der Werkzeuge und lassen den Einsatz unwirtschaftlich werden. Zur Einhaltung enger Toleranzen sollte die Schichtdicke reproduzierbar sein, so daß auch bei mehrfacher Neubeschichtung die Durchmesser-toleranzen eingehalten werden können.

Zum Ertragen von stoßartiger Beanspruchung, wie sie z.B. beim Bohren von Gußwerkstoffen durch Einschlüsse im Werkstoff immer wieder auftreten, sollten vor allem die Zähigkeitseigenschaften der Schichten verbessert werden.

Ein guter Spanablauf wird durch geringe Rauheiten in der Spannut verbessert und damit auch die Bohrungsqualität hinsichtlich der Oberflächengüte und der Rundheit der Bohrungen. Durch einen guten Spanabfluß wird auch die Wärmeabfuhr erleichtert, da ein großer Teil der entstehenden Prozeßwärme mit den Spänen abgeführt wird. Aufgrund der beim Bohren verfahrensbedingt schlechten Wärmeabfuhr muß ein Bohrwerkzeug eine hohe Warmhärte und Oxidationsbeständigkeit aufweisen, um die Zerspanungswärme sicher ertragen zu können.

Die weiteren Ziele von Entwicklungen der Hartstoffschichten auf Werkzeugen sollten sich in zwei Bereiche teilen. Bild 8 verdeutlicht den Zusammenhang beider Bereiche.

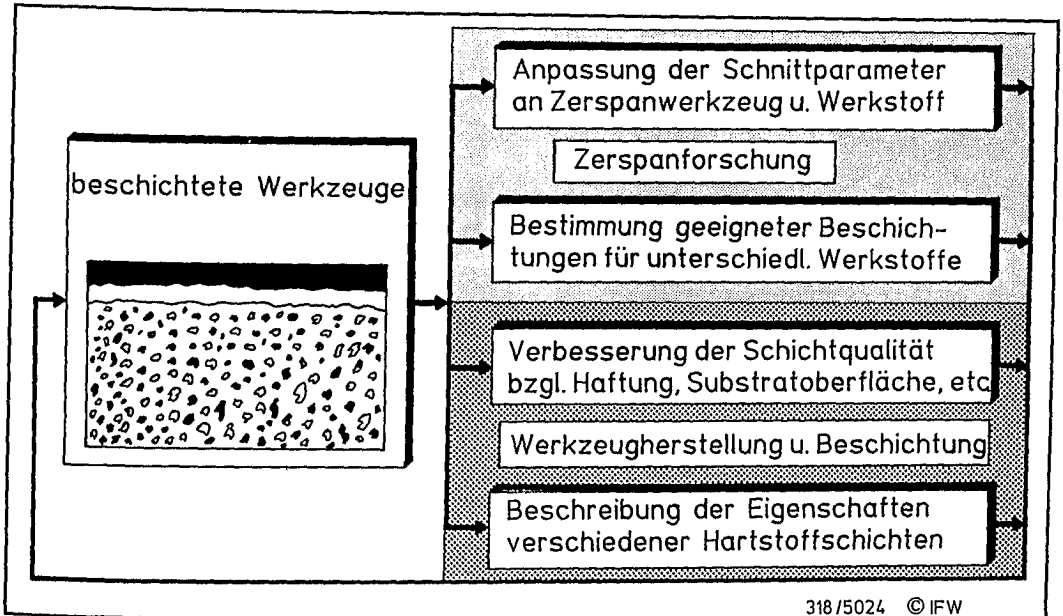


Bild 8: Ziele künftiger Entwicklungen bei beschichteten Werkzeugen

Die Werkzeugherstellung und Beschichtung sollte an der Verbesserung der gegenwärtigen Schichtqualität arbeiten, hinsichtlich einer Verbesserung der Schichthaftung, der Substratvorbehandlung u.s.w.. Außerdem sollten die physikalischen und mechanischen Kennwerte der Schichten genau beschrieben und ermittelt werden, um dem Anwender die für seinen Verwendungszweck geeignete Kombination von Werkzeugsubstrat und -beschichtung empfehlen zu können.

Die Zerspanforschung sollte sich mit dem Einsatz von neuen Werkzeugkomponenten beschäftigen, um aus Zerspanversuchen das für jeden Anwendungsfall geeignete Werkzeug benennen zu können.

In einer Art Regelkreis sollte sich die Entwicklung von Werkzeugen zwischen der grundlagenorientierten Werkstoffforschung und der anwendungsnahen Zerspanforschung vollziehen, was dazu beitragen könnte, daß neue innovative Schneidstoffentwicklungen auch in der industriellen Praxis erfolgreich eingesetzt werden können.

Literaturauswahl zum Thema

- | | | |
|-----|--------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| /1/ | Tönshoff, H.K., W. Kaestner | Werkzeuge und Werkzeugsysteme für die automatisierte Fertigung. CIRP/VDI-Konferenz "Schneidstoffe und Werkzeuge". VDI-Berichte 762, VDI-Verlag Düsseldorf 1989 |
| /2/ | Schnadt-Kirschner, R. | Einsatz und Verschleißverhalten von Vollhartmetallbohrern. Werkstatt und Betrieb 123 (1990) 12, S. 909-913 |
| /3/ | Droese, I. | Titannitrid-beschichtete HSS-Spiralbohrer. Dissertation RWTH-Aachen 1987 |
| /4/ | Tikal, F. | Leistungssteigerung beim Bohren von Eisenwerkstoffen. Firmenschrift der Fa. Hertel AG, Fürth |
| /5/ | Kaestner, W. | Drehbearbeitung im unterbrochenen Schnitt. wt-Werkstattstechnik 80(1990), S. 627-676 |
| /6/ | Tönshoff, H.K., W. Spintig | Bohren gehärteter Stähle Industrie-Anzeiger (1991) 44, S. 43-44 |

Hartstoffe in Werkzeugen

Die Entwicklung und Einsatz von Sinterwerkstoffen (Hartmetall, Keramik, Cermet) für Werkzeuge

Dr. J. Ebberink, G. Gühring KG, Albstadt

Einleitung

Die Entwicklung und der Einsatz von Hartstoffen für Werkzeuge in der zerspanenden Industrie verlief für die verschiedenen Werkzeugtypen unterschiedlich. Einerseits wurden Sinterhartstoffe bereits im frühen Stadium in wendeschneidplattenbestückte Werkzeuge (WSP-Werkzeuge) zur Bearbeitung von Stahl sowie anderen Werkstoffen eingesetzt. Andererseits kamen Sinterhartstoffe bei Werkzeugen ohne Wendeplatten – wie z.B. Werkzeuge mit gelöteten Platten oder Werkzeuge aus Vollhartmetall – bis vor einigen Jahren nur in Teilbereichen zum Einsatz. Die Zerspaltung von Stahl mit vorgenannten Werkzeugen (z.B. Spiralbohrern, Schaftfräsern, Räumwerkzeugen) war zumeist nicht möglich. Mangelhafte Zähigkeit und eine zu große chemische Affinität des Hartmetalls zu Stahl waren die Ursachen.

Sinterwerkstoffe für WSP-Werkzeuge

Seit der Einführung der ersten gesinterten Hartmetalle im Jahre 1926 fand eine gleichmäßige Entwicklung dieser Hartstoffe statt.

Die ersten Qualitäten waren vom Typ WC-Co und bestanden vollständig aus Wolframkarbid und Kobalt. Bereits 4 Jahre später wurden die ersten Qualitäten auf Basis WC-TaC-TiC-Co erzeugt. Diese Hartmetalle auf ternärer Karbidbasis fanden zunächst in den USA ihre Anwendung.

In der zerspanenden Industrie verlief die Entwicklung der Hartmetallsorten parallel mit der Optimierung der Wendschneidplatte. Der letzte größere Entwicklungsschritt fand mit der Entwicklung der Qualitäten für die Wendschneidplatte zum Fräsen in den 70-er Jahren statt. Ende der 70-er Jahre verfügte man somit über geeignete Qualitä-

ten für Wendepplatten zum Drehen und Fräsen. Die Sorten konnten noch verbessert werden durch die Verwendung von reineren Ausgangsstoffen und eine Optimierung der Fertigungsverfahren.

Andere Hartstoffe wie Siliziumnitrid, Mischkeramik und Aluminiumoxid haben sich in den letzten Jahren ebenfalls einen festen Platz als Wendeschneidplatte in Werkzeuge erobert.

Sinterwerkstoffe für nicht WSP-Werkzeuge

Eine breitere Verwendung der Sinterwerkstoffe neben der Anwendung als Wendeschneidplatte in Werkzeugen fand zunächst in der zerspanenden Industrie nicht statt.

Lediglich in Zerspanungsprozessen mit niedrigen Schnittkräften wie z.B. die Bearbeitung von Grauguß und übereutektischen Aluminiumlegierungen wurde Hartmetall in Teilbereichen eingesetzt.

Obwohl bei der Wendeschneidplatte der Schneidstoff Schnellarbeitsstahl fast vollständig durch Sinterwerkstoffe abgelöst wurde, fand Schnellarbeitsstahl nach wie vor eine breite Anwendung bei zerspanenden Bearbeitungsverfahren mit nicht bestückten Werkzeugen wie z.B. Spiralbohrer, Schaftfräser, Räumnadel. Erst in den letzten Jahren kann eine höhere Akzeptanz der Sinterwerkstoffe bei Werkzeugen aus Vollmaterial beobachtet werden.

Der Grund für die erst späte Anwendung muß in fehlenden geeigneten Qualitäten für diese Bearbeitungsverfahren, insbesondere zur Zerspanung von Stahl, gesucht werden.

Im Gegensatz zu den Herstellern von Wendeschneidplatten mit eigenen Entwicklungslabors für Hartmetall (z.B. Sandvik, Seco, Krupp, Plansee etc.) verfügen die zumeist mittelständischen Hersteller von o.g. Werkzeugen nicht über geeignete Kapazitäten und Wissen zur Entwicklung von Sinterwerkstoffen für ihre Werkzeuge. Hohe Investitionen für Sinteranlagen und Versuchsfelder, mangelhafte Kenntnisse hinsichtlich Sinterwerkstoffe und fehlende Entwicklungsmöglichkeiten außer Haus bei unabhängigen Forschungsinstituten verhinderten die Entwicklung von Hartstoffen. Darüber

hinaus behindert die Einteilung der Hartmetallsorten nach Zerspanungsklassen eine genaue Abgrenzung zwischen den einzelnen Qualitäten.

Erst die zunehmende Rationalisierung von Zerspanungsprozessen und die damit verbundene Entwicklung von immer leistungsfähigeren Bearbeitungszentren sowie das Vordringen von ausländischen Werkzeugen mit optimierten Sinterschneidstoffen (auch zur Zerspanung von Stahl) macht die Entwicklung von weiteren Werkzeugen aus Sinterwerkstoffen wie der Spiralbohrer, die Räumnadel und der Fräser auch in Deutschland unbedingt erforderlich. In letzter Zeit wächst die Erkenntnis, daß die für die Zerspanungsprozesse "Drehen und Fräsen" entwickelten WSP-Hartmetallqualitäten nicht unmittelbar ein Optimum für Prozesse wie Bohren, Räumen etc darstellen. Die Entwicklung von neuen Qualitäten mit geänderter Korngröße, Kornverteilung und Zusammensetzung steht für diese Prozesse noch am Anfang.

Eigenschaften von Vollhartmetallwerkzeugen

Vollhartmetallwerkzeuge oder Werkzeuge mit gelöteten Hartmetallschneiden zeichnen sich aus durch eine erhöhte Steifigkeit, Verschleißbeständigkeit und Warmhärte.

Die höhere Steifigkeit von Vollhartmetallwerkzeugen ermöglicht eine Bearbeitung mit erhöhter Präzision im Vergleich zu Werkzeugen aus Schnellarbeitsstahl. Hohe Anforderungen des zu bearbeitenden Werkstück sind somit in Zukunft nur mit Vollhartmetallwerkzeugen oder Vollkeramikwerkzeugen möglich.

Eine hohe Verschleißbeständigkeit des Schneidstoffes führt zu langen Standwegen und zu geringeren Maschinenzeiten für Werkzeugwechsel und Einstellung. Die durch die höhere Verschleißbeständigkeit geförderte längere Maßhaltigkeit im Einsatz, sowie die günstige Beeinflussung der Oberflächenrauheit führen zu erhöhter Präzision der Bearbeitung.

Die höhere Warmhärte bedeutet eine höhere Härte und Verschleißbeständigkeit auch bei hohen Temperaturen. Höhere Schnittparameter und wirtschaftliche Zerspanungsprozesse sind das Resultat. Zerspanungsprozesse, bei denen hohe Temperaturen infolge der Bearbeitungsart auftreten, und die mit HSS-Werkzeugen nur schwer durchführbar sind, (z.B. die Erzeugung von tiefen Bohrungen) werden einfacher. Durch die Anwendung von Werkzeugen mit geeigneten Kühlkanälen, wie in

Abb. 1 dargestellt, kann die Temperatur an den Schneiden weiter reduziert werden. Durch geeigneten Kühlmitteldruck wird das Spanablaufverhalten verbessert.

Im Gegensatz zu diesen Eigenschaften erschweren die höhere Sprödigkeit und die chemische Affinität von Hartmetall zu Stahl den Einsatz als Vollhartmetall- bzw. Vollkeramikwerkzeug.

Die Entwicklung von geeigneten Sinterwerkstoffen für gelötete Werkzeuge bzw. Werkzeuge aus Vollhartmetall

Die Entwicklung des Sinterwerkstoffes Hartmetall ist für WSP-Werkzeuge im fortgeschrittenen Stadium. In diesem Bereich konzentrieren sich die Aktivitäten auf die Geometrie der Platte und die Entwicklung von neuen Cermetqualitäten.

Bei Werkzeugen in gelöteter Ausführung und Werkzeuge aus Vollhartmetall müssen noch die geeigneten Wolframkarbid-Hartmetallqualitäten zur Zerspanung von Stahl entwickelt werden. Vorhandene Hartmetallqualitäten lassen sich nicht unmittelbar anwenden aufgrund einer zu geringen Zähigkeit des Hartmetalls und die damit verbundene Rißbildung an den Schneiden. Die am Markt erhältlichen zäheren, temperaturwechsel-unempfindlicheren Qualitäten zeigen einen z.B. beim Spiralbohrer extremen Verschleiß.

Die Anforderungen an den Sinterwerkstoff bei Vollhartmetall-Werkzeugen sind auch deshalb hoch, weil an den Schneiden im Zerspanungsprozeß extreme Belastungen auftreten. So sinkt die Schnittgeschwindigkeit beim Spiralbohrer und bei einigen Fräsern im Zentrum beinahe auf Null. Am Außendurchmesser dagegen liegt die maximale Schnittgeschwindigkeit vor. Dies führt zu unterschiedlichen Belastungen des Hartmetalls und fordert die Anwendung von Sinterwerkstoffen mit vielseitigen Eigenschaften in bezug auf Härte und Zähigkeit.

Erste Ansätze zur Verbesserung von Schneidstoffqualitäten für Vollhartmetallwerkzeuge sind in letzter Zeit ersichtlich. Folgende Optimierungen sind notwendig:

- Die Verbesserung der Zusammensetzung des Hartstoffes um einen extremen

Verschleiß und die Affinität zum Stahl zu reduzieren. Abb. 2 zeigt am Beispiel des Spiralbohrers die Stellen mit bevorzugtem Verschleiß an der Oberfläche.

- Die Verringerung der mittleren Korngröße und Minimierung der maximalen Korngrößen nicht nur von Wolframkarbid (WC) sondern auch von den restlichen Karbiden wie Titan (TiC)- und Tantalcarbid (TaC)
- Die Form der Karbide
- Die Ausbildung einer homogenen Verteilung der Karbide und Bindephase
- Die Optimierung des Karbidverhältnisses TiC/TaC/NbC
- Die weitere Eingrenzung der erlaubten Kohlenstoff- und Stickstoffkonzentration

Beispiele von Schneidstoffoptimierungen

Beispiele von Schneidstoffoptimierungen sind in Abb. 3 bis 5 dargestellt.

Abb. 3 zeigt Einsatzversuche von Spiralbohrern aus zwei verschiedenen Qualitäten P40. Größere Standwegunterschiede können beobachtet werden, obwohl beide Sorten nach ISO in die Zerspanungshauptgruppe P40 eingeordnet werden. Der Grund ist die einsetzende Ribbildung bei der Sorte 2, die zu einem verfrühten Ausfall des Werkzeuges führt.

Abb. 4 und Abb. 5 zeigen die Leistung des Schneidstoffes von TiN-beschichteten Spiralbohrern in Abhängigkeit vom zu bearbeitenden Material. Zwei Hartmetalle mit Wolframkarbidkorngrößen kleiner als 1 μm wurden sowohl in Stahl (42CrMo4V) als auch in Guß (GG25) eingesetzt. In Stahl zeigt die zähere Sorte K20 die besseren Eigenschaften, in Guß die verschleißbeständigere Sorte K10. Die eingesetzte Cermet-Sorte weißt einen nicht ausreichenden Standweg auf.

Abb. 6 zeigt dagegen, daß auch der Schneidstoff Cermet Vorteile gegenüber anderen Hartstoffen bieten kann. Die erzeugte Oberflächengüte, die mit Werkzeugen

aus Cermet erzeugt wird, ist deutlich besser. Cermet kann deshalb in Reibahlen als Schneidstoff Verwendung finden. Reibahlen sind Zerspanungswerkzeuge, die eingesetzt werden, um die Oberflächengüte und Genauigkeit von Bohrungen zu erhöhen. Abb. 4 zeigt weiter, daß grundsätzlich auch die Keramiksorte Siliziumnitrid für Werkzeuge aus Vollhartstoff geeignet sein kann. Voraussetzung ist, daß die Keramikschneidstoffe bei den richtigen Schnittbedingungen eingesetzt werden und daß die Geometrie des Werkzeuges der Zerspanungsanwendung angepaßt wird. Auf diesem Gebiet besteht bei Werkzeugen aus Vollhartstoff erheblicher Nachholbedarf im Vergleich zu WSP-Werkzeugen.

Auswirkungen von neuen, überlegeneren Sinterwerkstoffen auf die Industrie

Die Erhöhung der Leistungsfähigkeit der Werkzeuge als Folge der Anwendung von neu entwickelten Schneidstoffen hat eine direkte Auswirkung auf verschiedene andere Industriezweige.

1. Die weiterverarbeitende Metallindustrie wie z.B. die Automobilindustrie und ihre Zulieferindustrie wird in die Lage versetzt, die Präzision der bearbeitenden Werkstücke zu erhöhen. Dies ist die Folge der höheren Steifigkeit der Werkzeuge und der höheren Schnittbedingungen im Zerspanprozeß mit Hartmetallwerkzeugen. Gleichzeitig wird durch die höheren Schnittbedingungen die Wirtschaftlichkeit der zerspanenden Bearbeitung mit Bohrern und Fräsern extrem erhöht.
2. Der Werkzeugmaschinenbau ist bei einer Verbesserung der Werkzeuge angehalten, leistungsfähigere Werkzeugmaschinen zu entwickeln. Denn obwohl die Kräfte und das Drehmoment bei Hartmetallwerkzeugen in der Regel nicht erhöht werden (siehe Abb. 7), erfordern die erhöhten Schnittbedingungen eine höhere Maschinenleistung.
3. Die Werkzeugindustrie ist gefordert neue dem Schneidstoff angepaßten Werkzeug-Geometrien zu entwickeln.

Ausblick

Stehen geeignete Sinterhartstoffe für Nicht-WSP-Werkzeuge zur Verfügung, dann zeigen auch diese Werkzeuge überlegene Eigenschaften im Vergleich zu Werkzeugen aus dem noch besonders weit verbreiteten Schneidstoff Schnellarbeitsstahl. Eine verbesserte Werkstückpräzision und höhere Wirtschaftlichkeit des Zerspanprozesses sind nur zwei Folgen des Einsatzes von Bohrern, Räumnadeln und Fräsern aus Vollhartmetall. Erste Ansätze zur Entwicklung von Hartmetallsorten, die dem Bearbeitungsfall (Bohren, Räumen) angepaßt wurden, sind gemacht. Ein erhebliches Entwicklungsdefizit ist noch vorhanden wie der breite Einsatz des Schneidstoffes Schnellarbeitsstahl für z.B. Spiralbohrer, Schafffräser, Gewindebohrer, Senker, Reibahlen und Räumwerkzeuge zeigt. Der Einsatz der Hartstoffe Keramik und Cermet für diese Werkzeuge ist noch völlig unerforscht.

Bereits jetzt zeigt die Anwendung von Hartstoffen wie das Hartmetall für diese Bearbeitungsverfahren erhebliche Auswirkungen auf die verarbeitende Metallindustrie, den Werkzeugmaschinenbau und die Werkzeugindustrie.

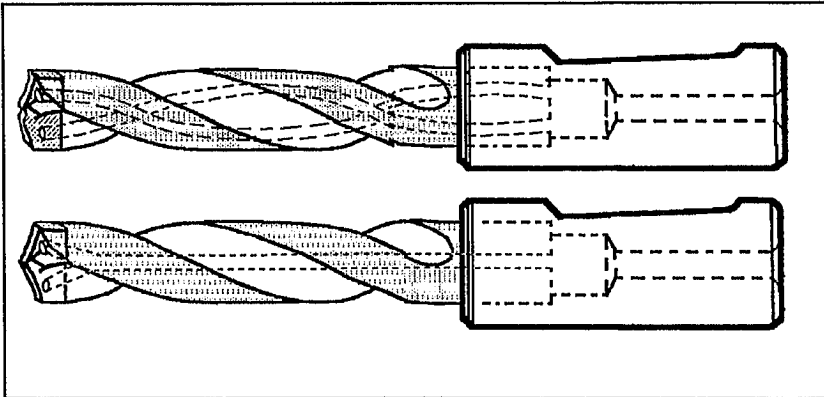


Abb. 1: Um hohe Temperaturen an den Schneiden von Zerspanungswerkzeugen zu verringern, besteht die Möglichkeit, mit Kühlkanälen durch das Werkzeug das Kühlmittel an die Schneiden zu bringen. Dabei wird unterschieden zwischen verdrallter und zentraler Kühlmittelzufuhr. Gleichzeitig fördert das Kühlmittel den Spanablauf.

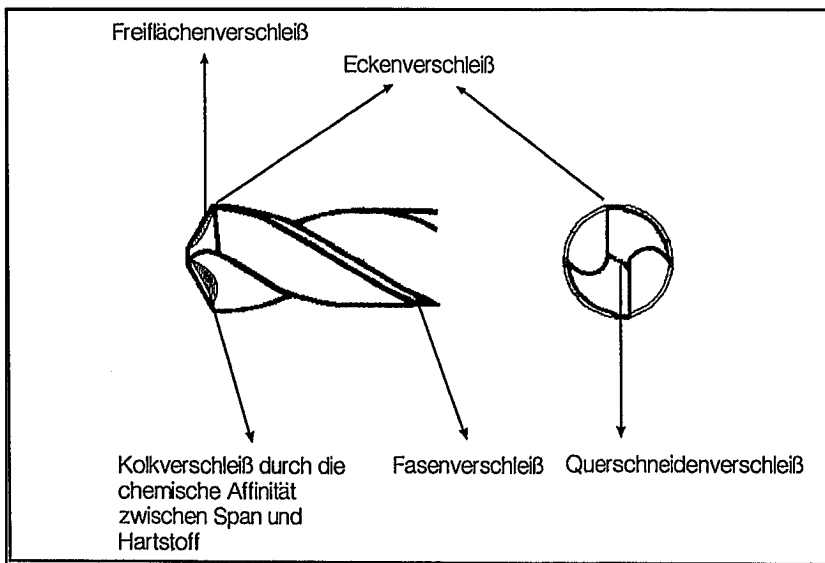


Abb. 2: Stellen mit bevorzugtem Verschleiß am Spiralbohrer. Man unterscheidet zwischen abrasivem Verschleiß und dem Verschleiß, der auf eine diffusionsgesteuerte Wechselwirkung zwischen Span und Schneidstoff zurückzuführen ist (Kolkverschleiß).

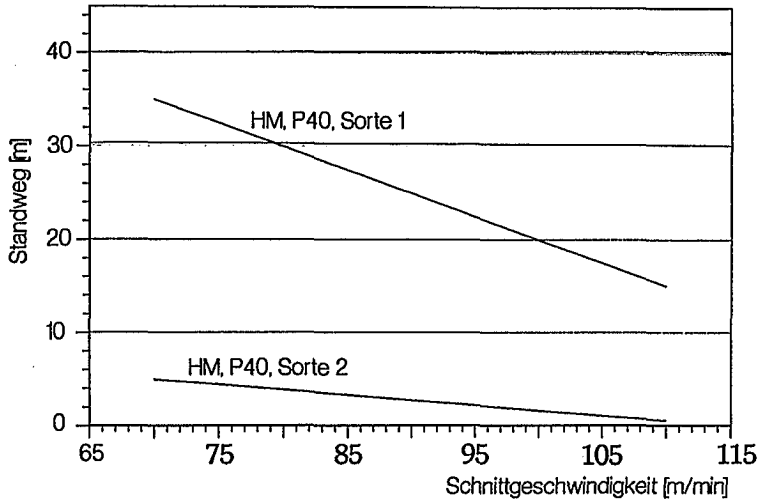


Abb. 3: Vergleich von zwei Hartmetallen der Zerspanungsgruppe P40. Zerspanungsgruppen sind nur äußerst grobe Charakterisierungen des Hartmetalls und lassen keine detaillierte Aufschlüsse für eine definierte Anwendung zu.

(Werkstück: 42CrMo4V, $R_m = 1100 \text{ N/mm}^2$, Spiralbohrer DIN 338, S-förmige Ausspitzung, $\varnothing = 8,0 \text{ mm}$, $f = 0,15 \text{ mm/U}$)

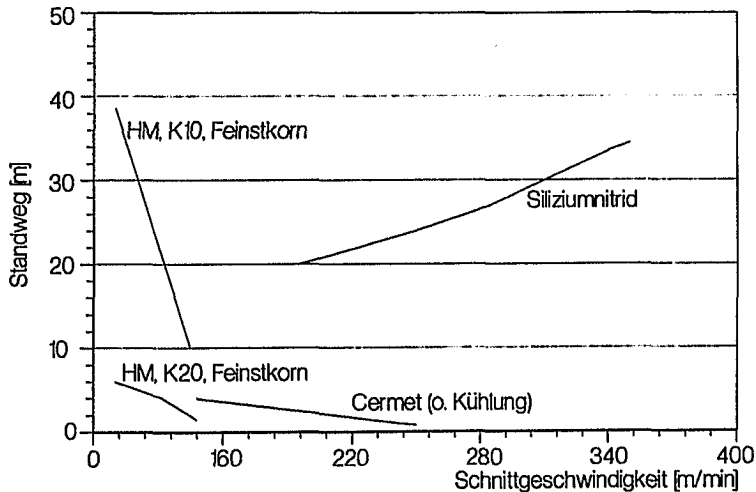


Abb. 4: Die Leistung von verschiedenen Hartstoffen in Guß beim Bohren. Das Hartmetall K10 mit der höchsten Härte zeigt einen hohen abrasiven Widerstand und eignet sich für diese Anwendung im Vergleich zu K20 am besten. Auch Siliziumnitrid ist für diesen Anwendungsfall geeignet.

(Werkstück: GG25, Spiralbohrer DIN 338, S-förmige Ausspitzung, $\varnothing = 8,0 \text{ mm}$, $f = 0,25 \text{ mm/U}$)

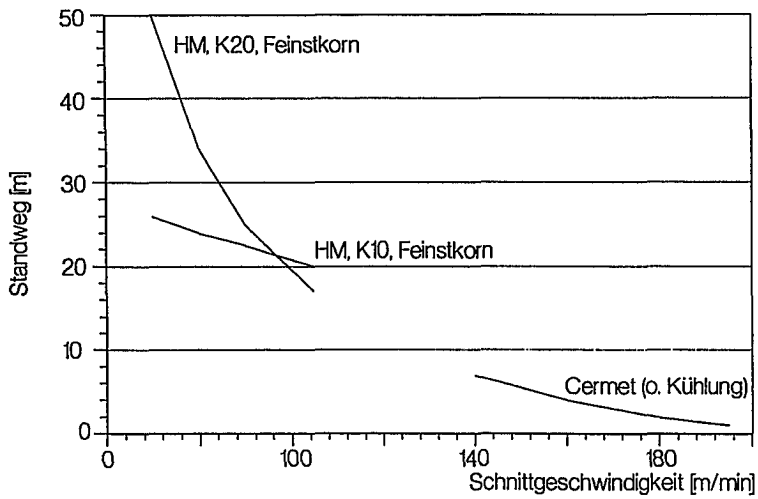


Abb. 5: Die Leistung der gleichen Hartmetallsorten K10 und K20 aus Abb. 4, jedoch in Stahl ($42\text{CrMo}4\text{V}$, $R_{m} = 1100 \text{ N/mm}^2$) Bei der Bearbeitung von Stahl sind Hartmetallzähigkeit und chemische Affinität zu Stahl wichtige Eigenschaften. Hier ist K20 die bessere Wahl ($f = 0,15 \text{ mm/U}$)

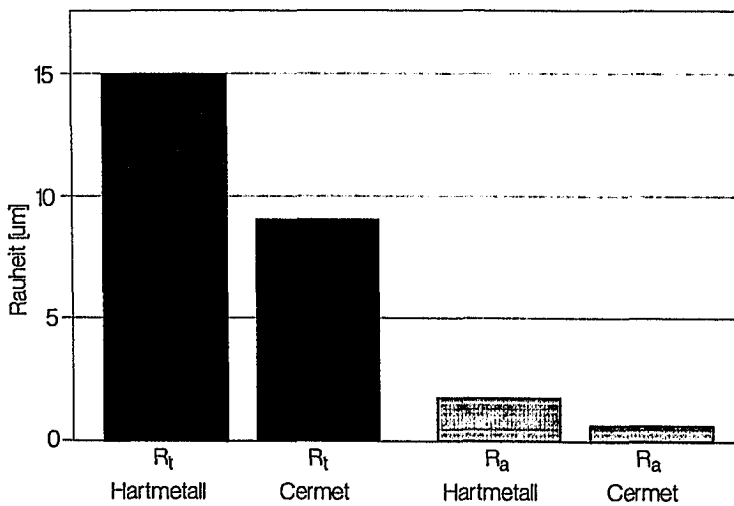


Abb. 6: Vergleich der Oberflächengüten der Bohrungen aus Abb. 5. Cermet ermöglicht bessere Oberflächengüten.

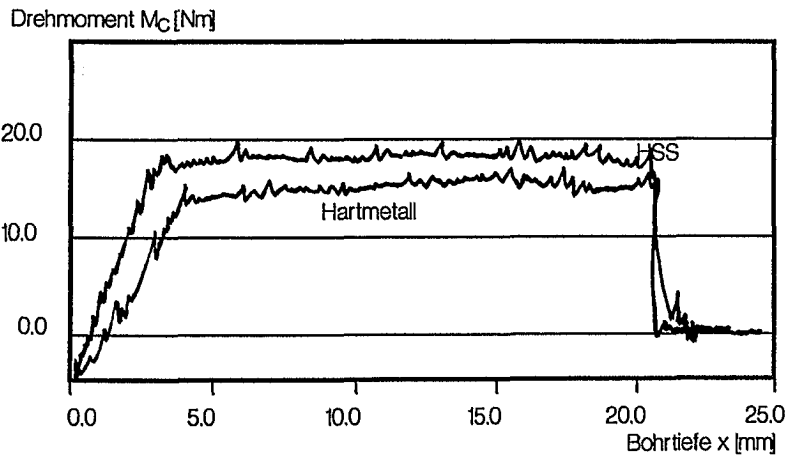
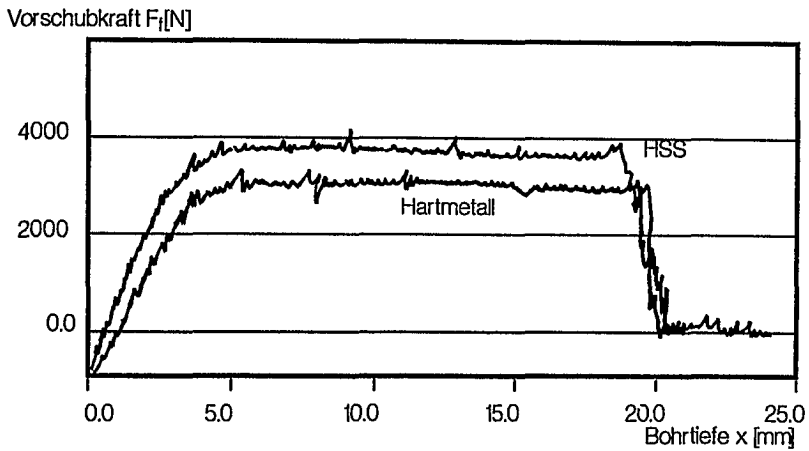


Abb. Z: Vergleich der Vorschubkräfte und Drehmomente in Zerspanungsprozesse mit dem Schneidstoff Schnellarbeitsstahl und Hartmetall.

(Werkstückstoff: 42CrMo4, $R_m = 1100 \text{ N/mm}^2$, Spiralbohrer DIN 338, S-förmige Ausspit-
zung, $\varnothing = 8,0 \text{ mm}$, $f = 0,15 \text{ mm/U}$)

GRUNDLAGENUNTERSUCHUNGEN AN SCHNEIDWERKSTOFFEN UND ZUR WECHSELWIRKUNG ZWISCHEN WERKZEUG UND WERKSTÜCK

Hans Eckart Exner¹, Gerd Müller² und Herbert Schulz³
Technische Hochschule Darmstadt

¹ Fachgebiet Physikalische Metallkunde, Fachbereich Materialwissenschaft

² Fachgebiet Nichtmetallisch-anorganische Werkstoffe, Fachbereich Materialwissenschaft

³ Institut für Produktionstechnik und Werkzeugmaschinen, Fachbereich Maschinenbau

Zusammenfassung

Es wird ein kurzer Überblick über einige Arbeiten der Autoren auf dem Gebiet der Schneidwerkstoffe (Bruchverhalten von Hartmetallen, Zähigkeitsverbesserung von Schnellstählen, Schneidkeramik, Hochgeschwindigkeitsbearbeitung) gegeben. Anschließend wird -aufbauend auf Vorergebnissen - die Wechselwirkung zwischen den spanenden und dem zerspannten Werkstoff als noch wenig bearbeitetes, aber wichtiges Gebiet der Schneidwerkstoffentwicklung diskutiert.

Einleitung

Für die Entwicklung und Verbesserung von Werkstoffen für höchstbeanspruchte Teile - dazu gehören neben Motorenbauteilen auch die Schneidwerkzeuge für die Metallbearbeitung - werden in der Technik meistens empirische Verfahren herangezogen. Diese bauen zwar durchaus auf den klassischen Erkenntnissen der Materialwissenschaft auf, im wesentlichen werden die Richtungen aber doch durch Analogieschlüssen bestimmt. Diese Entwicklung läßt sich kaum unbegrenzt fortsetzen, wenn nicht gleichzeitig die Mechanismen, welche die Lebensdauer eines Werkstoffs in einem bestimmten Anwendungsgebiet bestimmen, in grundlegender Weise erforscht werden. Diese Erkenntnis hat dazu geführt, daß gezielte, von der technischen Zielsetzung bestimmte Forschungsprojekte durchgeführt worden sind

und werden, in Deutschland mit einem bemerkenswerten Umfang an öffentlicher Förderung z.B. durch das Programm Materialforschung des Bundesministers für Forschung und Technologie (MATFO). Diese Projekte sollen über das Verständnis der Reaktion eines Werkstoffs auf eine bestimmte Beanspruchung die grundsätzliche Möglichkeiten für evolutionäre und -wo immer möglich- für revolutionäre Schritte der Werkstoffentwicklung aufzeigen.

Auf dem Gebiet der Schneidwerkstoffe besteht eine besonders große Vielfalt von in Gebrauch stehenden und potentiellen Materialien (u.a. Schnellstähle, Hartmetalle, Cermets, Oxid- und Nitridkeramik, Karbide, Diamant). Einige frühere Forschungsergebnisse auf dem Gebiet der Schneidwerkstoffe, an denen die Autoren dieses Beitrags beteiligt waren, werden im folgenden kurz referiert. Außerdem werden Meßdaten einiger Vorversuche über Wechselwirkungen zwischen Werkzeug und Werkstück dargestellt, aus denen sich Stoßrichtungen für weitere Arbeiten ableiten lassen.

Ausgewählte Grundlagenuntersuchungen zu Schneidwerkstoffen

Schneidwerkstoffe haben zwei sich widersprechende Anforderungen in Bezug auf mechanisches Verhalten zu erfüllen. Zum einen müssen sie hohe Härte aufweisen, um den Verschleiß niedrig zu halten, und dies bei hohen Temperaturen, und zum anderen müssen sie bestimmtes Maß an Zähigkeit mitbringen, um die schlagartige Belastung beim Eingriff in das Werkstück oder beim Auftreffen auf zähe Bestandteile des Werkstückmaterials ohne Bruch zu überstehen. Außerdem sollten Schneidwerkstoffe eine möglichst hohe Wärmeleitfähigkeit aufweisen, um die Prozeßwärme abzuführen und die Schneidtemperatur niedrig zu halten.

Hartmetalle sind das erfolgreichste Beispiel dafür, wie durch Kombination von harten Bestandteilen (Karbiden) mit einer zähen Matrix (vorzugsweise Kobalt, seltener auch Nickel) in einem Verbundwerkstoff derart widersprechende Anforderungen erfüllt werden können. Am Max-Planck-Institut für Metallforschung in Stuttgart wird in einer unter Leitung von H. F. Fischmeister stehenden Gruppe das mechanische Verhalten von zäh-harten Schneidwerkstoffen

untersucht. Eine breit angelegte Studie, die detaillierte fraktographische Untersuchungen, sehr exakte Messungen der Bruchzähigkeit und Computer-Modellexperimente miteinander kombiniert [1 - 6], gibt ein geschlossenes Bild über den Einfluß der geometrischen Anordnung der Phasen, ihrer individuellen mechanischen Eigenschaften und den spezifischen Verformungs- und Bruchmechanismen auf die Zähigkeit von Wolframkarbid-Kobalt-Legierungen.

Die entscheidende Erkenntnis, die sich auch auf andere Gruppen spröder Verbundwerkstoffe übertragen läßt, ist die gegenseitige Beeinflussung der zähen und der harten Phase. Die zähe Phase behindert den Rißfortschritt im spröden Hartstoff, indem sie hinter der Rißfront zusammenhängende Brücken (sogenannte Ligamente) bildet, die einen erheblichen Anteil an plastischer Verformung und damit an Verformungsenergie aufnehmen. Umgekehrt wird das Verformungs- und Bruchverhalten der zähen Phase vom elastischen Verhalten und von der Festigkeit der harten Komponente bestimmt. Dieses phänomenologisch exakte Bild von den Bruchmechanismen erlaubt es, durch Modellrechnungen die Bruchzähigkeit derartiger Verbundwerkstoffe in quantitativer Übereinstimmung mit Meßwerten vorauszusagen.

In der gleichen Forschergruppe wurde auch versucht, das bei Hartmetallen erfolgreiche Konzept zur Zähigkeitsverbesserung von Schnellstählen auszunützen [1, 7, 8]. Durch pulvermetallurgische Verfahren wurden metallische Verbundwerkstoffe hergestellt. Einmal wurden harte Schnellstahlteilchen durch Zwischenschichten aus zähem Austenit getrennt. Dieses Gefüge entspricht etwa dem eines Hartmetalls. Zum Vergleich wurden in einer zweiten Gefügevariante große Austenitinseln im Schnellstahl eingelagert. Interessanterweise unterscheiden sich diese sehr unterschiedlichen Gefügetypen in ihren Zähigkeitswerten bei gleichen Austenitanteilen nur wenig. Der Riß verläuft bevorzugt in der zähen Phase, obwohl dazu eine höhere Bruchenergie nötig ist. Die größere Verformungsbehinderung durch die spröde Phase ist aber bei den dünnen Schichten wesentlich stärker als bei den kompakteren Inseln. Dies führt dazu, daß die gesamte Bruchenergie direkt vom Volumenanteil der zähen Phase, aber nicht von deren Verteilung abhängt. Diese Verbundwerkstoffe reihen sich deshalb zwar an der oberen Grenze der günstigen Kom-

bination von Härte und Zähigkeit von Stählen ein, gehen aber entgegen der ursprünglichen Erwartung auch für den dem Hartmetallgefüge entsprechenden Fall nicht wesentlich darüber hinaus.

Auch diese Ergebnisse lassen sich auf andere Werkstoffgruppen übertragen. Dabei sind vor allem die experimentell gefundene Tatsache, daß der Riß bevorzugt die zähe Phase durchläuft und deshalb die Bildung eines durchgehenden Skeletts dieser Phase nicht die ihr bisher zugeschriebene Bedeutung hat, und die für die Verformungsbehinderung dünner Schichten abgeleiteten Modellvorstellungen für die Entwicklung von Schneidwerkstoffen vom Verbundtyp relevant.

Diese Forschungsrichtung, die am Max-Planck-Institut für Metallforschung in Stuttgart weiter betrieben wird, gibt damit entscheidene Hinweise, wie die Zähigkeit von Schneidwerkstoffen ohne Einbußen an Härte gesteigert werden könnte, aber auch, welche Wege weniger erfolgversprechend sind.

Die Beschichtung von zäh-harten Werkstoffen mit sehr harten Phasen (Oxiden, Karbiden, Nitriden, Boriden oder Diamant) verlängert deren Standzeit bei der spanabhebenden Metallbearbeitung entscheidend. Nachteilig wirkt sich aus, daß sich Risse in der harten und spröden Schicht in das Grundmaterial fortsetzen. Dies kann verhindert werden, indem auf die Oberfläche eine zähere Schicht aufgebracht wird, in der der Riß steckenbleibt. Ein interessantes Verfahren ist die Erzeugung einer mit Bindephase angereicherten, von kubischen Karbiden freien Oberflächenschicht auf (W,Ti)C-WC-Co Hartmetallen. Dies gelingt über eine Vakuumbehandlung von mit Nitriden versetzten Legierungen. Dieser patentierte Prozess findet bereits seit längerer Zeit technische Anwendung.

Die komplexen Mechanismen, welche zur Bildung dieser Schicht führen, waren bis vor kurzem noch nicht bekannt. Deshalb wurde die Schichtbildung als Funktion der Legierungszusammensetzung und der Wärmebehandlung experimentell untersucht, und eine Modellvorstellung der Schichtbildung entwickelt [9]. Der nach außen diffundierende Stickstoff erzeugt mit seinem Gradienten einen Aktivitätsgradienten für das Titan, das in das Innere diffundiert.

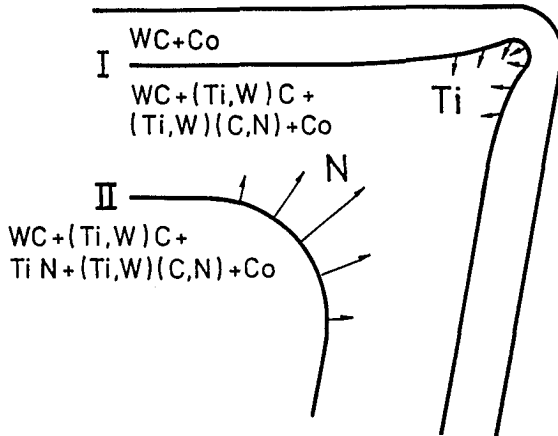


Bild 1
 Bildung eines Gradientengefüges an der Oberfläche von Hartmetall-Schneidplättchen, I: Grenze zur Mischkarbid-freien Zone, II: Grenze zur Nitrid-freien Zone [9]

So entsteht eine mischkarbidfreie Schicht, die (wie im Bild 1 schematisch dargestellt) an der Schneidkante wegen der dort behinderten Diffusion dünner als an der Span- und Freifläche ist.

Es ist zwar möglich, daß das Zusammenspiel der grundlegenden Mechanismen auf die spezielle Legierungszusammensetzungen der betreffenden Hartmetalle beschränkt ist. Wahrscheinlicher ist jedoch, daß das Prinzip des Diffusionstransport über die Einstellung von Konzentrationsgradienten und Aktivitäten gelöster Elemente auch für die Oberflächenmodifizierung anderer Schneidwerkstoffe ausgenutzt werden kann.

In der Arbeitsgruppe Technische Mineralogie an der Technischen Hochschule Darmstadt THD wurden systematische Untersuchungen zur Herstellung und zur Eigenschaftsbeeinflussung von keramischen Werkstoffen durchgeführt, deren Ergebnisse sich auch auf keramische Schneidwerkstoffe übertragen lassen. So könnte beispielsweise die Verbesserung der thermischen Leitfähigkeit von Nitridkeramik [10], die für den Einsatz als Substrat in der Elektronikindustrie von großer Bedeutung ist, auch bei der Verwendung als Schneidwerkstoff wichtig werden. Besonders dann, wenn bei Erhöhung der Schnittgeschwindigkeiten hohe Schneidentemperaturen auftreten, können durch Wechselwirkung mit dem Werkstück (Diffusion) unerwünschte Veränderungen der Zusammensetzung auftreten. Höhere Wärmeleitfähigkeit ist eine Möglichkeit, die Schneidentemperatur herabzu-

setzen. Diese Arbeiten werden im Fachbereich Materialwissenschaft an der THD weitergeführt.

Die Erhöhung der Schnittgeschwindigkeit bei der spanenden Metallbearbeitung bringt eine Reihe wesentlicher Vorteile [11,12]: Neben der Verkürzung der Bearbeitungszeiten werden auch in schwierigen Bearbeitungsfällen hohe Oberflächenqualitäten erreicht und die Schnittkräfte herabgesetzt. Die mit zunehmender Schnittgeschwindigkeit abnehmende Standzeit der zur Verfügung stehenden Schneidwerkstoffe wirkt, wirtschaftlich betrachtet, der aufgrund verbesserter Werkzeugmaschinen durchaus möglichen Steigerung der Schnittgeschwindigkeit um den Faktor 10, d.h. bis auf mehrere Tausend Meter pro Minute, entgegen.

Systematische Untersuchungen am Institut für Produktionstechnik und Werkzeugmaschinen der THD (z.B. [13,14]) haben gezeigt, daß die Wahl des richtigen Schneidstoffs neben der Schneidengeometrie das wichtigste Verschleiß-Kriterium ist. Auch beim Hochgeschwindigkeitsfräsen konnte nachgewiesen werden, daß keine wesentlich anderen Gesetzmäßigkeiten der Zerspanung gelten. Die Temperaturerhöhung bis in die Nähe der Solidustemperatur des bearbeiteten Stahls stellt dagegen einen entscheidenden Unterschied zum konventionellen Fräsen dar. Die verschiedenen Schneidwerkstoffe reagieren dabei sehr unterschiedlich: Bei der Bearbeitung von Gußeisen werden mit keramischen Werkstoffen hoher Härte (Silizium- und Bor-nitrid) erheblich größere Standwege als mit Hartmetallen oder Cermets erreicht, allerdings besteht die Gefahr von Gewaltbrüchen sowie die Tendenz zur Schneidenverrundung infolge von Mikroausbrüchen. Insgesamt zeigen diese Untersuchungen die steigende Bedeutung der Abstimmung von Schneidwerkstoff und bearbeitetem Material.

Voruntersuchung zur Wechselwirkung Schneidwerkstoff/Werkstückmaterial

Es ist allgemein bekannt, daß bei der konventionellen spanenden Bearbeitung der Verschleiß des Schneidwerkzeugs in hohem Maße von den mechanischen Eigenschaften und der chemischen Zusammensetzung des zerspannten Materials beeinflusst wird. Dies trifft auch für die

Hochgeschwindigkeitsbearbeitung zu. Die Mangansulfide in Automatenstählen setzen den Verformungswiderstand und die Reibung in der Kontaktzone herab, Werkzeugstahl mit seinen harten Karbidteilchen bewirkt dagegen sehr hohen Verschleiß. Die hohe Temperaturbelastung führt zusätzlich zu Reaktionen, beispielsweise zur Entkohlung und zur Eisenaufnahme bei unbeschichteten Hartmetallen. Die bisher vorliegenden Kenntnisse reichen aber weitem nicht aus, um über Faustregeln hinausgehende Gesetzmäßigkeiten für eine systematische Optimierung von Schneidwerkzeug/Werkstückmaterial-Paarungen herauszuarbeiten.

Für die Paarung Siliziumnitrid/Gußeisen wurde in einer vor kurzem abgeschlossenen Studie [15] versucht, die chemische Wechselwirkung mit Hilfe von lokal hochauflösenden Oberflächenanalyseverfahren (Elektronenstrahlmikroanalyse und ESCA) quantitativ zu erfassen. Dabei zeigte sich, daß nach dem Hochgeschwindigkeitsfräsen (3000 bzw. 2000 m/min) bis zu einer Verschleißmarkenbreite von 0.2 mm auf den mit dem Werkstück in Kontakt stehenden Oberflächen des Schneidplättchens unerwartet hohe Konzentrationen von Elementen auftreten, die im Werkstückmaterial in nur geringen Mengen vorkommen.

Die Bilder 2a bis 2c zeigen dies beispielhaft für die Spanflächen von Siliziumnitrid und drei unterschiedliche Gußeisensorten. Bei der Bearbeitung von lamellaren Gußeisen GG-25 (Bild 2a) mit perlitisch-ferritischem Grundgefüge (Zusammensetzung in Gew.% : 3.2 C, 1.6 Si, 0.7 Mn) weicht etwa 35 μ m von der Schneidkante entfernt die Zusammensetzung der Oberfläche nur wenig von der des ursprünglichen Schneidwerkstoffs ab. Im weiteren Verlauf der Kontaktzone liegt ein Belag vor, der neben Eisen eine Anreicherung von Mangan von mehr als einer Größenordnung über der im Gußeisen enthaltenen Konzentration aufweist. Am Ende der Eingriffszone fällt dieser Gehalt schnell ab, während der Eisengehalt weiter zunimmt. ESCA-Untersuchungen deuten an, daß beide Elemente in oxidischer Form vorliegen. Bei den weniger Mangan, aber zusätzlich größere Mengen an Magnesium enthaltenden hochfesten Gußeisensorten mit Kugelgraphit GGG-40 mit ferritischem Grundgefüge (3.6 C, 2.8 Si, 0.09 Mn, 0.05 Mg) und GGG-70 mit vorwiegend perlitischem Gefüge (3.6 C, 2.3 Si, 0.2 Mn, 0.06 Mg) liegen neben entsprechenden Eisenkonzentrationen noch erheblich stärkere Magnesiumanreicherungen vor, die

Bilder 2a-c

Elementarverteilung auf den Spanflächen von Siliziumnitrid-Schneidplatten nach dem Hochgeschwindigkeitsfräsen verschiedener Gußeisensorten [15]

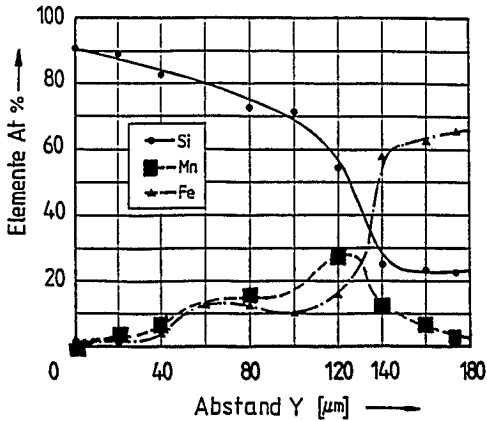


Bild 2a
GG-25 (Schnittgeschwindigkeit
3000 m/min, Vorschub 0,31 mm)

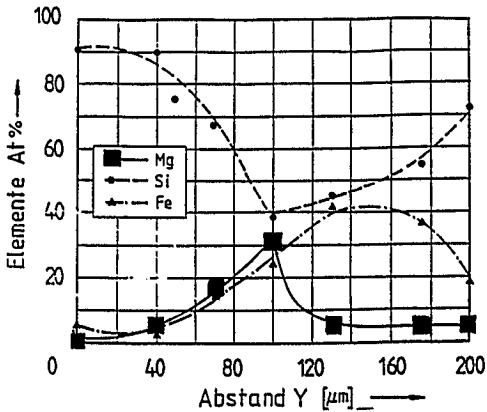


Bild 2b
GGG-40 (Schnittgeschwindigkeit
3000 m/min, Vorschub 0,31 mm)

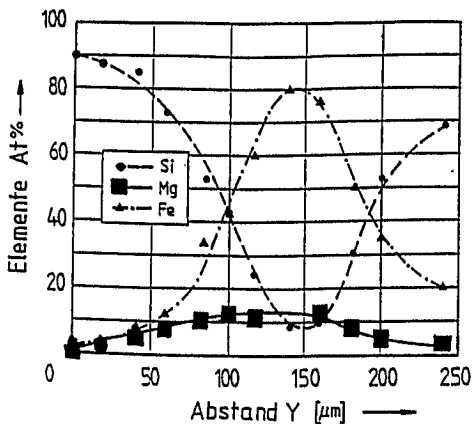


Bild 2c
GGG-70 (Schnittgeschwindigkeit
2000 m/min, Vorschub 0,13 mm)

wieder in der Übergangszone zwischen Kontakt- und Exitzone ihr Maximum erreichen (Bilder 2b und 2c). Die ESCA-Ergebnisse weisen wieder auf die erwartete Oxidbildung hin.

Es erscheint möglich, daß Reaktionen zwischen spanenden und zer-spanenden Werkstoffen zu niedrig schmelzenden Phasen führen, welche als Schmierfilme wirken und den Werkstoffverschleiß günstig beeinflussen könnten. Für Hartmetalle wurde diese Möglichkeit der Wechselwirkung schon sehr früh diskutiert [16], ähnliche Ergebnisse sind auch von anderen Forschergruppen (Universität Hannover, vor allem Universität Aachen) mitgeteilt worden. Systematische Untersuchungen, die eine gezielte Werkstoffwahl ermöglichen, stehen jedoch noch weitgehend aus.

Weitere Untersuchungen an der Technischen Hochschule Darmstadt

Für das bisher generell noch wenig untersuchte Teilgebiet der Erfassung von Wechselwirkungen zwischen Werkzeug und Werkstück fehlt eine systematische Bearbeitung und ein tiefergehendes Verständnis noch völlig.

Zur Untersuchung dieser grundlegenden Problemstellung auf dem Gebiet der Schneidwerkzeugentwicklung liegen an der Technischen Hochschule Darmstadt günstige Voraussetzungen vor. Ergänzend zu den am Institut für Produktionstechnik und Werkzeugmaschinen im Fachbereich Maschinenbau vorhandenen Zerspanungseinrichtungen mit Instrumentierung zur Erfassung von Schneidkräften und Temperaturverteilungen sowie zur Direktbeobachtung von Schneidvorgängen bis zu höchsten Schnittgeschwindigkeiten werden mit dem weiteren Aufbau des neu eingerichteten Fachbereichs Materialwissenschaft zahlreiche Untersuchungsverfahren für die chemische, kristallographische, mikroskopische und mechanische Charakterisierung von Materialzuständen, insbesondere auch von Werkstoffoberflächen, zur Verfügung stehen.

Für die Erfassung der chemischen Wechselwirkungen ist eine lokal gut auflösende Analytik im oberflächennahen Bereich bis zu Spuren-

elementen wichtig. Die Voraussetzungen dafür werden im Fachgebiet Chemische Analytik geschaffen. Im bereits gut eingerichteten Fachgebiet Strukturforchung können mit röntgenographischen und elektronenmikroskopischen Verfahren Veränderungen der Kristallstruktur, Gefügeschädigung bis in den atomaren Bereich und Restspannungsverteilungen quantitativ untersucht werden. Die schon erwähnten Fachgebiete Nichtmetallisch-anorganische Werkstoffe und Physikalische Metallkunde werden für die geometrische Charakterisierung der Verschleißflächen, der Späne und des Oberflächenzustands nach der Bearbeitung, für die Messung mechanischer und thermischer Eigenschaften sowie für die Herstellung keramischer und metallischer Werkstoffe im Labormaßstab ausgerüstet. Hinzu kommen in Kürze die Fachgebiete Oberflächenforschung, Dünne Schichten und Disperse Feststoffe, welche die instrumentelle Ausstattung und die Grundlagenkenntnisse in sinnvoller Weise ergänzen sollen.

Aufbauend auf den oben dargestellten Vorergebnissen werden die zukünftigen Arbeiten zunächst weiterhin darauf ausgerichtet sein, die Phänomene, Vorgänge und Eigenschaftsänderungen bei bewährten Paarungen von Werkzeug/Werkstückmaterial experimentell zu erfassen. Im weiteren Verlauf sollen Modelle für Wechselwirkungsmechanismen erstellt werden, welche vorhersagenden Charakter haben. Auf dieser Basis sollen in Zusammenarbeit mit der einschlägigen Industrie Kriterien für eine gezielte Werkstoffwahl ausgearbeitet bzw. eine gezielte Werkstoffentwicklung betrieben werden.

Literatur

1. L. S. Sigl, H. E. Exner, H. F. Fischmeister, "Characterization of Fracture Processes and Fracture Relevant Parameters in WC-Co-Hartmetalls", in Proc. 2nd Intern. Conf. Science of Hard Materials, Inst. Phys. Conf. Ser. No. 75, A. Hilger, London (1986) 631
2. L. S. Sigl, H. E. Exner, "Experimental Study of the Mechanisms of Fracture in WC-Co-Alloys", Metall. Trans. A, 18A (1987) 1299
3. M. Rettenmayr, H. E. Exner, W. Mader, "Electron Microscopy of Binder Phase Deformation in WC-Co-Alloys", Mater. Sci. Technol. 4 (1988) 984

4. H. F. Fischmeister, H. E. Exner, M. H. Poech, S. Kohlhoff, P. Gumbsch, S. Schmauder, L. S. Sigl, R. Spiegler, "Modelling Fracture Processes in Metals and Composite Materials", Z. Metallkde. 80 (1989) 839
5. L. S. Sigl, H. E. Exner, "The Flow Stress and Hardness of Metal-Reinforced Brittle Composites", Mat. Sci. Eng. A108 (1989) 121
6. R. Spiegler, S. Schmauder, H. E. Exner, "Finite Element Modelling of the Thermal Residual Stress Distribution in a WC-10 wt.% Co- Alloy", 7th Intern. Conf. Science of Hard Materials, (1991), eingereicht zum Druck im Tagungsband
7. Abschlußbericht zum MATFO-Projekt "Entwicklung zäh-harter Verbundwerkstoffe durch Pulvermetallurgie", Max-Planck-Institut für Metallforschung (1989)
8. M. H. Poech, H. F. Fischmeister, H. E. Exner, "Bruchverlauf und Reißwiderstand im Martensit-Austenit-Gefüge", in Gefüge und Bruch, Materialk.-Techn. Reihe, Band 9, Bornträger Verl., Berlin Stuttgart (1990) 29
9. M. Schwarzkopf, H. E. Exner, H. F. Fischmeister, "Kinetics of Compositional Modifications of (W,Ti)C-WC-Co Alloy Surfaces" Mat. Sci. Eng. A105 (1988) 225
10. H. Buhr, G. Müller, H. Wiggers, F. Aldinger, P. Foley, A. Roosen, "Phase Composition, Oxygen Content and Thermal Conductivity of AlN (Y₂O₃)-Ceramics", J. Amer. Ceram. Soc. 74 (1991) 718
11. H. Schulz, Hochgeschwindigkeitsfräsen metallischer und nichtmetallischer Werkstoffe, Carl Hanser Verlag, München Wien (1989)
12. H. Schulz, J. Scherer, "Bearbeiten bei hohen Schnittgeschwindigkeiten", Werkstatt und Betrieb 122 (1989) 133
13. H. S. Damaritürk, "Temperaturen und Werkmechanismen beim Hochgeschwindigkeitsfräsen von Stahl", Darmstädter Forschungsber. für Konstruktion und Fertigung, Hanser Verlag, München Wien (1991)
14. D. Kümmel, "Mechanismen beim Hochgeschwindigkeitsfräsen von Gußeisen", Darmstädter Forschungsber. für Konstruktion und Fertigung, Hanser Verlag, München Wien (1991)
15. T. Schadt, "Verschleiß von Si₃N₄-Schneidkeramik beim Zerspanen von Gußeisenwerkstoffen", Diplomarbeit für die Fachrichtung Mineralogie, Technische Hochschule Darmstadt (1990)
16. W. Dawihl, private Mitteilung (Seminarvortrag am Max-Planck-Institut für Metallforschung Stuttgart 1969)

Konferenzen des Forschungszentrums Jülich

- 1 Technik und Gesellschaft
Vorträge eines Seminars veranstaltet von der
Programmgruppe Mensch, Umwelt, Technik
des Forschungszentrums Jülich GmbH
W. Fischer, L. Hennen, W. Kirstein, G. Schleser, G. Stein, Ch. Wandrey,
P.M. Wiedemann (1990)
- 2 Analytische Glimmentladungs-Spektroskopie
Jülich, 25. -26. April 1990, Tagungsbericht
herausgegeben von J. Rottmann (1990)
- 3 Die digitale Verarbeitung analoger Signale in Theorie und Praxis
KFA-Fortbildungsseminar; Jülich, im April 1989
U. Eckhardt, H. Eulenberg, F. Janßen, W. Jansen und H. Larue (1990)
- 4 Reduced Enrichment for Research and Test Reactors
Proceedings of the XIIth International Meeting
Berlin, 10.-14. September 1990
Arranged and edited by G. Thamm, M. Brandt (1991)
- 5 Kontrolle radioaktiver Abfälle
Erfahrungen mit der BMU-Richtlinie
Seminar; Jülich, 23.-24. Oktober 1990
Redaktion M. Laser (1991)
- 6 Intermetallische Phasen als Strukturwerkstoffe für hohe Temperaturen
Seminar; Hagen, 30.-31. Oktober 1990
herausgegeben von F.J. Bremer (1991)
- 7 Mikrobruchvorgänge in Al₂O₃-Keramik
DFG-Kolloquium; Jülich, 9.-10. April 1990
herausgegeben von H. Nickel, R.W. Steinbrech (1991)
- 8 BMFT-Workshop Klimawirkungsforschung
Auswirkungen von Klimaveränderungen
Tagungsband; Bonn, 11.-12. Oktober 1990
herausgegeben von W. Fischer, G. Stein (1991)
- 9 5th International Symposium on
Laser-Aided Plasma Diagnostics
Bad Honnef, 19.-23. August 1991 (1991)
- 10 A Regime to Control Greenhouse Gases:
Issues of Verification, Monitoring, Institutions
Proceedings of a workshop, Bad Neuenahr, June 12-14, 1991
edited by J.C. di Primio, G. Stein (1991)
- 11 Hartstoffe in Werkzeugen
Seminar: Jülich, 20. und 21. Juni 1991
Redaktion: H. Prasse (1992)