

# Untersuchung von gradierten Multilayerschichten auf Umformwerkzeugen mittels der optisch angeregten Lock-In Thermographie

Norman SIEVERS, Wolfgang TILLMANN, Hans-Georg RADEMACHER, Leif HAGEN,  
Fabian HOFFMANN, Reiner ZIELKE

Lehrstuhl für Werkstofftechnologie  
Technische Universität Dortmund  
Leonhard-Euler-Str. 2  
44227 Dortmund  
Norman.Sievers@udo.edu

**Kurzfassung.** Hochbeanspruchte Umformwerkzeuge werden zunehmend mit Verschleißschutzschichten versehen. Hier steht neben der Erhöhung der Standzeiten die gezielte Beeinflussung der lokalen Bauteileigenschaften im Fokus aktueller Forschungsarbeiten. Gerade der thermomechanisch gekoppelte Umformprozess erfordert eine optimale Anpassung der Funktionseigenschaften dieser Schichten, so dass eine komplexe Gradierung der Schichtgefügestrukturen notwendig wird. Die Erzeugung dieser Schichtsysteme erfolgt durch Beschichtungsverfahren wie Thermisches Spritzen und der PVD-Technologie (Physical Vapor Deposition). Die Kombination dieser beiden Technologien ermöglicht durch die mehrlagige Schichtstruktur (Multilayer) eine optimierte und anforderungsgerechte Anpassung der thermischen und mechanischen Funktionseigenschaften der Werkzeugoberfläche. Besonders bei der Werkzeugherstellung ist ein zerstörungsfreies Prüfverfahren sinnvoll, das den Schichtaufbau überprüft, Fehler wie Risse oder Delaminationen erkennt und auch den Verschleiß des Systems im späteren Einsatz bestimmen kann. Die konventionellen Prüfverfahren sind für Monolayer-Systeme optimiert. Diese reagieren auf eine sprunghafte Änderung der Messgröße wie der Wärmeleitfähigkeit am Übergang Schicht-Substrat. Bei den hier betrachteten Multilayersystemen treten mehrere derartiger Übergänge auf, was die Interpretation der Messergebnisse erschwert und gegebenenfalls eine Simulationsrechnung erfordert. Im Rahmen des Beitrags wird der Ansatz verfolgt, die optisch angeregte Lock-In Thermographie zur zerstörungsfreien Prüfung dieser gradierten Schichtsysteme anzuwenden. Aufgrund ihres physikalischen Prinzips ermöglicht das Verfahren die Charakterisierung sehr dünner Schichten im Bereich von wenigen Mikrometern. Es werden erste Untersuchungen zur Prüfung der gradierten Multilayerschichten präsentiert und ein Ausblick auf die kommenden Forschungsaktivitäten gegeben.

## Einleitung

Mit fortschreitender Technologie fordert die Industrie nach immer leistungsfähigeren Bauteilen, die einerseits auf ihre anwendungsspezifischen Belastungen optimal angepasst sind und andererseits mittels möglichst weniger Prozessschritte und damit kostengünstig

hergestellt werden können. Daher ist ein Trend in der Umformtechnik das Bauteil, neben einer komplexen Formgebung, mit gezielten Eigenschaftsgradierungen noch während des Umformprozesses durch ein vordefiniertes Temperaturprofil zu versehen. Hierdurch wird eine definierte Materialeigenschaftsverteilung am umgeformten Bauteil herbeigeführt [1]. Die Beschichtung der Umformwerkzeuge stellt eine Möglichkeit dar, die gestiegenen Anforderungen des Umformprozess an das Werkzeug zu erfüllen. So kann sich durch moderne Beschichtungstechnologien die Produktivität der Umformprozesse und die Standzeit der Umformwerkzeuge deutlich erhöhen. Dieser Ansatz wird im Rahmen des Sonderforschungsbereiches (SFB) Transregio 30 (TR30) im Teilprojekt A4 verfolgt. Mittels Schichtgradierung und Multilayersysteme werden Werkzeugsysteme gegenüber dem Beanspruchungskollektiv aus intensiver Reibung, hoher Flächenpressung, schlagartiger Krafteinwirkung, starker Wärmeeinwirkung und dem sich daraus ergebenden Verschleiß optimal geschützt. Die Applikation solcher gradierten Schichtsysteme konnte durch vertikale Gradierung bereits aufgezeigt werden [2].

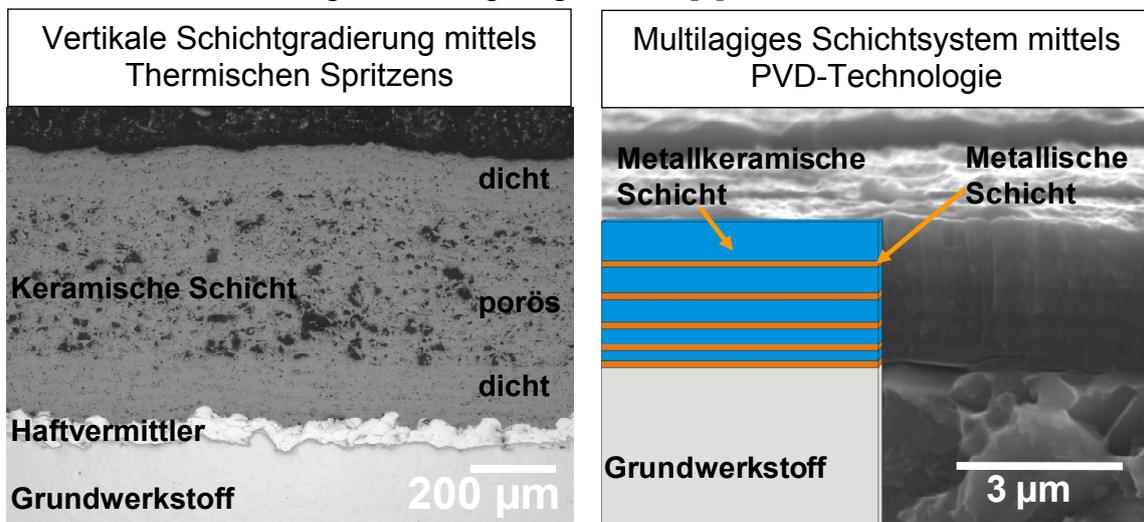


Abbildung 1. Herstellung gradierten Schichtsysteme durch thermisches Spritzen und PVD

Die linke Hälfte von Abbildung 1 verdeutlicht den multilagen Aufbau eines thermisch gespritzten Schichtsystems. Durch das thermische Spritzen lassen sich mit geeigneten Spritzwerkstoffen sowohl dichte als auch poröse Schichten erzeugen und somit die Wärmeleitung gezielt einstellen. Der Aufbau eines Schichtsystems mittels der PVD-Technologie zeigt die rechte Hälfte von Abbildung 1. Hier befindet sich auf dem Grundwerkstoff ein alternierendes System aus metallischen und metallkeramischen Schichten. Dieses Design führt zu einer erhöhten Verschleißbeständigkeit (metallkeramische Schichten) bei gleichzeitig verbesserter Duktilität (metallische Schichten) des Schichtsystems, die in einer deutlich höheren Standzeit der Umformmatrize resultieren. In einem solchen komplexen Schichtsystem sind eine gute Adhäsion zum Substrat (Werkzeug) und eine gute kohäsive Strukturfestigkeit der Schicht zu gewährleisten. Untersuchungen an Prototypen zeigten, dass solche Schichtsysteme bereits nach wenigen Umformvorgängen Mikrorisse und Delaminationen vorwiesen. Um die Qualität der Schichtsysteme überprüfen zu können, müssen Informationen über strukturelle Kerngrößen, wie Schichtdicke und Porosität ermittelt, aber auch oben genannte Schädigungen detektiert werden. Anstelle einer zerstörenden Prüfung empfiehlt sich ein Verfahren bei der die Schicht nicht beschädigt wird, um beispielsweise am fertiggestellten Umformwerkzeug eine Qualitätsprüfung oder Zustandsüberwachung zu realisieren. Zudem können so großflächig beschichtete Bauteile bzw. Umformwerkzeuge flächendeckend analysiert werden. Als zerstörungsfreies Prüfverfahren bietet sich die Lock-In Thermographie an. Diese eignet sich zur Charakterisierung von Dünnschichten. Gerade

Änderungen in der Wärmeleitfähigkeit und flächenhafte Fehler haben einen hohen Einfluss auf das Messsignal. Durch die Anwendung von Simulationen ist es weiterhin möglich die Prüfeempfindlichkeit deutlich zu verbessern [3]. Für den Einsatz an Multilayersystemen muss gewährleistet sein, dass die Prüfmethode alle Schichten sowie das Substrat selbst erfasst. Weiterhin müssen Schichteigenschaften wie die Porosität oder Schichtfehler wie Delaminationen nachgewiesen werden. Gerade die Kombination dieser komplexen Beschichtungstechnologien auf den Umformwerkzeugen erfordert eine zerstörungsfreie Prüfung der übereinanderliegenden Schichtsysteme. Der folgende Beitrag präsentiert die hierzu durchgeführten Untersuchungen.

## Lock-In Thermographie

Um die thermischen Eigenschaften der Probe vermessen zu können, wird zunächst das Bauteil an dem zu untersuchenden Messort durch Absorption eines Laserstrahls punktuell erwärmt. Durch eine periodische Modulation des Laserstrahls entsteht im Probekörper eine Wärmewelle [4]. Dabei wird die Wärmeverteilung innerhalb der Probe sowohl von den thermischen Eigenschaften des Materials als auch von der Probengeometrie bestimmt. Hierfür ist die thermische Diffusionslänge  $\mu$  von entscheidender Bedeutung, da sie die Eindringtiefe der Wärmewelle und damit den möglichen Nachweisbereich für das Prüfverfahren festlegt.

$$\mu = \sqrt{\frac{2k}{\omega\rho c}} \quad \text{Gleichung 1}$$

Die thermische Diffusionslänge ist nach Gleichung 1 von der Anregungsfrequenz  $\omega$ , der Wärmeleitfähigkeit  $k$ , der spezifischen Wärmekapazität  $c$  und der Dichte  $\rho$  des zu prüfenden Materials abhängig. Um die Eindringtiefe auf das Prüfproblem anzupassen, kann nur der materialunabhängige Parameter, die Anregungsfrequenz, variiert werden.

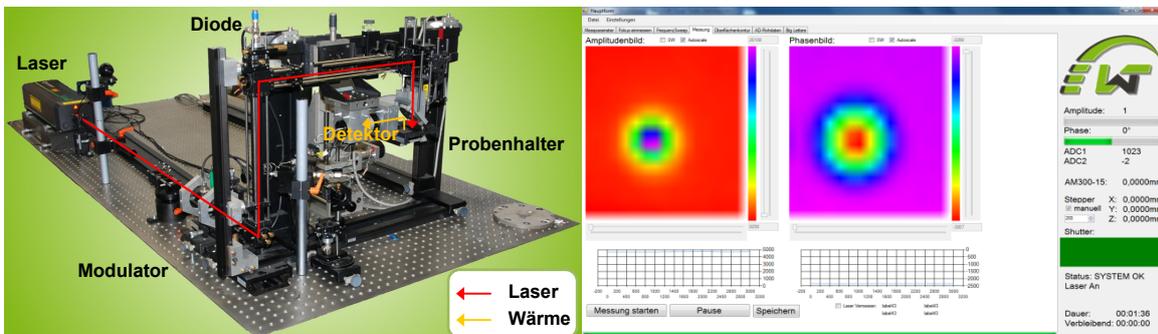


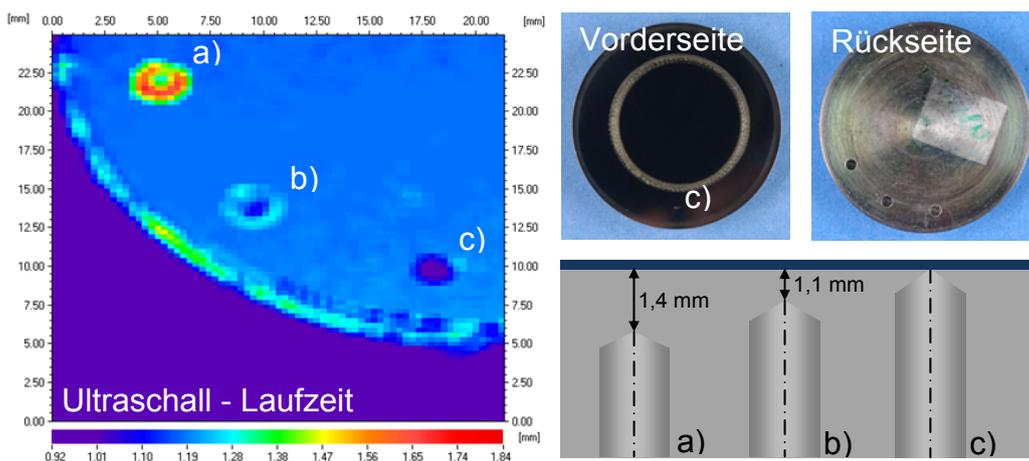
Abbildung 2. Aufbau des Messsystems zur Detektion von Wärmewellen

Der für die Untersuchung verwendete Messaufbau ist links in Abbildung 2 zu sehen. Die Anregung der Wärmewellen erfolgt mittels eines Laserstrahls mit einer Wellenlänge  $\lambda$  von 532 nm. Im Strahlengang befindet sich ein Modulator, der den Laser mit einer Frequenz zwischen 1 Hz und 250 kHz moduliert. Der modulierte Laserstrahl wird über dielektrische Spiegel senkrecht auf den Probekörper geleitet und initiiert auf der Bauteiloberfläche eine Wärmewelle. Auf dem Probekörper besitzt der Laserstrahl einen Durchmesser von etwa 100  $\mu\text{m}$ . Trifft die Wärmewelle auf eine Grenzschicht, reflektiert ein Teil von ihr und läuft zurück zur Oberfläche, so dass sie in Interferenz mit dem Anregungssignal tritt. Mit Hilfe einer Infrarot-Optik und eines empfindlichen Detektors (JUDSON HgCdTe) kann die Wärme auf der Oberfläche registriert werden. Ein Lock-In Verstärker bestimmt dabei aus dem Signal des Detektors Amplitude und Phasenlage in Bezug auf das Referenzsignal des modulierten Lasers. Diese Messgrößen werden von der

Messsoftware aufgezeichnet und graphisch dargestellt. Ändern sich die Schichteigenschaften, so hat dies eine Auswirkung auf die Ausbreitung der Wärmewelle und kann im Signal der Amplitude und Phase registriert werden (Abbildung 2 rechts). Mit Hilfe eines Scanners, der ein Verfahren der Probe in X, Y und Z-Achse zulässt, erfolgt eine flächenhafte Untersuchung der Probe.

### Messung an PVD-Schicht

Zunächst wird der notwendige Frequenzbereich bestimmt, um durch die PVD-Schicht zu gelangen und so eine Aussage über darunter liegende thermisch gespritzte Schicht zu erhalten. Hierzu wurde der in Abbildung 3 dargestellte Probenkörper mit einem Durchmesser von 40 mm verwendet. Als Substrat dient der Warmarbeitsstahl 1.2343. Die PVD-Schicht besteht aufgrund der geforderten hohen Härte und Verschleißschutzbeständigkeit aus einer alternierenden Ti-TiAlN und besitzt eine Gesamtdicke von 3  $\mu\text{m}$ . Zur Bestimmung der Eindringtiefe der Wärmewellen und zur Überwindung der Grenzfläche zwischen PVD-Schicht und Substrat sind in die Probe von der Substrateite aus Bohrungen eingebracht, deren Durchmesser 2 mm, einem Spitzenwinkel  $\alpha$  von ca.  $100^\circ$  betragen und jeweils unterschiedlich dicht bis zur PVD-Schicht gebohrt sind. Mittels Ultraschall erfolgt hierzu die Bestimmung der restlichen Wandstärke.



**Abbildung 3.** Bestimmung der Restwandstärke des PVD-Probenkörpers mittels Ultraschalluntersuchung

So sind in dem Laufzeitbild von Abbildung 3 deutlich die drei Bohrungen zu erkennen. Bei der Bohrung a) ist die Wanddicke 1,4 mm und bei Bohrung b) 1,1 mm. Weiterhin kann im Ultraschallbild der konische Abschluss der Bohrungen identifiziert werden. So ist die Laufzeit des Schalls im Zentrum der Bohrungen geringer als am Rand. Die Bohrung b) liegt hingegen sehr nah unter der Oberfläche, so dass die restliche Wandstärke durch den Ultraschall trotz Nutzung eines punktfokussierten und hochfrequenten Prüfkopfes (25 MHz) nicht mehr exakt aufgelöst werden konnte. Die Untersuchung zeigt, dass bei oberflächennahen Ungängen auf andere Methoden als die hier durchgeführte Ultraschallprüfung zurückgegriffen werden muss. Somit wurde mittels der Lock-in Thermographie der in Abbildung 4 zu sehende Flächenscan mit einer Modulationsfrequenz von 5 Hz durchgeführt. Im Phasenbild kann deutlich die verdeckte Bohrung c) identifiziert werden, während die Bohrung b) noch leicht zu erkennen und die am tiefsten liegende Bohrung a) nicht mehr zu sehen ist.

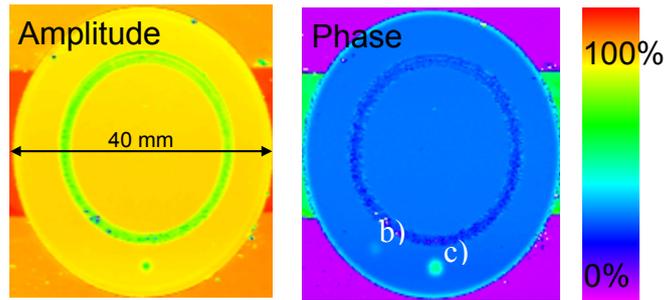


Abbildung 4. Flächenscan des PVD-Probekörpers mit 5Hz, Schrittweite 250µm

Um im Vergleich zur Ultraschallmessung die fehlende Tiefeninformation von Bohrung c) zu ermitteln, wurde die Bohrung mittels der Lock-In Thermographie nun bei unterschiedlichen Prüffrequenzen vermessen. Die Auswertung der Phase ist hierzu in Abbildung 5 dargestellt. Die Prüffrequenz variiert zwischen 2 und 5000 Hz, wobei das gleiche Messfeld von 3x3 mm jeweils mit einer Schrittweite von 250 µm abgetastet wurde. Im Frequenzbereich von 2 bis 40 Hz sind die Umrisse der Bohrung deutlich zu erkennen.

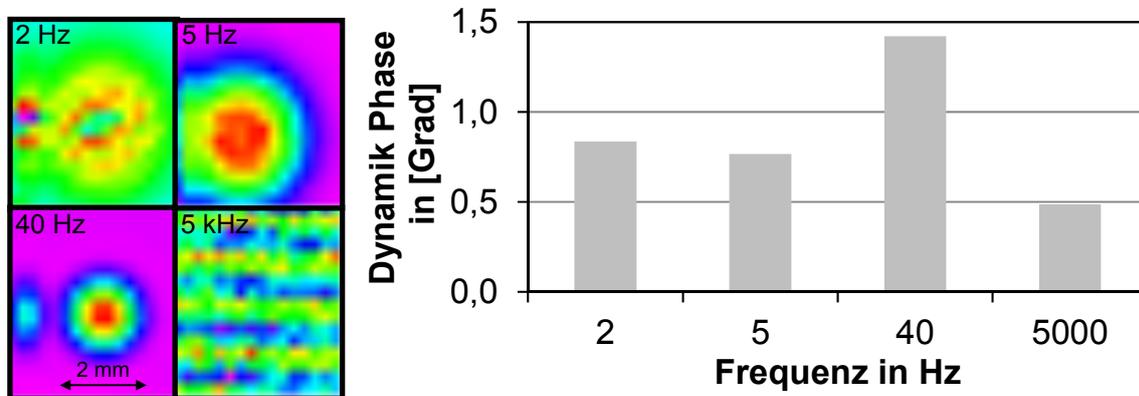


Abbildung 5. Phasenauswertung bei Variation der Prüffrequenz an Bohrung c)

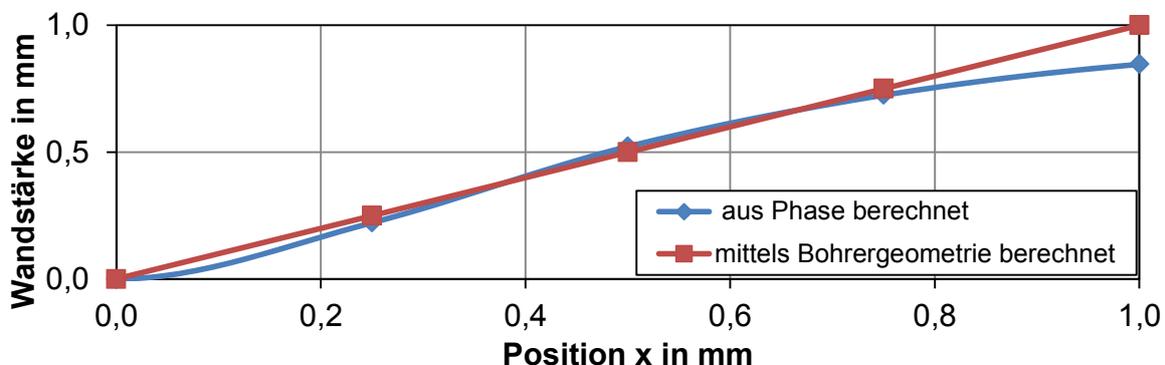
Bis zu einer Frequenz von 40 Hz ist links neben der Bohrung ein Signalausschlag zu sehen, der durch eine Delamination der Schicht aufgrund einer Überbeanspruchung während des Bohrvorganges erklärt werden könnte. Bei 5000 Hz besitzt die Wärmewelle keine ausreichende Eindringtiefe, so dass keine Bohrung identifiziert werden kann. Weiterhin ist zu erkennen, dass bei 5 und 40 Hz die Phase von der Bohrungsmitte aus kontinuierlich abfällt. Dies lässt sich ebenfalls wie bei den Ultraschalluntersuchungen auf den kegelförmigen Bohrkopf zurückführen. Um die optimale Prüffrequenz zu bestimmen, kann zunächst der Kontrast im Signal der Phase herangezogen werden. Hier ist im rechten Diagramm von Abbildung 5 die Differenz zwischen kleinster und höchster Phase aufgetragen. So zeigt dies deutlich, dass bei 40 Hz die Dynamik für die hier verwendeten Prüffrequenzen am höchsten ist und somit die optimale Auflösung vorliegt. Weiterhin sollte im C-Scan die geometrische Abmessung der Bohrung ihrem tatsächlichen Wert möglichst nahe kommen. Hier zeigt ebenfalls die Messung bei 40 Hz die größte Übereinstimmung. Bei 40 Hz bietet das Phasensignal eine ausgezeichnete Möglichkeit die Restwandstärke entlang der Bohrung zu bestimmen. Hierzu wird die Restwandstärke über die Geometrie des Bohrers bestimmt. So kann zwischen Bohrlochmitte und -rand eine lineare Funktion für die Restwandstärke  $S$  als Funktion über die Position  $x$  durch Gleichung 2 ausgedrückt werden. Unter der Annahme einer Restwandstärke in Bohrlochmitte von 3 µm durch die PVD-Schicht beträgt bei Berücksichtigung des Spitzenwinkels  $\alpha$  im äußersten Bereich der Bohrung die Wandstärke 840 µm.

$$S(x) = \frac{x}{\tan(2/\alpha)} \quad \text{Gleichung 2}$$

$$P(x) = 1,65x^2 + 0,05x - 3,77 \quad \text{Gleichung 3}$$

$$S(P) = \frac{-0,03 - \sqrt{2,28 + P/1,65}}{\tan(2/\alpha)} \quad \text{Gleichung 4}$$

Durch das Phasensignal P kann in Abhängigkeit von der Position x im Bereich der Bohrung ein Polynom zweiten Grades nach Gleichung 3 gelegt werden, dessen Bestimmtheitsmaß  $R^2$  bei 0,987 liegt. Durch lösen des Polynoms nach x und einsetzen in  $S(x)$  resultiert in Gleichung 4 eine Funktion, die die Restwandstärke durch das Phasensignal liefert.

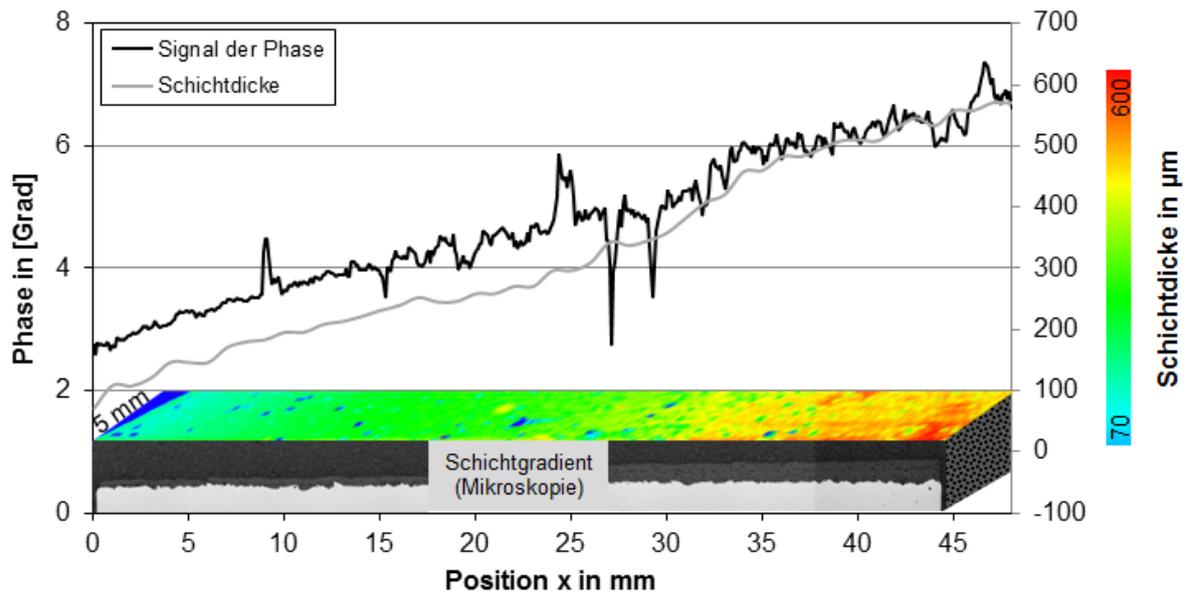


**Abbildung 6.** Abschätzung der Restwandstärke mittels des Phasensignals von Bohrungsmittelpunkt bis Bohrungsrand

Im Diagramm von Abbildung 6 ist ausgehend vom Bohrungsmittelpunkt die berechnete Restwandstärke aus der Phase und mittels der Bohrgeometrie gegenübergestellt. Da die Schichtsysteme auf den Umformwerkzeugen im Bereich von 3-300  $\mu\text{m}$  liegen, ist die Eindringtiefe somit mehr als ausreichend für weiterführende Untersuchungen.

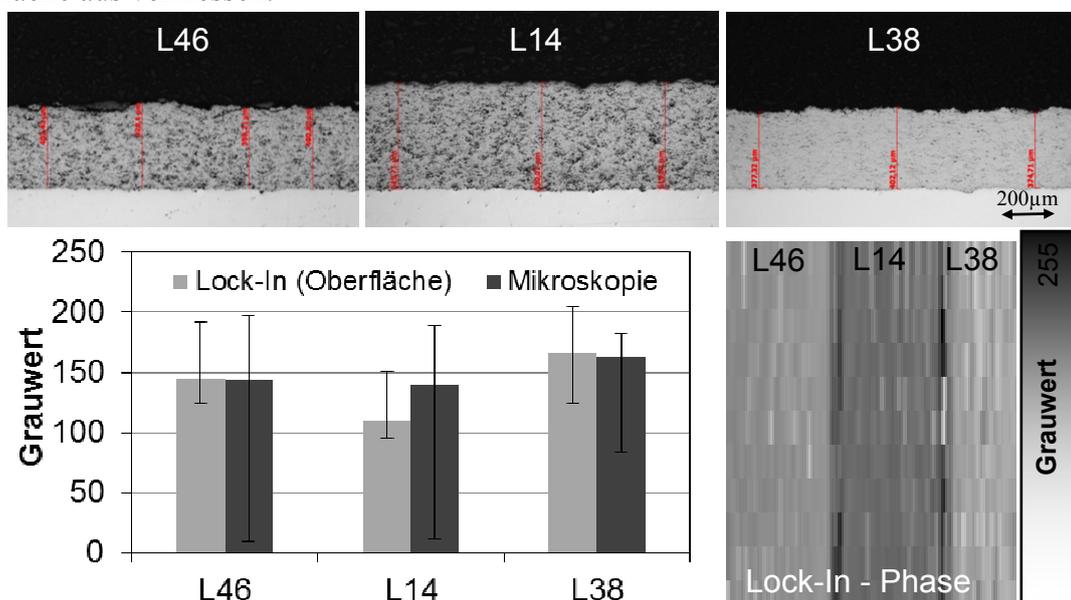
### Messung an thermisch gespritzten Schichten

Für die Untersuchung von thermisch gespritzten Schichtsystemen auf Umformwerkzeugen ist neben der Schichtdicke auch eine Aussage über die Porositäten notwendig. Hierzu wurden nachstehende Voruntersuchungen durchgeführt. Der erste Probekörper ist eine Kreisscheibe bestehend aus einem 1.0503 Qualitätsstahl auf den eine gradierte  $\text{Al}_2\text{O}_3$  mittels atmosphärischen Plasmaspritzens aufgetragen wurde. Die Schichtdicke wächst vom äußeren Rand zum Zentrum hin kontinuierlich an. Im Vorfeld erfolgte eine Trennung der Probe, um die Messdaten der Thermographie durch eine Lichtmikroskopie zu kalibrieren. Für die Lock-In Thermographie wurde eine Frequenz von 20 Hz gewählt. Der Ausschnitt zur Vermessung der Probe liegt wie in Abbildung 7 dargestellt auf der Schnittkante und umfasst eine Fläche von 48x5 mm bei einer Schrittweite von 100  $\mu\text{m}$ . Die ersten 4 Spuren der Messung wurden für die Kalibrierung des Messsignals der Phase im Diagramm zusammengefasst. Sowohl für das Signal der Phase als auch bei der Schichtdickenmessung ist ein linearer Zusammenhang entlang der x-Achse festzustellen, so dass in dem farbig dargestellten C-Scan das Signal der Phase direkt in die Schichtdicke umgerechnet werden kann.



**Abbildung 7.** Gradienter Schichtverlauf einer thermisch gespritzten Schicht mittels Lock-In Thermographie ermittelt und durch Metallographie verifiziert

Zur Visualisierung von unterschiedlich porösen Spritzschichten wurden drei verschiedene Schichten mittels Hochgeschwindigkeit-Flammspritzen hergestellt. Auch hier dient als Substrat ein 1.0503 Qualitätsstahl, während als Schicht ein Wolframcarbid-Kobalt Verbund gewählt wurde. Durch Variation der Spritzparameter konnten in den Schichten unterschiedliche Porositäten erzeugt werden, wie sie in den Schlibfbildern von Abbildung 8 zu sehen sind. Zur thermographischen Untersuchung wurden die Proben nebeneinander im Probenhalter befestigt und mit den gleichen Parametern in einem Scan flächenhaft von der Oberfläche aus vermessen.



**Abbildung 8.** Porositätsmessung an Schichten mittels Lock-In Thermographie und Mikroskopie

Um die Resultate der Metallographie mit denen der Lock-In Thermographie vergleichen zu können, wurde in den Bildern jeweils eine Grauwertanalyse durchgeführt. Im Fall der Schlibfbilder zeigen sich Poren als dunkle Bereiche. Eine hohe Anzahl von Poren äußert sich somit durch einen geringen gemittelten Grauwert. Bei der Lock-In Thermographie bewirkt die Variation der Porosität einen unterschiedlichen Wärmetransport in das Substrat, so dass durch die Thermographie ebenfalls ein Messeffekt bei den

unterschiedlichen Proben erkennbar ist. Auch hier ist der gemittelte Grauwert von der Porosität abhängig. In den Bildern wurden die Grauwerte für die einzelnen Proben gemittelt und im Diagramm von Abbildung 8 gegenübergestellt. Wie schon mit bloßem Auge durch die Anzahl an Poren zu erkennen, ist die Porosität der Probe L46 deutlich höher als die von L38. Diese Feststellung spiegelt sich auch in den gemittelten Grauwerten im Diagramm von Abbildung 8 wieder. Hier ist ein deutlicher Unterschied zwischen den beiden Proben zu erkennen. Der stark abweichende Wert von Probe L14 lässt sich durch eine höhere Schichtdicke erklären, die neben der Porosität das Signal der Thermographie beeinflusst. Um die Informationen von Porosität und Schichtdicke zu separieren wäre in weiterführenden Arbeiten Simulationen denkbar. Resümierend bietet die Lock-In Thermographie somit eine herausragende Möglichkeit thermische Spritzschichten in Schichtdicke und Porosität zu charakterisieren.

## **Diskussion und Ausblick**

Der vorliegende Beitrag belegt, dass die Lock-In Thermographie ein hohes Potential zur zerstörungsfreien Charakterisierung und Prüfung von Funktionsschichten auf Umformwerkzeugen bietet. Das Auffinden von verdeckten Referenzbohrungen ist ebenso möglich, wie die Bestimmung der Restwandstärke entlang einer Bohrung, die für den Ultraschall zu nah an der Oberfläche lag. An Schichten die mittels der thermischen Spritztechnik appliziert werden, kann die Lock-In Thermographie neben einer Schichtdickenmessung auch unterschiedlich poröse Schichten voneinander separieren. Weiterführende Arbeiten zielen darauf ab, die Kombination von gespritzten und mittels der PVD-Technologie applizierten Schichtsystemen zu charakterisieren, wie auch die komplexe Geometrie einer Umformmatrize umfassend zu prüfen. Eine Möglichkeit bietet hier die Mehrfrequenzprüfung, um einen hohen Informationsgehalt aus der Schicht ziehen zu können.

## **Danksagung**

Die Autoren danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft für die finanzielle Förderung der wissenschaftlichen Arbeit auf dem Gebiet der Prüfung horizontal-vertikal gradierter Schichtgefügestrukturen auf Werkzeugen unter Einsatz von PVD- und thermischen Spritzverfahren im Rahmen vom Teilprojekt A4 des Sonderforschungsbereichs Transregio 30.

## **Referenzen**

- [1] U. Weidig, N. Saba, K. Steinhoff: Massivumformprodukte mit funktional gradierten Eigenschaften durch eine differenzielle thermo-mechanische Prozessführung, Werkstatttechnik online, Band 97 (2007), S. 745-752, ISSN: 1436-4980
- [2] W. Tillmann, E. Vogli, I. Baumann, F. Hoffmann: Functional wear resistant tool surfaces for hot metal forming processes, Steel Grips - Journal of Steel and Related Materials, Vol. 7 (2009) 3, pp. 217-221, ISSN: 1611-444
- [3] N. Holtmann, C. Spiessberger, A. Gleiter, G. Busse: Feature-extraction from lockin-thermography phase-images, ECNDT, 10th European Conference on Non-Destructive Testing, Moscow (2010)
- [4] R. Zielke, U. Radtke, H.-A. Crostack, Universität Dortmund: Prüfung von Mikrogießwerkzeugen mit der photothermischen Wärmewellenanalyse, DGZfP Thermographie-Kolloquium 2005 in Stuttgart, Berichtsband 98-CD, ISBN 3-931381-68-4