

Kurze Zusammenfassung

$M_{n+1}AX_n$ -Phasen ($n = 1, 2, 3$) sind eine Gruppe von nanolaminaren ternären Nitriden und Karbiden, wobei M ein frühes Übergangsmetall, A ein A-Gruppen-Element und X entweder C oder N ist. Diese ternären Systeme kombinieren typische metallische Eigenschaften, wie gute mechanische Bearbeitbarkeit und gute thermische und elektrische Leitfähigkeit, mit typischen keramischen Eigenschaften, wie hoher Schmelzpunkt und hohe Steifigkeit. Die vorliegende Arbeit widmet sich der Synthese und der Charakterisierung von zwei MAX-Phasen-Schichten Ti_2AlC und Ti_2AlN . Die beiden Schichten wurden mittels PVD-Sputtern in einer industriellen Beschichtungsanlage der CemeCon AG (CC800/9) bei $540^\circ C$ abgeschieden. Anhand der XRD-Analyse konnte erkannt werden, dass die bei $540^\circ C$ abgeschiedenen Schichten keine MAX-Phasen enthalten, sondern diese hauptsächlich aus den kubischen Perowskiten Ti_3AlC und Ti_3AlN bestehen. Erst nach einer Wärmebehandlung bei $800^\circ C$ für 1 h im Vakuum findet die Phasenumwandlung vom P- Ti_3AlC zu H- Ti_2AlC und vom P- Ti_3AlN zu Ti_2AlN statt. Die Vakuumbehandlung bei höheren Temperaturen ermöglicht ein besseres Verständnis der thermischen Stabilität der MAX-Phasen. Eine Wärmebehandlung bei Temperaturen über $1000^\circ C$ führt zur Zersetzung der MAX-Phasen und Bildung von TiC_x und TiN_x . Als Auslöser für diesen Zersetzungsprozess wird die Al-Verdampfung vermutet.

Anschließend wurde das Oxidationsverhalten der MAX-Phasen-Schichten untersucht. Hierbei wurde festgestellt, dass Ti_2AlN ein wesentlich besseres Oxidationsverhalten als die Karbidphase Ti_2AlC zeigt. Allerdings weicht die Oxidationskinetik der MAX-Phasen-Schichten stark von der bei Bulkmaterial ab, wobei über höhere Oxidationsbeständigkeit der MAX-Phasen berichtet wird. Parallele Beobachtungen wurden ebenfalls bei den Untersuchungen der thermischen Stabilität gemacht. Der Widerspruch zu den bei Bulkmaterial ermittelten Ergebnissen kann auf die unterschiedlichen Massen und dementsprechend die unterschiedlichen Diffusionswege zwischen Schicht und Bulkmaterial zurückgeführt werden. Ein weiterer Faktor, der diesen Unterschied verdeutlicht, ist die Interdiffusion zwischen Schicht und Substrat, welche eine große Rolle bei der Beschleunigung des Oxidationsprozesses spielt. Auffallend war dies besonders bei den Schichten auf dem IN718-Substrat. Hierbei haben sich die Interdiffusion und die daraus resultierenden Diffusionsphasen als zerstörender Faktor der MAX-Phasen herausgestellt. Abschließend wurde das Erosionsverhalten der MAX-Phasen ausführlich untersucht und charakterisiert. Nach Betrachtung der Erosionsschäden und Ermittlung der Erosionsraten konnte festgestellt werden, dass Ti_2AlN und Ti_2AlC einem ähnlichen Erosionsmechanismus folgen. Weiterhin weisen beide Schichten eine erheblich höhere Erosionsbeständigkeit gegenüber unbeschichtetem Ti6242 und IN718 und der Referenzschicht TiN auf. Als Fazit lässt sich festhalten, dass MAX-Phasen das Potential zum Einsatz als Erosionsschutzschichten besitzen. Allerdings kann dieser Einsatz aufgrund der erwähnten Oxidations- und der Interdiffusionsproblematik nur in einem eingeschränkten Temperaturbereich erfolgen.

Short Summary

$M_{n+1}AX_n$ ($n=1, 2, 3$) phases are a group of nanolaminated ternary nitrides and carbides, where M is an early transition metal, A is an A-group element, and X is either C or N. These ternary systems combine typical metallic properties, such as good machinability and good thermal and electrical conductivity with typical ceramic properties such as high melting point and high stiffness. The present work deals with synthesis and characterization of two MAX phase coatings, Ti_2AlC and Ti_2AlN . Both layers were deposited by PVD sputtering in an industrial coater from CemeCon AG (CC800/9) at 540 °C. Based on the XRD analysis, it was observed that the coatings deposited at 540°C do not contain MAX phases but they consist mainly of cubic perovskites Ti_3AlC and Ti_3AlN . After a vacuum annealing at 800°C for 1 h, a phase transformation from P- Ti_3AlC to H- Ti_2AlC and from P- Ti_3AlN to H- Ti_2AlN took place. The vacuum annealing at higher temperatures enables to understand the thermal stability of the MAX phase coatings. Heat treatments in a vacuum at temperatures above 1000°C lead to the decomposition of MAX phases and formation of TiC_x and TiN_x . The aluminum evaporation into the vacuum chamber is assumed to be the trigger for this decomposition process.

Subsequently, the oxidation behavior of the MAX phase coatings was investigated. It was clearly recognized that Ti_2AlN indicates a better oxidation behavior than the carbide phase Ti_2AlC . However, the oxidation kinetics of the MAX phase films deviates to a large extent from the bulk material, which is reported to have higher oxidation resistance. Parallel observations were also made for the investigations concerning thermal stability. The contradiction with the results obtained by bulk material can be attributed to different material thicknesses resulting in different diffusion paths between the layer and bulk material. Another factor that makes this difference is the interdiffusion between coating and substrate which plays an important role in accelerating the oxidation process. This behavior was especially observed for the films on IN718-substrate. The interdiffusion resulting in the formation of diffusion phases was identified as a degradation factor for the MAX phases. Finally, the erosion behavior of the MAX phases has been extensively studied and characterized. After consideration of erosion damage and determination of erosion rates, it could be concluded that Ti_2AlN and Ti_2AlC follow a similar erosion mechanism. Furthermore, both layers showed considerably higher erosion resistance compared to the uncoated Ti6242 and IN718 and the reference TiN layer. In conclusion, MAX phases have the potential to be used as erosion protection layers, however, this use is restricted to a limited temperature range due to the above mentioned oxidation and interdiffusion problems.