



AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP C 23 C / 255 812 5	(22)	20.10.83	(44)	10.04.85
------	-----------------------	------	----------	------	----------

(71) Akademie der Wissenschaften der DDR, 1199 Berlin, Rudower Chaussee, DD

(72) Kolitsch, Andreas, Dr.; Richter, Edgar, Dr.; Dienel, Gerhard, Dr.; Hennig, Klaus, Prof. Dr. sc., DD

(54) Verfahren zur Herstellung hafter Titannitridschichten

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Verbesserung der Verschleißbeständigkeit von Werkzeugen aus hochlegierten Stählen durch eine haftere TiN-Beschichtung. Durch das Verfahren wird die Standzeit dieser Werkzeuge wesentlich erhöht. Erfindungsgemäß wird das dadurch erreicht, daß auf die durch Ionenätzen gereinigte Werkstückoberfläche in einer Vakuumkammer eine 400–800 nm dicke Schicht von metallischem Titan aufgebracht wird, in die Xenonionen einer Energie von 200–400 keV und Stickstoffionen einer Energie von 30–60 keV gleichzeitig implantiert werden. Die Strahlstromstärke der Xenonionen beträgt dabei nur etwa 1 % der Stromstärke des Stickstoffionenstromes. Die Gesamtdosis der implantierten Stickstoffionen beträgt 10^{17} – 10^{18} Ionen/cm². Durch die Edelgasionen erhält man eine intensive Durchmischung des aufgetragenen Titans mit dem Grundwerkstoff, wodurch eine hohe Haftfestigkeit erreicht wird, während durch die Implantation des Stickstoffs in der Schicht TiN gebildet wird, was bekanntlich die hohe Verschleißfestigkeit besitzt.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Verbesserung der Verschleißbeständigkeit von Werkzeugen aus hochlegierten Stählen durch eine haftfeste TiN-Beschichtung. Durch das Verfahren wird die Standzeit dieser Werkzeuge wesentlich erhöht.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Verfahren zur Verbesserung der Verschleißfestigkeit sind in einer Vielzahl von Patentschriften niedergelegt. In letzter Zeit werden neben den traditionellen Verfahren wie Härten, Borieren, Nitrieren oder Carburieren zunehmend Beschichtungsverfahren (Chemical vapor deposition, physical vapor deposition, reaktives Sputtern, Plasmaspritzen u.ä.) eingesetzt, wobei eine Veredlung im unmittelbaren Oberflächenbereich der Werkzeuge erfolgt, die zur Bildung verschleißarmer Randschichten führt. Besonders gute Ergebnisse bringt dabei die Beschichtung mit Titannitrid. Allerdings ist die Verbundstabilität zwischen der TiN-Randschicht und dem Grundwerkstoff bei einer Reihe von hochlegierten Stählen so gering, daß TiN als Verschleißschutz für diese Werkstoffe nur wenig geeignet ist. Die Schichten reißen oft vom Grundmaterial ab und wirken dann verschleißfördernd. Seit kurzem sind auch Ionenimplantationsverfahren bekannt geworden, bei denen Ionen mit Energien bis zu 400 keV zur Verbesserung des Verschleißverhaltens in die Werkstoffoberfläche im Vakuum eingeschossen werden (DE-OS 2 703 392, 2 941 674, US-PS 3 832 219). Auch werden hartstoffbildende Metallionen so lange implantiert, bis sich eine dünne Oberflächenschicht daraus ausbildet, die mit Bor, Kohlenstoff oder Stickstoff umgesetzt, eine Hartstoffphase bildet (DE-OS 23 402 823), oder man erzeugt in der Oberfläche verschleißhemmende Strukturen vom Perowskittyp (DE-OS 3 045 434)

beziehungsweise unterstützt die Eindiffusion der verschleißmindernden Komponenten (zum Beispiel Sn in Titan oder Titanlegierungen DE-OS 3 046 695) durch den Ionenbeschuß. Alle diese Verfahren sind entweder extrem teuer und daher unökonomisch (zum Beispiel DE-OS 3 045 434, 2 340 282) oder sie ergeben gegenüber einer TiN-Beschichtung wesentlich geringere Verschleißbeständigkeiten.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, die Verschleißbeständigkeit von Werkzeugen aus hochlegierten Stählen mit vertretbarem Aufwand zu erhöhen.

Wesen der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Erhöhung der Verschleißbeständigkeit von Werkstücken aus hochlegiertem Stahl zu schaffen, wobei auf diese Werkstücke eine verschleißmindernde Randschicht, die TiN enthält, aufgebracht werden soll, die eine wesentlich höhere Verbundstabilität besitzt, als durch PVD- oder CVD-Prozesse aufgetragene TiN-Randschichten. Diese Aufgabe wird dadurch gelöst, daß auf die durch Ionenätzen gereinigte Werkstückoberfläche in einer Vakuumkammer eine 400-800 nm dicke Schicht von metallischem Titan aufgebracht wird, in die Xenonionen einer Energie von 200 - 400 keV und Stickstoffionen einer Energie von 30 - 60 keV gleichzeitig implantiert werden. Die Strahlstromstärke der Xenonionen beträgt dabei nur etwa 1 % der Stromstärke des Stickstoffionenstromes. Die Gesamtdosis der implantierten Stickstoffionen beträgt $10^{17} - 10^{18}$ Ionen/cm².

Durch die Edelgasionen erhält man eine intensive Durchmischung des aufgetragenen Titans mit dem Grundwerkstoff, wodurch eine hohe Haftfestigkeit erreicht wird, während durch die

Implantation des Stickstoffs in der Schicht TiN gebildet wird, was bekanntlich die hohe Verschleißfestigkeit besitzt. Durch das gleichzeitige Implantieren beider Ionenarten erreicht man eine wesentlich größere Eindringtiefe des Stickstoffs und damit eine Verbreiterung der TiN-Schicht gegenüber der aufeinanderfolgenden Implantation.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung wird durch nachfolgendes Ausführungsbeispiel noch näher erläutert, wobei die Erfindung nicht auf dieses Beispiel beschränkt ist.

Eine Scheibe aus vergütetem Stahl 210 Cr 46 mit 20 mm $\varnothing$ und 4 mm Dicke wurde einseitig poliert. Durch Ätzen mit Argonionen wurde die polierte Oberfläche nochmals gereinigt. Auf die so gesäuberte Scheibe wurde in der gleichen Anordnung ohne Unterbrechung des Vakuums 550 nm Titan aufgedampft. Anschließend wurden mittels einer Ionenquelle gleichzeitig $8 \cdot 10^{17} \text{ N}^+/\text{cm}^2$ der Energie 60 keV und $5 \cdot 10^{15} \text{ Xe}^+/\text{cm}^2$ einer Energie von 330 keV in die mit Titan bedampfte Scheibe implantiert. Der Strahlstrom des Stickstoffionenstrahles wurde zur Vermeidung einer Targeterwärmung auf $20 \text{ } \mu\text{A}/\text{cm}^2$ begrenzt.

Eine gleichartig vorbehandelte Scheibe wurde nach dem Ionenätzen nach dem PVD-Verfahren mit 550 nm TiN beschichtet. Beide Scheiben wurden auf einer Verschleißprüfmaschine vom System "Stift/Scheibe" hinsichtlich ihres Verschleißverhaltens getestet. Als Stift diente eine feststehende gehärtete Stahlkugel mit 3 mm $\varnothing$. Gemessen wurde mittels Wegaufnehmer der Volumenverschleiß für gleiche Belastung der Kugel in Abhängigkeit von ihrem Reibweg auf beiden Scheiben. Für die implantierte Scheibe wurde der 3-fache Reibweg zum Abtrag der 550 nm dicken Verschleißschicht benötigt. Implantiert man in eine mit 550 nm Titan

bedampfte Scheibe nur die $8 \cdot 10^{17} \text{ N}^+/\text{cm}^2$, findet man keinen Unterschied im Verschleißverhalten gegenüber der mit 550 nm TiN beschichteten Scheibe.

Erfindungsanspruch

Verfahren zur Verbesserung der Verschleißbeständigkeit von Werkstücken aus hochlegierten Stählen dadurch gekennzeichnet, daß auf das gut gereinigte Werkstück im Vakuum ($< 0,01$ Pa) eine 400-800 nm dicke Schicht aus metallischem Titan aufgebracht wird und anschließend in das beschichtete Werkstück $10^{17} - 10^{18}$ Stickstoffionen/cm² der Energie 40 - 60 keV und gleichzeitig Xenonionen der Energie 200 - 600 keV implantiert werden, wobei das Verhältnis der Stromstärken von Stickstoff- und Xenonionenstrom $5 \cdot 10^3 - 5 \cdot 10^2 : 1$ betragen soll.