

Entwicklung von PVD-Verschleißschutzschichten für Schraubenrotoren

Development of PVD wear resistant layers for screw rotors

Prof. Dr.-Ing. Dipl. Wirt.-Ing. **W. Tillmann**, Dr.-Ing. **E. Vogli**,
Lehrstuhl für Werkstofftechnologie, Universität Dortmund

Kurzfassung

Die Oberflächentechnologie hat sich als einer der wichtigsten Bereiche in der Werkstofftechnologie etabliert. Funktionelle Oberflächen können abhängig von den Bauteilanforderungen eine Vielzahl von Aufgaben übernehmen. In dieser Hinsicht bietet die Dünnschichttechnologie (Physical Vapor Deposition-Verfahren) ein großes Potential durch die Abscheidung von Schichten mit maßgeschneiderten Eigenschaften. Bauteile mit komplexer Geometrie, wie z.B. Rotoren in Schraubenkompressoren, können auf diese Weise mit einer definierten gleichmäßigen Schichtdicke beschichtet werden.

Mittels PVD-Verfahren lassen sich dünne, verschleißbeständige Schichten aus dem System Ti-Al-N-Cr erfolgreich auf mechanisch hochbelasteten Stahloberflächen abscheiden. Durch die gezielte Veränderung von Prozessparametern bei der Beschichtung werden unterschiedliche Modifikationen des genannten Schichtsystems erzeugt und mittels Oberflächencharakterisierungsverfahren eingehend untersucht. Ziel ist die Entwicklung innovativer Verschleißschutzschichten mit angepassten Schichteigenschaften, die die komplexen Anforderungen eines Schraubenrotors erfüllen. Insbesondere die mechanischen Eigenschaften der PVD-Schichten, wie Mikrohärtigkeit und kritische Versagenslasten werden in Korrelation mit der jeweiligen Mikrostruktur detailliert erfasst und optimiert.

Abstract

Surface engineering is one of the most important areas in material technology. Based on component requirements a large number of demands can be fulfilled by surface technologies. In this regard thin film technologies (for example Physical Vapor Deposition Techniques) offer a large potential with respect to tailor-made layers with a defined uniform thickness even on components with complicated geometry such as screw rotors.

The aim of this research work is the development of innovative wear resistant coatings with adapted layer qualities, which fulfill the complex demands of a screw rotor. By means of PVD

technique wear resistant thin layers in the system Ti-Al-N-Cr have been successfully deposited on mechanically highly loaded steel surfaces. Different layer properties have been generated by changing the process parameters during coating. The properties have been examined by means of surfaces characterisation procedures. In particular the mechanical properties of the PVD layers, such as microhardness and critical failure loads have been measured and optimised with respect to the corresponding microstructure.

1. Einleitung

Die relativ junge Kompressorbauart auf Basis der Schraubenmaschine weisen aufgrund ihres einfachen Aufbaus und ihres hohen Energieumwandlungsgrades eine große wirtschaftliche Bedeutung auf. Sie wird weltweit eingesetzt und besitzt ein Marktpotential von etwa zwei Drittel aller Kompressoren. Hierzu zählen vor allem Anwendungen in der chemischen Industrie, der petrochemischen Industrie und der Lebensmittelindustrie zur Prozessgasverdichtung sowie auch zur Kälte- und Klimatechnik [1].

Die Schraubenrotoren sind hohen mechanischen und thermischen Beanspruchungen ausgesetzt [2]. Sowohl bei synchronisierten (Hybridbeschichtungen) als auch bei unsynchronisierten Schraubenrotoren entstehen Wälz- und/oder Gleitverschleißbeanspruchungen in den Berührungsbereichen der Rotoren, die mehr oder weniger punktförmiger Natur sind [3]. Demzufolge werden verschiedene Bereiche der Rotoren ungleichmäßig belastet, wobei lokal thermische Beanspruchungen durch so genannte Blitztemperaturen bis zu 800 °C auftreten können. Die hohen und ungleichmäßigen Flächenpressungen (Mikrokontakt-Pressungen bis zu 10 kN/mm²) sind für beträchtliche abrasive und adhäsive Beanspruchungen kombiniert mit einer Tribooxidation verantwortlich [4]. Dabei kann es zu Verschweißungen im Bereich der Mikrokontakte kommen, die während der Rotation wieder aufgetrennt werden. Abhängig von der Festigkeit der verschweißenden Stellen wird entweder die Oberfläche adhäsiv (verschweißende Stelle besitzt niedrigere bzw. gleiche Festigkeit als die im Kontakt befindlichen Körper), oder abrasiv beansprucht (verschweißende Stellen sind härter als die im Kontakt befindlichen Körper). Durch die Anwendung gehärteter Stähle lassen sich die tribologischen Eigenschaften verbessern. Die Verschleißrate ist jedoch mit 1 µm/h aus anwendungstechnischer Sicht zu hoch [5].

Die Optimierung der beanspruchten Stellen hinsichtlich der tribologischen und korrosiven Beanspruchungen ist daher von besonderem Interesse. Da in den meisten Fällen die Oberflächen- bzw. Grenzflächeneigenschaften die Funktionalität eines Bauteils bzw. Werkzeugs definieren [6], dienen verschleiß-, temperatur- und korrosionsbeständige Schichten als Lösungsansatz für diese Problematik.

Oberflächen- und Dünnschichttechnologien werden in vielen industriellen Anwendungen als eine Schlüsseltechnologie betrachtet, da sie aufgrund ihrer vielfältigen Vorteile im Hinblick auf neuartige, maßgeschneiderte Eigenschaftsprofile und ihre große, mögliche Werkstoffpalette im Vergleich zu anderen Beschichtungsverfahren ein hohes technisches Anwendungspotential zeigen [7], [8]. Die PVD-Technik (Physival Vapor Deposition) bietet hier umfangreiche Möglichkeiten zur Oberflächenfunktionalisierung und zur Anpassung entsprechender Eigenschaften an eine definierte Anwendung [9], [10], [11].

Die Auswahl der Schichtsysteme hängt stark von den zur Anwendung kommenden Materialien und Prozessbedingungen, wie Temperatur, Druck, Geschwindigkeit, usw., ab [12]. Systeme auf Basis von Ti, Cr und N haben sich zur Verbesserung der Oberflächenbeschaffenheit von Schraubenrotoren bereits bewährt [13], [14]. Mit einer hohen Härte und hervorragender Haftfestigkeit bieten derartige Schichten einen sehr guten Schutz gegen adhäsiven und abrasiven Verschleiß. Die großen auftretenden Spannungen infolge unterschiedlicher Wärmedehnungskoeffizienten zwischen Schicht und Substrat begrenzen jedoch deren Applikation. Es wurde festgestellt, dass die Zahnflanken der mit CrN beschichteten Schraubenrotoren nach 130 Stunden Dauerbetrieb deutliche Verschleißspuren zeigen [14], Bild 1. Durch eine Zulegierung der binären Schichtsysteme mit Metallen, wie Al, Zr, V oder Metalloiden B, C, N, lassen sich die Verschleißigenschaften und die Temperaturbeständigkeit der dünnen Schichten verbessern [15]. Beim Betrieb in trockenen Medien kommen auch die weichen Festschmierstoffschichten, wie MoS₂, zum Einsatz. Dabei ist eine ausreichende Schmierwirkung bis zu Temperaturwerten von 620 °C gewährleistet.

Diamantähnliche Schichten (DLC) sind in den letzten Jahren aufgrund der hervorragenden mechanischen Eigenschaften Gegenstand der Forschung [16]. Obwohl durch einen Einbau metallischer oder nichtmetallischer Elemente in die DLC-Schichten Spannungszustände, Gleiteigenschaften und Verschleißbeständigkeit an unterschiedlichen Bauteilanforderungen angepasst werden können, darf eine Einsatztemperatur von 500 °C nicht überschritten werden [17].

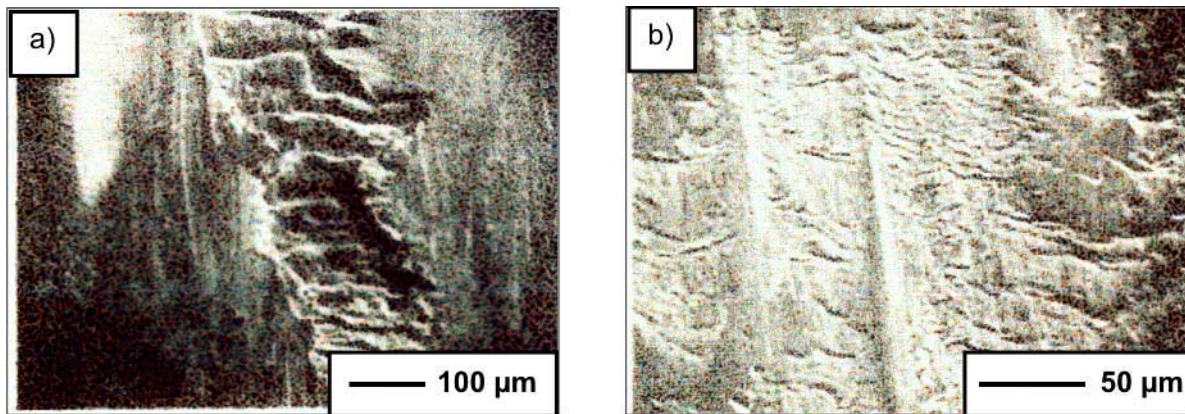


Bild 1: REM Aufnahmen einer a) beanspruchten Stahloberfläche und b) beanspruchten CrN-Schicht

Aufgrund der steigenden, hochkomplexen und bauteilspezifischen Anforderungen an technischen Oberflächen geht die Tendenz zu innovativen Materialien oder Schichtsystemen mit maßgeschneiderten Eigenschaften [18]. Heutzutage spielt das Konzept von Mehrschicht-Systemen mit ihren multifunktionellen Eigenschaften innerhalb von Tribologie und Werkstofftechnik eine wichtige Rolle [19]. Derartige Systeme kombinieren verschiedene Eigenschaften der einzelnen Schichten in einem System, um eine spezifische Leistung zu erzielen, die durch eine monolagige Schicht nicht erreicht werden kann. Zum Beispiel besitzen Schichtsysteme, wie TiN/AlN, TiN/CrN, TiN/ZrN usw., aufgrund einer hohen Härte von mehr als 40 GPa in Kombination mit einer hohen Zähigkeit ein hohes technologisches Potenzial [20].

Diese Systeme lassen sich nutzen, um bei den zueinander bewegten Maschinenkomponenten eine hohe Verschleißbeständigkeit sowohl in trockenen Medien als auch unter Schmiermitteleinsatz zu erzielen. Es werden nachfolgend Wege aufgezeigt, funktionsangepasste Verschleißschutzschichten, die die komplexen Anforderungen eines Schraubenrotors erfüllen könnten, bereit zu stellen. Die mechanischen Eigenschaften dieser multilagigen PVD-Schichtsystemen werden detailliert analysiert und mit den jeweiligen monolagigen Schichten in Korrelation gesetzt.

2. Experiment

Um die Eigenschaften der mehrlagigen Schichtsystemen zu untersuchen und den Einfluss der Einzelschichtarten, -dicken und Schichtperiodizität auf die tribologischen und mechanischen Eigenschaften festzustellen, wurden verschiedene Schichten aus dem System Ti-Al-Cr-N abgeschieden. Die Schichtperiodizität wurde zwischen 10 und 30 variiert, während die Gesamtschichtdicke konstant gehalten wurde.

Die in dieser Arbeit untersuchten mehrlagigen Schichtsysteme wurden mittels einer Beschichtungsanlage vom Typ PVD20 der Firma Metaplas basierend auf dem Arc-PVD-Prozess abgeschieden. Versuche wurden an Schnellarbeitsstählen mit zwei verschiedenen Geometrien: rechteckige Proben (30 x 10 x 4 mm) und Rundproben (40 x 6 mm) durchgeführt, wobei die rechteckigen Proben zur Härtemessungen und die Rundproben zur Bestimmung der Verschleißbeständigkeit dienten. Vor dem Abscheidungsprozess wurden die Proben mithilfe einer Diamantpaste (1 µm) poliert und anschließend in einem mit Aceton gefüllten Ultraschallbad etwa 30 min gereinigt. Um eine gute Haftung zwischen Substrat und Schicht zu gewährleisten, erfolgten die letzte Stufe der Stahlprobenreinigung und ihre Oberflächenaktivierung in der PVD-Anlage durch Argonionenätzen.

Titan-, Chrom- und Titanaluminium-Kathoden wurden in Argon- bzw. Stickstoff-Atmosphäre zerstäubt, um entsprechende reine metallische bzw. nitridische Schichten zu erzeugen. Als Abscheideparameter dienten die in einer früheren Forschungsarbeit optimierten Parameter [21]. Eine Übersicht über den abgeschiedenen Schichtsystemen und den applizierten Parametern sind der Tabelle 1 zu entnehmen.

Tabelle 1: Beschichtungsparameter

Parameter	Werte	
Biasspannung [V]	30	Ti-, TiN-, TiAl-, TiAlN-, Cr-Schichten
	80	(CrN-Schichten)
Druck [mbar]	$< 10^{-5}$	Ti-, Cr- und TiAl-Schichten
	$5 \cdot 10^{-3}$	TiN- und CrN-Schichten
	$1 \cdot 10^{-2}$	TiAlN-Schichten
Atmosphäre	Argon, Stickstoff	
Stromstärke [A]	100	
Abscheidetemperatur [°C]	310-340	Ti- und TiN-Schichten
	320-350	Cr- und CrN-Schichten
	350-400	TiAl- und TiAlN-Schichten

Zur Charakterisierung der Schichtsysteme kamen Scratch-Test, Vickers-Härte HV0,05 und Pin-on-Disc-Test zum Einsatz. Dabei wurden die Haftfestigkeit, die Mikrohärtigkeit sowie die Verschleißbeständigkeit ermittelt. Begleitende mikroskopische Untersuchungen dienten zur Analyse der Versagensmechanismen und des Versagensverhaltens multilagiger Schichtsysteme sowie auch zur Korrelierung des Verschleißverhaltens mit der Schichtperiodizität.

3. Ergebnisse und Diskussion

Die multilagigen Schichtsysteme, abgeschieden mittels verschiedener Abscheideparameter, wurden hinsichtlich ihrer Härte und Verschleißbeständigkeit charakterisiert (Tab. 2). Bild 2 zeigt die ermittelten Härtemessungen am Beispiel von Cr/CrN Schichten. Zum Vergleich ist die Härte einer monolagigen CrN-Schicht ebenfalls dargestellt.

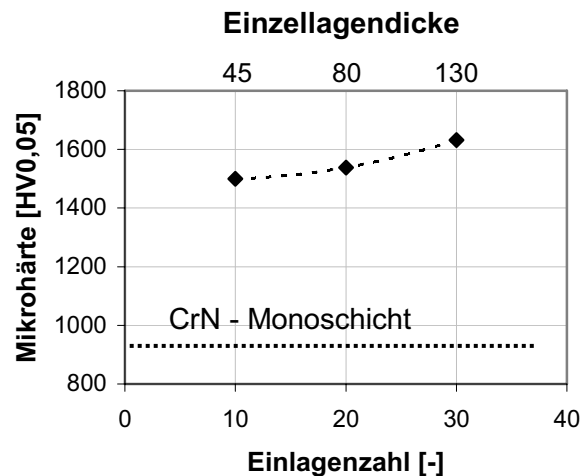


Bild 2: Ermittelte Härtewerte der multilagigen Cr/CrN-Schichten in Abhängigkeit von Einlagenzahl.

Eine erkennbare Steigerung der Schichthärte mit der Periodizitätszunahme bzw. mit der Einzellagendickenabnahme wird beobachtet. Die höchsten Härtewerte zeigen die Schichten mit den dünnsten Einzellagen, die ca. 2-mal härter als die monolagigen CrN-Schichten (875 HV0,05) und 4.5-mal härter als die monolagigen Cr-Schichten (360 HV0,05) sind.

Bild 3 stellt den Verschleißkoeffizientenverlauf der mit verschiedenen Schichtsystemen und -periodizitäten beschichteten Proben dar. Dabei zeigt sich, dass die Schichthärte mit dem Schichtverschleiß korrelierte. Es ist deutlich zu erkennen, dass die Verschleißbeständigkeit mit der Erhöhung der Schichtlagenzahl steigt.

Tabelle 2: Eigenschaften der abgeschiedenen Schichtsysteme

Schicht-system	Cr/CrN			Ti/TiN			Cr/TiN			CrN/TiN			Cr/TiAlN		
	10	20	30	10	20	30	10	20	30	10	20	30	10	20	30
Lagenzahl	10	20	30	10	20	30	10	20	30	10	20	30	10	20	30
Härte [HV0,05]	1500	1538	1632	1478	1206	1217	684	664	732	2004	2265	2340	2194	2597	2737
Lc [N]	≈ 40	≈ 40	≈ 40	-	-	-	≈ 33	≈ 33	≈ 33	≈ 35	≈ 35	≈ 35	≈ 44	≈ 44	≈ 44
Verschleiß-koeffizient [mg/(Nkm)]	0,94	0,92	0,92	0,75	0,6	0,53	1,06	0,8	0,8	0,2	0,16	0,06	0,88	0,64	0,7
Kugel-verschleiß	nein	ja	ja	nein	ja	ja	nein	ja	ja	nein	ja	ja	ja	ja	ja
Rauhigkeit [Rz]	0,12	0,09	0,09	0,71	0,7	0,47	0,13	0,09	0,15	0,09	0,087	0,083	0,64	0,57	0,52

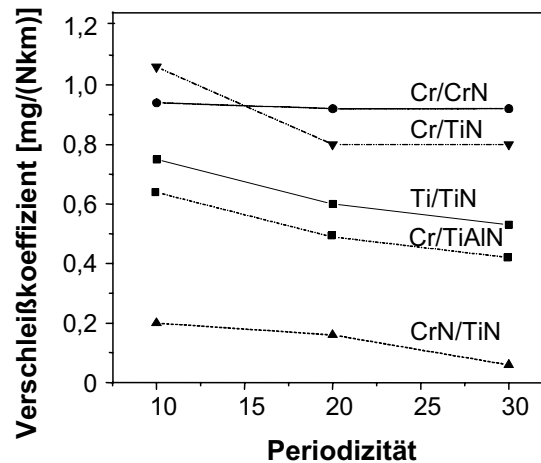


Bild 3: Verschleißbeständigkeit multilagiger PVD-Schichten bei verschiedenen Schichtperiodizitäten

Die Entstehung und Ausbreitung von Rissen wird durch die Schichtfestigkeit bestimmt. Zum einen wird mit der Abnahme der Schichtdicke die Bruchzähigkeit erhöht und zum anderen werden durch den mehrphasigen Schichtaufbau die Risse an den Grenzflächen abgelenkt. Bei harten Schichten entsteht ein Mikroriss vor einer plastischen Schichtverformung aufgrund einer zu niedrigen Bruchzähigkeit. Je kürzer allerdings die Risse sind desto schwieriger ist es, einen Riss zum Wachsen zu bringen [22]. Da die Anfangsrisslänge bei den kristallinen Schichten dem Durchmesser eines Kornes entspricht, wird mit der Aufnahme der Einzel-lagendicke die Ausgangsrisslänge reduziert [22]. Dadurch wird mehr Energie verbraucht, um derartige Schichten abzulösen. Basierend auf den Beobachtungen von Ducros et al. [23] kann eine große Anzahl von Grenzflächen in mehrlagigen Schichtsystemen als Rissablenkung fungieren. So werden aufgrund des zweiphasigen Schichtaufbaus (hart-hart oder weich-hart) die Risse an den Grenzflächen durch unterschiedlichen Materialbruchzähigkeiten abgelenkt. Aus diesen Gründen zeigen Schichten mit 30 Lagen eine erhöhte Verschleißfestigkeit im Vergleich zu Schichtsystemen mit nur 10 oder 20 Lagen.

Um die Rissbildung bei Schichten mit verschiedenen Lagen aber mit gleichen Gesamtschichtdicken zu untersuchen, wurden die Härteeindrücke im Rasterelektronenmikroskop analysiert. Die Ergebnisse sind Bild 4 zu entnehmen. Bei den 10-lagigen Schichtsystemen wurden kreisförmige Risse festgestellt, die sich mit der Erhöhung der Lagenzahl zu geraden und feineren Rissen umbilden. Zusätzlich platzten die 10-lagigen Schichtsysteme stellenweise ab, was für eine niedrige Schichtbruchzähigkeit spricht. Bei den mehrlagigen Schichtsys-

temen zeigen die Härteeindrücke einen deutlichen Übergang zwischen einem spröden zu einem zähen Material. Hervorzuheben ist vor allem, dass mit der Schichtdickenreduzierung bzw. mit der Korngrößenabnahme eine Härtesteigerung und zugleich eine Duktilitätserhöhung einhergeht [24], [25].

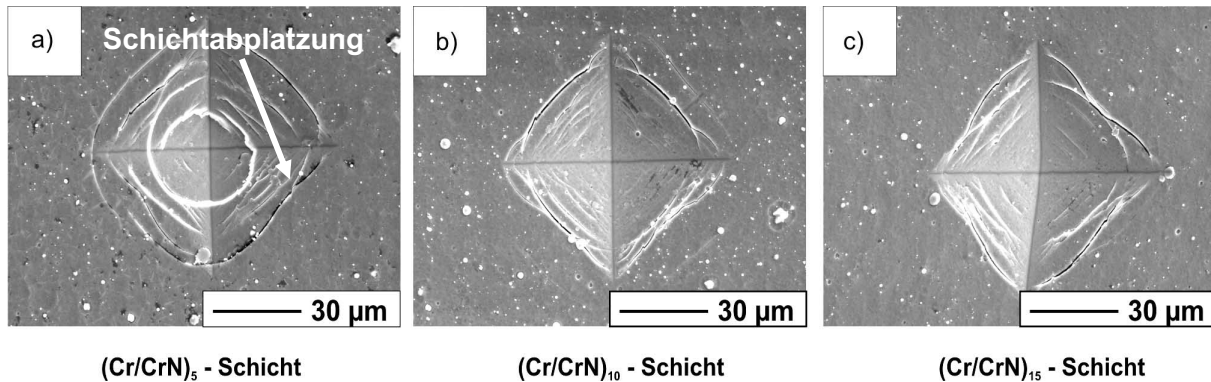


Bild 4: REM-Aufnahme der Härteeindrücke multilagiger Cr/CrN-Schichten mit a) 10; b) 20 und c) 30 Lagen

Ebenso zeigte es sich, dass die Verschleißbeständigkeit stark von den Einzelschichten selbst abhängt (Bild 3). Dabei spielen die Einzelschichthärte, -dicke und -morphologie eine entscheidende Rolle [26]. Generell besitzen die CrN/TiN – Schichtsysteme unabhängig von der Periodizität die höchste Verschleißbeständigkeit.

4. Zusammenfassung

Multilagige, dünne Schichten zeigen eine erkennbare Verbesserung der Schichthärte durch eine Reduzierung der Einzellagendicke. Die multilagige Schichtstruktur ermöglicht zudem eine hohe Schichthärte neben einer hohen Bruchzähigkeit durch eine große Grenzflächenanzahl und eine feinkörnige Struktur. Je nach Schichtkombinationen (hart-hart, weich-hart) können das Rissausbreitungsverhalten und die Schichteigenschaften an die Bauteilanforderungen angepasst werden. Auf Basis der dargestellten Ergebnisse werden entsprechende Beschichtungen auf Schraubenrotoren erfolgen, so dass die Vorteile mehrlagiger Schichtsysteme genutzt werden können.

5. Literatur

- [1] Kauder, K.: Schraubenmaschinen, Forschungsberichte des Fachgebietes Fluidenergiemaschinen 5 (1997) S. A1-A5
- [2] Dreischhoff, U.: Festkörperreibung in Schraubenmaschinen. Ein Beanspruchungsmodell für Werkstoffverbunde. Dissertation. Universität Dortmund. 1991
- [3] Kauder, K.: Tribologische Probleme in Schraubenmaschinen. In: Tribologie in der Forschung und Antriebstechnik, Berlin: Technik und Kommunikation Verlag, 1992
- [4] Dämgen, U.: Beanspruchungen von verschleißbeständigen Werkstoffverbunden in Schraubenkompressoren. Dissertation. Universität Dortmund. 1998
- [5] Kauder, K.; Bach, Fr.-W.; Steffens, H.-D.; Bubert, H.; Helpertz, M.; Unterberg, W.: Anwendung am Beispiel Schraubenmaschine. In: Metallische und metall-keramische Verbundwerkstoffe. Bach, Fr.-W. und Steffens, H.-D. (Hrsg). Hamburg: Kontec (1999) S. 402-403
- [6] Kossowsky, R.; Klemchuk, P.P.: Surface modification engineering. CRC Press, 1989.
- [7] Hovsepian, P.Eh., Lewis, D.B., Münz, W.D.: Recent progress in large scale manufacturing of multilayer/superlattice hard coatings. Surface Coatings Technology 133-134 (2000) S. 166-175
- [8] Musil, J.: Hard and superhard nanocomposite coatings. Surface and Coatings Technology. 125 (2000) S. 322-330
- [9] Bunshah, R.F.: Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings - Science, Technology and Applications (2nd Edition). Ort: William Andrew Publishing/Noyes 1994
- [10] Tillmann, W.; Vogli, E.: Einsatz von PVD-Beschichtungen für Zerspanwerkzeuge. In: Spanende Fertigung. Weinert, K. (Hrsg.). Essen: Vulkan-Verlag (2005) S. 244-254
- [11] Lugscheider, E.; Bobzin, K.; Maes, M.; Erdle, A.: Innovation in der PVD-Technologie für Hochleistungsanwendungen. In: Moderne Beschichtungsverfahren. Bach, Fr.-W.; Möhwald, K.; Laarmann, A.; Wenz, T. (Hrsg). Weinheim: WILEY-VCH (2005) S. 57-71
- [12] Keller, K.; Eversberg, K.R.: Verschleiß minimiert. Schutzschichten aus Hartstoff erhöhen die Standzeit von Umformwerkzeugen. Maschinenmarkt 100 (1994) S. 44-48
- [13] Schulz, H.; Jungblut, F.: PVD-Beschichtungen: Leistungssteigerung von Werkzeugen und Bauteilen. Metall 48 (1994) 3 S. 190-195.
- [14] Dämgen, U.: Beanspruchungen von verschleißbeständigen Werkstoffverbunden in Schraubenkompressoren. Dissertation. Universität Dortmund (1998)

- [15] Bressan, J.-D.; Hesse, R.; Silvia, E.M.: Abrasive wear behavior of high speed steel and hard metal coated with TiAlN and TiCN. *Wear* 250-251 (2001) 1 S. 561-568
- [16] Brand, J.: Diamantähnliche Schichten erfüllen Hich-Tech-Träume der Konstrukteure. *Industrieanzeiger* 27 (2000) S. 32-35
- [17] Hieke, A.: Diamantähnliche Kohlenstoffschichten (DLC) – verschleißfest und reibarm. *Mat.-wiss. und Werkstofftechnologie* 31 (2000) S. 625-628
- [18] Boutos, T.V.; Sanjines, R.; Karimi, A.: Effects of deposition temperature and bilayer thickness on the mechanical properties of AlN/TiN multilayer thin films. *Surface and Coatings Technology* 188-189 (2004) S. 409-414
- [19] Hovsepian, P.Eh.; Lewis, D.B.; Münz, W.D.: Recent progress in large scale manufacturing of multilayer/superlattice hard coatings. *Surface and Coatings Technology* 133-134 (2000) S 166-175
- [20] Boutos, T.V.; Sanjines, R.; Karimi, A.: Effects of deposition temperature and bilayer thickness on the mechanical properties of AlN/TiN multilayer thin films. *Surface and Coatings Technology* 188-189 (2004) S. 409-414
- [21] Chen, Y.: Arc-PVD abgeschiedene Nitridschichten. Studienarbeit, Dortmund, 2005
- [22] Courtney, T.H.: Mechanical behaviour of materials. New York: McGraw-Hill 1990
- [23] Ducros, C.; Benevent, V.; Sanchette, F.: Deposition, characterization and machining performance of multilayer PVD coatings on cemented carbide cutting tools. *Surface and Coatings Technology* 163-164 (2003) S. 681-688
- [24] Weertmann, J.R.; Farkas, D.: Structure and mechanical behaviour of bulk nanocrystalline materials. *Materials Research Societa Bulletin* 24 (1999) S. 44-50
- [25] Kung, H.; Foecke, T.: Mechanical behavior of nanostructured materials. *Materials Research Society Bulletin* 24 (1999) S. 14-20
- [26] Tillmann, W.; Vogli, E.: Versagensarten multilagiger Schichten abgeschieden mittels Arc-PVD. Chemnitz: Eigenverlag, 22 (2005) S. 277-286