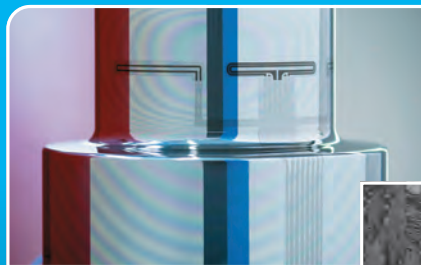


dIALOG

Materialwissenschaft und Werkstofftechnik Oberflächentechnik

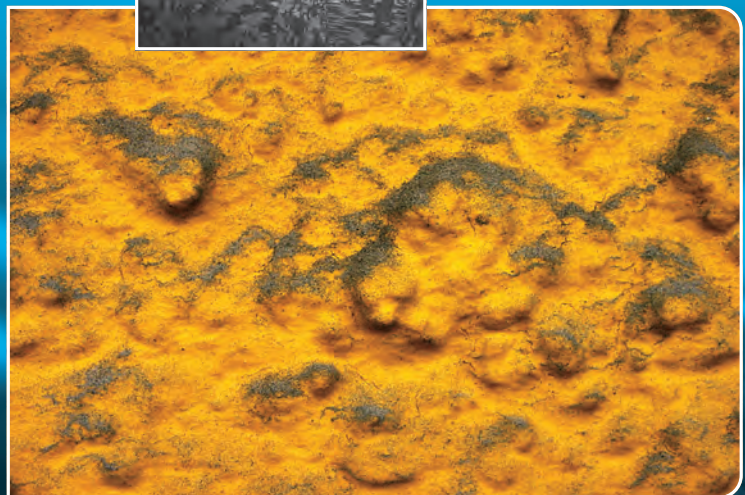
Analyse



Beratung



Produktlösungen

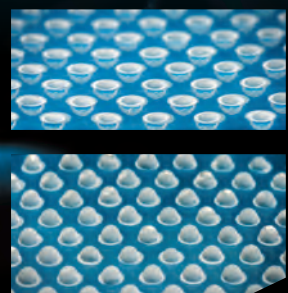


Arbeitskreise

Fachausschüsse

Fortbildungen

Tagungen



Die Deutsche Gesellschaft für Materialkunde e.V. vertritt die Interessen ihrer Mitglieder – als Garant für eine kontinuierlich inhaltliche, strukturelle und personelle Weiterentwicklung des Fachgebiets der Materialwissenschaft und Werkstofftechnik.

DGM

ISSN 2193-3383



Die ERP-Systemsoftware für
Oberflächen-Lohnveredler
von Media Soft

OTEC®: flexibel, individuell, transparent

*Mit wenigen Klicks
intuitiv erfassen,
verwalten, erstellen:*

Als langjährig gewachsene ERP-Branchensoftware meistert OTEC® alle Herausforderungen in der Oberflächenveredelung mit nahtloser Integration, einem umfassenden Funktionalitätsspektrum und einfacher Bedienbarkeit. So erhalten Branchen-Profis genau die Unterstützung, die sie brauchen!

Vorwort



Prof. Dr.-Ing. Andrés Lasagni

Strukturierte und chemisch funktionalisierte Oberflächen sind für viele technische oder medizinische Anwendungen von wachsendem Interesse. So ist beispielsweise die Entwicklung innovativer chemischer oder physikalischer Verfahren zur Optimierung der Oberflächeneigenschaften, einschließlich Reibung und Verschleiß, Korrosion sowie Biokompatibilität unter vielen anderen, eine große Herausforderung der heutigen Forschung.

Zukunftsorientierte Forschung und Entwicklung im Bereich der Oberflächenfunktionalisierung ist daher entscheidend, um produktivere und kostengünstigere Fertigungsmethoden zu entwickeln, mit denen bestehende Produkte optimiert und deren Gestaltungsmöglichkeiten überdacht werden können. Seit einigen Jahren hat die Terminologie „biomimetische Oberflächenfunktionalisierung“ an Attraktivität gewonnen. Die Grundidee ist es, Beispiele aus der Natur nachzuahmen, deren Oberflächen durch mehrere Millionen Jahre Evolution optimiert wurden. Auf diese Weise hat sich die Natur als der beste Technologe erwiesen, um jede Überlebensherausforderung zu meistern, indem sie Bottom-up-Ansätze der Strukturierung anwendet und diese mit einer angepassten Oberflächenchemie kombiniert.

Bereits heute steht eine Vielzahl von Verfahren zur Funktionalisierung von Oberflächen zur Verfügung. So

kann beispielsweise die Oberflächenchemie relevanter technologischer Materialien gesteuert werden, indem ausgewählte Elemente oder Funktionsgruppen in die Substratoberfläche integriert werden. Ähnliche Effekte, einschließlich neuartiger Designs, können durch das Auftragen von Beschichtungen erreicht und beispielsweise mit Hilfe von Hybridverfahren hergestellt werden. Dazu gehört die Abscheidung verschiedener innovativer Beschichtungen oder Beschichtungssysteme auf nahezu allen Arten von Substratmaterialien (einschließlich Metallen, Keramiken, Polymeren und Verbundwerkstoffen). Diese Beschichtungen können auch für noch höhere Leistungen optimiert werden, indem Nanoschichten, Nanokompositen oder dotierte Schichten eingesetzt werden.

Für die Oberflächentopographie stehen heute mehrere technologische Verfahren zur Verfügung, mit denen sich Merkmale mit einer Auflösung bis in den Nanometerbereich erzeugen lassen. Diese Topographien wurden beispielsweise mit laserbasierten Fertigungsmethoden hergestellt, die in Kombination mit neuen innovativen Laserquellen in den nächsten Jahren Durchsätze von über 1 bis 5 m²/min erreichen werden. Die Modifikation der Oberflächentopographie ist eindeutig nicht auf Laserverfahren beschränkt, sondern kann auch durch chemisches Ätzen, Mikrobearbeitung, Sandstrahlen u.a. durchgeführt werden.

In jüngster Zeit hat sich auch gezeigt, dass es durch die Herstellung von Oberflächenstrukturen, die Merkmale mit unterschiedlichen Größenskalen kombinieren (z.B. Mikrostrukturen, die mit Nanomustern bedeckt sind), möglich ist, multifunktionale Oberflächen zu erzeugen. Dieser Bereich bietet noch ein hohes Aktionspotential, was sicherlich zu neuen innovativen Lösungen für mehrere ungelöste technologische Herausforderungen führen wird.

Zusammenfassend weisen die neuesten Fortschritte auf dem Gebiet der „Oberflächentechnik“ bereits jetzt auf das Potential innovativer Produkte mit herausragenden Eigenschaften hin. Ich hoffe, dass Sie das spezielle Thema „Oberflächenfunktionalisierung“ begeistern wird und Sie einen Einblick in neue interessante und fantastische Technologien bekommen.

Viel Vergnügen beim Lesen der Lektüre wünscht Ihnen

Prof. Dr.-Ing. Andrés Lasagni
Technische Universität Dresden
Institut für Fertigungstechnik



LASYS

Internationale Fachmesse
für Laser-Materialbearbeitung

THE PLACE TO BEAM

16. bis 18. Juni 2020
Messe Stuttgart

Lösungen von morgen – schon heute erleben: Live-Präsentationen und Praxisbeispiele von Laseranwendungen rund um die Oberflächentechnik der Zukunft.

Jetzt informieren:

www.lasys-messe.de/place-to-beam

#LASYS

Impressum

dIALOG

ISSN 2193-3383 Ausgabe 3/2019

Idee, Konzeption und redaktionelle Koordination

Deutsche Gesellschaft für Materialkunde e. V. (DGM)
Institut für Wissenschaftliche Veröffentlichungen (IWW)

DGM Deutsche Gesellschaft
für Materialkunde e.V.



Dr.-Ing. Frank O. R. Fischer

Anzeigenverwaltung und Herstellung

ALPHA Informationsgesellschaft mbH
Finkenstraße 10
68623 Lampertheim
Tel.: 06206 939-0
Fax: 06206 939-232
info@alphapublic.de
www.alphapublic.de

IMPRESSUM

Die Informationen in diesem Magazin sind sorgfältig geprüft worden, dennoch kann keine Garantie übernommen werden. Eine Haftung für Personen-, Sach- und Vermögensschäden ist ausgeschlossen.

Die einzelnen Bildquellen sind über das Institut für Wissenschaftspublikationen erfragbar. Die Auskunft ist kostenfrei und kann per E-Mail erfragt werden. Dieses Werk ist urheberrechtlich geschützt.

Die dadurch begründeten Rechte, insbesondere die des Nachdrucks, des Vortrags, der Mikroverfilmung oder der Vervielfältigung auf anderen Wegen und der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen, bleiben, auch bei nur auszugsweiser Verwendung, vorbehalten. Eine Vervielfältigung des Werkes oder von Teilen des Werkes ist auch im Einzelfall nur in den Grenzen der gesetzlichen Bestimmungen des Urheberrechts der Bundesrepublik Deutschland vom 9. September 1965 in der jeweils gültigen Fassung zulässig. Sie ist grundsätzlich vergütungspflichtig. Zuwiderhandlungen unterliegen den Strafbestimmungen des Urheberrechts.

Bildnachweise: Das jeweilige Institut

Titelseite: Hintergrundbild: DGM; von oben nach unten:

© Fraunhofer IST, Falko Oldenburg [1+4+5]; © Leibniz Universität Hannover, Institut für Werkstoffkunde [2]; © Deutsche Forschungsgesellschaft für Oberflächenbehandlung e.V. [3]

©ALPHA Informationsgesellschaft mbH, D-68623 Lampertheim,
DGM – Deutsche Gesellschaft für Materialkunde e.V. und
die Autoren für ihre Beiträge

Projekt-Nr. 103-038

Inhaltsübersicht

Vorwort	1
Prof. Dr.-Ing. Andrés Lasagni Technische Universität Dresden Institut für Fertigungstechnik	
Impressum	3
Auf die Oberfläche kommt es an – Beispiele aus der angewandten Forschung	8
Prof. Dr. Günter Bräuer Fraunhofer-Institut für Schicht- und Oberflächentechnik IST	
Elektrochemische Oberflächentechnik	16
R. Böttcher, A. Endrikat, T. Engemann, M. Fritz, V. Gruia, S. Hesamedini, A. Ispas, M. Leimbach, U. Schmidt, R. Sottor und A. Bund Technische Universität Ilmenau Fachgebiet Elektrochemie und Galvanotechnik	
Multifunktionale Aluminiumoberflächen durch laserinduzierte Verfahren	24
S. Milles, M. Soldara, B. Voisiat, M. Nitschke, R. Baumann und A. F. Lasagni Technische Universität Dresden / Institut für Fertigungstechnik PROBIEN-CONICET / Universidad Nacional del Comahue, Argentina Leibniz Institute of Polymer Research Fraunhofer Institut für Werkstoff- und Strahltechnik IWS	
Kostengünstiger Verschleißschutz mittels Carbonfasern in Nickellotwerkstoffen	32
U. Holländer und K. Möhwald Leibniz Universität Hannover Institut für Werkstoffkunde	
Fluoropor – Superabweisende Oberflächen mit vielseitigen Einsatzmöglichkeiten	42
F. Mayoussi, A. Goralczyk, D. Helmer und B. E. Rapp Albert-Ludwigs-Universität Freiburg Institut für Mikrosystemtechnik (IMTEK)	

Surface Engineering:

Innovative Zerspanungsprozesse zur definierten Einstellung von Bauteileigenschaften 48

Michael Gerstenmeyer, Eric Segebade und Volker Schulze

Karlsruher Institut für Technologie (KIT)

wbk Institut für Produktionstechnik und Institut für Angewandte Materialien – Werkstoffkunde

Funktionale Beschichtung – Was ist möglich? 56

Ernst-Hermann Timmermann

Deutsche Forschungsgesellschaft für Oberflächenbehandlung e.V.

Strahlfix
Oberflächentechnik GmbH



Ihr Profi für Sandstrahlen & Trockeneisstrahlen

Ihr sympathisches Unternehmen in Mittelfranken weiß es, glänzende Ergebnisse bei der Oberflächenbehandlung zu erzielen. Ob Sie Metalloberflächen hoher Reinheit benötigen oder sich für Trockeneis interessieren – Ihre Zufriedenheit ist unser größtes Anliegen! Dafür schöpfen wir aus unserem weiten Erfahrungsschatz in hochentwickelter Druckstrahltechnik, so dass alle Details Ihren Wünschen getreu angepasst werden können – bis hin zu Haftreibung, Reflexionsverhalten und Oberflächengüte! Sprechen Sie uns gerne für detaillierte Informationen an, wir freuen uns darauf mit Ihnen in Kontakt zu treten!

Gutenbergstraße 6 | D-91560 Heilsbronn | Telefon (09872) 95 76 15 | Fax (09872) 95 76 17
E-Mail: info@strahlfix.com | Internet www.strahlfix.com | www.strahlfix-trockeneis.de

Inserentenverzeichnis

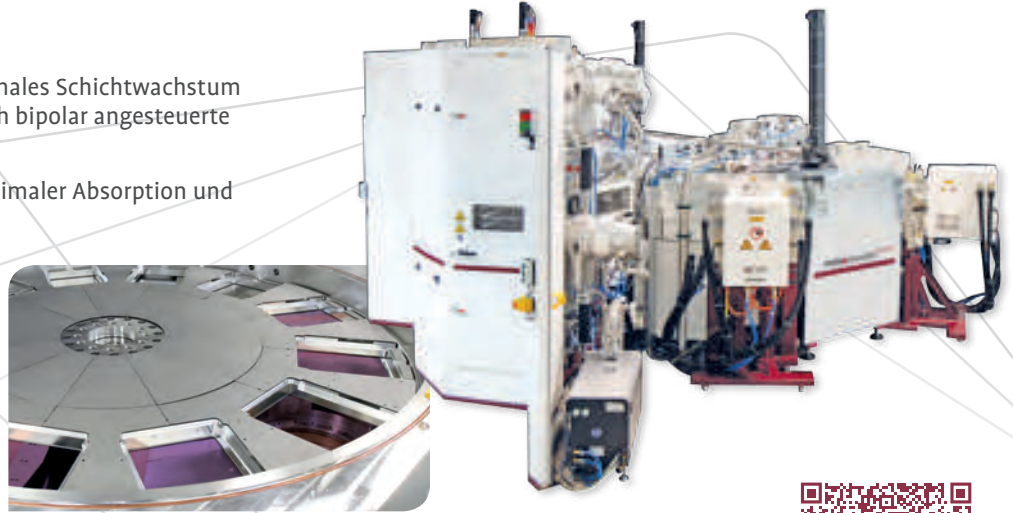
AIRTEC MUEKU GmbH	47
Carl Zeiss Microscopy GmbH	U4
celotec GmbH & Co. KG	60
Deutsche Messe AG HANNOVER MESSE 20.-24. April 2020	41
FairFair GmbH PaintExpo Weltleitmesse für industrielle Lackiertechnik 21.-24. April 2020	30
FHR Anlagenbau GmbH	7
Hans Stork Betriebsgesellschaft mbH	45
Hidden Analytical GmbH	22
Hirtenberger Engineered Surfaces GmbH	62 + U3
Media Soft Software Technology GmbH	U2
Messe Stuttgart LASYS Internationale Fachmesse für Laser-Materialbearbeitung 16.-18. Juni 2020 ..	2
Munk GmbH	7
Oerlikon Group	14
Quantum Design GmbH	54
SOMMER Diamant Abrasive GmbH	39
Strahlfix Oberflächentechnik GmbH	5
WIAM GmbH	31

Hochleistungs-Sputtersysteme für interferenzoptische Präzisionsanwendungen

Die Anlagen unserer FHR.Star-EOSS® Produktreihe erfüllen höchste Qualitätsansprüche bei der Herstellung optischer Vielfachschichten

Vorteile auf einen Blick

- ▲ Außerordentliche Prozessstabilität, optimales Schichtwachstum und exzellente Materialausnutzung durch bipolar angesteuerte Doppelrohrquellen
- ▲ Hochqualitative Schichtsysteme mit minimaler Absorption und Streuung aufgrund Sputter-up-Konzept
- ▲ Ausgezeichnete Produktivität durch höchste Sputterraten und vollautomatische Prozesse
- ▲ Optisches Breitbandmonitoring garantiert präzise Schichtdicken auch für dünnste Lagen
- ▲ Bis zu vier Beschichtungsstationen u. a. für Co-Sputterprozesse nutzbar



FHR Anlagenbau GmbH
Am Hügel 2, 01458 Ottendorf-Okrilla, Telefon: +49 35205 520-0, E-Mail: sales@fhr.de

www.fhr.biz

Modulare, digitalisierte Galvanikgleichrichter

Der **Key** zu mehr Sicherheit und Produktivität!

- Smartes Kommunikationsmanagement
- Sichere Systemanbindung
- Erfüllung aller Sicherheitsanforderungen (Stichwort „Performance Level“) möglich
- Ein Modultyp für alle Badpositionen
- Schnelle Einsatzbereitschaft



MUNK
WE HAVE THE POWER!



Auf die Oberfläche kommt es an – Beispiele aus der angewandten Forschung

Am 1. Januar 2016 traten die von den Vereinten Nationen beschlossenen „Ziele für nachhaltige Entwicklung“ (Sustainable Development Goals) in Kraft. Die erste globale Entwicklungsagenda soll der Sicherung einer nachhaltigen Entwicklung auf ökonomischer, sozialer und ökologischer Ebene dienen. Sie gilt für alle Staaten und besitzt eine Laufzeit von 15 Jahren.

Von den 17 dokumentierten Zielen, über die man sich im Internet informieren kann, sind mindestens 8 direkt oder indirekt mit Oberflächenfunktionalisierung bzw. Beschichtungen verknüpft. Dies zeigt einmal mehr die enorme Bedeutung der Oberflächentechnik als Querschnitts- und Schlüsseldisziplin, mit der während der hinter uns liegenden vier Jahrzehnte Meilensteine in fast jeder Branche erreicht wurden und die noch ständig neue Anwendungsfelder erobert. Dazu gehören aktuell Batterie- und Wasserstofftechnologie sowie die Lebenswissenschaften mit ihren Schwerpunkten Gesundheit, Ernährung und sauberes Trinkwasser.

Maßgeschneiderte Schichten erlauben die Anpassung der

- mechanischen (Verschleiß, Reibung),
- chemischen (Korrosion, Permeation, Biokompatibilität, Benetzbarkeit, Wärmeleitung),
- elektrischen (Leitfähigkeit) und
- optischen (Transmission, Reflexion, Absorption, Farbe) Oberflächeneigenschaften.

Die Herstellung von Schichten im Dickenbereich zwischen etwa 10 nm und 100 µm erfolgt mit Niederdruckplasma (Sputtern vom Festkörper, PECVD aus der Gasphase), Aufdampfen im Hochvakuum, elektrochemischen Verfahren (Galvanotechnologie) oder Nasschemie. Insbesondere die vakuumbasierten Prozesse eignen sich vor allem für die Beschichtung/Behandlung anorganischer Oberflächen, während sich das Gebiet der Lebenswissenschaften mit seiner Vielfalt von organischen Oberflächen hauptsächlich über Atmosphärendruckverfahren erschließt.

Neben den Anlagenkosten interessiert sich der Anwender für den Anlagendurchsatz, der nicht zuletzt durch die Schichtwachstumsrate bestimmt wird. In **Tabelle 1** sind typische Werte zusammengestellt.

Dabei nehmen Anforderungen an die Funktionalität der Schichten und die Komplexität der Systeme ständig zu. So benötigte beispielsweise die um 1982 kommerzialisierte Compact Disc auf dem Polycarbonat-Substrat eine einfache Reflektorschicht aus Aluminium, die dann mit einer transparenten Lackschicht versiegelt wurde. Eine in zwei Lagen beschreibbare DVD (Speicherkapazität 9 Giga-Byte) aus dem Jahr 2002 benötigte schon fünf Schichten zwischen zwei Polycarbonat-Halbschalen. Zunehmende Komplexität erfordert oftmals auch Verfahrenskombinationen aus Vakuum- und Atmosphärendruckprozessen, wie einige der folgenden Beispiele zeigen werden.

Anwendungsbeispiele

Additive Fertigung

Der Siegeszug additiver Fertigungstechnologien (3D-Druck) basiert auf der Möglichkeit der schnellen und einfachen Herstellung von Prototypen. Aufgrund der kontinuierlichen Verbesserung von Pulvern und Prozessführung hat sich das Verfahren mittlerweile vor allem für kleine Stückzahlen zur vollwertigen Produktionstechnik etabliert [1].

Kontakt

Fraunhofer-Institut für Schicht- und Oberflächentechnik IST

Bienroder Weg 54 E
D-38108 Braunschweig
Tel.: +49 (0)531 2155-0
Fax: +49 (0)531 2155-900
info@ist.fraunhofer.de
www.ist.fraunhofer.de

Der Traum vieler Anwender, hochwertige Dünnschichten auch mit Atmosphärendruckplasma herstellen zu können, wird allerdings nicht einfach realisierbar sein. Verantwortlich dafür ist die verschwindend geringe mittlere freie Weglänge atomarer Spezies von etwa 50 Nanometern bei Normaldruck, im Niederdruckplasma liegt diese im Bereich einiger Zentimeter.

Technologie	Depositionsrates [nm/s]
Atomic Layer Deposition	0.1
Reaktive Puls-Magnetronzerstäubung von TiO_2	5
Reaktive Puls-Magnetronzerstäubung von SiO_2	5 – 10
Magnetronzerstäubung von Metallen	10 – 50
Plasma Assisted Chemical Vapor Deposition (PACVD)	10 – 100
Elektronenstrahlverdampfung von Metallen	100 – 1000
Thermische Verdampfung von Metallen	500 – 5000
Galvanische Abscheidung von Hartchrom	10 – 12
Galvanische Abscheidung von Nickel	15 – 150

Tab. 1: Depositionsrates für verschiedene Beschichtungstechnologien.

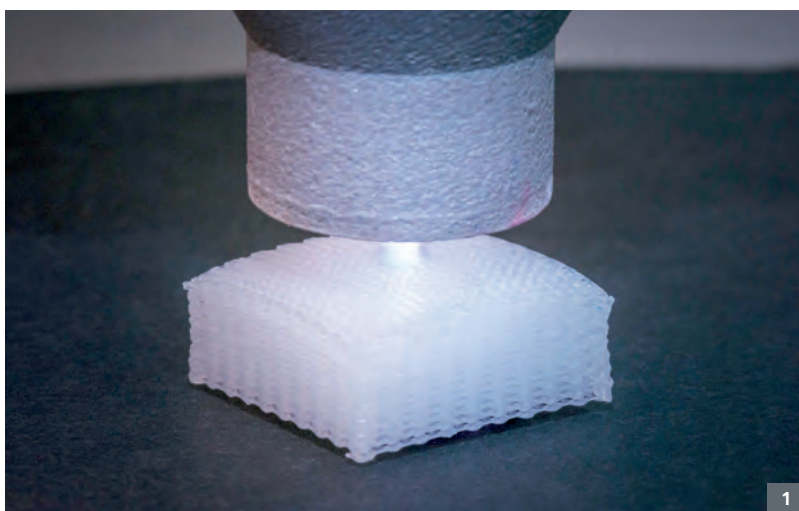


Abb. 1: Beschichtung von Gerüststrukturen für Implantate mit einem Plasma-Jet.

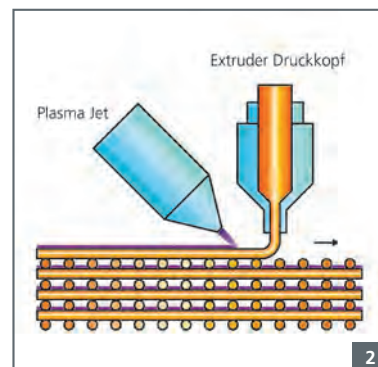


Abb. 2: Schema des Hybridprozesses aus 3D-Druck und Plasma. © Fraunhofer IST

Unter der Schlagzeile „Probleme an der Oberfläche“ skizziert ein Artikel aus den „VDI nachrichten“ von 2016 [2] die Herausforderungen, die Metallbauteile aus dem 3D-Drucker für den Oberflächentechniker bereithalten. Zum erheblichen Teil ist es die Oberfläche, die Bauteileigenschaften wie Reibung, Korrosionsbeständigkeit, Biokompatibilität sowie optische und haptische Eigenschaften bestimmt.

Additiv gefertigte Komponenten aus Kunststoff können mangelnde mechanische Festigkeit aufweisen, metallische Bauteile korrodieren oder haben Risse und Poren. Für medizinische Implantate ist zudem die Biokompatibilität eine unerlässliche Bedingung.

Zu den Verfahren der Oberflächen-nachbehandlung additiv gefertigter

Teile gehört neben dem elektrolytischen oder chemischen Polieren auch das Atmosphärendruckplasma.

Die Funktionalisierung von Knochenimplantaten mit einem atmosphärischen Plasma-Jet wird derzeit im Rahmen eines von der Europäischen Union geförderten Projekts untersucht und soll hier als Beispiel für ein Hybridverfahren aus 3D-Druck und Plasma kurz vorgestellt werden. Solche Implantate, die z.B. nach Tumorerkrankungen, Infektionen oder schweren Frakturen notwendig werden, können aus Kunststoffen mittels additiver Fertigung passgenau, stabil und variabel hergestellt werden. Die Gerüststrukturen (sogenannte „scaffolds“) werden bereits während des Druckprozesses (siehe Abb. 2) mit dem Plasmastrahl behandelt, um das Anwachsen von knochenbildenden Zellen an der Oberfläche zu unter-

stützen. Ziel ist, dass die Knochenzellen möglichst schnell in das Implantat hineinwachsen und die künstliche Struktur schließlich überflüssig werden lassen.

Schichten für den Weltraum

Am 3. April 2014 brachte die ESA den Beobachtungssatelliten Sentinel-1A ins All, am 25. April 2016 folgte Sentinel-1B. Beide nehmen aus einem etwa 700 Kilometer hohen Orbit radargestützt Informationen von der Erde auf. Mehrere hundert metallisierte Hohlleiter aus kohlefaserverstärktem Kunststoff (CFK) bilden die etwa 12 m lange und 0,85 m hohe Antenne (siehe

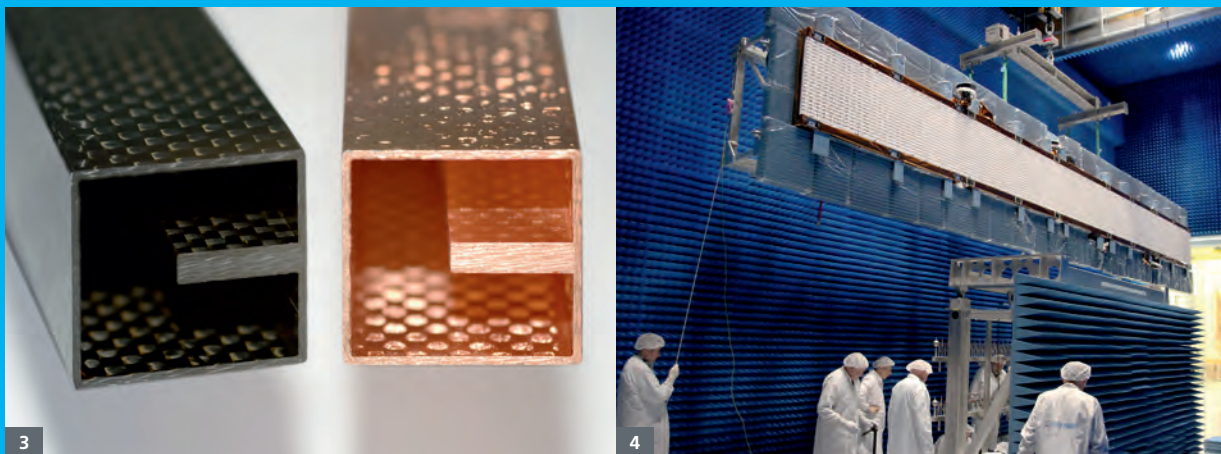


Abb. 3: CFK-Hohlleiter unbeschichtet und beschichtet. © Fraunhofer IST

Abb. 4: Radarantenne der Sentinel 1-Satellitenserie während der Montage. © Airbus Defence and Space GmbH

Abb. 3 und 4). Trotz ihrer enormen Ausmaße wiegt sie nur etwa 600 kg.

Der Leichtbau gehört zu den Marktreibern in der Luft- und Raumfahrt, und die Metallisierung von Leichtbaukomponenten ist dabei eines der Kernthemen. Eine Kupferbeschichtung mit hoher Uniformität für die Hohlleiter der Sentinel-Antennen stellte aufgrund der Substratgeometrie (Querschnitt 20 mm x 20 mm bzw. 20 mm x 40 mm bei einer Länge von 875 mm) eine hohe Herausforderung dar, der nur durch ein entsprechend angepasstes galvanisches Abscheidungsverfahren begegnet werden konnte.

Schichten für Weltraumanwendungen haben Extremsituationen zu überstehen, dazu gehören auch

Abb. 5: Titan-Kühl lamellen für BepiColombo. © Fraunhofer IST

Abb. 6: Schichtaufbau für die Kühl lamellen. © Fraunhofer IST



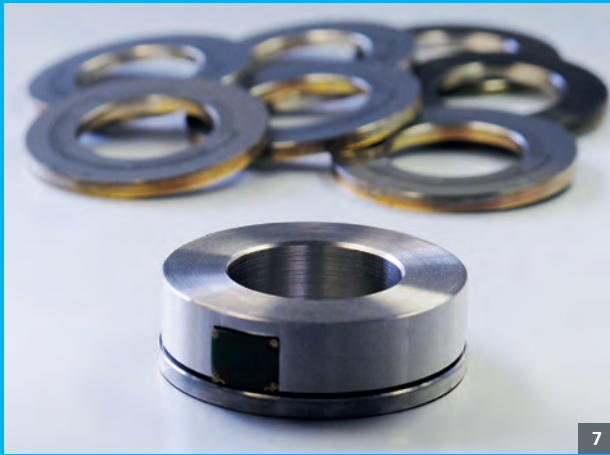
dramatische Temperaturbedingungen. Am 20. Oktober 2018 trat die Raumsonde BepiColombo eine einsame siebenjährige Reise zum Merkur an. Am Ziel angekommen, werden empfindliche Komponenten voraussichtlich mehr als ein Jahr lang starken Temperaturschwankungen mit Spitzen deutlich über 300 °C

und auch einer extremen solaren UV-Strahlung ausgesetzt sein. Vor zu hoher Temperatureinstrahlung schützen beschichtete Kühl lamellen aus Titan. Eine Verfahrenskombination besteht auf der Deposition einer dünnen Kupferschicht als Haftvermittler im Niederdruckplasma (Magnetronspuiten), es folgen galvanisch abgeschiedene Nickel- und Silberschichten.



Kraft- und Temperatursensorik

Dampfmaschine und mechanischer Webstuhl prägten im 18. Jahrhundert die erste Industrielle Revolution. Die Massenfertigung von Gütern (zweite Industrielle Revolution) startete zu Beginn des vergangenen Jahrhunderts, und die rasante Entwicklung der Mikroelektronik (ab etwa 1970) gilt als dritte Industrielle Revolution. Die Interpretationen für die vierte Industrielle Revolution oder „Indus-



7



8

trie 4.0“ mögen vielfältig sein, im Allgemeinen versteht man darunter aber die maßgeschneiderte Herstellung individueller Produkte unter den Bedingungen der Massenfertigung. Intelligente Produktionssysteme sollen miteinander kommunizieren und Daten austauschen, die Informationen über ihren Betriebszustand liefern. Dazu benötigt man Sensoren. Oftmals müssen diese in extremen Umgebungen (hohe Lasten, hohe Temperaturen) zuverlässig arbeiten. Beispiele dafür sind Verbrennungskraftmaschinen, Lager sowie Zerspahnungs- oder Umformprozesse.

DLC-Schichten sind nicht nur verschleißfest, sondern besitzen auch piezoresistive Eigenschaften, sie bilden daher die Basis für besonders robuste Sensoren zur Messung von Kräften und Temperaturen. Unter der Marke DiaForce® wurde am Fraunhofer IST eine Sensorfamilie entwickelt, deren Varianten mit Hilfe einer Kombination aus Beschichtungsprozessen und Strukturierung (Photolithographie oder Laser) direkt auf das Bauteil (z.B. eine Lagerschale) aufgebracht werden können. **Abb. 7** zeigt eine „Intelligente Unterlegscheibe“ zur Messung der Spannkraften von Schraubverbindungen, **Abb. 8** ein Sensorsystem zur Integration in ein Umformwerkzeug.

Bei einem Sattelzug erfolgt die Verbindung zwischen Zugfahrzeug und Auflieger über ein komplex geform-

tes mechanisches Bindeglied, den sogenannten Königszapfen. Im vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie geförderten Projekt „ev-Trailer“ wird ein neuartiges elektrisches Antriebs- und Regelungssystem für Fahrzeuganhänger entwickelt. Das Sensorsystem entsprechend **Abb. 9** wird direkt auf die dreidimensionale Oberfläche eines Königszapfens abgeschieden und strukturiert. Die Messung der Zugkraft bildet die Basis für eine Regelung, welche die auftretende Zug- und Schubkraft in der Anhängerkupplung kompensieren soll. Bei einer elektrisch getriebenen Zugmaschine kann Energie rückgewonnen und die Zugmaschine entlastet werden.

Die genannten Beispiele geben nur einen unvollständigen Einblick in die vielfältigen potenziellen Anwendungsfelder der DLC-basierten Sensorik.

Schichten für die Präzisionsoptik

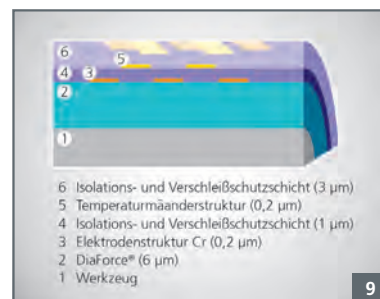
Präzisionsoptische Schichten gehören bereits seit etwa 60 Jahren zum Alltag der optischen Industrie und zählen somit zum „Urgestein“ der Dünnschichtanwendungen. Sie gehen zurück auf Pionierarbeiten von Alexander Smakula (Patent zur Entspiegelung optischer Flächen bei Zeiss Jena um 1935) sowie Walter Geffcken und Marga Faulstich (diverse Patente zur Interferenzoptik bei Schott in Mainz zwischen 1939 und 1942).

Abb. 7: Intelligente Unterlegscheibe mit integriertem RFID-Chip. © Fraunhofer IST

Abb. 8: Sensor für Umformwerkzeuge. © Fraunhofer IST

Abb. 9: Schematische Darstellung des piezoresistiven Schichtsystems. © Fraunhofer IST

Abb. 10: Sensorstruktur auf dem Königszapfen. © Fraunhofer IST



9



10

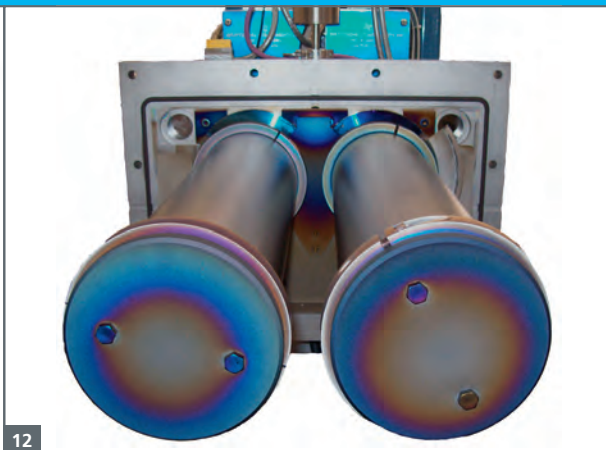
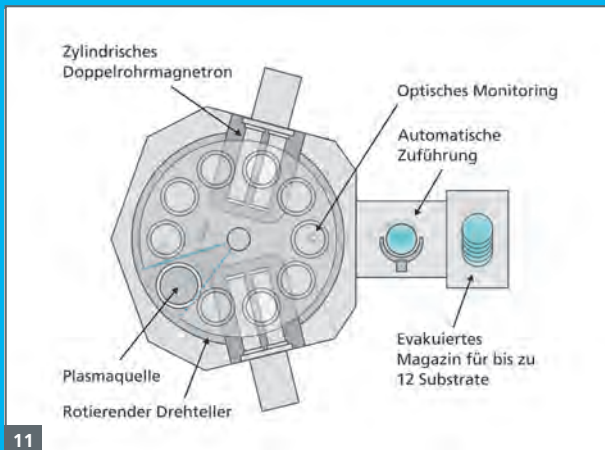


Abb. 11: Schema der Sputteranlage EOSS®.
© Fraunhofer IST

Abb. 12: Doppelrohr-Magnetronkathoden.
© Fraunhofer IST

Interferenzsysteme bestehen aus niedrig- (z.B. MgF_2 , SiO_2) und hochbrechenden (z.B. Ta_2O_5 , TiO_2) Oxiden. Traditionell wird die Welt der Präzisionsoptik dominiert durch Vakuumverdampfen. Die Depositionsraten

Abb. 13: Prinzip der spektralen Überlagerung mit Hilfe von Kantenfiltern. Die Emissionslinien der Laserdioden sind gestrichelt gezeichnet. © Fraunhofer IST

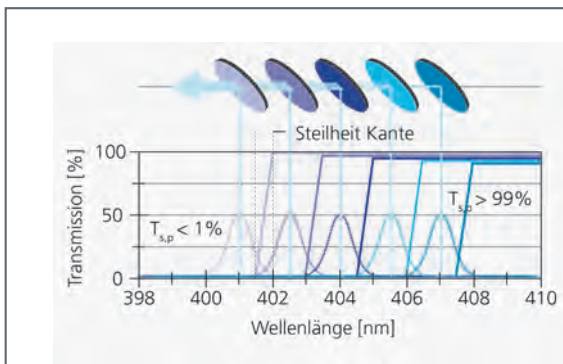
Abb. 14: Antireflexschicht auf einer asphärischen Linse für Retinascanner.
© Fraunhofer IST

sind hoch, und die Prozesse sind seit Jahrzehnten industriell ausgereift. Verdampfte Atome besitzen vergleichsweise geringe Energien (etwa 10% der Energie eines zerstäubten Atoms), Dichte und Haftfestigkeit der erzeugten Schichten stoßen daher bei bestimmten Anwendungen an Grenzen. Am anderen Ende der Skala steht die Ionenstrahlzerstäubung (Ion Beam Sputtering oder IBS) mit herausragenden Schichteigenschaften, aber niedriger Produktivität.

Die Bedeutung des Begriffs „Präzision“ in der Präzisionsoptik hat in den vergangenen Jahren eine starke Wandlung erfahren. Um 1980 war „Präzisionsoptik“ verbunden mit Schichtdickentoleranzen von 2–3% bei typischerweise 50 Einzelschichten, heute versteht die Fachwelt darunter Schichtdickentoleranzen von weniger als 0,5% bei 100 bis 1000 Einzelschichten. Mit den ständig steigenden Anforderungen stößt das etablierte Aufdampfen zune-

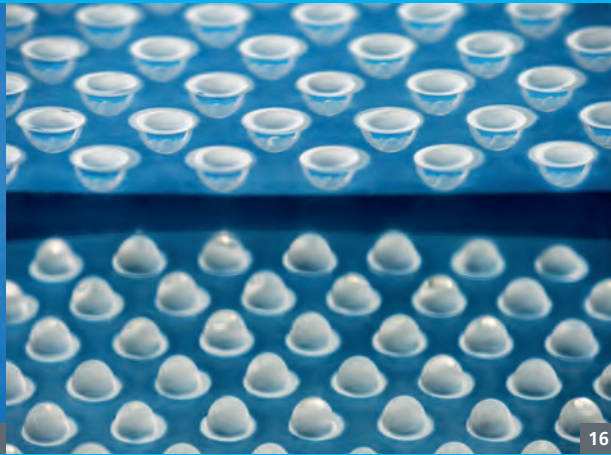
mend an seine Grenzen. Magnetronzerstäubung mit wirtschaftlichen Depositionsraten und Schichten hoher Qualität wird in Zukunft die Lücke zwischen Dampfen und IBS schließen.

Derzeit erlebt die Präzisionsoptik eine Renaissance, da ein hoher Bedarf an Ersatz bestehender Aufdampfanlagen durch Sputteranlagen erkannt wird. Den prinzipiellen Aufbau der am Fraunhofer IST betriebenen EOSS®-Plattform (Enhanced Optical Sputter System) zeigt **Abb. 11**. 10 Substrate mit Durchmessern von bis zu 200 mm (es existieren Anlagenvarianten mit 300 mm) werden aus einer Einschleuskammer auf einen Drehteller geladen, der sich mit präzise einstellbarer Geschwindigkeit (bis 250 Umdrehungen pro Minute) über den Zerstäubungs- bzw. Plasmaquellen dreht. Die „sputter up“ Konfiguration wurde gewählt, um Partikelkontaminationen der Schicht zu minimieren. Die Deposition der





15



16

dielektrischen Materialien erfolgt von Doppelrohrmagnetrons (siehe Abb. 12). Es sind verschiedene Prozessvarianten von metallisch bis vollreaktiv möglich.

Aus der Vielfalt der Entwicklungsaufgaben im Bereich präzisionsoptischer Komponenten sollen hier zwei Beispiele vorgestellt werden. Beim ersten handelt es sich um Filter mit sehr steiler Kante, wie sie z.B. für digitale Belichter in der Leiterplattenindustrie eingesetzt werden können. Kantenfilter oder Strahlteiler teilen Spektralbereiche in einen Abschnitt mit hoher Transmission und einen weiteren mit hoher Reflexion. Die Steilheit der Kante wird durch die Anzahl der Schichten bestimmt. Das Funktionsprinzip wird in Abb. 13 verdeutlicht. Im zweiten Beispiel geht es um eine optische Komponente für einen Retinascaner zur biometrischen Identifizierung. Die asphärischen Linsen (Firma Asphericon Jena) sind stark gekrümmt und stellen somit hinsichtlich der geforderten Uniformität eine enorme Herausforderung dar, bei der die konventionelle Aufdampftechnik an ihre Grenzen stößt. Die Linse in Abb. 14 trägt eine Breitbandentspiegelung, die aus 50 Einzelschichten besteht und über einen großen Einfallswinkelbereich wirkt.

Das Labor im Beutel

Eine der zahlreichen Möglichkeiten zur Anwendung von Atmosphären-

druckplasmen in der Gesundheitsforschung wurde bereits weiter oben vorgestellt. Ein weiteres Beispiel soll diese kurze Abhandlung einiger aktueller Entwicklungen in der Oberflächentechnik abrunden. Die Verfügbarkeit hochwertiger Stammzellen ist unerlässlich für die erfolgreiche Therapie von bisher unheilbaren Krankheiten oder deren Erforschung.

In einem Gemeinschaftsprojekt haben drei Fraunhofer-Institute ein geschlossenes Kultivierungssystem für Stammzellen entwickelt. In einem solchen Minilabor (siehe Abb. 15 und 16) werden auf einer hydrophoben Oberfläche durch lokale Plasmafunktionalisierung hydrophile Spots gesetzt. Das Zellkulturmedium sammelt sich entsprechend Abb. 16 in hängenden Tropfen, in denen dreidimensionale Zellansammlungen innerhalb von wenigen Tagen erzeugt werden können.

Zusammenfassung

Unser Leben wird dominiert von Oberflächen, deren Optimierung ständig neue Herausforderungen bereithält. In den vergangenen Jahrzehnten wurde ein umfangreicher „Werkzeugkasten“ an Beschichtungstechnologien aufgebaut. Einige konnten im Rahmen dieses Artikels nicht angesprochen werden. Dazu gehört auch die Atomlagenabscheidung (Atomic Layer Deposition), sie bietet aufgrund der Möglichkeit einer konformen Beschichtung auch

Abb. 15: LabBag® – ein geschlossenes Minilabor zur 3D-Zellkultivierung.
© Fraunhofer IST

Abb. 16: „Hängende Tropfen“ für die Bildung von 3D-Zellmodellen.
© Fraunhofer IST

der komplexesten 3D-Strukturen ein hohes Zukunftspotential. Mit der Etablierung oberflächentechnischer Verfahren in den Lebenswissenschaften wächst die Bedeutung von Atmosphärendruckplasmen. Der Beitrag sollte auch zeigen, dass viele komplexe Aufgaben nur durch die Kombination verschiedener Verfahren (Hybridprozesse) gelöst werden können.

Literatur

- [1] Holeczek, Harald, WOMag 7-8 | 2016, S. 7-9
- [2] Trechow, Peter, in: VDI nachrichten, 19. Februar 2016, Nr. 7, S.14

Der Stoff der Träume

Werkstofflegierungen in Pulverform werden für funktionale Schichten und zunehmend für den 3D-Druck (additive Fertigung) eingesetzt. Interview mit Dr. Helmut Rudigier, CTO Oerlikon Group.

Oerlikon produziert Pulverlegierungen, welche zur Beschichtung von Oberflächen verwendet werden. Mit der zunehmenden Verwendung solcher Metallpulver für den 3D-Druck (additive Fertigung) bieten sich der Firma neue Möglichkeiten und Herausforderungen.

Oerlikon hat seine Wurzeln im Maschinenbau. Wie kommt es, dass Sie auch Materialien wie Metallpulver herstellen?

Oerlikon ist schon seit vielen Jahren im Bereich Werkstoffe und Oberflächentechnik aktiv. Hier gibt es drei Domains, in denen spezifisches Know-how wichtig ist, um sich im Markt abzuheben: Das sind die Materialwissenschaft, die Beschichtungstechnologie und konkrete Produktionsverfahren zur Herstellung von Beschichtungswerkstoffen.

Da Oerlikon die gesamte Kette bereits abdeckt, war es naheliegend, die Werkstoffkenntnisse auch zur Herstellung von Pulvern für Additive Manufacturing einzusetzen.

Wie hat sich die Metallpulverherstellung in den letzten Jahren verändert?

Die Technologie ist weitgehend gleichgeblieben, nämlich Atomisierung. Das Prinzip: Eine geschmolzene Legierung wird mit Hochdruck durch Inertgas verdüst. Durch schnelle Abkühlung entstehen daraus feinste Metallpartikel – das Pulver.

Wo liegen die Herausforderungen?

Beim Aufbau von Fertigungskapazitäten, der Abstimmung von Pulvereigenschaften auf die 3D-Druck-Prozesse sowie bei den sehr hohen Anforderungen bezüglich der Qualität und der Industrieanwendungen.

3D-Drucker werden immer grösser und produktiver, dadurch steigt der Bedarf an Pulver, ausserdem müssen benutzte Pulver schneller durch neue ersetzt werden können.

Im 3D-Druck gibt es immer mehr Möglichkeiten, was zu neuen Anwendungen führt und damit zu neuen, spezifischen Anforderungen an die Werkstofflegierungen des Pulvers, das zum Einsatz kommt.

Welche Trends gibt es in der Entwicklung der Pulverlegierungen?

Big Data hält auch in die Pulverentwicklung Einzug: Aus dem riesigen Datenpool bekannter Eigenschaften von Metallen und Legierungen können durch Datenanalyse neue Legierungen deutlich schneller entwickelt und in die Testphase überführt werden.

Oerlikon hat 2017 mit der Übernahme von Scoperta einzigartige Prozesstechnologien sowie Know-how bei der schnellen und computerbasierten Entwicklung von metallbasierten Werkstoffen und innovativen Materiallösungen erworben und ausgebaut.

Welche offenen Fragen sollten geklärt werden, um den Einsatz von Legierungen voranzutreiben?

Ein drängendes Problem sind die Zulassungs-Standards für AM-Pulver. Derzeit zertifizieren hauptsächlich

Kontakt

Oerlikon Group
Headquarters
Churerstrasse 120
8808 Pfäffikon, Switzerland
Tel.: +41 (0)58 3609696
info@oerlikon.com
www.oerlikon.com

sehr grosse Unternehmungen oder Druckerhersteller Pulver, die in ihren Maschinen getestet wurden. Es mangelt aber noch an globalen Standards.

Können Sie das als Unternehmen allein stemmen?

Nein, hier braucht man unternehmensübergreifende Initiativen: Solche Standards müssen im Verbund von Unternehmen, wissenschaftlichen Einrichtungen und Standardisierungsorganisationen erarbeitet werden.

Basierend auf Oerlikons langjähriger Erfahrung haben wir 2017 die Munich Technology Conference (MTC www.munichtechconference.com) ins Leben gerufen.

Die MTC stellt für das gesamte AM-Ecosystem – von der Wissenschaft über die Industrie bis hin zur Politik – die zentrale Plattform für die Diskussion der weiteren Industrialisierung der Technologie dar.

Dr. Helmut Rudigier ist
Group CTO bei der
OC Oerlikon Management AG.

Materials for tomorrow

Enhanced performance through
advanced materials, surface engineering
and polymer processing.

www.oerlikon.com
www.oerlikon.com/stories

oerlikon

Elektrochemische Oberflächentechnik

Das oftmals kolportierte Bild eines Galvanikers ist ein buckliger Geselle in Gummistiefeln und -schürze, der in einer stinkenden Halle irgendwelche grobschlächtigen Teile in dampfende Becken taucht. An einigen Ecken dieses Universums mag es solche Galvaniken vielleicht noch geben.

Die breite Wirklichkeit sieht jedoch anders aus. Die elektrochemische Oberflächentechnik (vulgo Galvanotechnik) ist eine präzise, saubere und umweltfreundliche Technologie zur Beschichtung von Oberflächen.

Der Charme der elektrochemischen Oberflächentechnik ist es, günstige und gut verfügbare Grundmaterialien mit hochwertigen Oberflächen zu versehen. Das fertige Produkt kann dann für Anwendungen eingesetzt werden, für die das Grundmaterial nicht geeignet wäre. Bei korrekter Prozessführung ergeben sich durch die intrinsischen Eigenschaften der elektrochemischen Phasenbildung gut haftende und dichte Schichten, und das sogar auf komplex geformten Substraten. Man arbeitet mit den kleinsten Bausteinen der Materie, Atomen bzw. Ionen, und fügt diese durch Übertragung von Elektronen zusammen. Die Schicht wird also aus einzelnen Ionen durch Ladungstransfer aufgebaut, woraus sich eine inhärente Kompaktierungswirkung des Prozesses ergibt. Natürlich hat auch der galvanische Prozess seine Limitierungen. Zunächst einmal ist das Arbeitsfenster des Prozesses (Spannung, Temperatur etc.) durch die Stabilität des Elektrolyten, meist Wasser, bestimmt. Damit ergeben sich Grenzen hinsichtlich der galvanisch abscheidbaren Systeme. Wählt man die Übertragungsrate der Elektronen (elektrischer Strom) zu groß, können sich die Atome nicht zu einem geordneten Verbund anordnen, und man erhält pulvrige, schlecht haftende Schichten. Die Vorbehandlung des Grundwerkstoffs ist eine weitere wichtige Randbedingung für die Erzeugung gut haftender Schichten.

Die Entwicklung eines galvanischen Bads ist eine interdisziplinäre Aufgabe. Es sind Kenntnisse der Werkstoffwissenschaften, Elektrochemie, analytischer Chemie, organischer Chemie sowie anorganischer Chemie nötig. Da niemand Experte auf all diesen Gebieten sein kann, empfiehlt sich der wissenschaftliche Austausch mit Kollegen, um Schwachstellen bei der Forschung auszuloten, Erfahrungen auszutauschen und bei entsprechenden Problemen Gegenmaßnahmen einzuleiten. Zunächst beginnt die Entwicklung eines Elektrolyten mit der Erstellung eines Anforderungsprofils an die Oberfläche und den sich daraus ergebenden Eigenschaften. Um diese Oberfläche galvanisch herzustellen, wird ein Elektrolytssystem gewählt, welches zum Substrat passt. Dazu gehören ein Metallsalz, ein Leitsalz, eventuell Puffersubstanzen und Komplexbildner. Wenn sich die gewünschte Schicht dann grundsätzlich abscheiden lässt, kann durch Zugabe verschiedener organischer Substanzen (z. B. Tenside, Glanzbildner) die Oberfläche in ihren Eigenschaften auf das gewünschte Ziel optimiert werden. Durch das zum Teil komplexe Verhalten der Elektrolyte und den zahlreichen Prozessparametern (Stromdichte, Temperatur, pH-Wert etc.) kann sich die Forschung für eine optimierte Oberfläche schwierig gestalten. Jede Chemikalie, die eingesetzt wird, kann mit jeder anderen Chemikalie, die man hinzufügt, wechselwirken. Dazu

Kontakt

**Technische Universität Ilmenau
Fachgebiet Elektrochemie und
Galvanotechnik**

Gustav-Kirchhoff-Straße 6
D-98693 Ilmenau
fgccg@tu-ilmenau.de
www.tu-ilmenau.de

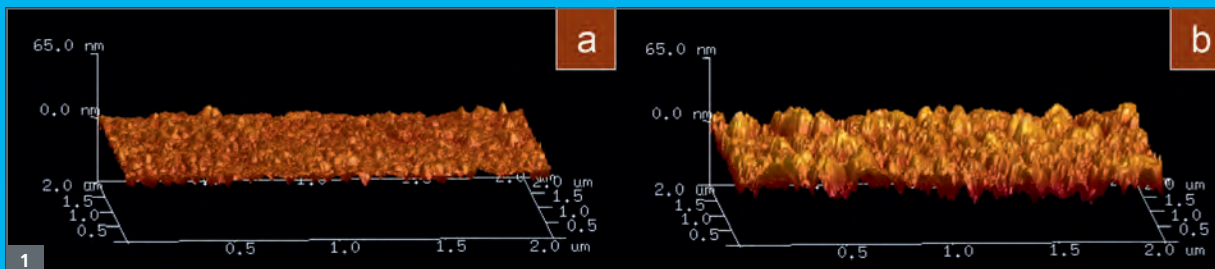


Abb. 1: Rasterkraftmikroskop-Aufnahmen der Oberflächen von Chromschichten abgeschieden aus Elektrolyten auf der Basis von a) Chrom(VI) und b) Chrom(III)

kommt, dass eine Chemikalie oft nicht nur eine Eigenschaft mitbringt, sondern häufig gleich mehrere. So kann beispielsweise ein Glanzbildner das Oberflächenbild verbessern, was dann aber zu Lasten der Korrosionsbeständigkeit gehen kann. Um den experimentellen Aufwand bei der Elektrolytentwicklung in einem sinnvollen Rahmen zu halten, finden zunehmend moderne Ansätze der Versuchsplanung und -auswertung (design of experiments, neuronale Netze, Kennfelder etc.) Anwendung. Daneben braucht es aber auch immer die Erfahrung, z. B. das Wissen der Wirkung und Wechselwirkung von Chemikalien, um zügig zu guten Ergebnissen zu gelangen.

Wie alle Branchen, die mit Chemikalien umgehen, ist auch die elektrochemische Oberflächentechnik von neuen Gesetzgebungen betroffen, die den Umgang mit Chemikalien regeln sollen. Bei stark gesundheitsgefährdenden Stoffen ist man bemüht, den Einsatz zu kontrollieren und die Nutzung zu reduzieren. Bestimmte Metallverbindungen und Metalle wie Cadmium, Quecksilber oder Chromtrioxid sind davon bereits betroffen, und ihr Einsatz in der Oberflächentechnik ist stark reglementiert.

Im Folgenden werden einige ausgewählte Beispiele der modernen Oberflächentechnik diskutiert, die das hohe Potential der Technik verdeutlichen sollen.

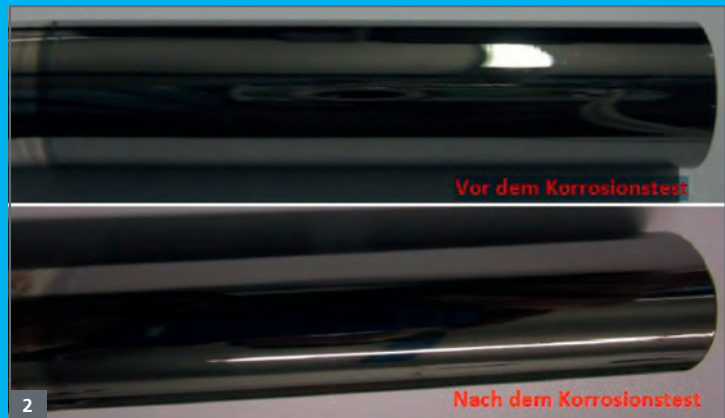
Dekorative galvanische Verchromung aus Chrom(III)-Elektrolyten

Die elektrochemische Abscheidung von Chrom stellt einen bedeutenden Zweig der Oberflächentechnik dar, insbesondere für Produkte in dekorativen Anwendungsbereichen, wie sie beispielsweise in der Automobilindustrie, bei Haushaltsprodukten, im Ladenbau oder im sanitären Bereich zu finden sind. Die Chromschichten haben dabei eine Stärke von 0,2 bis 0,5 μm . In Kombination mit einem System aus Nickel- und Kupferschichten stellen sie nicht nur den optischen Eindruck her, sondern ermöglichen auch den Schutz des Grundmaterials gegen Korrosion und Abrieb [1]. Die Chromabscheidung im industriellen Maßstab erfolgte lange Zeit aus Lösungen auf Basis von Verbindungen des sechswertigen Chroms (im Wesentlichen Chromtrioxid, CrO_3). Aufgrund der toxischen und karzinogenen Eigenschaften dieser Substanzen wird deren Verwendung allerdings zunehmend eingeschränkt, in Europa vor allem durch die EU-Chemikalienverordnung REACH [2]. Zukünftig sollen diese Prozesse vollständig durch alternative Verfahren ersetzt werden.

Eine vielsprechende Alternative stellt die Chrom-Abscheidung aus Chrom(III)-basierten Elektrolyten dar, meist unter Verwendung von Chlorid oder Sulfat als Anion. Elektrolyte für den industriellen Einsatz auf Basis

dieser Salze sind bereits seit den 1970er Jahren bekannt [3]. Dennoch werden die Prozesse und die dabei hergestellten Chromschichten den praktischen Anforderungen nicht vollständig gerecht. So liegt eine der Herausforderungen in der Steigerung der Stromausbeute bzw. der Abscheiderate durch organische Zusätze und eine geeignete Elektrolytführung. Die Stromausbeute ist dabei stark von der Stromdichte abhängig und konnte unter optimalen Bedingungen auf 8 % eingestellt werden [4]. Eine weitere kritische Eigenschaft stellt der Farbton der Chromschichten dar, der meist von dem Farbeindruck sechswertig abgeschiedener Schichten abweicht. Dies ist auf die Schichtbildung in Chrom(III)-Elektrolyten zurückzuführen. Mit zunehmender Schichtdicke nehmen Korngröße und Rauheit zu, sodass sich ein gelblicher Farbton einstellt, während bei Chromsäure-Elektrolyten ein bläulicher Farbton entsteht (s. Abb. 1) [5]. Durch den Einsatz von gepulstem Strom lässt sich die Schichtbildung so beeinflussen, dass auch mit Chrom(III)-basierten Systemen ein bläulicher Farbeindruck bei ausreichend hoher Schichtdicke erreicht wird.

Abb. 2: Optisches Erscheinungsbild einer dunklen Chromschicht vor (oben) und nach einem neutralen Salzsprühnebeltest (unten) nach DIN EN ISO 9227 [8].



Chromschichten mit verschiedenen Farben liegen nach wie vor im Trend, insbesondere in der Möbel- und Automobilindustrie. Die Farbe einer galvanischen Schicht kann mit drei Indices (L, a und b) quantifiziert werden. Der L-Wert definiert die Helligkeit der Schicht (0 schwarz, 100 weiß), der a-Wert ist der Farbachse grün-rot (< 0 grün, > 0 rot) und der b-Wert der Farbachse gelb-blau (< 0 blau, > 0 gelb) zugeordnet. Die aus einem handelsüblichen Chloridbad abgeschiedenen Chromschichten sind dunkler (bis zu L 50) verglichen mit denen aus Elektrolyten auf Sulfatbasis (bis zu L 60). Allerdings sind die chloridbasierten Elektrolyte aufgrund der Ammoniumverbindungen problematisch bei der Abwasserbehandlung. Darüber hinaus enthalten sie für dunkle Chromschichten eine bestimmte Menge an Eisen, die die Korrosionsbeständigkeit beeinträchtigt. Im Gegensatz dazu bieten die Elektrolyte auf Sulfatbasis korrosionsbeständigere Schichten, sowie eine einfachere Abwasserbehandlung und vergleichbare L-Werte. Bei beiden Elektrolyttypen kann das Problem der Cr(VI)-Bildung durch Verwendung geeigneter Anoden, z. B. Mischmetalloxide für das Sulfatbad, vermieden werden [6, 7].

Salzsprühnebeltests sind generell für Korrosionsschutzprüfungen zum schnellen Feststellen von Schwachstellen [8], Poren und Schäden in organischen und anorganischen Be-

schichtungen geeignet. **Abb. 2** zeigt eine Schicht aus dunklem Chrom vor und nach einem Salzsprühnebeltest. Auch nach 750 Stunden sind keine Korrosionspunkte, Risse oder Abplatzungen entstanden.

Galvanische Schichten für den Korrosionsschutz

In Anwesenheit aggressiver Medien, z. B. salzhaltiges Wasser oder mit Abgasen (Stick- und Schwefeloxide) verschmutzte Luft, unterliegen viele Grundwerkstoffe (z. B. Eisen, Aluminium, Magnesium) starken korrosiven Angriffen, die jährlich zu Schäden in Milliardenhöhe führen. Neben der wirtschaftlichen Belastung, kann das Versagen von metallischen Strukturen durch Korrosion allerdings auch Leib und Leben bedrohen, weshalb dem Korrosionsschutz eine große Bedeutung zukommt.

Neben dem passiven Korrosionsschutz, beispielsweise durch anorganische (z. B. Emaille) oder organische Überzüge (Lackierung), spielt der elektrochemische Korrosionsschutz durch opferanodisch wirksame Schichten wie beispielsweise Zink, Zink-Nickel und Cadmium eine zentrale Rolle. Die elektrochemische Abscheidung ist eine etablierte Methode zur Erzeugung solcher Schichten.

Galvanisch verzinkte Oberflächen sind in der Automobil-Industrie weit verbreitet, um den Korrosionsschutz von Stahlsubstraten durch die opferanodi-

sche Wirkung des Zinks zu erhöhen. Zahlreiche Oberflächenveredelungsverfahren wurden entwickelt, um die Korrosionsbeständigkeit von Zinkschichten zu verbessern. Durch Eintauchen des verzinkten Bauteils in ein Chromsäurebad bei Raumtemperatur wird eine Dickfilmdeckschicht aus einer komplexen Mischung von Cr(III)- und Cr(VI)-Verbindungen gebildet, die ausgezeichnete Korrosionsschutzeigenschaften hat und zudem günstig in der Herstellung ist. Dabei gelangen allerdings krebserregende Chrom(VI)-Verbindungen in die Schichtoberfläche, weshalb über die EU-Altauto-Richtlinie die Verwendung auf maximal 2 g Chrom(VI) pro Fahrzeug begrenzt wurde.

Es wurde gezeigt, dass Chrom(III)-basierte Lösungen geeignet sind, die bestehenden Chrom(VI)-haltigen Produkte zu ersetzen. Außerdem zeigte sich, dass durch Zusatz von Übergangsmetallen wie Kobalt, Nickel und Eisen der Korrosionsschutz der Chrom(III)-Passivierungsschicht verbessert werden kann. Im neutralen Salzsprühnebeltest zeigen Kobalt-basierte Systeme häufig bessere Ergebnisse. Die abgeschiedenen Beschichtungen erzeugen ein dekorativ ansprechendes Erscheinungsbild und können ohne Verlust des Korrosionsschutzes bis auf 150 °C erhitzt werden. Die genaue Rolle von Kobalt in Cr(III)-haltigen Passivierungen ist allerdings noch nicht vollkommen verstanden. Jüngste Änderungen der Richtlinien

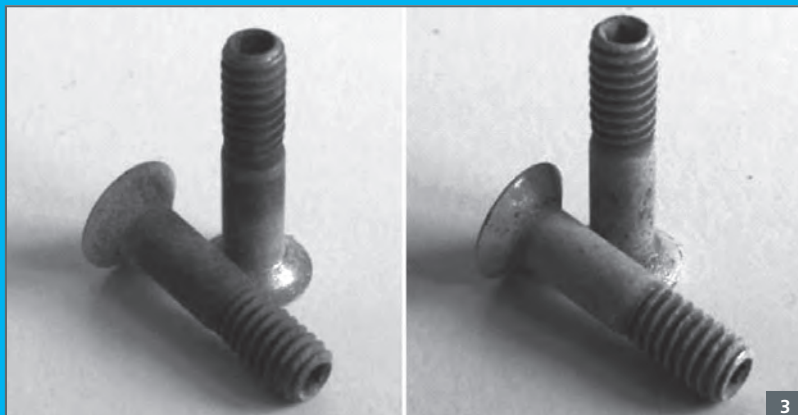


Abb. 3: Schrauben mit unzureichender Haftung der Aluminiumbeschichtung (links) und deutlich verbesserter Haftung nach anodischem Ätzen in der ionischen Flüssigkeit (rechts)

in Europa legen fest, dass Kobaltoxid und Kobaltsalze als Kategorie 2 Karzinogene zu betrachten sind. Daher wird empfohlen, Kobalt aus industriellen Prozessen zu entfernen. Um dies zu erreichen, muss einerseits die Rolle des Kobalts als Passivierungsadditiv besser verstanden werden, um in einem zweiten Schritt Alternativen zu diesem Übergangsmetall zu finden.

Aluminium stellt heute einen der interessantesten Kandidaten für den Ersatz von Cadmium für Anwendungen im Korrosionsschutz dar. Es weist eine sehr gute Umweltverträglichkeit auf und ist gut verfügbar. Aufgrund seines negativen Standardpotentials kann es jedoch elektrochemisch nicht aus wässrigen Medien abgeschieden werden, weshalb beispielsweise ionische Flüssigkeiten [9] zum Einsatz kommen (siehe nächster Abschnitt). Aluminium weist eine hohe Selbstpassivierungsneigung auf. Es bildet in Kontakt mit Luftsauerstoff eine dichte elektrisch nichtleitende Schicht aus, die das Aluminium selbst zwar vor fortschreitender Korrosion schützt, seinen Einsatz im kathodischen Korrosionsschutz jedoch stark einschränkt. Durch Legieren mit anderen Metallen (z. B. In, Ga, Sn, Mg, Zn) kann die Ausbildung der Passivschicht gehemmt oder gar verhindert werden [10]. Solche Legierungen können als wirksame Opferanoden für den Schutz von beispielsweise Stahlkomponenten eingesetzt werden. Eine Vielzahl von

Aluminiumlegierungen mit einem breiten Feld an Zusammensetzungen lässt sich ohne die Notwendigkeit von Zwischenschichten (z. B. Nickel) aus ionischen Flüssigkeiten abscheiden. Die Materialeigenschaften lassen sich durch Variation der Abscheideparameter (Elektrolytzusammensetzung, Stromdichte, Temperatur) gezielt einstellen und für die jeweilige Anwendung optimieren, was den wirksamen Korrosionsschutz unter Ausschluss umweltbedenklicher Stoffe sicherstellt. Es konnte gezeigt werden, dass das Korrosionspotential durch den Legierungsanteil eingestellt werden kann. Um Aluminiumlegierungsschichten für den kathodischen Korrosionsschutz einsetzen zu können, muss allerdings untersucht werden, welche Legierungselemente und welcher Anteil dieser in der Schicht, die Bildung der passivierenden Oxidschicht ausreichend verhindern.

Galvanik ohne Wasser

Für die galvanische Abscheidung von Kupfer, Nickel und Zink sind wasserbasierte Elektrolyte bereits seit mehreren Jahrzehnten im Einsatz. Bei der elektrochemischen Abscheidung einiger Metalle kommt aber auch die Galvanik an ihre Grenzen – zumindest unter Verwendung wässriger Elektrolyte.

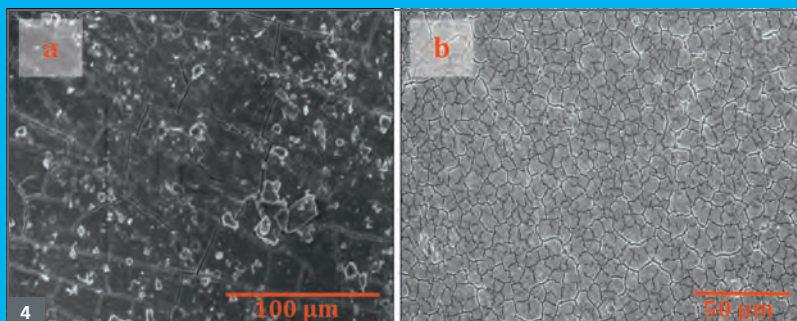
Vor allem Metalle mit sehr negativen Standardpotentialen lassen sich aufgrund der Wasserersetzung nicht aus wässrigen Medien abscheiden.

Beim Blick auf die elektrochemische Spannungsreihe wird deutlich, dass hierzu vor allem Alkali- und Erdalkalimetalle, die vorderen Übergangsmetalle, sowie Aluminium gehören. Die meisten dieser Metalle bilden aufgrund ihres unedlen Charakters eine natürliche Oxidschicht aus, weshalb sich einige von ihnen prinzipiell als Korrosions- oder Verschleißschutzschichten eignen.

Seit Beginn der 90er Jahre wird intensiv an einer neuartigen Materialgruppe, den ionischen Flüssigkeiten (engl. Ionic Liquids, ILs), geforscht. Dabei handelt es sich um niedrigschmelzende Salze, die aufgrund ihrer großen organischen Kationen und z. T. auch Anionen meist bereits bei Raumtemperatur flüssig sind. Darüber hinaus besitzen sie einen geringen Dampfdruck und ein breites elektrochemisches Fenster von 5-6 V [9], was sie für die Verwendung als Lösemittel in der Galvanik prädestiniert. Einige ILs sind allerdings luft- und feuchtigkeitsempfindlich, weshalb unter inerter Atmosphäre gearbeitet werden muss.

Eines der ersten Metalle, welches elektrochemisch aus ILs abgeschieden wurde, war das Aluminium. Beim Mischen von 1-Ethyl-3-Methylimidazoliumchlorid ([EMIm]Cl) mit einem molaren Überschuss von AlCl_3 entsteht eine Lewis-saure IL, in der der Heptachloroaluminatkomplex Al_2Cl_7^- dominiert [11, 12, 13]. Aus dieser

Abb. 4: Elektrochemisch erzeugte Tantal-schichten; a) aus 0,25 M TaF_5 [BMP][TFSI] @ -1,5 V vs. Fc/Fc^+ und b) aus 0,25 M (TaF_5 + LiF) [BMP][TFSI] @ -2,5 V vs. Fc/Fc^+



Spezies kann Aluminium elektrochemisch abgeschieden werden. Da herkömmliche Vorbehandlungsmethoden zumeist auf wässrigen Medien beruhen, Feuchtigkeit allerdings aus der Inertgasatmosphäre ferngehalten werden muss, ist die Entwicklung einer geeigneten Vorbehandlung für gut haftende Schichten notwendig. Ein anodischer Ätzprozess in der IL selbst führt zu einer deutlich verbesserten Haftung (**Abb. 3**), verursacht aber auch den Einbau von Verunreinigungen, die während des Ätzens in den Elektrolyten gelangen [14, 15].

Daher ist die Trennung von Vorbehandlungs- und Beschichtungselektrolyt empfehlenswert. Aluminiumschichten gelten als aussichtsreiche Kandidaten für den kathodischen Korrosionsschutz ohne den Ersatz umweltbedenklicher Stoffe, wie beispielsweise Cadmium. Aufgrund der starken Passivierungsneigung von Aluminium müssen jedoch Legierungselemente eingebaut werden, die die Passivschichtbildung stören (siehe vorhergehender Abschnitt). Durch die hervorragende Löslichkeit einer Vielzahl von Metallsalzen in ILs ist die Abscheidung vieler Legierungen möglich und erweitert somit die Anwendungsfelder von Beschichtungen aus diesen Systemen [9, 16].

Für besonders aggressive Umgebungsbedingungen sind Refraktärmetalle, wie Tantal und Niob, als Schutzschichten hervorragend geeignet. Bei

der elektrochemischen Tantal- und Niobabscheidung werden meist ILs mit Pyrrolidinium-basierten Kationen und verschiedenen Anionen, wie z. B. Chlorid, Bis(trifluoromethylsulfonyl)imid ([TFSI]) oder Bistrifluoromethansulfonat ([OTf]) genutzt, da diese als besonders stabil gelten. Als Metallquellen werden meist Tantal- und Niobhalogenide (z. B. TaF_5 oder NbCl_5) eingesetzt, was für die Reduktion zum entsprechenden Metall bedeutet, dass fünf Elektronen übertragen werden müssen. Bedingt dadurch, dass beide Elemente mehrere stabile Oxidationsstufen besitzen, findet der Prozess nicht in einem einzelnen Reduktionsschritt statt, sondern in einer mehrstufigen Reduktion. Aufgrund der hohen Viskosität und Transportlimitierung bei Raumtemperatur erfolgt eine Schichtabscheidung meist erst bei Temperaturen ab 100 °C. Die bislang erzeugten Schichten (**Abb. 4**) sind sehr dünn (einige 100 nm), rissig und enthalten beträchtliche Mengen an teilweise unerwünschten Fremdelementen (C, N, O, F und S). Diese gelangen durch Einschluss und Zersetzung der ionischen Flüssigkeit in die Schicht. Um die Schichtqualität zu verbessern, müssen verschiedene Parameter, wie Abscheidepotential und Elektrolytzusammensetzung, optimiert werden. So führt eine gepulste Abscheidung und die Zugabe von Additiven (z. B. LiF) zur Reduktion von Rissen und erhöht die Reinheit der Schichten [17, 18, 19, 20, 21].

Elektrochemische Abwasserbehandlung

Das Thema Nachhaltigkeit rückt zunehmend in den Fokus des öffentlichen Interesses – auch im Bereich der Abwasserbehandlung. Mit Hilfe elektrochemischer Methoden (z. T. lichtinduziert) lassen sich sowohl galvanische Spül- und Abwässer als auch Prozesswässer (z. B. von Wärmepumpen) behandeln. So ist es durch die elektrochemische Behandlung möglich, Wasser zu desinfizieren, Ressourcen einzusparen oder sogar zurückzugewinnen.

In Gegenwart von Mikroorganismen bilden sich an Bauteiloberflächen durch elektrostatische Wechselwirkungen Biofilme aus, die einen korrosiven Angriff begünstigen. Bei der Wasserdesinfektion kommen häufig Anodenmaterialien zum Einsatz, die katalytische Eigenschaften haben und durch Bildung von OH-Radikalen für eine effektive Ablösung des Biofilms sorgen. So ist es beispielsweise bei Opferanoden aus Eisen über den sogenannten Elektro-Fenton Prozess möglich, dass Eisenionen in Verbindung mit Wasserstoffperoxid OH-Radikale bilden, die wiederum als eines der stärksten Oxidationsmittel jegliche Form von Organik (Biofilm) zerstören. Eine weitere Möglichkeit zur Desinfektion stellt die Photoelektrolyse dar, bei der OH-Radikale durch Halbleiteranoden (z. B. SnO_2) unter Lichteinwirkung generiert werden [22].

Um Prozess- und Abwässer nicht nur zu desinfizieren, sondern Ressourcen einzusparen bzw. besser zu recyceln, findet häufig die elektrochemische Oxidation bzw. Reduktion Anwendung. Dabei werden anodenseitig ab einem Potential von ca. 2,8 V vs. SHE aus dem Abwasser OH-Radikale gebildet, die die enthaltene Organik (teil-) mineralisieren, wodurch sich der Einsatz von Fällungschemikalien deutlich reduziert. Für eine hohe Effizienz des Prozesses müssen bevorzugt OH-Radikale gebildet werden, weshalb gute Anodenmaterialien eine hohe Überspannung gegenüber der O₂-Bildung besitzen. Das bislang vielversprechendste Material für die anodische Oxidation ist der Bor-dotierte Diamant (BDD). Durch Variation von Stromdichte, pH-Wert und Hydrodynamik kann der Prozess gesteuert und somit optimiert werden. Gleichzeitig ist es möglich, an der Kathode Spezies zu reduzieren und dadurch z. B. Metallionen, wie Nickel oder Kupfer, aus dem Abwasser in Form von Metallschichten auf der Kathode zurückzugewinnen [22].

Literatur

- [1] Snyder, D. L.: Decorative Chromium Plating Basics. In: *Met. Finish.* 2 (2012), Nr. 110, S. 14 – 21.
- [2] Petry, T.; Knowles, R.; Meads, R.: An analysis of the proposed REACH regulation. In: *Regulatory Toxicology and Pharmacology* 44 (2006), Nr. 1, S. 24 – 32.
- [3] Gianelos, L.: Production Experience with Trivalent Chromium Plating Solutions. In: *Plat. Surf. Finish.* 66 (1979), Nr. 5, S. 56 – 60.
- [4] Leimbach, M.; Tschaar, C.; Schmidt, U.; Bund, A.: Electrochemical characterization of chromium deposition from trivalent solutions for decorative applications by EQCM and near-surface pH measurements. In: *Electrochim. Acta* 270 (2018), S. 104 – 109.
- [5] Leimbach, M.; Tschaar, C.; Zapf, D.; Kurniawan, M.; Schmidt, U.; Bund, A.: Relation between Color and Surface Morphology of Electrodeposited Chromium for Decorative Applications. In: *J. Electrochem. Soc.* 166 (2019), Nr. 6, S. D205 – D211.
- [6] S. Hingley, R. Tooth, T. Clarke, Patent US 2013/0213813 A1 (2013)
- [7] K.-D. Schulz, P. Hartmann, P. Wachter, M. Briese, Patent US000004196063A (2014)
- [8] DIN EN ISO 9227: 2012-09 Korrosionsprüfungen in künstlichen Atmosphären – Salzsprühnebelprüfungen. Berlin: Beuth
- [9] Endres, F.; MacFarlane, D.; Abbott, A.: *Electrodeposition from ionic liquids*. Wiley-VHC, Weinheim (2017).
- [10] Baeckmann, W. v.: *Taschenbuch für den kathodischen Korrosionsschutz*. Vulkan-Verlag, Essen (1996).
- [11] J. S. Wilkes, J. A. Levisky, R. A. Wilson and Ch. L. Hussey: Dialkylimidazolium Chloroaluminate Melts: A New Class of Room-Temperature Ionic Liquids for Electrochemistry, Spectroscopy, and Synthesis. In: *Inorg. Chem.* 21 (1982), S. 1263 – 1264.
- [12] Ch. L. Hussey: Chloroaluminate Equilibria in the Aluminum Chloride-1-Methyl-3-ethylimidazolium Chloride Ionic Liquid. In: *J. Electrochem. Soc.* 133 (1986), S. 1389 – 1391.
- [13] P. K. Lai and M. Skyllas-Kazacos: Electrodeposition of aluminum in aluminum chloride/1-methyl-3-ethylimidazolium chloride. In: *J. Electroanal. Chem. Interf. Electrochem.* 248 (1988), S. 431 – 440.
- [14] Liu, Q. X.; El Abedin, S. Z.; Endres, F.: Electroplating of mild steel by aluminium in a first generation ionic liquid: A green alternative to commercial Al-plating in organic solvents. In: *Surface and Coatings Technology* 201 (2006), Nr. 3, S. 1352 – 1356.
- [15] Böttcher, R.; Valitova, A.; Ispas, A.; Bund, A.: Electrodeposition of aluminium from ionic liquids on high strength steel. In: *Transactions of the IMF* 97 (2) (2019), S. 82 – 88.
- [16] Simanavicius, L.; Staknas, A.; Sarkis, A.: Codeposition of aluminum with some metals from AlBr₃-dimethylethylphenylammonium bromide solutions containing acetylacetonate of selected metal. In: *Electrochimica Acta* 46 (2000), Nr. 4, S. 499 – 507.
- [17] S. Zein El Abedin, H.K. Farag, E.M. Moustafa, U. Welz-Biermann, F. Endres, Electroreduction of tantalum fluoride in a room temperature ionic liquid at variable temperatures, *Physical Chemistry Chemical Physics*. 7 (2005), S. 2333 – 2339. doi:10.1039/b502789f.
- [18] A. Ispas, B. Adolphi, A. Bund, F. Endres, On the electrodeposition of tantalum from three different ionic liquids with the bis(trifluoromethyl sulfonyl) amide anion, *Physical Chemistry Chemical Physics : PCCP*. 12 (2010), S. 1793 – 1803. doi:10.1039/c001176m.
- [19] A. Ispas, A. Bund, Pulse plating of tantalum from 1-butyl-1-bis (trifluoromethylsulfonyl) amide ionic liquids, *Transactions of the Institute of Metal Finishing*. 90 (2012). doi:10.1179/0020296712Z.00000000058.
- [20] P. Giridhar, S.Z. El Abedin, A. Bund, A. Ispas, F. Endres, Electrodeposition of Niobium from 1-Butyl-1-Methylpyrrolidinium bis(trifluoromethylsulfonyl)amide Ionic Liquid, *Electrochimica Acta*. 129 (2014), S. 312 – 317. doi:10.1016/j.electacta.2014.02.099.
- [21] M. Mascia, A. Vacca, L. Mais, S. Palmas, E. Musu, F. Delogu, Electrochemical deposition of Cu and Nb from pyrrolidinium based ionic liquid, *Thin Solid Films*. 571 (2014) S. 325 – 331. doi:10.1016/j.tsf.2014.05.030.
- [22] T. Muddemann, D. Haupt, M. Sievers, U. Kunz, Elektrochemische Reaktoren für die Wasserbehandlung, *Chemie Ingenieur Technik*. 91 (2019), S. 769 – 785. doi:10.1002/cite.201800193.

Ortsaufgelöste Mikrostrukturanalytik an Li-Ionen-Akkumulatoren mit der Gerätekombination Rasterelektronenmikroskop und Massenspektrometer

Kombination von Rasterelektronenmikroskopie und Massenspektrometrie ermöglicht die ortsaufgelöste Lithium-Ionen Detektion in der Anwendung auf Anodenfolien von Lithium-Ionen Akkumulatoren

Ein Akkumulator ist ein komplexes System mit 4 Hauptkomponenten: Der Kathode, die sich in einer Li-NMC Zelle aus Partikeln einer Metalloxid-Verbindung (hier $(\text{Li}_{1-x}\text{Ni}_{1/3}\text{Mn}_{1/3}\text{Co}_{1/3})\text{O}_2$) und einer Binderphase zusammensetzt. Der Anode, die aus einem Material besteht, in das Lithium-Ionen interkalieren können (hier Graphit) und einer Binderphase. Zwischen der Anoden- und Kathodenfolie befindet sich der Separator, der den direkten Kontakt

zwischen der negativen und der positiven Elektrode verhindert, und der Elektrolyt mit einem Leitsalz, um einen ungehinderten Ionentransport zu ermöglichen. Beim Ladevorgang deinterkalieren die Li-Ionen aus der Kathode und interkalieren in die Anode, dabei werden Elektronen an der Kathode freigesetzt, die als Ladestrom in Richtung Anode fließen. Beim Entladen läuft dieser Prozess in umgekehrter Richtung ab. Sowohl auf der Anoden-, als auch auf der Kathodenoberfläche bilden sich während der Zyklierung Oberflächenbeläge aus. Auf der Anode die SEI (Solid Electrolyte Interface) und auf der Kathode die SPI (Semipermeable Interface). Diese lassen sich mit dem Rasterelektronenmikroskop visualisieren [1].

Die folgenden Untersuchungen wurden an kommerziell erhältlichen Pouch Zellen der Firma Kokam durchgeführt [2], diese wurden gezielten systematischen Alterungstests unterzogen [3]. **Abb. 1 (a,b)** zeigt REM Aufnahmen einer Referenz **(a)** und einer zyklisiert gealterten **(b)** Zelle als Aufsicht auf die Folienoberfläche einer Anodenfolie. Dabei sind in **(a)** die Graphitpartikel abgebildet (Pfeil 1), während in **(b)** auf diesen Graphitpartikeln kugelige Ablagerungen (Pfeil 2), netzwerkartige Verbindungen (Pfeil 3) und eine Überkrustung der Graphitpartikel (Pfeil 4) in Falschfarbendarstellung zu finden sind. Die strukturellen Veränderungen liegen in der Größenordnung 1–10 µm.

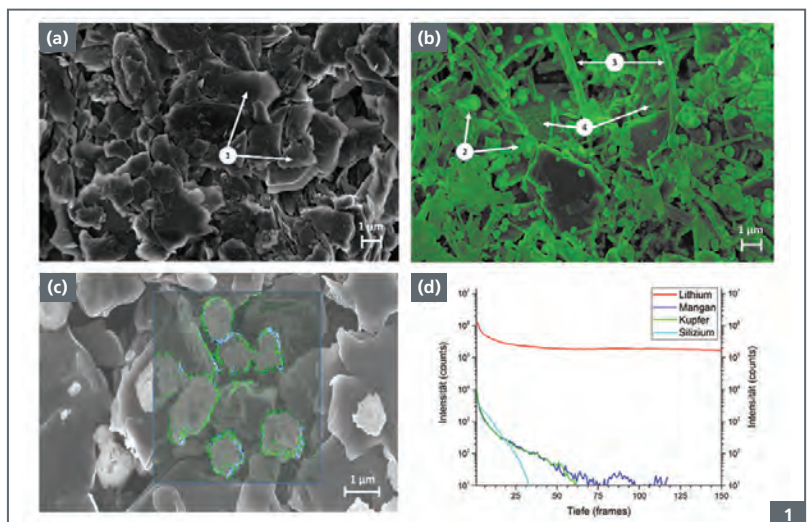


Abb. 1: REM Aufnahmen einer **(a)** Referenz und **(b)** einer zyklisiert gealterten Zelle als Aufsicht auf die Folienoberfläche einer Anodenfolie, durch die Alterung hervorgerufene strukturelle Veränderungen in Falschfarbendarstellung, **(c)** vergrößerte REM Aufnahme mit überlagerter Lithium-Elementverteilung, **(d)** Tiefenprofil einer gealterten Anodenfolien-Oberfläche.

Kontakt

Hidden Analytical GmbH
Graham Cooke
Kaiserswerther Straße 215
D-40474 Düsseldorf
info@hidden.co.uk
www.hiddenanalytical.com

Hochschule Aalen
Gudrun Wilhelm
Institut für Materialforschung
Beethovenstraße 1; D-73430 Aalen
imfaa@hs-aalen.de
www.hs-aalen.de/imfaa



Abb. 2: Kombination Rasterelektronenmikroskopie und Massenspektrometrie bestehend aus Hiden Analytical EQS Secondary Ion Mass spectrometry und Zeiss Crossbeam 540

Mit einem Rasterelektronenmikroskop (REM) können strukturelle Veränderungen an der Oberfläche sichtbar gemacht werden und mit zugehöriger EDS/WDS chemisch analysiert werden. Dabei ist eine große Einschränkung, dass sich das wichtigste Element Lithium nicht mit klassischen EDS und WDS Systemen detektieren lässt. Massenspektrometrisch lässt sich Lithium detektieren, hier fehlt allerdings die für die Analyse dieser kleinen Ausscheidungen benötigte Ortsauflösung. Die Ausstattung eines REM-FIB Systems mit einem Massenspektrometer liefert die Möglichkeit Lithium bis in den nm Bereich orts aufgelöst nachzuweisen. **Abb. 1 (c)** zeigt eine vergrößerte REM Aufnahme einer Anodenfolie mit kugeligen Ausscheidungen, die mit einem Lithium Elementverteilungsbild überlagert ist. Durch die poröse Struktur der Probenoberfläche stellt sich die Frage, wie sich die auf der Oberfläche sichtbaren, strukturellen Veränderungen in die Tiefe entwickeln. Mit einem Tiefenprofil kann die Veränderung relativ zur Oberfläche gemessen werden. Idealerweise wird angenommen, dass der Abtrag überall gleich ist. Auf **Abb. 1 (d)** ist das Tiefenprofil einer gealterten Anodenfolie dargestellt. Die Ionen Lithium, Mangan, Kupfer und Silizium wurden für die Messung ausgewählt. Die Tiefe ist über die höher werdende Anzahl der frames dargestellt. Aufgrund der unebenen Probe wäre die exakte Angabe in μm nur mit einem hohen Fehler möglich. Die **Abb. 1 (d)** zeigt, dass Mangan, Kupfer und Silizium oberflächliche Anlagerungen sind. Lithium kann auch in größerer Tiefe nachgewiesen werden, da es in die Graphitstruktur interkaliert. Die qualitative Analyse der Oberflächenbeläge führt zu einem vertieften Verständnis der Vorgänge innerhalb einer Zelle und langfristig zum Entwicklungsziel von Akkumulatoren mit höherer Leistungsfähigkeit.

Literatur

- [1] Golla-Schindler, U.; Zeibig, D.; Prickler, L.; Behn, S.; Bernthaler, T.; Schneider, G. (2018). Characterization of degeneration phenomena in lithium-ion batteries by combined microscopic techniques. *Micron* 113, 10–19.
- [2] Vazquez-Arenas, J., Gimenez, L.E., Fowler, M., Han, t., Chen, S., 2014. A rapid estimation and sensitivity analysis of parameters describing the behavior of commercial Li-ion batteries including thermal analysis. *Energy Convers. Manage.* 87, 472–482.
- [3] Guenther, C., Bauer, M., Danzer, M.A., 2015. Aging of traction batteries in vehicle-to-grid applications I: private passenger cars for used for commuting. *Advanced Battery Power*.

Massenspektrometer für Vakuum, Gas, Plasma und Oberflächenwissenschaften

HIDEN ANALYTICAL

SIMS-Detektor - für die Ionen Mikroskopie

- Schnittstellen zu bestehenden FIB- und XPS-Systemen
- Chemische 3D-Zusammensetzung für die Ionenprobe Mikroskopie
- Einfach zu integrieren in neue und bestehende Systeme
- Tiefenprofilierung mit nm Auflösung



SIMS Workstation - Massenspektrometer für die Oberflächenanalyse

- Unübertroffene Leistung für Tiefen Profil- und Schichtenanalyse
- SNMS eindeutig bietet quantitative Oberflächenanalyse
- Statische und dynamische SIMS
- FIB-SIMS
- Niedrige Betriebskosten



T 0211 54080 302

W www.HidenEurope.de

E info@hideneurope.de

Multifunktionale Aluminiumoberflächen durch laserinduzierte Verfahren

Laserlicht bietet, durch seine hohe gebündelte, Energie eine Vielzahl von Einsatzmöglichkeiten. Durch verschiedenste Laserverfahren können filigrane Mikrostrukturen hergestellt, mit denen sich die Benetzung und Vereisung von Aluminiumoberflächen beeinflussen lässt.

Die Herstellung von Aluminiumoberflächen mit superhydrophoben und eisabweisenden Eigenschaften stellt heutzutage eine große Herausforderung dar. Besonders seit der Entdeckung des Lotoseffekts zeigt sich, dass sich die Benetzung einer Oberfläche durch Ihre mikrometergroße Textur beeinflussen lässt. In diesem Artikel werden verschiedenste laserbasierte Methoden gezeigt, mit denen sich funktionale Oberflächen auf Aluminium erzeugen lassen. Detailliert wird dabei auf deren Benetzungs- und Vereisungsverhalten eingegangen.

Kontakt

TU Dresden
Institut für Fertigungstechnik
Dipl.-Ing. Stephan Milles
George-Bähr-Straße 3c
D-01069 Dresden
stephan.milles@tu-dresden.de
www.tu-dresden.de

¹ TU Dresden

² PROBIEN-CONICET, Universidad Nacional del Comahue, Argentina

³ Leibniz Institute of Polymer Research

⁴ Fraunhofer Institut für Werkstoff- und Strahltechnik IWS

Warum mikrostrukturiertes Aluminium?

Viele Innovationen des 21. Jahrhunderts sind auf die gezielte Oberflächentopographie und Oberflächenchemie verschiedener Materialien zurückzuführen. Auf diese Weise ist es möglich, durch die Steuerung beider Oberflächeneigenschaften, erweiterte Oberflächenfunktionen zu generieren. Aus technischer Sicht ist dies beispielsweise attraktiv um Korrosion zu verhindern, flüssigkeitstransportierende, eisabweisende oder selbstreinigende Oberflächen zu erzeugen [1]. Das natürliche Beispiel des Lotusblattes (*nelumbo nucifera*), mit hervorragenden wasserabweisenden Eigenschaften, dient als perfekte Vorlage für die Behandlung technischer Oberflächen. Es gibt bereits Ansätze, um superhydrophobes Verhalten auf verschiedenen Materialien herzustellen, beispielsweise durch chemisches Ätzen in Verbindung mit einer Fluoridschicht. Alternativ zur chemischen Behandlungen spielt die vorhandene Mikro- und Nanostruktur auf der Oberfläche ebenfalls eine entscheidende Rolle [2].

Eine gleichmäßige Textur in diesen Größenordnungen kann Luftpölster zwischen einem Tropfen und der Oberfläche erzeugen. Das führt zu einer geringeren Haftung des Tropfens, sodass dieser von der Oberfläche abrollt, wie Cassie und Baxter früh (1944) zeigten [3]. Besonders für den aluminiumverarbeiteten

Maschinenbau ist dies von großem Interesse, da Aluminium als Grundwerkstoff in vielen Bereichen zu finden ist: So sind wasserabweisende Aluminiumoberflächen besonders für die Lebensmittel-, Kühl oder Schifffahrtindustrie interessant [4]. In Kombination mit einer eisabweisenden Funktion ist Aluminium als Leichtbauwerkstoff zusätzlich für die Luft- und Raumfahrtindustrie von Nutzen [5]. Zur Erschließung dieser Applikationsfelder müssen die Bauteiloberflächen funktionalisiert werden, bestenfalls mit einem gleichmäßigen Muster.

Um die Oberfläche mit einem funktionalen und periodischen (sich wiederholenden bzw. gleichmäßigen) Muster auszustatten, haben sich in der Vergangenheit zunehmend laserbasierte Verfahren etabliert. Zum einen das direkte Laserschreiben (engl. Direct Laser Writing, DLW), bei dem ein einzelner fokussierter Laserstrahl Strukturen mit einer Auflösung von wenigen Hundertstel Millimeter in das zu bearbeitende Material brennt. Abhängig von der Wellenlänge des Lasers können unterschiedliche Metalle so bearbeitet werden, dass sie eine superhydrophobe Charakteristik aufweisen [6]. Jedoch ist man bei dieser Technik hinsichtlich der Auflösung begrenzt, bedingt durch die verwendete Fokussieroptik, deren Brennweite sowie den Strahldurchmesser und die Wellenlänge des Lasers [7].

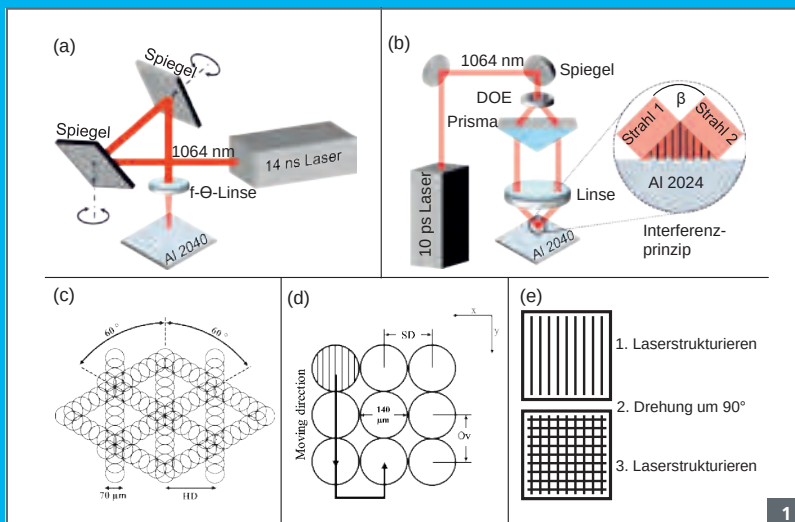


Abb. 1: Schematischer Aufbau der Einzelkomponenten des DLW- (a) und des DLIP-Verfahrens (b), sowie Visualisierung der Bearbeitungsstrategien des DLW- (c) und DLIP-Verfahrens (d). Prozessschritte zur Herstellung säulenartiger Strukturen mittels DLIP (e) [14].

Um periodische Mikrostrukturen mit einer Auflösung unterhalb von 10 μm herzustellen kann das Direkte Laserinterferenzverfahren (engl. Direct Laser Interference Patterning, DLIP) verwendet werden. Dabei wird ein einzelner Laserstrahl in zwei oder mehr Teilstrahlen aufgeteilt und auf der Oberfläche des zu strukturierenden Materials wieder überlagert. Durch die Interferenz der Teilstrahlen kommt es zu einer periodischen Energieverteilung des Laserlichts, mit der das Material bei ausreichender Laserleistung selektiv und regelmäßig abgetragen wird. Zwei sich überlagernde Strahlen resultieren in einem linienartigen Muster, bei dem der Abstand zwischen den einzelnen Linienelementen als räumliche Periode bezeichnet wird. Sie wird berechnet durch folgende Gleichung:

$$\Lambda = \frac{\lambda}{2 \sin\left(\frac{\beta}{2}\right)},$$

wobei λ die Laserwellenlänge, und β der Winkel zwischen den zwei Teilstrahlen ist [8]. Abhängig der Anzahl der sich überlagernden Teilstrahlen, der Laserwellenlänge und dem Winkel der Strahlen zu einander lassen sich mit der DLIP Technologie verschiedene Strukturen herstellen. Durch die daraus resultierenden unterschiedlichsten Formen und Größen verfügen diese Strukturen über diverse Eigenschaften [9]. So wurden in der Vergangenheit holografische dekorative Elemente auf Metall oder

diffraktions-basierte Sicherheitsmerkmale auf Polymeren hergestellt [10, 11]. Weiterhin konnte das Zellwachstum auf DLIP strukturierten Oberflächen kontrolliert oder die Effizienz von organische Solarzellen gesteigert werden [12, 13].

In diesem Beitrag werden die Verfahren des direkten Laserschreibens und der direkten Laserinterferenzstrukturierung zur Herstellung periodischer Mikrostrukturen auf Aluminium erläutert. Weiterhin werden die Technologien kombiniert angewandt, um eine hierarchische Struktur, welche aus zwei Strukturen unterschiedlicher Größenordnung besteht, herzustellen. Die strukturierten Aluminiumoberflächen werden auf Ihre Benetzbarkeit mit Wasser und ihre Fähigkeit der Eisbildung bei Temperaturen von -20 °C untersucht. Bei dem in diesem Artikel verwendeten Material handelt es sich um reines Aluminium (Al 2040) welches vor der Bearbeitung poliert und gereinigt wurde [14].

Herstellung periodischer Strukturen mittels DLW und DLIP

Um eine grobe Struktur, die ein maschenartiges Erscheinungsbild besitzt, herzustellen, wurde das DLW Verfahren mit einem infraroten (1064 nm Wellenlänge) Laserstrahl aus einem Ytterbium dotierten Faserlaser mit einer maximalen Ausgangsleistung von 30 W, einer Pulsdauer von 14 ns und einer Frequenz von 30 kHz ver-

wendet. Dabei wird der Laserstrahl erst durch einen mit zwei Spiegeln ausgestatteten galvanischen Scanner geleitet und anschließend durch eine F-Theta Linse fokussiert, (Abb. 1a). Der daraus resultierende Strahldurchmesser im Fokus lag bei etwa 70 μm. Die Prozessparameter, mit denen die Oberfläche bearbeitet wurde, waren konstant bei einer Fluenz von 1,06 J/cm² und einer Scan-Geschwindigkeit von 250 mm/s. Bei diesen Parametern wurden die einzelnen Laserpulse mit einem Abstand von 8,3 μm aneinander gereiht, sodass eine durchgängige Linie strukturiert wurde. Um eine maschenartige Struktur zu erhalten wurde die Oberfläche dreimal mit einem Linienmuster strukturiert, wobei dabei die einzelnen Linien einen Abstand von 50 μm zueinander hatten und jeweils um 60° versetzt waren (Abb. 1c).

Weiterhin wurden die Proben mit dem DLIP Verfahren bearbeitet, welches mit einem infraroten (1064 nm) Nd:YAG Festkörperlaser ausgestattet ist. Der Laser verfügte über eine maximale Ausgangsleistung von 10 W und eine Pulsdauer von 10 ps. Dieser Strahl wird durch ein diffraktives optisches Element (DOE) zunächst in zwei Teilstrahlen geteilt. Durch ein Prisma werden diese Teilstrahlen parallelisiert und durch eine fokussierende Linse geleitet, welche die Strahlen auf der Aluminiumoberfläche überlagert, was zu einem linienartigen Interferenzmuster führt. Da die

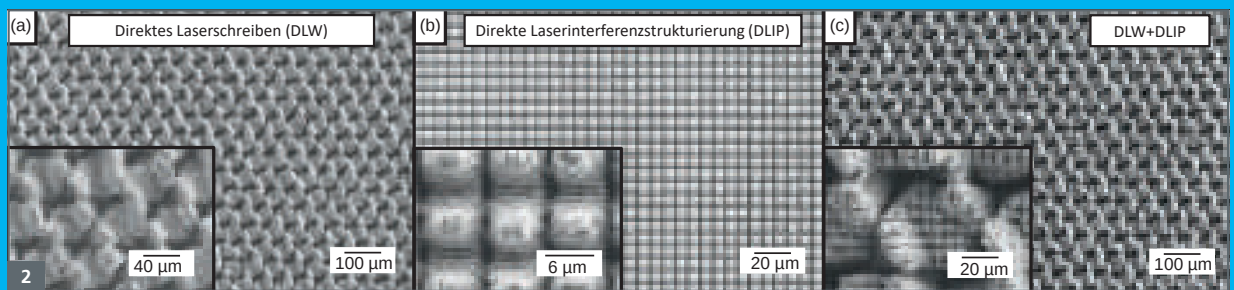


Abb. 2: Rasterelektronenmikroskopaufnahmen einer 50 µm maschenartigen DLW- (a), einer 7 µm säulenartigen DLIP- (b) sowie einer hierarchischen DLW+DLIP Struktur (c).

Strahlen im gewählten Aufbau einen Winkel von $8,7^\circ$ zueinander hatten, war der Abstand der einzelnen Linien im Interferenzmuster 7 µm (**Abb. 1b**). Der Strukturierungsprozess wurde mit konstanten Parametern wie einer Laserfluenz von $1,93 \text{ J/cm}^2$, einer Frequenz von 1 kHz und einem Pulsüberlapp (engl. Overlap, Ov) in Y-Richtung von 99 % durchgeführt. In X-Richtung betrug der Abstand (engl. Separation distance, SD) der einzelnen Laserpulse ca. 141 µm und der Durchmesser einzelner Pulse ca. 140 µm (**Abb. 1d**). Der Pulsüberlapp und der Abstand beschreiben dabei grundsätzlich die Überlagerung einzelner Laserpulse. In einem zweiten Bearbeitungsschritt wurde die Probe um 90° gedreht und erneut mit einem linienartigen Muster strukturiert. Diese zwei – um 90° versetzten – Linienstrukturen resultierten zu einem säulenartigen Muster (**Abb. 1e**). Um die Probe gleichmäßig flächig zu funktionalisieren wurde sie mittels Hochpräzisionsachsen unter dem Laserstrahl verfahren [14].

Messtechnische Analyse der Oberflächenstrukturen

Um die Benetzungseigenschaften der Mikrostrukturen zu analysieren wurden Kontaktwinkelmessungen (Messgerät Firma Krüss, Model DSA 100 S) durchgeführt. Dieser ist das arithmetische Mittel aus voranschreitendem und zurückziehendem Kontaktwinkel und deren Differenz wird als Kontaktwinkelhysterese (Abk.

Hys.) bezeichnet. Weiterhin wird der Neigungswinkel der Oberfläche bei dem der Wassertropfen zu Gleiten beginnt als Gleitwinkel (engl. Sliding angle, Abk. SA) beschrieben. Für diese bei Raumtemperaturen durchgeführten Untersuchungen wurde ein Tropfenvolumen von 8 µl deionisierten Wassers gewählt. Für die Charakterisierung der Vereisungseigenschaften wurde die Zeit detektiert, die ein Tropfen des o.g. Volumens benötigt, um auf der mikrostrukturierten Oberfläche zu gefrieren. Diese Versuche wurden in einer geschlossenen Temperierkammer bei -20°C und konstanter Luftfeuchtigkeit von 12% durchgeführt und durch FEM Simulationen mittels COMSOL Multiphysics (Version 5.3) unterstützt [14]. Da das Benetzungsverhalten neben der Topographie auch von der Oberflächenchemie beeinflusst wird, wurden weiterhin Analysen bzgl. der chemischen Zusammensetzung der laserstrukturierten Proben durchgeführt. Dafür wurden die Elemente Kohlenstoff (C), Sauerstoff (O) und Aluminium (Al) mittels XPS-Messungen (engl. X-Ray photoelectron spectroscopy) genauer betrachtet. Die topografische Analysen und Messungen erfolgten durch Konfokal- und Rasterelektronenmikroskopie [15].

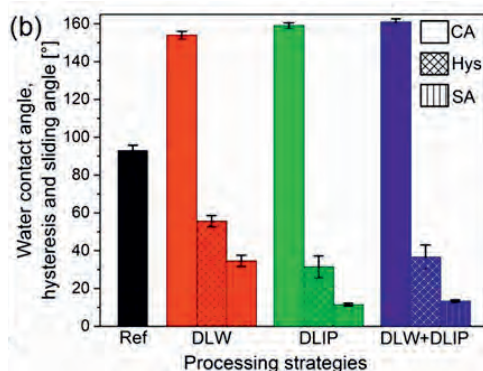
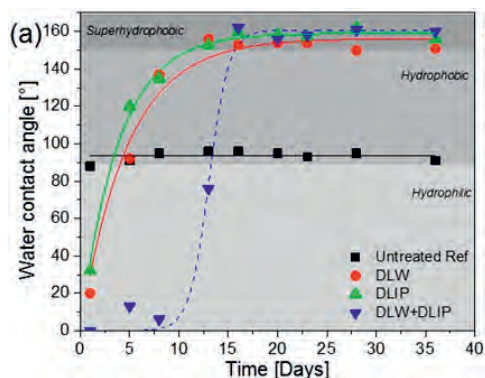
Ergebnisse und Diskussion

Die beiden oben vorgestellten Verfahren wurden verwendet, um Strukturen in unterschiedlichen Formen und Dimensionen herzustellen.

So waren die DLW Strukturen etwa 50 µm große und maschenartig angeordnet (i) und die DLIP Strukturen 7 µm groß und von säulenartige Gestalt (ii). Zusätzlich wurden beide Technologien kombiniert verwendet um eine hierarchische Struktur zu erzeugen. Dafür wurden die säulenartigen Strukturen auf einer zuvor mit DLW bearbeiteten Oberfläche hergestellt (iii).

Topographie der Strukturen

In **Abbildung 2** sind exemplarische Rasterelektronenmikroskopaufnahmen von den hergestellten DLW, DLIP sowie von der hierarchischen Kombination aus DLW+DLIP zu sehen. Da der DLW Prozess mit einem Strahldurchmesser von 70 µm im Fokus durchgeführt wurde und der Abstand der einzelnen Linien zueinander 50 µm betrug, zeigte sich großer Anteil an geschmolzenem Material an der maschenartigen Ausbildung der Struktur (**Abb. 2a**). Dies ist weiterhin ein typisches Charakteristikum von Nanosekunden (10-9 s) gepulster Lasermaterialbearbeitung. Im Gegensatz dazu war bei dem Pikosekunden (10-12 s) gepulsten DLIP Prozess keine Schmelze zu erkennen. Neben den säulenartigen Strukturen formten sich sog. LIPSS (engl. „Laser Induced Periodic Surface Structures“) in den Strukturen. Dabei handelt es sich um Linienstrukturen welche bevorzugt bei dem Einsatz von Ultrakurzpulslasern (Pikosekunden bis Femtosekunden (10-15 s) gepulst)



3

entstehen und die in der Größenordnung der verwendeten Wellenlänge sind (**Vergößerung Abb. 2b**). Schließlich wurden beide Technologien kombiniert, um eine hierarchische Struktur zu erhalten. Dafür wurde die Probe zunächst mit DLW und im Anschluss mit DLIP bearbeitet, um die Morphologie der kleineren DLIP Strukturen zu erhalten. Die Prozessparameter wurden dafür nicht verändert (**Abb. 3c**). Topographiemessung ergaben Strukturturen von 36.8 µm (DLW) bzw. 5.8 µm (DLIP) und bei der Kombination 33.8 µm für die tiefen DLW- und 4.2 µm für die DLIP auf den DLW Strukturen (DLW+DLIP).

Entwicklung der Benetzungseigenschaften

Um die Benetzungseigenschaften nach der Laserstrukturierung zu evaluieren wurden Kontaktwinkelmessungen über einen Zeitraum von

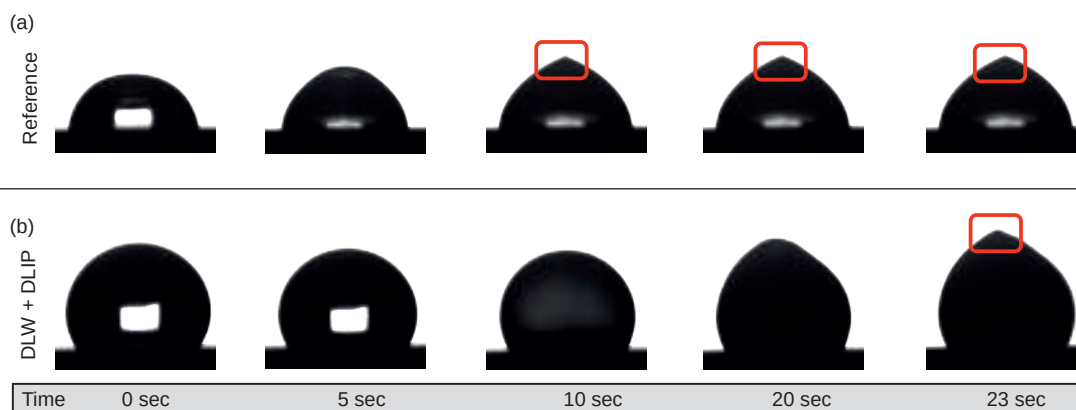
36 Tagen durchgeführt. Neben den mikrostrukturierten Proben wurde zusätzlich eine unbehandelte Referenz untersucht. Dabei zeigte sich, dass sich spätestens nach 13 Tagen ein Kontaktwinkel von mindestens 150 ° bei den laserstrukturierten Oberflächen einstellte (**Abb. 3a**).

Grundsätzlich lässt sich die Benetzbarkeit in drei Regime unterteilen. Hydrophile Oberflächen zeigen Kontaktwinkel im Bereich von 0-90°, Hydrophobe zwischen 90° und 150° und Superhydrophobe ab 150°. Die unbehandelte Referenz zeigte erwartungsgemäß keine Entwicklung über die Zeit und wies einen Kontaktwinkel von etwa 90 ° auf. Im Gegensatz dazu bestimmt die Änderung der laserinduzierten Oberflächenchemie den zeitlichen Verlauf des Anstiegs des Messwertes. Zusätzlich lässt sich die Benetzbarkeit durch die Hysterese und den Gleitwinkel beschreiben.

Abb. 3: Kontaktwinkelmessungen über einen Zeitraum von 36 Tagen (a) und finaler Kontaktwinkel (CA), Kontaktwinkelhysterese (Hys) Gleitwinkel (engl. Sliding angle, SA) nach 36 Tagen (b) [14].

Nachdem sich die Benetzung auf ein konstantes Niveau eingestellt hat, stellte sich ein finaler Kontaktwinkel von 153 °(DLW), 156 °(DLIP) sowie 159 °(DLW+DLIP) ein. Die hierarchischen Strukturen (DLW+DLIP) verfügen damit über die optimalen Voraussetzungen für dynamische Benetzungsversuche. Die Hysterese betrug dabei 55 ° (DLW), 31 ° (DLIP)

Abb. 4: Aufnahmen des Vereisungsprozesses eines 8 µl großen Wassertropfens bei -20 °C einer unbehandelten Referenzprobe (a) und einer hierarchisch strukturierten DLW+DLIP Probe (b) über einen Zeitraum von 23 s [14].



4

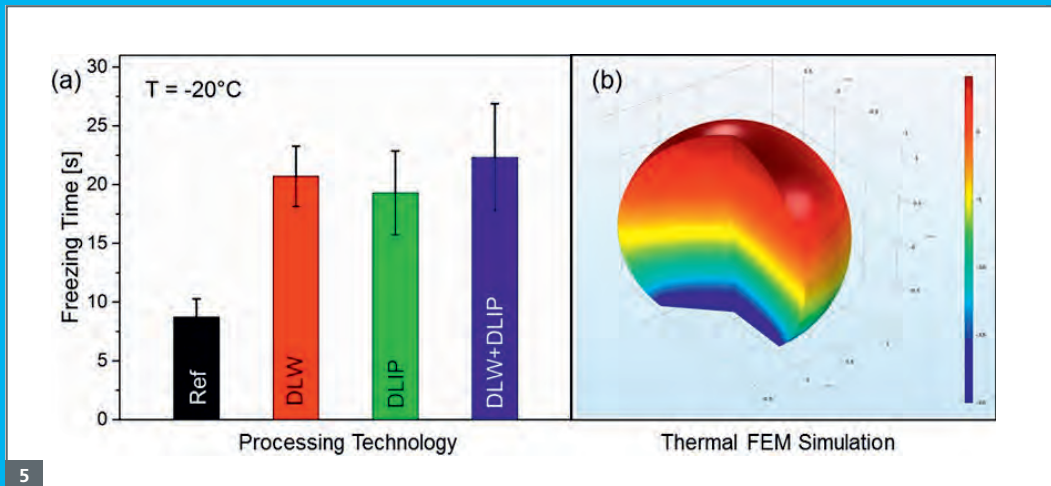


Abb. 5: Vergleich der Vereisungszeit bzgl. unterschiedlicher Fertigungstechnologien (a) und Auszug aus der thermischen Wärmeflussimulation zur Untersuchung des Topographieeinflusses [14].

und 36° (DLW+DLIP) bei einem Gleitwinkel von 34° (DLW), 11° (DLIP) und 13° (DLW+DLIP) (**Abb. 3b**). Die o.g. Ergebnisse resultieren folglich in einem auf der Oberfläche nicht haftenden, bei geringem Neigungswinkel der Probe gleitenden, Tropfen.

Untersuchung des Vereisungsverhaltens

Neben der wasserabweisenden (superhydrophoben) Eigenschaft bei Raumtemperatur spielt die eisverzögernde Funktion auf Aluminiumoberflächen für industrielle Anwendungsbereiche eine zentrale Rolle [4]. Das Vereisungsverhalten wurde hinsichtlich der Zeitdauer charakterisiert, die ein Wassertropfen benötigt um auf der mikrostrukturierten Oberfläche vollständig zu erstarren. Der Abschluss des Vereisungsprozesses wurde anhand, der, beim erstmalig

auftretenden, spitz zulaufenden Tropfenform definiert (**Roter Rahmen Abb. 4a und 4b**).

Es zeigte sich, dass die unstrukturierte Referenz bereits nach weniger als 10 s erstarrte, während die hierarchische DLW+DLIP Struktur erst nach 23 s vollständig verfestigt war. Um eine statistische Signifikanz zu gewährleisten wurde jeder Vereisungszyklus zehnmal, auf jeder zu untersuchenden Probe, durchgeführt. Dabei wirkten die laserstrukturierten Oberflächen der Vereisung mit ca. 21 s (DLW), 19 (DLIP) und 23 s (DLW+DLIP) deutlich länger entgegen als die unbehandelte Referenzprobe mit ca. 9 s (Abbildung 5a). Um den Einfluss der in der Struktur eingeschlossenen Luft und der Kontaktfläche zwischen Tropfen und Oberfläche zu quantifizieren wurden weiterhin thermische FEM Simulationen durchgeführt (Abbildung 5b). Dabei zeigte sich, dass die von der Struktur eingeschlossene Luft nur einen marginalen (1-2 s Verzögerungsdauer) Einfluss auf die Eisbildung hat. Vielmehr wirkte sich die Größe der Kontaktfläche zwischen Tropfen und

Oberfläche, beschrieben durch den Kontaktwinkel, auf die Dauer der Vereisung aus [14].

Veränderung der Oberflächenchemie durch den Strukturierungsprozess

Da die superhydrophobe Eigenschaft und damit auch die Vereisungsverzögerung neben der Topographie auch von der Oberflächenchemie beeinflusst wird, sind XPS-Messungen zur Analyse dieser durchgeführt worden. Dabei wurden die Elemente C, Al und O untersucht. Über den zeitlichen Verlauf von 20 Tagen stieg besonders der Anteil der C-Elemente an der Oberfläche prozentual an. Dies zeigte sich für alle drei laserstrukturierten Oberflächen. Der erhöhte C-Anteil an der Oberfläche steigert die Menge an nicht-polaren Bindungen und erhöht somit den Kontaktwinkel. Neben dem erhöhten C-Anteil wurde aus den Messungen deutlich, dass der Anteil an Aluminiumoxid (Al_2O_3) abgenommen hat. Al_2O_3 besitzt grundsätzlich eine hydrophile Charakteristik und somit führt eine Verringerung dieses Bestandteils ebenfalls zu einer hydrophoben (wasserabweisenden)

Danksagung

Diese Arbeiten wurden im Rahmen des Reinhart Koselleck-Projekts (323477257) durchgeführt, das von der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) gefördert wurde. Die Arbeit von A.L. wird auch von der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) im Rahmen der Exzellenzinitiative des Bundes und der Länder zur Förderung der Spitzenforschung an deutschen Universitäten unterstützt.

Oberfläche. Diese, von der Laser-materialbearbeitung ausgelöst, chemischen Reaktionen wurden auch bereits von anderen internationalen Forschergruppen festgestellt [16–18].

Zusammenfassung

Die Verfahren des direkten Laserschreibens (DLW), der direkten Laserinterferenzstrukturierung (DLIP) sowie die Kombination beider eignen sich für die Herstellung von hierarchischen Mikrostrukturen auf Aluminium. Dabei können verschiedenste Herausforderungen hinsichtlich der Applikation im Bereich von Benetzung und Vereisung gelöst werden. Die hergestellten Mikrostrukturen wiesen demnach eine superhydrophobe Charakteristik mit einem nach 13 Tagen konstanten Kontaktwinkel von mindestens 150 °auf. Weiterhin führten diese zu einer signifikant längeren Vereisungszeit. Neben der Topographie wirkte sich die, durch die Lasermaterialbearbeitung veränderte, Oberflächenchemie vorteilhaft auf die Benetzung aus. Zukünftig wird diese Technologie an der TU Dresden und Fraunhofer IWS verwendet, um großflächige Bauteile für verschiedenste technische Anwendung zu funktionalisieren.

Literatur

- [1] S. Nishimoto and B. Bhushan, "Bioinspired self-cleaning surfaces with superhydrophobicity, superoleophobicity, and superhydrophilicity," *RSC Adv.*, vol. 3, no. 3, pp. 671–690, Dec. 2012.
- [2] J. G. Buijnsters, R. Zhong, N. Tsyntsar, and J.-P. Celis, "Surface Wettability of Macroporous Anodized Aluminum Oxide," *ACS Appl. Mater. Interfaces*, vol. 5, no. 8, pp. 3224–3233, Apr. 2013.
- [3] A. B. D. Cassie and S. Baxter, "Wettability of porous surfaces," *Transactions of the Faraday society*, vol. 40, pp. 546–551, 1944.
- [4] J. Hirsch, "Recent development in aluminium for automotive applications," *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 24, no. 7, pp. 1995–2002, Jul. 2014.
- [5] P. Rambabu, N. Eswara Prasad, V. V. Kutumbarao, and R. J. H. Wanhill, "Aluminium Alloys for Aerospace Applications," in *Aerospace Materials and Material Technologies : Volume 1: Aerospace Materials*, N. E. Prasad and R. J. H. Wanhill, Eds. Singapore: Springer Singapore, 2017, pp. 29–52.
- [6] A.-M. Kietzig, S. G. Hatzikiriakos, and P. Englezos, "Patterned Superhydrophobic Metallic Surfaces," *Langmuir*, vol. 25, no. 8, pp. 4821–4827, Apr. 2009.
- [7] R. Jagdheesh, J. J. Garcia-Ballesteros, and J. L. Ocaña, "One-step fabrication of near superhydrophobic aluminum surface by nanosecond laser ablation," *Applied Surface Science*, vol. 374, pp. 2–11, Jun. 2016.
- [8] A. F. Lasagni, J. L. Hendricks, C. M. Shaw, D. Yuan, D. C. Martin, and S. Das, "Direct laser interference patterning of poly(3,4-ethylene dioxathiophene)-poly(styrene sulfonate) (PEDOT-PSS) thin films," *Applied Surface Science*, vol. 255, no. 22, pp. 9186–9192, Aug. 2009.
- [9] S. Alamri et al., "Quo Vadis surface functionalization: How direct laser interference patterning tackle productivity and flexibility in industrial applications," in *Laser-based Micro- and Nanoprocessing XIII*, 2019, vol. 10906, p. 109060S.
- [10] F. Rößler, T. Kunze, and A. F. Lasagni, "Fabrication of diffraction based security elements using direct laser interference patterning," *Opt. Express*, vol. 25, no. 19, pp. 22959–22970, Sep. 2017.
- [11] B. Voisiat, M. Gedvilas, S. Indrišius, and G. Račiukaitis, "Picosecond-Laser 4-Beam-Interference Ablation as a Flexible Tool for Thin Film Microstructuring," *Physics Procedia*, vol. 12, pp. 116–124, 2011.
- [12] L. Müller-Meskamp et al., "Efficiency enhancement of organic solar cells by fabricating periodic surface textures using direct laser interference patterning," *Advanced Materials*, vol. 24, no. 7, pp. 906–910, 2012.
- [13] E. A. Bremus-Koebberling, S. Beckemper, B. Koch, and A. Gillner, "Nano structures via laser interference patterning for guided cell growth of neuronal cells," *Journal of Laser Applications*, vol. 24, no. 4, p. 042013, Jul. 2012.
- [14] S. Milles, M. Soldera, B. Voisiat, and A. F. Lasagni, "Fabrication of superhydrophobic and ice-repellent surfaces on pure aluminium using single and multiscaled periodic textures," *Sci Rep*, vol. 9, no. 1, pp. 1–13, Sep. 2019.
- [15] S. Milles, B. Voisiat, M. Nitschke, and A. F. Lasagni, "Influence of roughness achieved by periodic structures on the wettability of aluminum using direct laser writing and direct laser interference patterning technology," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 270, pp. 142–151, Feb. 2019.
- [16] J. Long, M. Zhong, H. Zhang, and P. Fan, "Superhydrophilicity to superhydrophobicity transition of picosecond laser microstructured aluminum in ambient air," *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 441, pp. 1–9, Mar. 2015.
- [17] Z. Lu, P. Wang, and D. Zhang, "Super-hydrophobic film fabricated on aluminium surface as a barrier to atmospheric corrosion in a marine environment," *Corrosion Science*, vol. 91, pp. 287–296, Feb. 2015.
- [18] L. R. de Lara, R. Jagdheesh, and J. L. Ocaña, "Corrosion resistance of laser patterned ultrahydrophobic aluminium surface," *Materials Letters*, vol. 184, pp. 100–103, Dec. 2016.



Weltleitmesse für industrielle Lackiertechnik

21. – 24. April 2020
Messe Karlsruhe



Big Data in der Oberflächentechnik – Daten mit viel Potenzial

Daten, die bei Beschichtungsprozessen gesammelt werden, sind so vielfältig wie unterschiedlich. Sie werden aufgenommen und gesammelt, um die Qualität der Beschichtung sicherzustellen. Nur liefern diese Daten noch weit mehr Potenzial als bisher genutzt wird. Wir zeigen wie.

Wenige Technologien sind messtechnisch und physikalisch so gut ausgestattet wie die Oberflächentechnik. Dies ist auch notwendig, da sich alle Qualitätseigenschaften von Beschichtungen erst während des Fertigungsprozesses ausbilden und so alle Prozessparameter, viele Substrateigenschaften und alle Merkmale des Beschichtungswerkstoffs auf das fertige Produkt auswirken. Und die Daten sind vielfältig. Sie reichen von einfachen Zahlenkolonnen aus den Beschichtungsanlagen oder Prozessdiagnostiksystemen über Metadaten bezüglich der Historie und Vorbehandlung der Substrate bis hin zu komplexen Bildern aus Elektronenmikroskopen oder Diagrammen aus Feinstrukturanalysen.

Nahezu jede Beschichtung ist eine Maßanfertigung und wenn man für ein zu beschichtendes Bauteil erst einmal die richtigen Parameter gefunden hat, dann werden diese nur noch selten angefasst. Die Daten bleiben auf den Anlagen- und Messrechnern gespeichert, bis sie archiviert werden. Aber genutzt werden diese Daten nicht mehr und es werden auch keine Zusammenhänge zwischen ihnen analysiert. Damit geht Wissen und somit – nicht zuletzt – investiertes Kapital verloren.

Datenmanagement für die Oberflächentechnik

Dieses Kapital kann effizient und automatisiert genutzt werden. WIAM® ICE ist eine seit Jahren erfolgreich kommerziell eingesetzte Software auf dem Gebiet des Werk-

stoffdatenmanagements. Es versetzt Kunden in die Lage, innerhalb eines Systems alle werkstoffrelevanten Informationen aufzunehmen, transparent bereitzustellen, klassisch oder mit Methoden der KI zu analysieren und zu visualisieren. Dabei können Daten aus unterschiedlichen Bereichen miteinander verknüpft werden, um Redundanzen zu vermeiden, und Schnittstellen zu Prüfanlagen, Labor- und Produktdatensystemen automatisiert werden.

Mit der breiten Erfahrung, die die WIAM GmbH in der Oberflächentechnik (Lackiertechnik, Thermische Beschichtungsverfahren, Plasmaoberflächentechnik) hat, haben wir ein Datenmodell für WIAM® ICE entwickelt. Hierdurch sind wir in der Lage, die Anforderungen der Beschichtungstechnologien, die über die der klassischen Konstruktionswerkstoffe hinaus gehen, zu erfüllen. Spezielle Anforderungen einzelner Kunden lassen sich zudem einfach integrieren.



Kontakt

WIAM GmbH
Hermann-Reichelt-Straße 3
D-01109 Dresden
Tel.: +49 (0)351 8889-4488
info@wiam.de
www.wiam.de

Kostengünstiger Verschleißschutz mittels Carbonfasern in Nickellotwerkstoffen

Hartlote auf NiCrP-Basis sind verhältnismäßig niedrigschmelzende Legierungen mit hervorragenden Fließeigenschaften und guter Verarbeitbarkeit in einem Durchlaufofen, selbst unter reinem Stickstoff. Gegenwärtig werden sie hauptsächlich als Lotpulver zum Hartlöten von Edelstahlbauteilen verwendet.

Eine Modifizierung von NiCrP-Hartloten mit Kohlenstoff wird vorgeschlagen, um die Lotsysteme als verschleißbeständige Auftraglotbeschichtungen einsetzen zu können. Durch die Zugabe von Kohlenstoff zum Lotpulver kommt es beim Löten zu einer In-situ-Bildung von Chromcarbiden in den NiCrP-Legierungen. Die resultierenden Carbid-Ausscheidungen verstärken die Mikrostruktur der Hartlotlegierung und führen zu einer beträchtlichen Erhöhung der Härte und der Verschleißfestigkeit der hartgelöteten Beschichtung. In der vorliegenden Arbeit werden geeignete Materialkonzepte und Prozessbedingungen für die in situ Bildung von mit Carbid verstärkten Nickellotbeschichtungen vorgestellt und die positiven Auswirkungen auf die Leistungsfähigkeit der Schichten diskutiert.

Einleitung

Borfreie Hartlote auf NiCrP-Basis werden bevorzugt zum Fügen von Edelstahlbauteilen eingesetzt, die für den Betrieb bei hohen Temperaturen und korrosiven Belastungen ausgelegt sind. Aufgrund des signifikanten Gehaltes an Schmelzpunkt senkendem Phosphor werden auch bei Chromgehalten von mehr als 25 Gew.-% Schmelztemperaturen von unter 1000 °C bei gleichzeitig gutem Benetzungs- und Fließverhalten der Lote erreicht. Aufgrund dieser Eigenschaften eignen sich NiCrP-Hartlote hervorragend zum Löten von Stahlbauteilen in einem kosteneffizienten Förderbandofen unter Stickstoff als Schutzgas.

NiCrP-Hartlote finden gegenwärtig verbreitet Anwendung in der Herstellung von Abgassystemen von Autos. Gelötete AGR-Kühler, Gasfilter, Katalysatoren und Turbolader sind Komponenten, die für die Realisierung effektiver und schadstoffarmer Verbrennungsmotoren erforderlich sind. Allerdings ist absehbar, dass Verbrennungsmotoren in Autos künftig zunehmend durch Elektroantriebe ersetzt werden. Dies wird weitreichende Folgen für die Lieferanten von Hartlotwerkstoffen, Lötequipment und sonstigen mit der Löttechnologie verbundenen Dienstleistungen haben. Die Automobilindustrie ist weltweit der wichtigste Nutzer von Löttechnologie und neben den bereits genannten Teilen des Abgassystems gibt es eine Viel-

zahl weiterer gelöteter Komponenten in einem Auto, die zwangsläufig mit Verbrennungsmotoren verbunden sind. Schon aus diesen Gründen sind alternative Verwendungsmöglichkeiten für die eingesetzten Lotsysteme wünschenswert.

Des Weiteren werden Lötverfahren aber auch zum Beschichten von Bauteilen eingesetzt. Ein Beispiel hierfür sind verschleiß- und korrosionsbeständige Beschichtungen, insbesondere auf Stahlwerkzeugen [1]. Das Beschichten durch Löten ist jedoch gegenwärtig eine Nischenanwendung, da die verfügbaren Werkstoffe und Verfahren dafür verhältnismäßig teuer sind. Deshalb ist eine neue, kostengünstige Beschichtungstechnologie für Großserienanwendungen erforderlich. Gute Anwendungsbeispiele fänden sich im Bereich der Agrartechnik. Bei der Bodenbearbeitung unterliegen die bodenkontaktierenden Werkzeuge wie Eggenzinken, Ährenheber oder Säscheiben einer erheblichen Belastung, wodurch diese Werkzeuge zu Verschleißteilen mit begrenzter Lebensdauer werden. Die Erhöhung der Verschleißfestigkeit solcher Werkzeuge durch die Verwendung von Hochleistungswerkzeugstählen für dessen Herstellung oder aufwändiger Beschichtungstechnik ist aber zu teuer, da derartige Teile in sehr großen Stückzahlen in landwirtschaftlichen Geräten verbaut werden. Daher werden diese Werkzeuge für gewöhnlich aus einfachen Kohlen-

Kontakt

**Leibniz Universität Hannover
Institut für Werkstoffkunde**
An der Universität 2
D-30823 Garbsen
info@iw.uni-hannover.de
www.iw.uni-hannover.de

Hartlot-notation	Chemische Zusammensetzung /Gew.-%				Schmelzbereich / °C	Empfohlene Löttemperatur / °C
	Ni	Cr	P	Si		
B1	Rest	25	10	-	890-950	980-1095
B2	Rest	30	6	4	980-1020	1050-1120

Modifizierte Hartlotnotation	Zusammensetzung /Gew.-%			Löttemperatur und -zeit
	B1	B2	Kohlenstoff	
B1+C3.7	Rest	-	3.7	1040 °C, 10 min
B1+C5.0	Rest	-	5.0	
B2+C4.4	-	Rest	4.4	1090 °C, 10 min
B2+C5.0	-	Rest	5.0	

▲ Tab. 1: Eingesetzte Hartlote

◀ Tab. 2: Getestete Modifikationen von Hartloten mit Kohlenstoff

stoffstählen hergestellt, was zur Folge hat, dass diese nach relativ kurzen Betriebszeiten erneuert werden müssen.

Diese Studie zielt auf die Verwendung von NiCrP-Hartlotpulvern zur Erzeugung verschleißfester Beschichtungen unter Verwendung eines kostengünstigen und umweltfreundlichen Lotbeschichtungsverfahrens in einem Förderbandofen unter Stickstoff ab. Wesentlich dafür sind borfreie Hartlote, da Bor hochschmelzendes Bornitrid bildet, das verhindert, dass das Hartlotpulver in einer Stickstoffatmosphäre schmilzt und benetzt. Die Verschleißfestigkeit der NiCrP-Legierungen selbst ist jedoch eher begrenzt, da die Härte der Phosphidausscheidungen in diesen Legierungen wesentlich geringer ist als bei den borhaltigen NiCrBSi-Legierungen, die unter anderem auch als Verschleißschutzsysteme eingesetzt werden. Daher wurde im Rahmen dieser Arbeit eine Modifizierung von NiCrP-Hartloten durch Zugabe von Kohlenstoff durchgeführt, um beim

Hartlöten „in situ“ harte Chromcarbid-Ausscheidungen zu erzeugen. Im Folgenden werden Untersuchungen zu dieser Chromcarbidbildung in NiCrP-basierten Hartloten mit unterschiedlichen Kohlenstoffgehalten und Löttemperaturen vorgestellt und Ergebnisse zum Verschleißverhalten derartiger modifizierter Hartlotbeschichtungen auf unlegiertem Stahl präsentiert und diskutiert.

Experimentelles

Vorversuche mit verschiedenen Kohlenstoffspezifikationen haben gezeigt, dass Kohlenstofffasern mit einem Durchmesser von 7 µm und einer Länge von ca. 100 µm (R & G Faserverbundwerkstoffe GmbH, Waldenbruch, DE) am besten geeignet sind, um eine homogene Verteilung in Hartlotpulvern zu gewährleisten, wenn beide trocken gemischt werden. Darüber hinaus führt die kleine und definierte Abmessung der Fasern zusammen mit ihrem großen Oberflächen-Volumen-Verhältnis zu einer schnellen und quantitativen

metallurgischen Reaktion zwischen flüssigem Hartlot und Kohlenstoff. Für die Versuche wurden zwei NiCrP-Legierungspulver mit herkömmlicher Partikelgrößenverteilung (+ 20, -106 µm) und unterschiedlichem Chromgehalt und Schmelzbereich verwendet: (i) eine ternäre Legierung mit 25 Gew.-% Chrom (Wall Colmonoy Limited, W. Girard, USA), (ii) eine quaternäre Legierung mit 30 Gew.-% Chrom (Innobraze GmbH, Esslingen, DE) und Silizium als viertes Legierungselement, vgl. Tab. 1. Abhängig von der Menge der angebotenen Kohlenstofffasern können drei verschiedene Chromcarbide gebildet werden, nämlich Cr_{23}C_6 , Cr_7C_3 und Cr_3C_2 . Die beiden letztgenannten sind die gewünschten Ausscheidungen in der Mikrostruktur der Hartlotbeschichtung, da sie die höchste Härte aufweisen [2]. Entsprechend der Stöchiometrie von Cr_3C_2 und dem Chromgehalt der verwendeten Hartlote müssen dem Hartlot mindestens 3,7 Gew.-% bzw. 4,4 Gew.-% Kohlenstoff

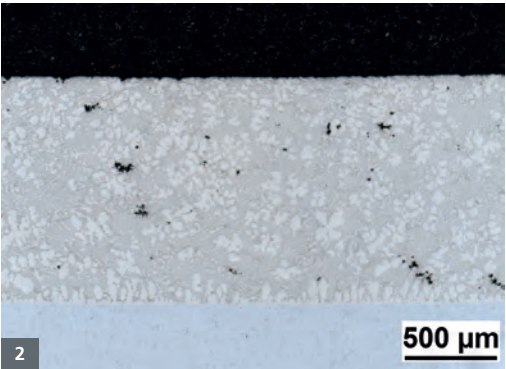
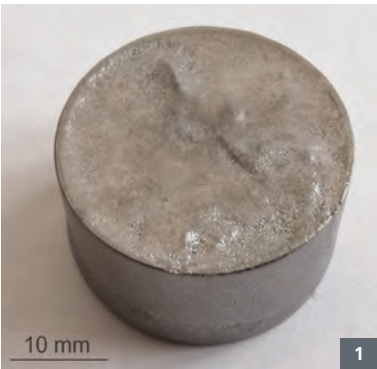


Abb. 1: Beschichtete Probe

Abb. 2: Lichtmikroskopische Aufnahme des Querschnitts der Beschichtung einer beschichteten Probe unter Verwendung von kohlenstoffmodifiziertem NiCrP-Hartlot

Schleifpapier	SiC, 120er Krönung, Erneuerung nach jedem Schleifschritt
Anpresskraft	25 N
Drehzahl des Probenhalters*	150 U/min
Drehzahl der Schleifscheibe*	150 U/min
Schleifzeit	30 s/Schritt

Tab. 3: Parameter der Verschleißprüfung bei Verwendung einer Schleifmaschine (*Probenhalter und Schleifscheibe haben dieselbe Rotationsrichtung)

beigemischt werden, um theoretisch sämtliches Chrom in das gewünschte Carbid zu überführen. Daher wurden Lotpulvermodifikationen sowohl mit stöchiometrischen Kohlenstoffzusatz als auch Mischungen mit überstöchiometrischem Kohlenstoffgehalt hergestellt, **vgl. Tab. 2**, in der auch die jeweiligen Prozessbedingungen beim Löten angegeben sind.

Die aufgeführten Mischungen wurden auf zylindrische Stahlproben (kohlenstoffarmer Stahl S235JR) mit $\varnothing = 30$ mm und $l = 25$ mm aufgebracht. Die Oberseiten der Zylinder wurden mit einem Fräser gesenkt, wobei ein umlaufender Rand von 1 mm Dicke

und 3 mm Höhe auf der Stirnseite belassen wurde. Diese Vertiefungen wurden dann mit dem Beschichtungsmaterial (jeweils ca. 7 Gramm) gefüllt. Als nächstes wurden die Probekörper in einem Hochvakuumofen unter Verwendung der in **Tab. 2** angegebenen Lötparameter gelötet. Dies führte zu gelöteten Beschichtungsdicken von typischerweise 1,5 mm, **siehe Abb. 1 und 2**. Zusätzlich wurden Referenzstahlproben mit reinen Hartlotpulvern als Beschichtungsmaterial auf die gleiche Weise hergestellt.

Metallographische Querschnitte der gelöteten Proben wurden hergestellt und die Beschichtungen durch

Lichtmikroskopie und Rasterelektronenmikroskopie (REM) analysiert, einschließlich energiedispersiver Röntgenanalyse (EDX) der Mikrostrukturen der verschiedenen Beschichtungsmaterialien, insbesondere in Bezug auf die Carbidphasen. Darüber hinaus wurden Härtemessungen (Vickers, Rockwell HRC) durchgeführt, um den Einfluss der Carbidausscheidungen auf die mechanischen Beschichtungseigenschaften zu quantifizieren.

Verschleißtests mit beschichteten und unbeschichteten Referenzproben wurden unter Verwendung einer automatischen Schleifmaschine zur Herstellung von metallografischen

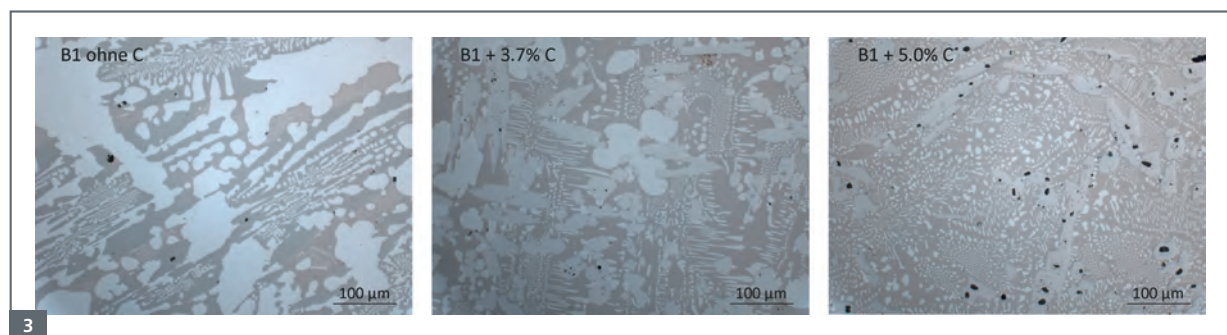
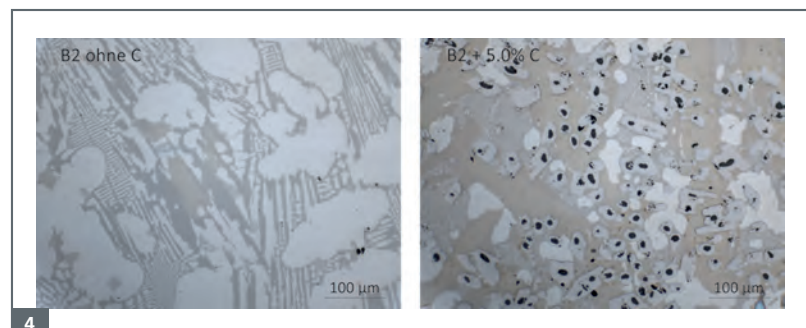


Abb. 3: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Mikrostruktur von gelötetem B1 ohne und mit Kohlenstoffzusätzen

Abb. 4: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Mikrostruktur von gelötetem B2 ohne und mit Kohlenstoffzusatz



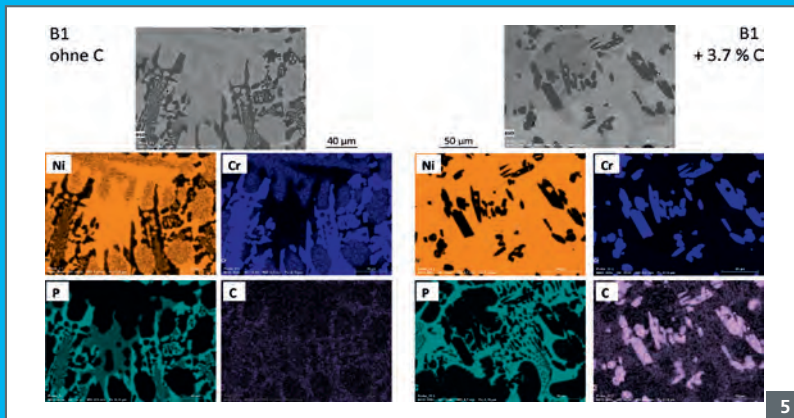


Abb. 5: Elementverteilungen in der Mikrostruktur von gelötetem B1 ohne und mit Kohlenstoffzusatz

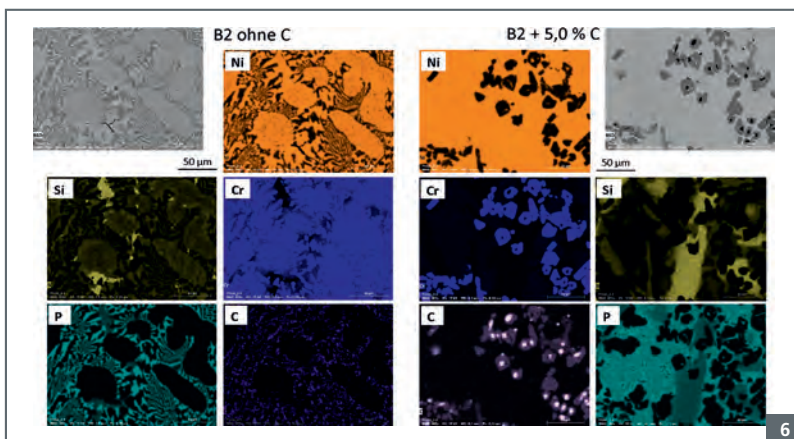


Abb. 6: Elementverteilungen in der Mikrostruktur von gelötetem B2 ohne und mit Kohlenstoffzusatz

Querschnitten durchgeführt. Aus Vorversuchen mit gleich großen Proben aus gehärtetem Werkzeugstahl X153CrMoV12 (Werkstoff-Nr. 1.2379) und unbeschichtetem Grundwerkstoff (kohlenstoffarmer Stahl S235JR) wurden geeignete Schleifparameter ermittelt, um den Bereich der zu erwartenden Massenverluste der verschiedenen Beschichtungen abzudecken, **siehe Tab. 3**. Vor Beginn der eigentlichen Messungen wurden die zu testenden Oberflächen vorgeschliffen, um für die Verschleißtests ebene Oberflächen mit ähnlichem topografischen Ausgangszustand zu gewährleisten. Die Massenänderung nach jedem Schleifschritt wurde durch Wägung mittels einer Analysenwaage bestimmt.

Ergebnisse und Diskussion

Abb. 3 und 4 zeigen ausgewählte lichtmikroskopische Bilder der gelöteten Beschichtungen. Sie veranschauli-

chen die Änderung der Mikrostruktur der Beschichtungen, wenn dem Hartlot Kohlenstoff zugesetzt wird. Die schwarzen Punkte in den Beschichtungen mit überstöchiometrischer Kohlenstoffzugabe (Bilder von B1 + 5% C und B2 + 5% C) sind verbleibende Kohlenstoffreste, die offensichtlich in Carbidphasen eingebettet sind, welche aus einer metallurgischen Reaktion der Kohlenstofffasern mit dem Hartlot gebildet wurden.

Die EDX-Messungen in **Abb. 5 und 6** geben Auskunft über die Elementverteilung innerhalb dieser Mikrostrukturen. Es ist zu erkennen, dass das Chrom, das ursprünglich in den reinen Hartloten in Form von Phosphiden gebunden ist, in den kohlenstoffmodifizierten Beschichtungen in Chromcarbid umgewandelt wurde. Der dabei freigesetzte Phosphor wiederum hat Nickelposphide in den kohlenstoffhaltigen Legierungen gebildet.

Die quantitative EDX-Punktanalysen ausgewählter Phasen in den **Abb. 7 und 8** dokumentiert ebenfalls diese Veränderung in der Mikrostruktur. Ein quantitativer Nachweis der tatsächlichen Chromcarbid-Zusammensetzung ist mit EDX schwierig, da die Konzentration sehr leichter Elemente wie Kohlenstoff mit dieser Methode nicht genau bestimmt werden kann. Die gleichen Grauschattierungen der Carbidphasen in den REM-Bildern zusammen mit ähnlichen Kohlenstoffverhältnissen zeigen jedoch, dass die meisten von ihnen eine ähnliche Zusammensetzung aufweisen. Die Tatsache, dass diese Carbide um reinen Kohlenstoff herum gebildet wurden (schwarze Punkte), legt nahe, dass vorzugsweise der kohlenstoffreichste Cr_3C_2 -Typ vorliegt. Die Phase in Position 3 in **Abb. 7 (rechts)** scheint jedoch ein Chromcarbid mit niedrigerem Kohlenstoffgehalt zu sein, vermutlich Cr_7C_3 . Diese Carbidphase wurde sporadisch in den B2+C-Varianten gefunden. Dafür kann grundsätzlich die höhere Löttemperatur oder das zusätzliche Silizium in diesem Hartlot verantwortlich sein. Eine starke Beeinflussung der Carbidbildung durch Silizium ist jedoch eher unwahrscheinlich, da das Silizium vorzugsweise in der reinen NiCrPSi-Legierung

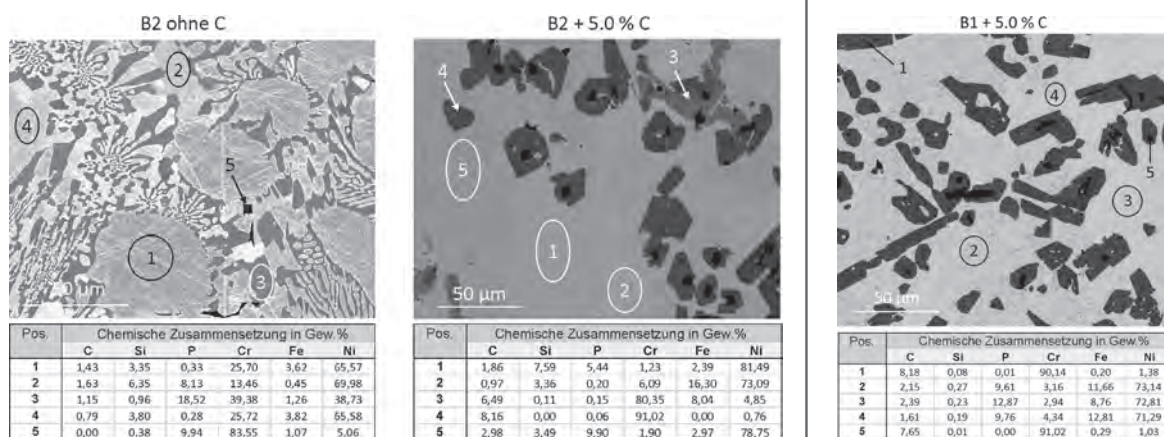


Abb. 7: Phasenanalysen in der Mikrostruktur von gelötetem B2 ohne (links) und mit (rechts) Kohlenstoffzusatz

Abb. 8: Phasenanalysen in der Mikrostruktur von gelötetem B1 mit 5 Gew.-% Kohlenstoffzusatz

sowie in der kohlenstoffmodifizierten Variante an das Nickel gebunden ist, wie aus den Elementverteilungen in **Abb. 6** hervorgeht.

Die beobachtete hohe Affinität von Chrom zu Kohlenstoff, die zu einer quantitativen Reaktion von Chrom zu Chromcarbid führt, stimmt mit in der Literatur beschriebenen Untersuchungen überein. Berthod et al. modifizierten binäre NiCr30-Legierungen durch Kohlenstoff-Beimischung von 2,5 bis 5 Gew.-% gefolgt von Wärmebehandlungen bei unterschiedlichen Temperaturen [3]. Im Gegensatz zur vorliegenden Studie ist die verwendete NiCr-Legierung im untersuchten Temperaturbereich (von 1000 °C bis 1200 °C) fest, so dass eine reine Festkörperreaktion stattfindet und daher für die Homogenisierung sehr lange Reaktionszeiten gewählt werden mussten (50 h). Dennoch wird in dieser Studie berichtet, dass bereits bei 1000 °C eine quantitative Reaktion von Chrom und Kohlenstoff stattgefunden hat. Den Autoren zufolge, die die Legierungen mittels Röntgenbeugungsmessungen analysierten, wurde ausschließlich das thermodynamisch stabilste

Carbid Cr_3C_2 gebildet, sofern zuvor ausreichend Kohlenstoff (> 3,5 Gew.-%) für diese Stöchiometrie zugesetzt worden war.

Relevante Ergebnisse von Härtemessungen sind in dem Diagramm von **Abb. 9** zusammengefasst. Erwartungsgemäß führte die Zugabe von Kohlenstoff zu den Hartloten zu einer signifikanten Erhöhung der Härte aufgrund der Chromcarbid-Ausscheidungen in der Mikrostruktur der Beschichtungen. So hat sich die Härte von $38,4 \pm 5,7$ HRC bei der reinen Hartlotbeschichtung B1 auf $60,2 \pm 4,7$ HRC bei der kohlenstoffmodifizierte Variante (B1 + 3,7 Gew.-% C) erhöht. Ein entsprechender Effekt mit nahezu identischen Härtewerten wurde für B2 und seine kohlenstoffmodifizierten Beschichtungen beobachtet, vgl. ebenfalls **Abb. 9**. In beiden Fällen haben die kohlenstoffmodifizierten Varianten eine Härte erreicht, die sogar geringfügig über dem Wert eines gehärteten Werkzeugstahls ($57,8 \pm 1,3$ HRC) liegt, der als Referenzwerkstoff zur Einordnung der Messergebnisse diente. Die Fehlerbalken geben die Standardabweichung jedes Wertes an, der aus mindestens 5 Einzelmessungen an jeder Probe ermittelt wurde.

Abb. 10 dokumentiert die Ergebnisse der durchgeführten Verschleißtests mit den Hartlotbeschichtungen auf B1-Basis. In dem Diagramm werden der Masseverlustfortschritt von reiner

B1-Beschichtung und modifizierter B1-Beschichtung mit 3,7 Gew.-% C über mehrere Schleifschritte (jeweils 30 s, vgl. **Tab. 3**) gezeigt. Die Fehlerbalken jedes Datenpunktes geben den Bereich der maximalen Werteschwankung an, die sich jeweils aus drei Proben, welche gleichzeitig in einer Einstellung getestet wurden, ergaben. Auch hier wurden dem Diagramm entsprechende Daten aus gehärtetem Werkzeugstahl als Referenz beigefügt.

In beiden Fällen wird ein linearer Masseverlust in Bezug auf die Schleifzeit beobachtet, der ein homogenes Verschleißverhalten über die Zeit und den Verschleißfortschritt der getesteten Beschichtungen anzeigt. Es ist zu beachten, dass der Massenverlust der kohlenstoffmodifizierten Beschichtung (B1 + 3,7 Gew.-% C) gegenüber der reinen Hartlotbeschichtung B1 erheblich reduziert ist und das Niveau des gehärteten Werkzeugstahls erreicht. Die Verschleißraten sind durch die Steigung der Linien gegeben, die sich aus einer linearen Anpassung der entsprechenden Versuchsreihen ergeben. In **Abb. 11** sind diese Verschleißraten – nun unter zusätzlicher Berücksichtigung der ebenfalls am Lotsystem B2 (NiCrPSi-Lot ohne/mit 4,4% C) durchgeführten Messungen – zusammengefasst.

So verschliss eine reine B1-Beschichtung mit einer Rate von 4,59 mg/s, während die kohlenstoffmodifizierte

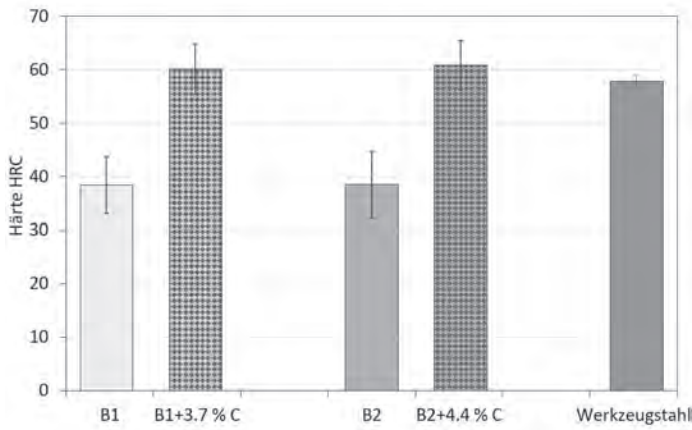


Abb. 9: Rockwell-Härtedaten der gelöteten Schichten und des als Referenz verwendeten gehärteten Werkzeugstahls 1.2379

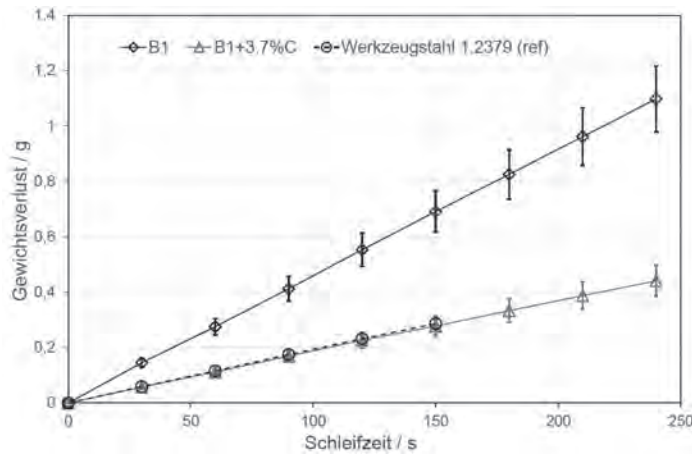


Abb. 10: Entwicklung des Massenverlustes von oberflächenbeschichteten Verschleißkörpern ($\varnothing$ 30 mm) und gehärtetem Werkzeugstahl 1.2379 ($\varnothing$ 30 mm) beim Schleifen auf einer Schleifmaschine in 30 s dauernden Einzelschritten

Schlussfolgerungen

In der vorliegenden Studie wurden Hartlotbeschichtungen auf NiCrP-Basis, die sich mit niedrigen Schmelzpunkten und guter Verarbeitbarkeit auszeichnen, mittels gemahlener Carbonfasern modifiziert, um die Leistungsfähigkeit der Legierungen im Hinblick auf eine Anwendung als Verschleißschutzschichten zu erhöhen. Die wichtigsten Ergebnisse lassen sich wie folgt zusammenfassen:

- Bei Zugabe von Kohlenstoff zu NiCrP(Si)-Lotpulvern setzt während des Lötprozesses eine chemisch-metallurgische Reaktion zwischen dem zugesetzten Kohlenstoff und dem Chrom aus der Lotlegierung ein, die zur Bildung von Chromcarbid-Ausscheidungen im Lotgefüge führt.
- Bei stöchiometrischer Zugabe von Kohlenstoff (bezogen auf den jeweiligen Chromgehalt im Lot) und Lotwerkstoff-typischen

Variante (mit 3,7% C-Zumischung) nur eine Verschleißrate von 1,85 mg/s aufwies, was im Wesentlichen mit dem Wert des gehärteten Werkzeugstahls (1,93 mg/s) identisch ist. Ähnliche Verschleißraten wurden mit den B2-Beschichtungen mit/ ohne C-Zumischung erhalten, wie

das Balkendiagramm in **Abb. 11** dokumentiert.

Folglich ist der Verschleiß der kohlenstoffmodifizierten Hartlotbeschichtungen um mindestens 50% im Vergleich zu den reinen Hartlotbeschichtungen reduziert.

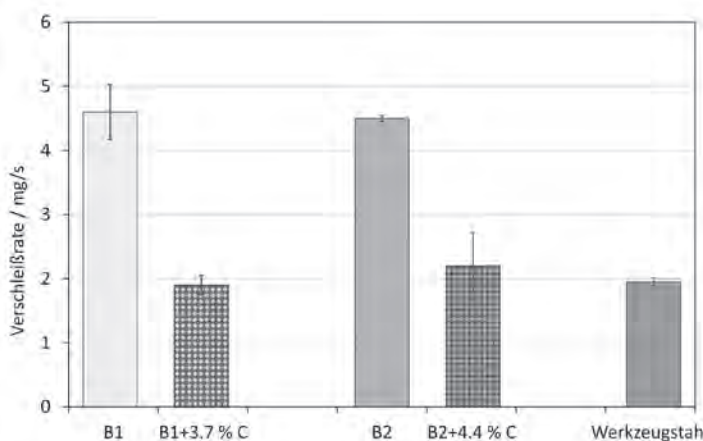


Abb. 11: Vergleich der Verschleißraten der untersuchten Schichtsysteme und des gehärteten Werkzeugstahls 1.2379

Lötprozessbedingungen ist der Kohlenstoffumsatz vollständig, wenn die Kohlenstoffzugabe in Form gemahlener Carbonfasern erfolgt.

- Die Härte der kohlenstoffmodifizierten Hartlotbeschichtungen wurde aufgrund der resultierenden Chromcarbid-Ausscheidungen in der Mikrostruktur der Beschichtung von 38 HRC auf 60 HRC erhöht.
- Der abrasive Verschleiß der kohlenstoffmodifizierten Lotbe-

schichtungen gegenüber SiC-Schleifpapier ist im Vergleich zu entsprechenden reinen Lotbeschichtungen bei Schleifversuchen mit einem Schleifautomaten um mindestens 50 Prozent reduziert.

- Die kohlenstoffmodifizierte NiCrP(Si)-Beschichtungen haben eine ähnliche Härte und Verschleißfestigkeit wie ein gehärteter Werkzeugstahl (Werkstoffnummer 1.2379).

Insgesamt weisen die vorgestellten Resultate einen praktikablen

und kostengünstigen Weg zur löttechnischen Herstellung von Verschleißschutzbeschichtungen auf Stahlbauteilen und -werkzeugen für mannigfaltige Anwendungen. Gleichzeitig wird mit der Verwendung der modifizierten Lote als Beschichtungswerkstoff eine alternative Nutzung von NiCrP-Loten zum gegenwärtigen Einsatzgebiet (Löten von Abgaskomponenten) möglich, die die erwarteten Umsatzeinbrüche bei den hiermit verbundenen Löttechnologien infolge der Abkehr von Verbrennungsmotoren wirkungsvoll kompensieren könnten.

Literatur

- [1] H. Krappitz: Auftraggelötete Verschleißschutzschichten in F.-W. Bach, K. Möhwald, A. Laarmann, T. Wenz (Hrg.), Moderne Beschichtungsverfahren 2. Aufl., Wiley-VCH, Weinheim, 2004
- [2] Hussainova, I., Jasiuk, I., Du, X., Cabassa, D., & Pirso, J. (2008). Mechanical properties of chromium carbide based cermets at micro-level. In Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials - 2008, Proceedings of the 2008 World Congress on Powder Metallurgy and Particulate Materials, PowderMet 2008 (pp. 10180-10191)
- [3] P. Berthod, E. Souaillat, O. Hestin, L. Arande: Experimental and thermodynamic study of nickel (30 wt.-%Cr) – based alloys containing between 2.5 and 5.0 wt.% carbon, Int. J. Mater. Res. (formerly Z. Metallkd.) 103 (2012) 11

Danksagung

Wir danken Anja Krabbenhöft für die Durchführung der REM-Analyse und André Langohr für seine Unterstützung bei der metallografischen Analyse und Härtemessung. Weiterer Dank geht an Ulf Vogel für die Durchführung der Verschleißtests.

SOMMER Diamant Abrasive GmbH – Diamantpoliermittel & Diamantdrähte

SOMMER Diamant Abrasive ist spezialisiert auf die Herstellung und den Vertrieb von hochwertigen diamantbasierten Schleif- und Poliermitteln, Poliertüchern sowie Diamantdrähten.

Die Firma SOMMER ist ein verlässlicher Partner in den Bereichen Trennen, Schleifen und Polieren. Langjährig bewährte Produkte finden Anwendung in den Sparten Optik, Keramik, Dental und Metall.

Als Nachfolger der 1985 gegründeten Firma Gerd Sommer Präzisionstechnik (Usingen) baut die neuge-

gründete SOMMER Diamant Abrasive GmbH dabei auf über 30 Jahre Erfahrung im Bereich der Diamantpoliermittel und Diamantdrähte auf. Eine exzellente Produktqualität bei wesentlich dichter Diamantkonzentration sowie eine individuelle Kundenbetreuung stehen bei SOMMER im Mittelpunkt und haben oberste Priorität.

Bis ins kleinste Detail findet SOMMER zusammen mit dem Kunden ein optimales Produkt für dessen technische Bedürfnisse und Anforderungen.

Einen Überblick über das Sortiment an Standard- und Spezialprodukten bietet die zweisprachige Homepage (Deutsch/Englisch) seinen Kunden im In- und Ausland.

SOMMER Diamant Abrasive GmbH



Ihr Spezialist für hochwertige
Diamantpoliermittel & Diamantdrähte

- DIAMANTSUSPENSIONEN
- DIAMANTPASTEN
- DIP®-POLIERTÜCHER
- SPEZIAL-POLIERTÜCHER
- DIAMANTSCHMIERMITTEL
- DIAMANTDRÄHTE

SOMMER Diamant Abrasive GmbH
Kellereigasse 17 | D-97776 Eußenheim

Fon: +49 (0)9353 – 90 99 652
mail@sommer-da.com
www.sommer-da.com



Anfragen zur kostenfreien Übersendung von
Belegexemplaren oder zwecks redaktioneller Mitarbeit
richten Sie bitte an



Institut für Wissenschaftliche Veröffentlichungen (IWV)

Finkenstraße 10 • D-68623 Lampertheim

www.institut-wv.de

Telefon 06206 939-0 • info@alphapublic.de

20.–24. APRIL 2020

DIE TRANSFORMATION IST ÜBERALL. IHR HERZ SCHLÄGT IN HANNOVER.

*Wir begleiten die industrielle Transformation seit über 70 Jahren –
als Motor, Impulsgeber und Wegweiser.
Werfen Sie einen Blick in die Zukunft: auf der HANNOVER MESSE.
Be part of it: hannovermesse.de #HM20*



MAKING
INDONESIA
4.0

PARTNER COUNTRY 2020

HOME OF INDUSTRIAL PIONEERS


HANNOVER
MESSE

Fluoropor – Superabweisende Oberflächen mit vielseitigen Einsatzmöglichkeiten

Superabweisende Oberflächen können aufgrund ihrer speziellen Beschichtung nicht von Flüssigkeiten benetzt werden. Diese Eigenschaft verspricht eine Vielzahl von Anwendungen – wie zum Beispiel abweisende Kleidung, selbst-reinigende Glasscheiben oder korrosionsresistente Metalloberflächen.

Superabweisende Oberflächen sind in den letzten Jahren immer mehr in den Fokus der Material- und Ingenieurwissenschaften geraten, da sie vielfältige Anwendungsmöglichkeiten anbieten, wie Anti-Graffiti-Beschichtungen oder wasserabweisende Textilien. Superabweisenden Oberflächen können von bestimmten Flüssigkeiten nicht benetzt werden. Um den Effekt der Superabweisung, auch als „Lotus-Effekt“ bekannt, zu quantifizieren, werden üblicherweise zwei Messwerte herangezogen. Zum einen der **Kontaktwinkel θ** , der innerhalb des Flüssigkeitstropfen zwischen der festen Oberfläche und dem Umgebungsmedium liegt (siehe Abb. 1) und zum anderen der **Abrollwinkel**, also der Winkel um den die abweisende Oberfläche gekippt werden muss, damit der

Flüssigkeitstropfen rückstandslos abläuft. Damit eine Oberfläche als „superhydrophob“ (vollständig wasserabweisend) gilt, muss sie für Wasser einen Kontaktwinkel von mindestens 150° und einen Abrollwinkel von maximal 10° aufweisen [1].

In der Natur sind bereits einige Pflanzen und Tiere bekannt, deren Haut superhydrophobe [2] oder sogar superoleophobe [3] (ölabweisende) Eigenschaften aufweist. Der Schlüssel zur Erzeugung von Superabweisung auf einer Oberfläche ist die Modifizierung mit einer Mikro-/Nanostruktur. Hierdurch berührt der Flüssigkeitstropfen nur die Spitzen der Strukturen und hält zwischen diesen einen Luftfilm aufrecht, wodurch eine vollständige Benetzung der Oberfläche verhindert (siehe Abb. 1c) wird. Bei der namensgebenden Lotuspflanze beruht die Superabweisung von Wasser zum einen auf der chemischen Zusammensetzung der Blattoberfläche (Wachse) und zum anderen auf einer speziellen Oberflächentopographie (Papillen auf der Mikro- bis Nanoebene).

Herstellung

Um superabweisende Oberflächen herzustellen, können zum einen beispielsweise vorfunktionalisierte Nanopartikel auf Substraten abgeschieden werden und so eine Rauigkeit erzeugt werden. Zum anderen können vorstrukturierte Oberflächen

durch Gasphasenabscheidungen oder durch nasschemische Reaktionen nachbehandelt werden. Die so erzeugten Oberflächen sind allerdings nicht widerstandsfähig gegenüber mechanischem Abtrag und die Verbindung mit technischen Substraten ist schwierig.

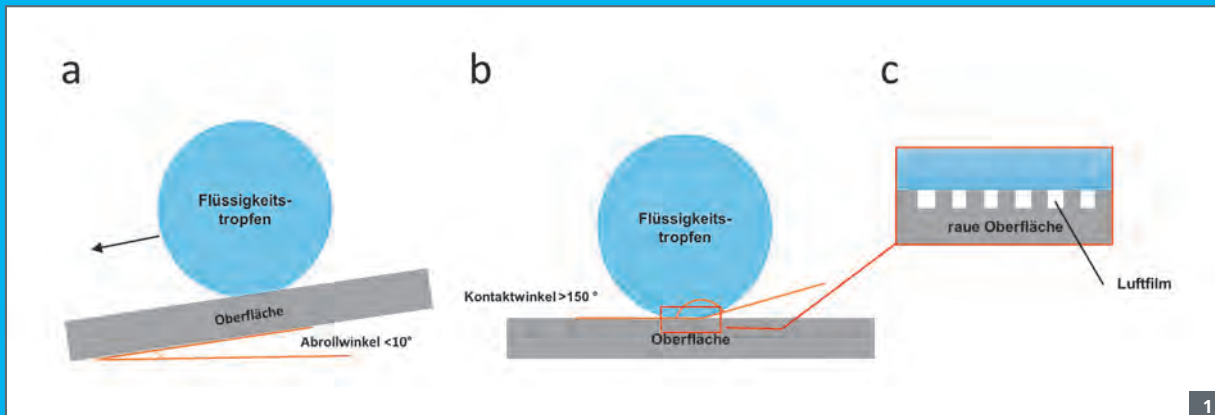
Fluoropor ist ein superabweisendes Material, das in einem kostengünstigen Einschnittverfahren hergestellt werden kann. Dabei erfordert das Material keine weitere Nachbehandlung, um wasserabweisend zu sein. Fluoropor ist ein volumenporöser Polymerschäum, der durch Emulgieren eines Porogens in der Monomermischung seine raue und porige Struktur erhält. Durch die durchgehende Strukturierung des Materials verliert Fluoropor bei äußeren mechanischen Einwirkungen seine superhydrophoben Eigenschaften nicht (Abb. 2). Fluoropor erreicht für Wasser einen Kontaktwinkel von $163,7 \pm 6,8^\circ$ und einen Abrollwinkel von $6,6 \pm 1,7^\circ$. [4]

Dank der kleinen Poren ist Fluoropor ein transparentes superhydrophobes Material, das als Beschichtung auf unterschiedlichsten Substraten, wie Glas, Metallen (Gold, Kupfer, Stahl), Textilien und Kunststoffen Verwendung findet (Abb. 3). [4] Beim Eintauchen von Fluoropor unter Wasser bleibt ein dünner Luftfilm, die Salvinia-Schicht, auf der Fluoropor-Oberfläche haften, der eine Benetzung verhindert (Abb. 3f).

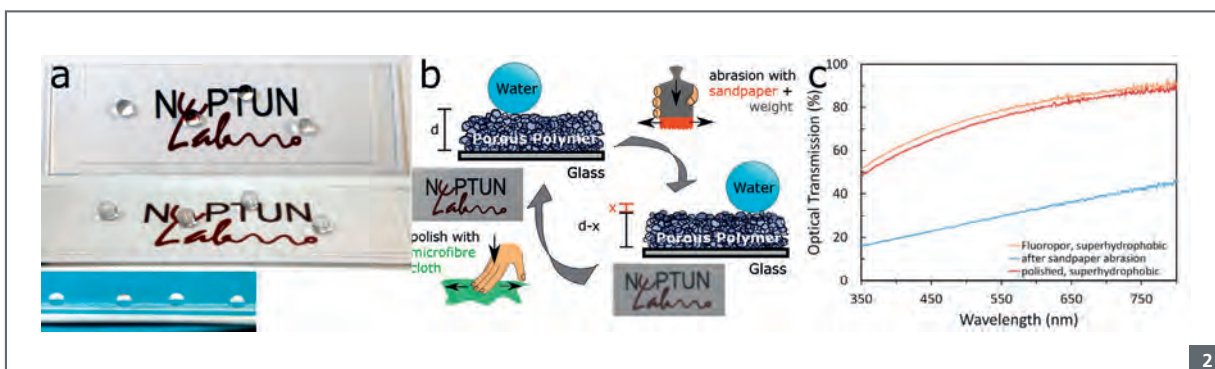
Kontakt

Albert-Ludwigs-Universität
Freiburg
Institut für Mikrosystemtechnik
(IMTEK)

Prof. Dr.-Ing. habil. Bastian E. Rapp
Georges-Köhler-Allee 103
D-79110 Freiburg im Breisgau
Tel.: +49 (0)761 203-7351
Bastian.Rapp@imtek.de
Bastian.Rapp@neptunlab.org
www.neptunlab.org



1

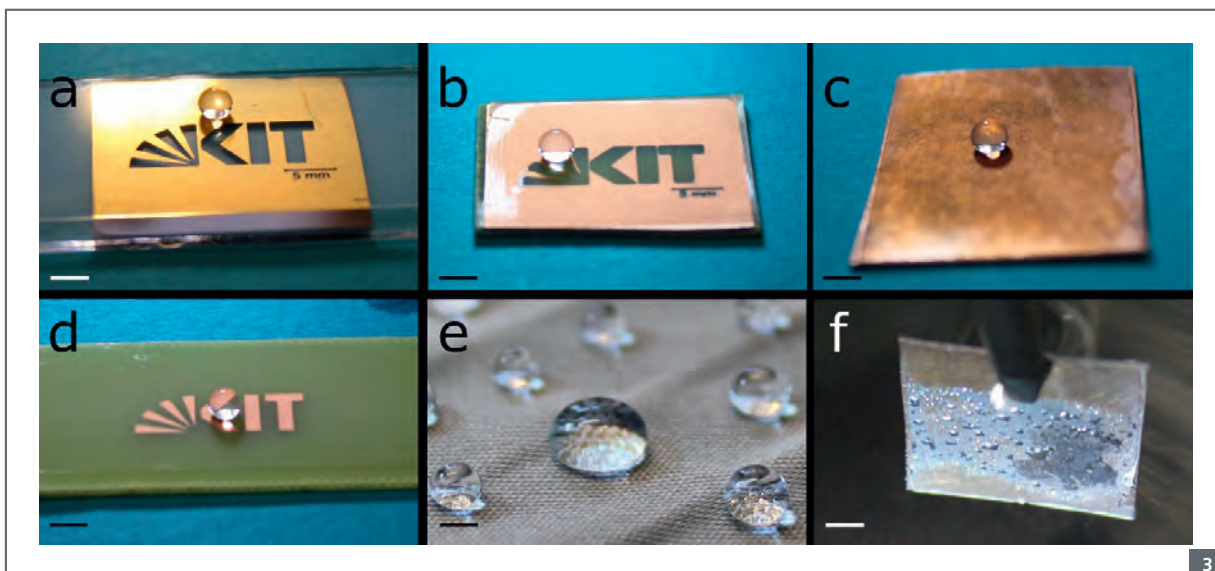


2

Abb. 1: Messwerte zur Bestimmung der Superabweisung auf Oberflächen. Ein Flüssigkeitstropfen auf einer superabweisenden Oberfläche muss (a) einen Abrollwinkel $< 10^\circ$ und (b) einen Kontaktwinkel größer 150° aufweisen. c) Der superabweisende Effekt wird erreicht durch die Kombination eines geeigneten Materials mit einer geeigneten Rauigkeit der Oberfläche, die das Eindringen der Flüssigkeit in die Poren durch das Festhalten eines Luftfilms verhindert. Diesen Mechanismus nutzt beispielsweise die Lotus Pflanze um Wassertropfen abzuweisen.

Abb. 3: Fluoropor auf unterschiedlichen Substraten mit Wassertropfen. a) Goldschicht (Chrom-Haftschrift auf Glas, partiell geätzt); b) Kupfer (auf Epoxy-Leiterplatte, partiell geätzt); c) Kupferblech; d) Epoxy-Leiterplatte (mit Kupferschicht, partiell geätzt); e) Mikrofaserstuch; f) Salvinia-Schicht (Luftfilm) des Kupferbleches unter Wasser. Größenbalken: 5 mm. Bilder mit Erlaubnis der Nature Publishing Group reproduziert aus Helmer et al. [4].

Abb. 2: Superabweisung auf Fluoropor. a) Fluoropor-Beschichtung auf Glas mit Wassertropfen. b) + c) Abrieb von Fluoropor: beim Abreiben der obersten Schicht verringert sich zwar die Transparenz, aber die Superhydrophobizität bleibt erhalten und durch Polieren lässt sich die Transparenz wieder herstellen. Bilder mit Erlaubnis der Nature Publishing Group reproduziert aus Helmer et al. [4].



3

Fluoropor kann auch als sogenannte Fluoropor-SLIPS (slippery liquid infused porous surfaces) eingesetzt werden, die eine etwaige Anhaftung und das Wachsen eines unerwünsch-

ten Biofilms signifikant reduzieren. SLIPS sind poröse Oberflächen, die mit einem Schmiermittel überzogen sind. Die so präparierten Fluoropor-SLIPS wurden mit unterschiedlichen

Porengrößen hergestellt und in einer mikrofluidischen Zelle auf die Anhaftung eines Biofilms hin untersucht. Hierbei waren die Proben mit sehr kleinen Poren und niedriger Rauigkeit effizienter im Hinblick auf die Reduktion des Biofilmwachstums als Proben mit großen Poren [5].

Literatur

- [1] Butt, H.-J.; Roisman, I. V.; Brinkmann, M.; Papadopoulos, P.; Vollmer, D.; Semperebon, C. Characterization of Super Liquid-Repellent Surfaces. *Curr. Opin. Colloid Interface Sci.* 2014, 19 (4), 343–354. <https://doi.org/10.1016/j.cocis.2014.04.009>.
- [2] Drelich, J.; Chibowski, E.; Meng, D. D.; Terpilowski, K. Hydrophilic and Superhydrophilic Surfaces and Materials. *Soft Matter* 2011, 7 (21), 9804–9828. <https://doi.org/10.1039/C1SM05849E>.
- [3] Hensel, R.; Helbig, R.; Aland, S.; Braun, H.-G.; Voigt, A.; Neinhuis, C.; Werner, C. Wetting Resistance at Its Topographical Limit: The Benefit of Mushroom and Serif T Structures. *Langmuir* 2013, 29 (4), 1100–1112. <https://doi.org/10.1021/la304179b>.
- [4] Helmer, D.; Keller, N.; Kotz, F.; Stolz, F.; Greiner, C.; Nargang, T. M.; Sachsenheimer, K.; Rapp, B. E. Transparent, Abrasion-Insensitive Superhydrophobic Coatings for Real-World Applications. *Sci. Rep.* 2017, 7 (1), 1–6. <https://doi.org/10.1038/s41598-017-15287-8>.
- [5] Keller, N.; Bruchmann, J.; Sollich, T.; Richter, C.; Thelen, R.; Kotz, F.; Schwartz, T.; Helmer, D.; Rapp, B. E. Study of Biofilm Growth on Slippery Liquid-Infused Porous Surfaces Made from Fluoropor. *ACS Appl. Mater. Interfaces* 2019, 11 (4), 4480–4487. <https://doi.org/10.1021/acsami.8b12542>.

Fazit

Fluoropor ist ein transparentes, leicht herstellbares, poröses Material, das durch seine superhydrophoben Eigenschaften vielfältig einsetzbar ist. Verschiedenste Oberflächen, darunter Glas, Metalle und Textilien konnten bereits beschichtet und somit wasserabweisend funktionalisiert werden. Eine Vielzahl an Anwendungen von der Medizin über die Automobilindustrie bis hin zum maritimen Gütertransport sind denkbar.

Vollautomatische Roboterlackieranlage bei Stork Oberflächentechnik

Die erste vollautomatische Roboterlackierstraße für Serienfertigung eröffnet Stork im Juni 2018. Mit einem Fanuc-Lackierroboter der neuesten Generation werden Werkstücke aus den verschiedensten Werkstoffen innerhalb kürzester Zeit mit individueller Schichtstärke und konstanter Qualität lackiert.

Möglich macht dies eine eigens dafür entwickelte Sechseinhalb-Zonen-Nano Untergrundvorbehandlungsanlage. Dabei spielt es keine Rolle ob es sich um Metall, Kupfer, Guss, Kunststoff oder Holz handelt.

Werkstücke mit maximalen Abmessungen von 1500 x 1000 x 1000 mm und Stückgewichten von bis zu 100 kg können problemlos behandelt werden.

Neben der automatischen Überwachung sämtlicher relevanter Parameter der Lackierstraße, findet der Prozess unter den strengen Kontrollen von staatlich geprüften Frosio Level III-Inspektoren statt.

Diese optimale Prozesssicherheit ermöglicht Stork Lackierungen auf Automotive-Niveau. Neben der flexiblen, zügigen Bearbeitung (24/7) und der konstanten Qualität sind extrem niedrige Preise möglich, die der einer manuellen Bearbeitung in keiner Relation stehen.

Für eine reibungslose Abwicklung gehören neben dem eigenen Fuhrpark, Maskierung, Verpackung und Labeln nach Kundenwunsch zum Service. Die Lackierstraße ist an die hochmoderne Abluftreinigungsanlage angeschlossen, in die bereits früh investiert wurde. Eine Investition in eine saubere Zukunft.



Kontakt

Hans Stork
Betriebsgesellschaft mbH
Körnebachstraße 10-60
D-44143 Dortmund
Tel.: +49 (0) 231 559030
Fax: +49 (0) 231 5590333
anfrage@stork-oberflaechentechnik.de
www.stork-oberflaechentechnik.de

Hans Stork Betriebsgesellschaft mbH



Vollautomatische Roboterlackierung

STORK®
OBERFLÄCHENTECHNIK

Millionenfach konstante Qualität

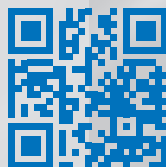
Körnebachstraße 10-60 · 44143 Dortmund · Telefon: 0231-55903-0 · E-Mail: info@stork-oberflaechentechnik.de

www.stork-oberflaechentechnik.de



Das Mitglieds- und Forschungsmagazin der
Deutschen Gesellschaft für Materialkunde
dialog.

Anfragen zur kostenfreien Übersendung von
Belegexemplaren oder zwecks redaktioneller Mitarbeit
richten Sie bitte an



Institut für Wissenschaftliche Veröffentlichungen (IwV)

Finkenstraße 10 • D-68623 Lampertheim

www.institut-wv.de

Telefon 06206 939-0 • info@alphapublic.de

AIRTEC MUEKU GmbH

Effiziente Abluflösungen für Ihre Anforderungen

Die AIRTEC MUEKU GmbH ist Ihr Komplettanbieter für innovative und umweltfreundliche Abluftreinigungstechnologien. Durch stetige Innovationen und jahrzehntelange Erfahrung zählen wir zu den führenden Firmen der Branche in Europa.

Wir entwickeln, produzieren und installieren weltweit hochwertige Ab- und Zulufttechnik mit optionaler Wärmerückgewinnung. Durch Forschung und Entwicklung garantieren wir unseren Kunden stets den neuesten Stand der Technik. Wir zeigen Ihnen die Möglichkeiten einer Abluftanlage und beraten unsere Kunden im Hinblick auf die größtmögliche Energieeffizienz. Wir machen verloren geglaubte Energie, mittels Wärmerückgewinnung, wieder nutzbar und kühlen gleichzeitig zum Beispiel Prozesse oder Gleichrichter. Auch für Beratung im Genehmigungsprozess und Sanierung von Altanlagen sind wir der richtige Ansprechpartner.

Durch die Mitarbeit in Gremien, Ausschüssen und die enge Zusam-

menarbeit mit Berufsgenossenschaften und Verbänden, garantieren wir unseren Kunden zum einen die Einhaltung der aktuellen Gesetzgebung und eine umfassende Beratung in diesen Themen. Der entscheidende Teil einer effizienten Anlage liegt in deren sorgfältiger Planung und Konstruktion. Wir übernehmen für Sie das komplette Management und führen Ihr Abluft- und Zuluftprojekt zum Erfolg. Dabei begleiten und beraten wir Sie von der ersten Idee, über die Konstruktion und Fertigung, bis zur Inbetriebnahme und Wartung in Absprache mit allen beteiligten Unternehmen.

Bei Service und Wartung, auch für Fremdanlagen, unterstützen wir Sie mit unserem Fachwissen und warten

Ihre Anlagen jeden Fabrikates auf Wunsch regelmäßig und gewissenhaft. Dadurch gewinnen Sie Sicherheit, die Anlagenverfügbarkeit steigt und die Funktion wird regelmäßig überprüft. Gerne überprüfen wir Ihre Abluftanlage im Hinblick auf die aktuelle Gesetzgebung, beraten Sie dazu und erarbeiten einen Maßnahmenplan, wenn notwendig.

Kontakt

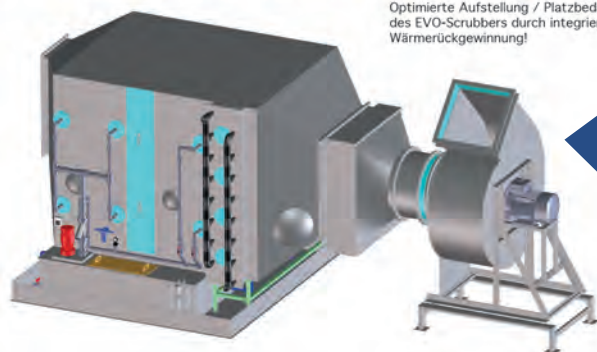
AIRTEC MUEKU GmbH

Im Ganzacker 1
56479 Elsoff / Westerwald
Tel.: +49 (0)2664 997386-0
info@airtec-mueku.de
www.airtec-mueku.de

AIRTEC MUEKU GmbH

DER NEUE EVO-SCRUBBER mit integriertem Wärmerückgewinnungsmodul

Optimierte Aufstellung / Platzbedarf
des EVO-Scrubbers durch integrierte
Wärmerückgewinnung!



VORTEILE AUF EINEN BLICK:

- Bis zu 20 % höhere Leistung¹⁾
- Preisvorteil bis zu 40 %¹⁾
- Platzsparende Aufstellung durch Integration der WRG im Wäscher
- Kein zweites Aggregat notwendig
- Keine Kondensatverrohrung notwendig, da integriert
- Optimiertes Flüssigkeitsmanagement durch Integration
- Optimale Reinigungsbesprühung aus der Wäschervorlage
- Staatlich gefördert mit bis zu 30 % (KfW FP 494 – Abwärme Investitionszuschuss)²⁾

Sprechen Sie uns an, unsere erfahrenen Ingenieure beraten Sie gerne, auch im Hinblick auf eine mögliche staatliche Förderung der Maßnahme.

1): Gegenüber dem bisherigen WRG-KVS-System mit nachgeschaltetem Wärmetauscher. Abhängig von Kundenvorgaben.

2): Voraussetzungen für eine Förderung gemäß Merkblatt zu Förderprogramm 494. Das Merkblatt kann durch die AIRTEC MUEKU GmbH zur Verfügung gestellt werden. Zur Beantragung wird ein, von der KfW zugelassener, Energieberater benötigt.



Surface Engineering: Innovative Zerspanungsprozesse zur definierten Einstellung von Bauteileigenschaften

^a wbk Institut für Produktionstechnik, KIT

^b Institut für Angewandte Materialien – Werkstoffkunde, KIT

Einleitung

Zerspanungsprozesse sind einer der wichtigsten Prozessschritte bei der Herstellung metallischer Bauteile. Durch diese Prozesse werden Zielgrößen wie die Erreichung der geometrischen Merkmale oder aber auch weitere randschichtnahe Bauteilzustände, wie Eigenspannungen, Korngrößenverlauf oder Phasen, bewusst oder unbewusst eingestellt. Diese Bauteilzustände sind in der späteren Verwendung des Bauteils entscheidend für erreichbare Lebensdauern bspw. unter zyklischer oder tribologischer Beanspruchung.

In Zerspanungsprozessen sind Prozessstellgrößen, wie der Vorschub oder die Schnittgeschwindigkeit, wichtige Stellgrößen für die gezielte Einstellung dieser Randschichtzustände. Aber auch der Einsatz von Kühlschmierkonzepten kann eine

entscheidende Rolle bei der Beeinflussung des thermo-mechanischen Lastkollektives und der damit einhergehenden bauteilseitigen metallphysikalischen Vorgänge spielen. Werkzeugseitig sind Kühlschmierkonzepte bei vielen Zerspanungsprozessen auch deshalb nicht mehr wegzudenken, da durch Einsatz von Kühlschmierstoffen Störgrößen, wie einsetzendem Werkzeugverschleiß, entgegengewirkt werden kann.

Durch den Einsatz innovativer Fertigungsprozesse lassen sich also Bauteileigenschaften, wie die Wechselfestigkeit, und die Standzeit von Zerspanungswerkzeugen optimieren. Ergebnis ist eine Erhöhung der Lebensdauer des Bauteils und des Werkzeugs. Gleichzeitig können die optimierten Bauteileigenschaften auch dazu genutzt werden, die Bauteile bei gleicher Leistungsfähigkeit kleiner auszulegen. Hieraus können nicht nur erhebliche Gewichtseinsparungen von schwingenden oder rotierenden Bauteilen sondern auch umfangreiche neue konstruktive Möglichkeiten in der Produktentwicklung resultieren.

Die Auslegung und über Fertigungsprozesse realisierte Einstellung von Randschichtzuständen wird Surface Engineering genannt. Die Zusammenhänge zwischen Prozessen, Randschichtzuständen und Bauteileigenschaften ist schematisch in **Abb. 1** dargestellt.

Surface Engineering ist also eine Methode zur Erhöhung der Ressourceneffizienz in der Fertigung. Die Anwendung des Surface Engineering kann je nach Strategie bereits während der Fertigung Ressourcen schonen oder aber Zusatzaufwände benötigen. Daher ist es im Kontext der Ressourceneffizienz von zentraler Bedeutung, je nach Einsatzbedingungen der zu optimierenden Bauteile etwaige Zusatzaufwände gegenüber dem Einsparpotential über die Bauteillebensdauer abzuwägen. Dabei ist grundsätzlich der verwendete Werkstoff von größter Bedeutung, da er die Möglichkeiten und Grenzen der Bearbeitbarkeit festlegt, sowie die lokal und global erreichbaren Bauteileigenschaften bestimmt. Der Einsatz von Werkstoffen, Hilfsstoffen und Werkzeugen sowie die insgesamt aufgewendete Fertigungszeit und der vollständige Energieeinsatz sollten dazu auf die Prozesskette und die Bauteillebensdauer bezogen werden.

1. Angewandtes Surface Engineering

In einer Reihe von Fertigungsprozessen wird bereits heute Surface Engineering mit den unterschiedlichsten Zielgrößen angewandt. So ist bei schwingend belasteten metallischen Komponenten die Lebensdauer stets im Fokus von Prozessoptimierungen. Aber auch Fragestellungen aus dem Bereich der Tribologie kommen zunehmend in den Fokus. Im Folgenden werden aktuelle Fragestellungen

Kontakt

**Karlsruher
Institut für Technologie (KIT)**
Kaiserstraße 12
D-76131 Karlsruhe
michael.gerstenmeyer@kit.edu
eric.segebade@kit.edu
volker.schulze@kit.edu
www.kit.edu

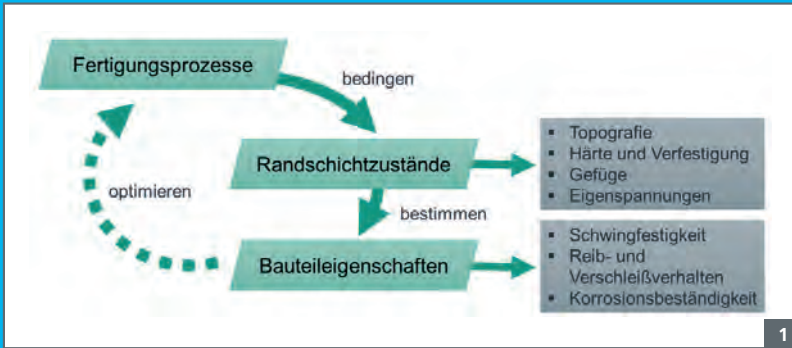


Abb. 1: Surface Engineering in der Fertigung, schematische Darstellung.

aus der industrienahen Forschung vorgestellt. Hierbei werden sowohl spanende Fertigungsverfahren als auch Verfahren zur mechanischen Oberflächenbehandlung im Kontext der gezielten Einstellung von Lebensdauer und tribologischem Verhalten betrachtet.

1.1 Einfluss der Prozessführung beim Drehen von 42CrMo4

Ausgangssituation und Ziel

Neben den klassischen Prozessstellgrößen Vorschub und Schnittgeschwindigkeit konnte in jüngster Vergangenheit die Schneidkantenmikrogeometrie als einen wichtigen Faktor bei der Zerspanung identifiziert werden. Je nach Ausprägung einer mikroskopischen Schneidkantenverrundung wirken unterschiedliche thermo-mechanische Lastkollektive in der Zerspanungszone und resultieren somit in unterschiedlichen Randschichtzuständen. Variierende

Verhältnisse zwischen Schneidkantenverrundung und Schnitttiefe führen damit auch zu unterschiedlich ausgeprägten Schwingfestigkeiten. Ein weiterer Aspekt ist der Einsatz einer kryogenen Kühlung, wodurch sich randschichtnahe Gefügeveränderungen ergeben können.

Vorgehen und Methoden

Um den Einfluss der Prozessführung, d.h. den Einsatz einer kryogenen Kühlung, auf die resultierende Randschicht zu analysieren, wurden Untersuchungen im Außenlängsdrehen des Vergütungsstahls 42CrMo4 mit und ohne Applizierung von flüssigem Stickstoff durchgeführt und die Gefügeveränderungen analysiert [1]. Für die Analyse der weiteren Einflussgröße Schneidkantenmikrogeometrie wurden Zerspanungswerkzeuge mit unterschiedlichen Schneidkantenverrundungen präpariert. Neben der Schneidkantenmikrogeometrie ist die Schnitttiefe eine weitere untersuchte

Prozessstellgröße. Diese Prozessstellgrößen wurden beim Außenlängsdrehen des Vergütungsstahls 42CrMo4 variiert. Die rotationssymmetrischen Proben wurden unter zyklischer Beanspruchung analysiert [1].

Ausgewählte Ergebnisse

Die Ergebnisse der Untersuchungen mit und ohne kryogene Kühlung zeigen, wie sich unterschiedliche Gefügezustände einstellen lassen. Während sich bei einer trockenen Bearbeitung von 42CrMo4 eine nanokristalline Randschicht von 2,2 μm ausbildet, zeigen die Analysen nach einer kryogenen Bearbeitung eine nanokristalline Randschicht von 3,2 μm Tiefe (vgl. Abb. 2a-b).

Abb. 2: Analyse der Randschicht nach trockener (a) und kryogener (b) Bearbeitung (a) sowie der Schwingfestigkeit (c) nach unterschiedlichen Zerspanungsbedingungen von 42CrMo4 [1].

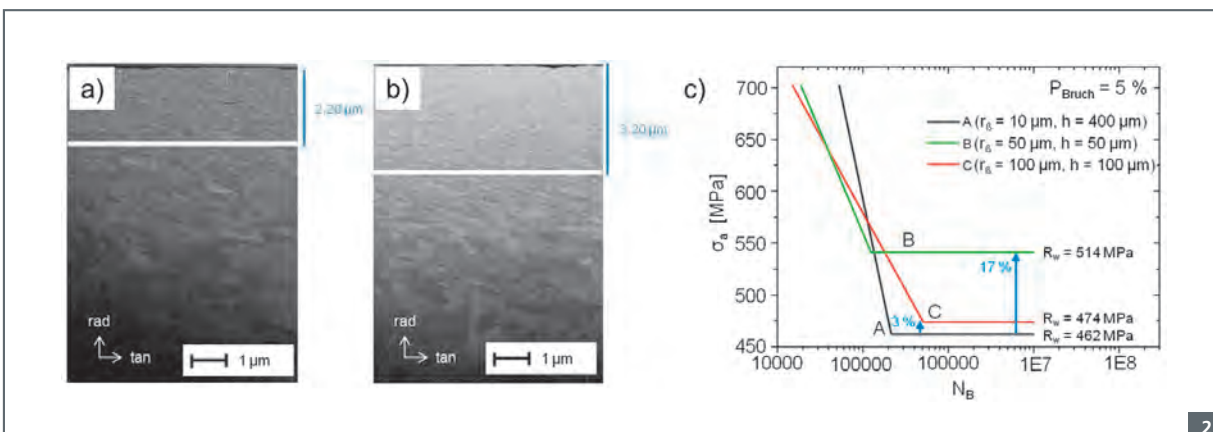
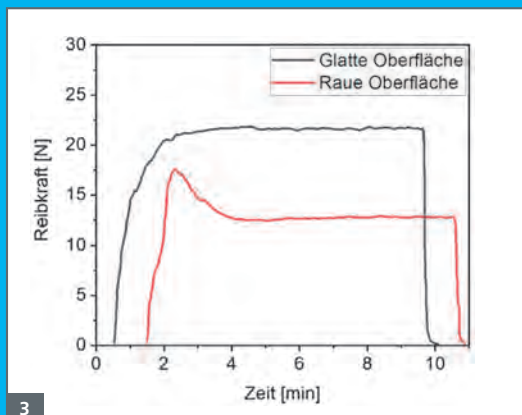


Abb. 3: Stahl auf gespritztem Siliciumnitrid: Einlauf auf rauer und glatter Oberfläche. Versuchparameter: 25N Normalkraft, 10Hz reversierender Kontakt, 10 mm Weg, 10 min Dauer, 9,52 Durchmesser Stahlkugel, nach [4].



3

Es konnte also gezeigt werden, dass die Beeinflussung der thermo-mechanischen Lastkollektive beim Außenlängsdrehen von 42CrMo4 unmittelbaren Einfluss auf Rekristallisationseffekte haben kann. Durch die systematische Analyse der Effekte zwischen Schneidkantenverrundung und Schnitttiefe auf die Schwingfestigkeit konnte gezeigt werden, dass sich bei einem Schneidkantenradius von 50 μm und einem Verhältnis der Schneidkantenverrundung zur Schnitttiefe von etwa 1 die höchsten Dauerfestigkeiten ergeben. Im Vergleich führen höher verrundete Schneidkanten bzw. sehr scharfe Schneidkanten bei hoher Schnitttiefe zu vergleichsweise geringen Dauerfestigkeiten (vgl. Abb. 2c).

Abb. 4: Gefügestruktur in der Randschicht mit der geringsten Passivkraft (a) und der höchsten Passivkraft (b) [9].

1.2 Einlaufverhalten von Lagerflächen durch optimierte Zerspanungsprozesse

Ausgangssituation und Ziel

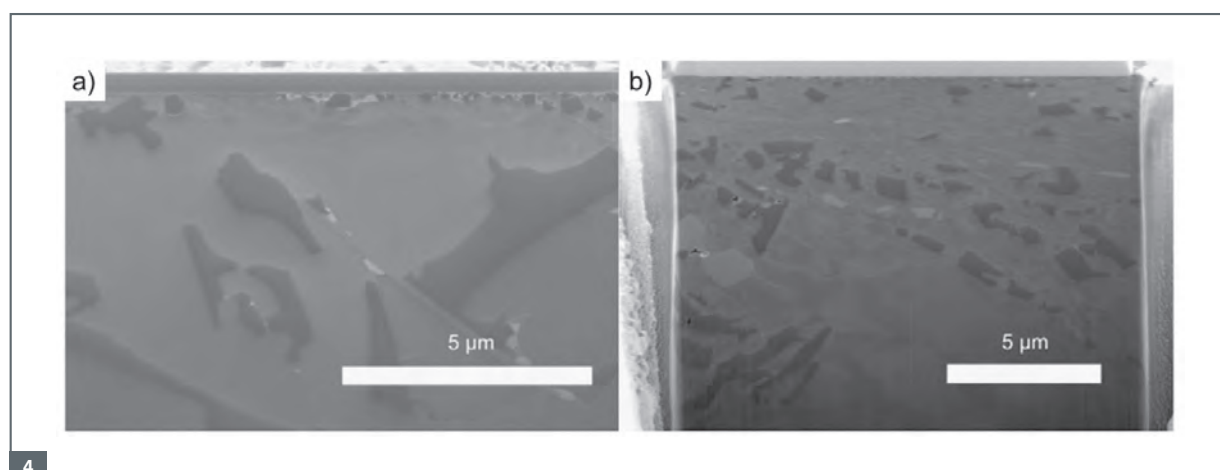
Jedes tribologische System stellt sich im Verlauf der Belastung in der Randzone spezifisch ein. Dieser sogenannte Einlauf betrifft mindestens die im Kontakt befindlichen Asperitäten, also die Topographien der Tribopartner. Im anfänglichen Kontakt kommt es i.d.R. zu einem Einglätten der Rauheitsspitzen, welches sich auch im Reibwert widerspiegelt (siehe Abb. 3). Damit kann weiterhin eine Evolution der Korngröße in der Randschicht einhergehen. Was sich während des Einlaufes ändert und in welcher Geschwindigkeit sich ein stabiler Kontakt (d.h. konstante Reib- und Verschleißwerte) einstellt, hängt maßgeblich von dem gewählten Einlaufregime ab [12]. Ein weiterer großer Faktor für das Einlaufver-

ten ist die mechanische Endbearbeitung, welche den Ausgangszustand bestimmt [3].

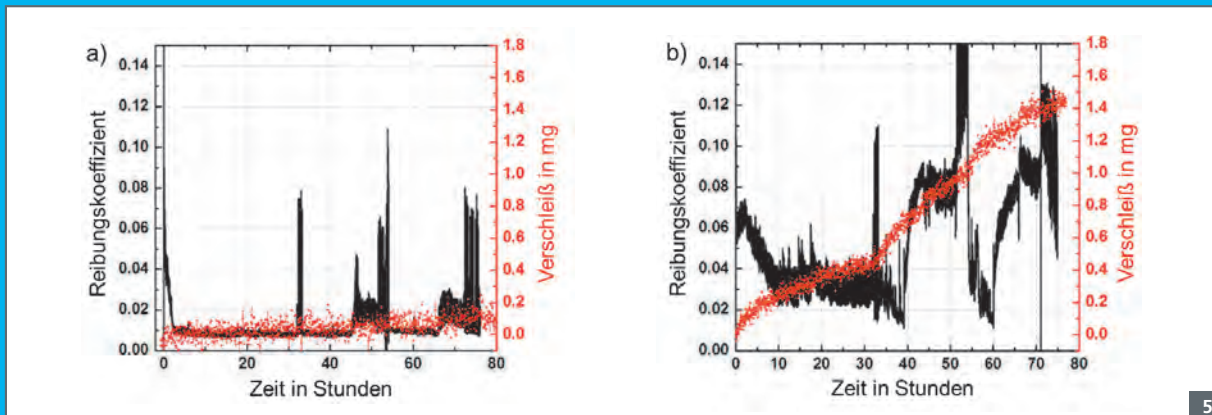
Entscheidend für die Leistung von tribologisch belasteten Komponenten ist somit nicht nur der Fertigungszustand, sondern auch der Zustand, der sich nach dem Einlauf einstellt. Ein Ziel des Surface Engineering kann also sein, bereits im Fertigungsprozess dem Zustand, welcher sich eigentlich im verschleißbehafteten Einlauf einstellt, nahe zu kommen oder den Einlauf zu stabilisieren und zu verkürzen.

Vorgehen und Methoden

Unterschiedliche Prozessstellgrößen in der Fertigung führen zu unterschiedlichen Randschichtzuständen, wie Topographien, Korngrößenverläufen, Eigenspannungen und Verfestigungen. Die Gesamtheit dieser Zustände beeinflusst nicht nur das Einlaufver-



4



5

halten, sondern auch das nach dem Einlauf erreichte Gleichgewicht. Da der Einlauf stark verschleißbehaftet ist, besteht hier Potential zur Einsparung von Ressourcen. Durch geeignete Bearbeitung lassen sich Korngrößenverläufe vorhersehbar einstellen [2, 11, 10]. Für die untereutektische Legierung AlSi11Cu3 wurden daher drei verschiedene Zustände mit vergleichbarer Rauheit und Verfestigung, jedoch unterschiedlichen Korngrößenverläufen hergestellt und tribologisch analysiert [8, 9].

Ausgewählte Ergebnisse

Durch eine geeignete Auswahl von Zerspanungswerkzeugen und Prozessstellgrößen kann der Randschichtzustand gezielt beeinflusst werden. Anwendung findet diese Form des Surface Engineering bspw. bei der Optimierung der Oberfläche von Nockenwellen.

So ist bei der Zerspanung mit bestimmter Schneide in der Regel eine hohe Passivkraft ein Zeichen für ei-

nen großen Pflügeanteil. Das Pflügen des Werkstückes unter dem Werkzeug wiederum bewirkt in der Regel eine starke plastische Verformung und kann damit eine Kornfeinung hervorrufen. In Abb. 4 sind zwei extreme der getesteten Varianten dargestellt. Während Abb. 4a nur eine sehr kleine Beeinflussung des Gefüges in der Randschicht durch den Fertigungsprozess aufweist, ist in Abb. 4b das Gefüge deutlich in größerer Tiefe geschnitten. Die Ergebnisse der tribologischen Einlaufversuche (inklusive Radionuklidmessung des Verschleißvolumens) sind in Abb. 5 dargestellt. Die Versuche umfassen ein 32-stündiges Einlaufprogramm mit konstantem Druck und konstanter Geschwindigkeit (35 MPa, 0,8 m/s). Darauf folgt eine 48-stündige Sequenz aus wechselnden Drücken und Geschwindigkeiten (zwischen 15 und 35 MPa und 0,1 und 2 m/s). Während Abb. 5a ein geringes Verschleißvolumen über das gewählte Reibungsregime auftritt, zeigt Abb. 5b bei jeder Änderung

Abb. 5: Einlauf in den ersten 80 Stunden des gering a) und stark (b) beeinflussten Randschichtgefüges [9].

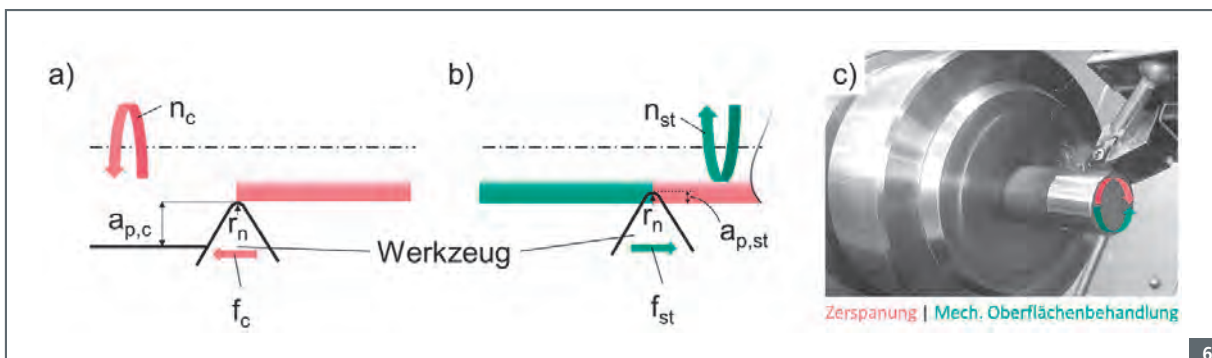
des Belastungskollektivs einen neuen Einlauf. Es bildet sich kein stabiler Gefügezustand, die Probe verschleißt nahezu konstant über den gesamten Versuchszeitraum.

1.3 Komplementärzerspanung

Ausgangssituation und Ziel

Verfahren zur mechanischen Oberflächenbehandlung, wie das Kugelstrahlen, sind in einer Vielzahl von Anwendungen etabliert. Ebenso wie hybride Verfahren, wie das Drehwalzen, bringen sie eine plastische Verformung in die Randschicht ein und tragen so zur Optimierung von Bau-

Abb. 6: Schematische Darstellung der Eingriffsverhältnisse (a und b) und experimentelle Umsetzung der Komplementärzerspanung (c) beim Außenlängsdrehen [6].



6

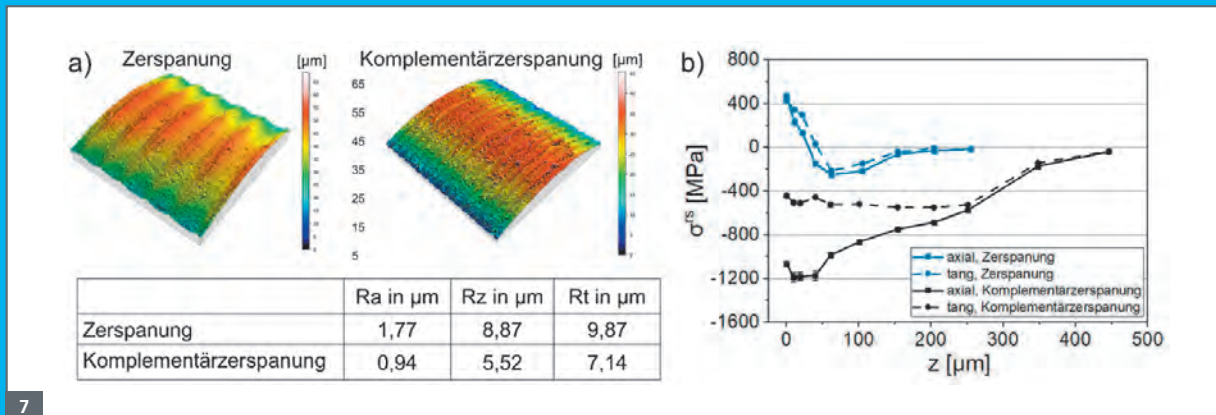


Abb. 7: Topographie (a) und Eigenspannungen (b) nach der Zerspanung bzw. Komplementärzerspanung von 42CrMo4, [6].

teilständen bei. Diese Verfahren sind jedoch auf zusätzliche Anlagen, Nebenaggregate und Werkzeuge angewiesen oder in der Prozessführung begrenzt. Ziel der Bearbeitungsstrategie *Komplementärzerspanung* ist diese zusätzlichen Aufwendungen zu reduzieren.

Vorgehen und Methoden

Die Bearbeitungsstrategie Komplementärzerspanung verfolgt den Ansatz, die Prozessschritte Zerspanung und anschließende mechanische Oberflächenbehandlung zu

kombinieren. Diese beiden Prozesse werden ohne Werkzeugwechsel in der gleichen Bauteileinspannung unter Verwendung des Zerspanungswerkzeugs durchgeführt. Dabei verfährt das Zerspanungswerkzeug nach der Zerspanung in entgegengesetzter Bearbeitungsrichtung über die Bauteiloberfläche. Eine schematische Darstellung der Eingriffsverhältnisse bei der Komplementärzerspanung im Außenlängsdrehen ist in **Abb. 6** gezeigt. Die mechanische Oberflächenbehandlung unter Verwendung des Zerspanungswerkzeugs induziert eine plastische Verformung in der Bauteilrandschicht, wodurch die Bauteilzustände gezielt beeinflusst werden können.

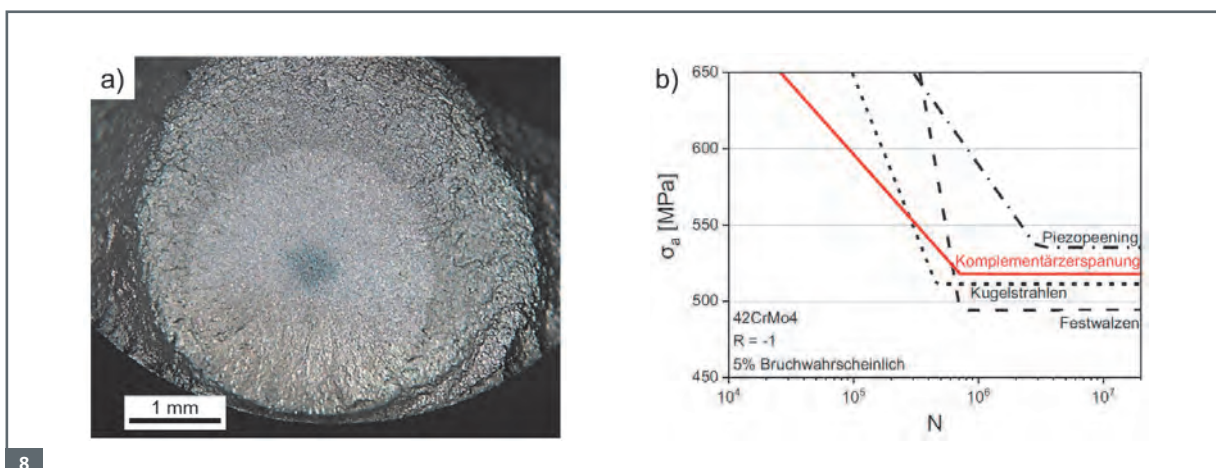
Ausgewählte Ergebnisse

Die Bearbeitungsstrategie Komplementärzerspanung wurde erstmals systematisch bei der Bearbeitung des Vergütungsstahls 42CrMo4 im

Außenlängsdrehen entwickelt und analysiert [5]. Zielgrößen waren neben der resultierenden Gefügestruktur und Mikrohärtة auch die Topographie und die Eigenspannungen. Infolge der elastisch-plastischen Verformungen in der Randschicht während der Komplementärzerspanung kommt es im Zuge einer Kornfeinung zu sog. nanokristallinen Randschichten. Die Dicke dieser nanokristallinen Randschicht beläuft sich auf bis zu 15 µm. Hinsichtlich der resultierenden Mikrohärtة konnten durch die Komplementärzerspanung Steigerungen von etwa 45 % im Vergleich zu herkömmlich zerspannten Oberflächen nachgewiesen werden.

Abb. 7a zeigt die resultierende Rauheit nach der Zerspanung und Komplementärzerspanung. Die Ergebnisse zeigen eine signifikante Reduzierung der Rauheitskennwerte durch die Komplementärzerspanung. Die resultierenden Rauheitskennwerte nach

Abb. 8: Analyse der Bruchfläche (a) sowie der Schwingfestigkeit (b) nach der Komplementärzerspannung von 42CrMo4 [7, 6].



Literatur

- [1] Ambrosy, F. (2014), Optimierung von Zerspanungsprozessen zur prozesssicheren Fertigung nanokristalliner Randschichten am Beispiel von 42CrMo4. Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie, Karlsruhe.
- [2] Ambrosy, F., Zanger, F. & Schulze, V. (2015), FEM-simulation of machining induced nano-crystalline surface layers in steel surfaces prepared for tribological applications. CIRP-Annals - Manufacturing Technology, Vol. 64, S. 69-72.
- [3] Berlet, P.; Dienwiebel, M. & Scherge, M. (2010), The effect of sample finishing on the tribology of metal/metal lubricated contacts. Wear, Vol. 268, S. 1518-1523.
- [4] Blau, P.J. (1991), Running-in: Art or Engineering?. Journal of Materials Engineering, Vol. 13 (1), S. 47-53.
- [5] Gerstenmeyer, M. (2018), Entwicklung und Analyse eines mechanischen Oberflächenbehandlungsverfahrens unter Verwendung des Zerspanungswerkzeuges. Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie, Karlsruhe.
- [6] Gerstenmeyer, M.; Zanger, F. & Schulze, V. (2018), Influence of Complementary Machining on fatigue strength of AISI 4140. CIRP Annals, Vol. 67 (1), S. 583-586.
- [7] Lienert, F.; Hoffmeister, J.; Erz, A. & Schulze, V. (2014), Influence of Piezo Peening on the Fatigue Strength of quenched and tempered AISI 4140. ICSP, S. 517-522.
- [8] Linsler, D. (2016), Einlaufverhalten einer untereutektischen AISI-Legierung unter Berücksichtigung des Randzonengefüges. Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie, Karlsruhe.
- [9] Linsler, D.; Schröckert, F. & Scherge, M. (2016), Influence of subsurface plastic deformation on the running-in behavior of a hypoeutectic AISi alloy. Tribology International, Vol. 100, S. 224-230.
- [10] Segebade, E.; Kümmel, D.; Zanger, F.; Schneider, J. & Schulze, V. (2018), Influence of cutting edge asymmetry on grain refinement of Ti6Al4V. Procedia CIRP, Vol. 71, S. 232-237.
- [11] Segebade, E.; Zanger, F.; Schulze, V. (2016), Influence of different asymmetrical cutting edge microgeometries on surface integrity. Procedia CIRP, Vol. 45, S. 11-14.
- [12] Volz, J. (1977), Erstellung Optimierter Einlaufprogramme von Dieselmotoren. Dissertation, Universität Karlsruhe, Karlsruhe.

der Komplementärzerspanung sind mit denen nach dem Kugelstrahlen vergleichbar. Darüber hinaus wurden hohe Druckeigenspannungen nach der Komplementärzerspanung gemessen (**vgl. Abb. 7b**). Diese liegen auf dem Niveau des Festwalzens oder sogar leicht darüber.

Die Randschichtanalysen haben gezeigt, dass durch die Komplementärzerspanung lebensdauersteigernde Randschichtzustände eingestellt werden können. In zyklischen Schwingfestigkeitsversuchen konnte gezeigt werden, dass diese Randschichtzustände einen positiven Einfluss auf die Bauteillebensdauer haben. So konnte im Vergleich zur Zerspanung bei der Komplementärzerspanung der Ort des Anrisses weg von der Oberfläche ins Volumen verlagert werden (**vgl. Abb. 8a**). Zyklische Schwingfestigkeitsversuche (Zug-Druck) haben ergeben, dass die Dauerfestigkeit von komplementärzerspannten Proben vergleichbar mit denen nach dem Kugelstrahlen ist und sogar oberhalb des Festwalzens liegt (**vgl. Abb. 8b**).

Die vielfältigen Analysen im Bereich der mechanischen Oberflächenbehandlung und hybriden Prozessen

zeigen, dass fertigungsbedingte Randschichtzustände die Lebensdauer bei schwingender Beanspruchung positiv beeinflussen können. Dabei kommt es darauf an, unter welchen Randbedingungen die Bearbeitung erfolgt. So können die wirkenden thermo-mechanischen Lasten die Stabilität der Randschichtzustände beeinflussen. Daraus folgt, dass mittels geeigneter Prozessführung die gewünschten Bauteileigenschaften gezielt eingestellt werden können und so ein wichtiger Beitrag zur Ressourceneffizienz geleistet werden kann.

Zusammenfassung und Ausblick

Der Randschichtzustand eines Bauteils kann u.a. durch die Topographie, die Härte bzw. Verfestigung, das Gefüge und den Eigenspannungszustand beschrieben werden. Durch den gezielten Einsatz der Fertigungsprozesse kann dieser Randschichtzustand beeinflusst werden, was wiederum die Bauteileigenschaften u.a. bei schwingender, tribologischer und korrosiver Beanspruchung bestimmt. Die gezielte Ausnutzung eines in Fertigungsprozessen robust eingestellten Randschichtzustands kann also zu verbesserten Bauteillebensdauern bzw. -zuverlässigkeiten führen.

Signifikante Herausforderungen stellen hierbei aktuell die robuste und effiziente Erfassung des Randschichtzustands im Prozess sowie die dynamische Vorsteuerung und Regelung von Zerspanungsprozessen hinsichtlich der Randschichtzustände dar.

Ziel zukünftiger Forschung ist es, für Zerspanungsprozesse unter kombinierter Nutzung von in-process einsetzbarer Softsensorik und Prozesswissen in Form von Prozess-, Geometrie- und Werkstoffmodellen dynamische Vorsteuerungen bzw. -regelungen aufzubauen, die es gestatten, in metallischen Bauteilen gleichzeitig definierte Geometrien und Randschichtzustände einzustellen. Parallel sollen auch die hybriden Fertigungsprozesse weiterentwickelt werden, um bisher ungenutzte Ressourceneffizienzpotentiale zu nutzen.

Damit sollen diese Randschichtzustände und somit auch die Eigenschaften der gefertigten Bauteile auch bei Vorliegen von beobachtbaren Störgrößen (wie z. B. Maschinenschwingungen) oder verborgenen Störgrößen (wie z. B. Werkzeugverschleiß bzw. Schartigkeit im Eingriff und streuende Materialeigenschaften) im Prozess sichergestellt werden.

Einführung in Nano-Impakt Tests auf DLC-Beschichtungen bei Automotoren

Das Vermindern von Reibung in Automotoren hilft den Treibstoffverbrauch zu reduzieren und dadurch Umweltauflagen (gut) zu erfüllen. Immer häufiger wird Diamond-like Carbon (DLC) für die Beschichtung von Komponenten im Antriebsstrang (z. B. Nocken, Kolben, Kolbenringe, Einspritzdüsen) eingesetzt [1].

Obwohl diese Beschichtungen bei vollständiger Schmierung gut funktionieren, sieht das bei Komponenten mit Teil- oder Grenzschmierung anders aus. Eine zunehmende Anzahl an Komponenten arbeitet unter Grenzschmierung. Hier ist geringe Reibung und Verschleiß unabdingbar. Dabei ist es weithin bekannt, dass DLC Beschichtungen unter starken Lasten häufig nur eine geringe Haltbarkeit aufweisen [2].

Um die Leistungsfähigkeit von DLC-Beschichtungen unter anspruchsvollen Kontaktlast-Bedingungen zu optimieren ist es nützlich, ihr mechanisches Verhalten zu ermitteln. Schichten, die eine höhere dynamische Viskosität haben, sollten einerseits über einen höheren Grenzwert für den Beginn von Rissbildung verfügen und andererseits Mechanismen aufweisen, um Rissbildung zu minimieren und zu verzögern. Das heißt, sie müssen einen bestimmten Grad an Schadenstoleranz aufweisen. Ein repetitiver nanomechanischer Test wie der Nanoimpakt-Test kann dazu

genutzt werden, die Zähigkeit einer Schicht sowie die Schadenstoleranz unter dynamischer Last festzustellen. Nanoindentation kann auch verwendet werden um die Zähigkeit als Maß der Widerstandsfähigkeit gegenüber Rissbildung und Versagen durch Überlast zu bestimmen. Dennoch ist es nicht möglich, Rissbildung unter sich wiederholenden, schwankenden Bedingungen durch herkömmliche, quasi-statische Nanoindentationstest zu beobachten. Deshalb wird der dynamische Nanoimpakt-Test hierfür bevorzugt verwendet.

Der Nanoimpakt-Test beinhaltet Kontakt mit einer hohen Dehnrates (typisch $\sim 10^2$ - 10^3 s⁻¹) im Vergleich zu herkömmlicher quasi-statischer Nanoindentation ($\sim 10^{-2}$ - 10^{-4} s⁻¹) [3]. Einschläge mit hohen Dehnrates erlauben eine bessere Simulation der Leistungsfähigkeit der Beschichtung oder des Materials unter unterbrochenen hohen Lastindrücken. Zudem lässt sich so die Entstehung von Verschleiß besser beobachten. Das Fortschreiten der Oberflächenbeschädigung wird mit Hilfe des Tiefensensors des Nano-Test verfolgt. Diese Technologie kann für folgende Untersuchungen verwendet werden: (i) Erosionswiderstand (ii) Leistung von Schneidwerkzeugen (iii) Zähigkeit (iv) Ermüdungswiderstand (v) Schadenstoleranz.

Experimentelle Parameter wie Probengeometrie, Beschleunigungsweg, Spulenkraft, Eindringwinkel, Anzahl

der Zyklen und Häufigkeit des Tests können eingestellt werden, um Härte und Länge des Tests zu verändern. Das Durchführen von Impakt Tests führt zu einem Ermüdungsprozess. Um statistische Werte über den Widerstand der Beschichtung gegen Brüche zu erhalten, müssen Tests wiederholt durchgeführt werden. Tests auf der Nanoebene können in kürzester Zeit an der gleichen Probe vorgenommen werden.

Die Schlagfestigkeit unterschiedlicher Beschichtungen ähnlicher Materialien kann verglichen werden im Hinblick auf die Zeit, die es braucht, bis es in 50 % der Tests zu Materialversagen (Brüchen) kommt [3,4]. Die Wahrscheinlichkeit für einen Bruch kann dadurch abgeschätzt werden, dass man die Zeit bis zum Probenversagen (time-to-failure) Ereignisse nach ansteigendem Ermüdungswiderstand sortiert, und dann eine Versagenswahrscheinlichkeit festlegt.

Analog zur Behandlung von Probenversagen-Stress-Verteilungen in Weibull-Statistiken kann ein kumulierter Wahrscheinlichkeitsplot erstellt werden. Über die Versagenswahrscheinlichkeit nach einer bestimmten Zeit kann man verschiedene Proben gut miteinander vergleichen. Durch das Kombinieren von Daten zur Wahrscheinlichkeit von Probenversagen bei unterschiedlichen Lasten kann man eine Grafik über die Anzahl der Einschläge erstellen,

Kontakt

Quantum Design GmbH
Im Tiefen See 58
D-64293 Darmstadt
Tel.: +49 (0)6151 8806-479
adler@qd-europe.com
www.qd-europe.com

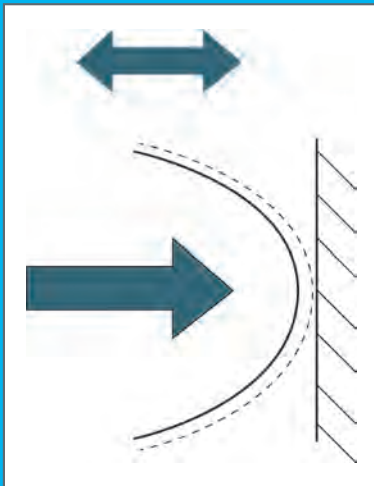


Abb. 1: Der Nanoimpakt-Test beinhaltet mehrere Einschläge mit hohen Dehnraten auf der Probenoberfläche.

Literatur

- [1] R. Gählin et.al., Wear 249 (2001) 302-309.
- [2] J. Jiang et. al., wear 217 (1998) 190-199.
- [3] B.D. Beake et. al., Handbook of Nanostructured Thin Films and Coatings, Mechanical Properties, Chapter 6, pp205-244, Ed. S Zhang, CRC Press (2010).
- [4] B.D. Beake et. al, Surf Coat Technol 188-189C (2004) 594.
- [5] BD Beake et. al., Applied Nanoindentation in Advanced Materials (Wiley, Ed. Dr A Tiwari) (2017 im Druck).

bei denen es in 50% der Tests zu Probenversagen kommt, im Vergleich zur Einschlagskraft. Die Energie, die bei Beschichtungsfehlern zugeführt wird, kann mithilfe der „time-to-failure“ Daten berechnet werden.

In Anwendungen mit Automotoren, die eine Kombination aus Last- und Ermüdungswiderstand beinhalten,

kann die optimale Lebensdauer von beschichteten Komponenten dadurch erreicht werden, dass man ein Beschichtungssystem mit hoher Schlagfestigkeit und Härte entwickelt, und sich nicht darauf fokussiert, die Härte der Beschichtung zu maximieren. Letzteres kann zu Sprödbrüchen und höherem Verschleiß führen [5].

Die Vorteile von Nanoimpakt-Tests sind:

- 1) Ein schnelles Evaluieren der Leistungsfähigkeit neuer Beschichtungsstrukturen.
- 2) Mehrere Schnelltests an nur einer Probe sind möglich.
- 3) Härtegrad und Schwere der Stoßbelastung lassen sich leicht anpassen.



Quantum Design
EUROPE

qd-europe.com

Hochtemperatur- und Vakuum Nanoindenter

Nanotest Xtreme und Vantage

- Temperatur-Tests von -40 °C bis zu 1000 °C im Vakuum oder in inerter Atmosphäre
- Einzigartiger Lastbereich von 10 µN bis zu 30 N
- Vielzahl tribologischer Messverfahren, wie Nano-Scratch, Nano-Impact und Nano-Fretting
- Messungen im Vakuum, kontrollierter Luftfeuchte, Flüssigzelle und elektrochemischer Zelle



Funktionale Beschichtung – Was ist möglich?

In der Fachpresse, aber auch in der Tagespresse findet man regelmäßig Veröffentlichungen zu Eigenschaften, die Beschichtungen erfüllen können. Themen und Begriffe wie Lotoseffekt (wird häufig synonym als Lotuseffekt bezeichnet), selbstheilende Schichten, Antigraffiti-Beschichtungen, Haifischhaut Beschichtung etc. tauchen dabei auf.

Schaut man sich diese unterschiedlichen Eigenschaften dieser Beschichtungen genauer an, so stellt man fest, dass viele dieser Schichten ihre Eigenschaften nicht oder nicht dauerhaft erfüllen. Der nachfolgende Beitrag soll anhand von zahlreichen Beispielen, aus unterschiedlichen Veröffentlichungen, Forschungsberichten etc. die Möglichkeiten dieser Beschichtungen kritisch bewerten.

Funktionale Beschichtungen – Was ist das eigentlich?

In einer Studie der Deutsche Forschungsgesellschaft für Oberflächenbehandlung e.V. (DFO) aus dem Jahr 2007, wurden solche Themen geclustert und hinsichtlich ihrer Wichtigkeit von Industrievertretern, Instituten, Forschungseinrichtungen, Verbänden etc. bewertet. Als Ergebnis wurden u.a. die 10 wichtigsten Schichteigenschaften definiert, die die **Abb. 1** anschaulich wiedergibt.

Die Schwerpunkte haben sich seit dieser Zeit nur wenig verändert. Somit kann man das Ranking auch heute uneingeschränkt übernehmen.

Selbstreinigende Beschichtungen

Unter dem Begriff selbstreinigende Beschichtungen fällt einem zuallererst der Lotoseffekt (als Markenname Lotus-Effekt®) ein. Bei diesem Effekt handelt es sich um mikro-nanostrukturierte ultrahydrophobe Oberflächen, die vergleichbar der Blattoberfläche von Lotos-Pflanzen sind. Im Vergleich zu Lotos-Pflanzen bildet sich diese Schicht jedoch nicht nach sondern baut sich kontinuierlich ab, so dass der Effekt nach und nach verschwindet. Das Institut für Bautenschutz (IfB – <http://www.institut-erfurth.de>) hat hierzu Untersuchungen angestellt.

Andere Beschichtungen nutzen die fotokatalytische Wirkung von Titandioxid zum oxidativen Abbau

von Beschichtungen und der sich darauf abgeschiedenen organischen Verunreinigungen. Der Regen soll im Anschluss die Abbauprodukte entfernen. Die nachfolgenden Fotos zeigen eine Fassade (**Abb. 2, links in der Übersicht und rechts als Vergrößerung**), die mit solch einem Beschichtungsmaterial beschichtet wurde.

Der Grund für die unzureichende Wirkung wird bei genauerer Betrachtung klar. Mit der Fotokatalyse lassen sich zwar organische Stoffe sehr gut abbauen, nicht aber anorganische Materialien wie Sand und andere anorganischen Stoffe. Diese Stoffe verbleiben jedoch auf der Oberfläche (**Abb. 3**) und verleiht der Beschichtung den grauen Farbton.

Antifingerprint Beschichtungen

Edelstahloberflächen sind insbesondere bei Küchengroßgeräten wie Kühlschränken oder Herden sehr beliebt. Unschön ist dabei, dass Fingerabdrücke auf solchen Flächen sehr gut zu erkennen sind. Zur Vermeidung dieser Fingerabdrücke haben sich Beschichtungen auf Basis von Silanen durchgesetzt. Bei dem Beschichtungsmaterial handelt es sich um Klarlacke, die in sehr dünnen Schichten (2 – 5 µm) auf die Oberfläche aufgebracht wird.

Die Silane binden über eine chemische Bindung auf der Metalloberfläche an und bilden Schichten mit

Kontakt

Deutsche Forschungsgesellschaft für Oberflächenbehandlung e.V.

Ernst-Hermann Timmermann
Hammfelddamm 10
D-41460 Neuss
Tel.: +49 (0)2131 40811-22
Fax: +49 (0)2131 40811-21
timmermann@dfo-online.de
www.dfo-online.de

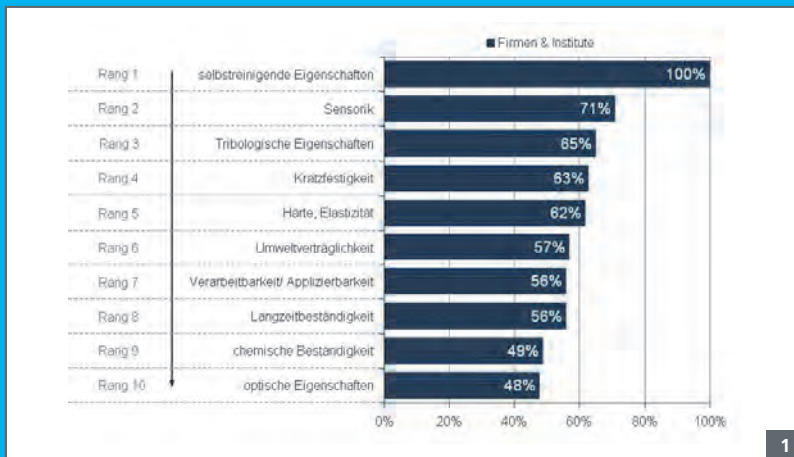


Abb. 1: »Top 10« der geforderten Schichtfunktionen (entnommen aus der Forschungsagenda Oberfläche – ISBN 3-89943-068-9)



Abb. 2: Fassade, die mit einer fotokatalytisch „arbeitenden“ Beschichtung versehen wurde, die zu einer Selbstreinigung führen sollte.

Abb. 3: Rückstände von Sand und anderen anorganischen Verbindungen auf der Oberfläche der Beschichtung.

Abb. 4: Wirkung der Antifingerprintbeschichtung

einer hohen Haftfestigkeit aus. Die **Abbildung 4** zeigt links eine Oberfläche mit einer solchen Beschichtung und rechts eine unbeschichtete Probe. Der Fingerabdruck ist nur auf dem unbeschichteten Blech zu erkennen.

Schmutzabweisende Schichten
Kühlaggregate von Schaltschränken stehen häufig in stark verschmutzten Industriehallen. Eine Verschmutzung der Kühlaggregate ist daher nicht zu vermeiden. Die Verschmutzungen führen wegen einer Reduzierung

der Wärmeleitung im Bereich der Wärmetauscher zu einer Reduzierung der Kühlleistung. Dies wiederum kann letztendlich zu einem Ausfall der Technik kommen, die im Schaltschrank verbaut ist.

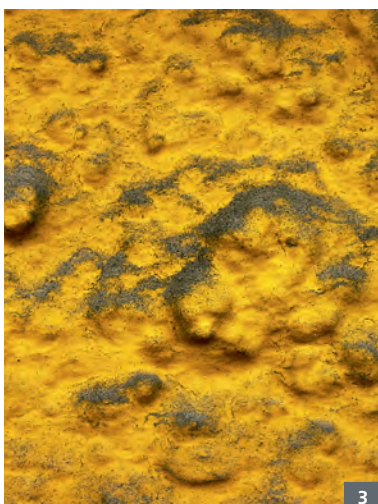


Abb. 5: Wirkung von silanbasierten Schichten auf die Verschmutzungsneigung von Kühlrippen über einen Zeitraum von 2 Jahren – von links nach rechts (Quelle: Rittal).

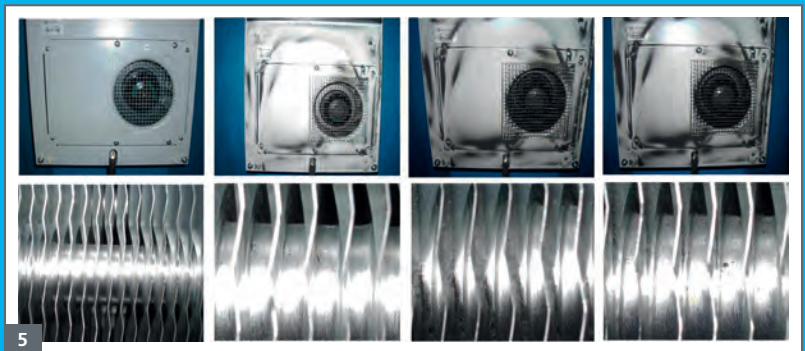


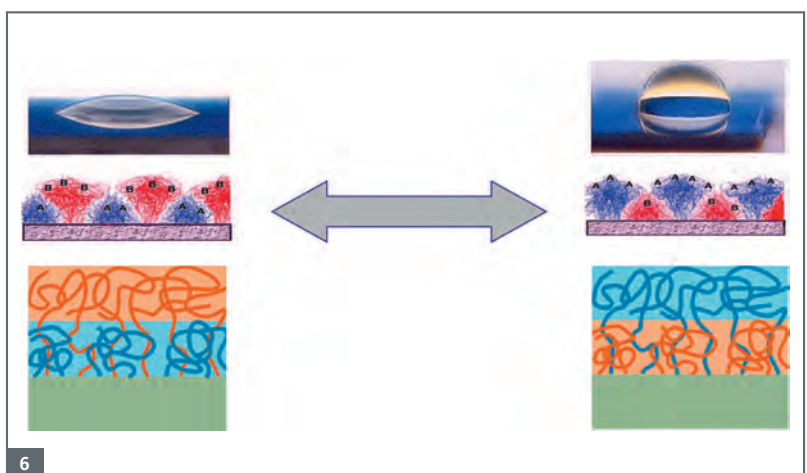
Abb. 6: Prinzip-Schema für schaltbare Schichten

Hier setzte ein Hersteller von Schaltschränken an und entwickelte zusammen mit einem Lackhersteller eine silanbasierte Beschichtung. Diese Beschichtung verhindert die Anhaftung von Staub und Schmutz auf den Kühlflächen. Die **Abbildung 5** zeigt die Wirkung der Beschichtung auf die Verschmutzungsneigung der Kühlrippen über einen Zeitraum von 2 Jahren. Das Gehäuse selbst ist dabei stark verschmutzt während die Kühlrippen kaum Anhaftungen von Verschmutzungen zeigen.

Schaltbare Schichten

Schaltbare Schichten sind Beschichtungen, die ihre Eigenschaften abhängig von der Temperatur, des pH-Werts etc. ändern. Die Änderung der Eigenschaften erfolgt auf molekularer Ebene durch die „Wanderung“ von Molekülketten, die an die Substratoberfläche angebunden sind.

Auf diesem Gebiet werden unter Koordination der DFO e.V. mehrere Forschungsprojekte durchgeführt.



Das Prinzip von schaltbaren Schichten geht aus der **Abbildung 6** hervor. Dort schalten die Schichten von einer hohen zu einer niedrigen Oberflächenenergie. Durch das „Umschalten“ wird die Benetzbarkeit der Oberfläche reduziert. Dies zeigt sich anhand des Randwinkels des aufgesetzten Tropfens.

Kratzfeste Beschichtungen

Ein wichtiges Anwendungsgebiet für kratzfeste Beschichtungen ist die Beschichtung von Brillengläsern. Der

Hintergrund ist, dass immer mehr Brillengläser aus Kunststoff hergestellt werden. Kunststoffe sind jedoch deutlich kratzempfindlicher als Glas. Daher werden diese Gläser mit einer Kratzfestbeschichtung versehen. Hierbei handelt es sich um silanbasierte Lacksysteme, die glasähnliche Schichten erzeugen.

Haifischhaut Beschichtung

Die Bionik beschäftigt sich mit der Übertragung von Erkenntnissen aus der Natur auf die technische Entwick-



Abb. 7: Kratzfest beschichtete Brillengläser

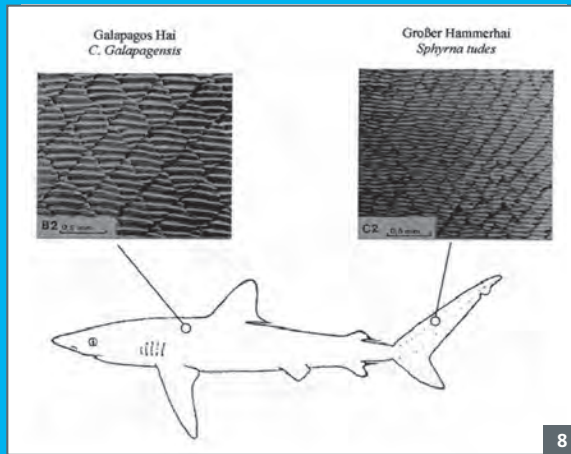


Abb. 8: Haifischhautstruktur (Quelle: Dissertation Wolfram Hage „Zur Widerstandsverminderung von dreidimensionalen Ribletstrukturen und anderen Oberflächen, TU Berlin, 2004)

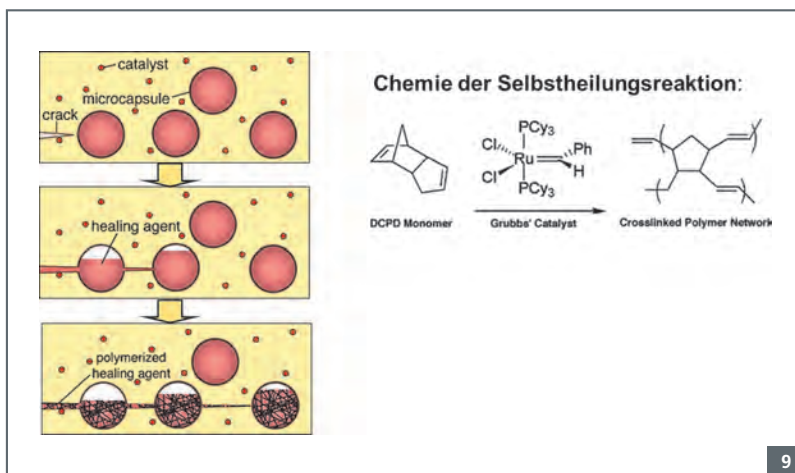


Abb. 9: Chemie des Selbstheilungsprozesses (Quelle: Scott R. White und Nancy Sottos, University of Illinois)

lung. Dazu gehört u.a. auch der oben beschriebene Lotoseffekt. Ähnlich verhält es sich mit der Haifischhaut Beschichtung (**siehe Abb. 8**). Aus der Erkenntnis, dass Haie aufgrund der Ribletstrukturen auf ihrer Haut besonders effektiv schwimmen können, entstand die Überlegung diese Eigenschaften auf technische Oberflächen zu übertragen.

Solche strukturierten Beschichtungen werden aktuell im Rahmen des Projektes FAMOS auf Probenflächen an Flugzeugen getestet. Damit lassen sich Treibstoffeinsparungen von ca. 1,5 % erzielen.

Bei dem Verfahren wird ein UV härtender Lack zunächst auf eine UV-transparente Form (Matrix) aufgebracht. In diese „Vorlage“ wurde vorher das Negativ der Riblet-Form eingebracht. Die Negativ-Form wird in den nicht ausgehärteten Lack

eingedrückt und dann mit Hilfe von UV-Strahlung ausgehärtet. Nach Entfernung der Negativ-Form verbleibt das Positiv der Haifischhaut auf der Oberfläche zurück.

Selbstheilende Schichten

Zum Thema selbstheilende Schichten gibt es jede Menge Veröffentlichungen, Forschungsberichte, Untersuchungen etc.

Der einfachste Effekt ist dabei der sog. Reflow Effekt. Genutzt wird hier die Glasübergangstemperatur der Beschichtung. Beim Überschreiten dieser Temperatur geht die „feste“ Beschichtung in einen „plastischen“ Zustand über. Kleine Kratzer können dabei „zufließen“. Sollte dort der Kratzer jedoch zu tief sein oder hat ein Materialabtrag stattgefunden, so funktioniert dieser Effekt logischerweise nicht, da das „fehlende“ Material ja nicht „nachwächst“

Bei einem anderen Forschungsansatz wird schon in die Beschichtung die „Heilungssubstanz“ für mögliche Beschädigungen der Beschichtung in Form von Mikrokapseln eingebaut. Kommt es dann zu einer Verletzung der Beschichtung, so wird diese Substanz freigesetzt und führt zu einer „Heilung“ der Fehlstelle. Der Wirkmechanismus ist in der **Abbildung 9** dargestellt.

Verständlicherweise funktioniert dieser Effekt auch nur bei kleinen Verletzungen, da ja nur so viel Material zur Verfügung steht, wie in der Beschichtung vorhanden ist.

Zusammenfassung

Es gibt zahlreiche gute Ansätze für funktionale Beschichtungen. Viele davon werden schon in der Praxis mit gutem Erfolg eingesetzt. Andere stecken noch im Forschungsstadium. Einige wiederum funktionieren zwar theoretisch, sind für den Praxiseinsatz aber nicht geeignet.

Elektronenstrahlgehärtete bewitterungsstabile Lackoberflächen

Im Bereich dekorativer Oberflächen werden heute, neben visuellen Aspekten, die haptischen Eigenschaften zunehmend wichtiger. Hier bieten strahlenhärtende Lacke eine hohe Flexibilität in der Gestaltung der Oberfläche. Hinzu kommen sehr hohe mechanische und chemische Beständigkeiten und Bewitterungsstabilität.

Das junge Unternehmen celotec produziert im neu erstellten Werk in Sendenhorst Dekorfolien für den Baubereich. Zur Produktion dieser selbst entwickelten Folien, wird eine sehr innovative und nachhaltige Produktionstechnologie eingesetzt. Im Herbst 2016 wurde die neu entwickelte Folie, kaschiert auf Fensterprofile, beim Schwesterunternehmen VEKA unter dem Namen VEKA SPECTRAL mit großem Erfolg in den Markt eingeführt.

celolab – Analytik- und Entwicklungslabor

Um ein bemerkenswertes Produkt mit einer faszinierenden Optik zu erschaffen, ist es das Wichtigste, Oberflächen zu verstehen. Deshalb wurde beim Start des Projektes ein Labor eingerichtet, welches die Möglichkeit hat, die verschiedenen Arten von Ober-

flächen-Produkten zu untersuchen und auf Ihre notwendigen Eigenschaften hin zu analysieren. Das Labor nimmt heute auch externe Analyse- und Entwicklungsaufträge an. Bestandteile des Labors sind weiterhin ein Laborelektronenstrahler sowie eine Kaschieranlage für die anwendungstechnische Prüfung. Diese sind auch für externe Partner nutzbar.

Produktaufbau celotec spectral Folien

Es wurde hierbei der Ansatz gewählt, eine spezielle PVC Basisfolie mit einem hochwertigen pigmentierten Lacksystem zu beschichten. Es werden dabei strahlenhärtbare Lacke eingesetzt, welche ohne thermische Energie durch Elektronenstrahlen vollständig gehärtet werden. Hierbei ist es möglich, die Lackschicht im Prozess zu strukturieren. Bei der ersten Generation von *spectral* handelt es sich um eine ultramatte Oberflächenstruktur. Möglich sind aber beliebige Strukturen – von dekorativen Holzstrukturen hin zu funktionale Mikrostrukturen, welche der Oberfläche spezielle Eigenschaften verleihen können.

Einsatz der spectral Folien

Die von celotec entwickelten *spectral* Folien werden zur Kaschierung von Profilen und Platten eingesetzt und sind zum Beispiel im Außenbereich an Fenstern, Türen, (Garagen-) Toren und Fassadenelementen wieder zu

finden. Dabei können die bestehenden, bislang genutzten Anlagen zur Kaschierung von Folien und Platten eingesetzt werden. Die Folie kann dabei universell auf verschiedenste Profil- und Plattenmaterialien kaschiert werden. Neben PVC sind dies auch Aluminium, Holzwerkstoffe, weitere Kunststoffe, Composite-Stoffe sowie mineralische Platten.

Herausragende Eigenschaften

Mit der *spectral* Folie bietet celotec ein zeitloses Design für zahlreiche Oberflächen an. Moderne Farbtöne in ultramatter Ausprägung erzeugen eine Optik, die durch Eleganz und Ästhetik überzeugt. Dazu kommt eine samtige Haptik, welche aufgrund der speziellen Mikrostrukturierung erzeugt wird. Diese Struktur verleiht der Oberfläche zudem einen Anti-Fingerprint-Effekt und dazu noch eine Anti-adhäsive Wirkung. Letztere führt dazu, dass Schmutz nicht auf der Oberfläche haftet. Herausragend sind die chemischen Resistenzen der Oberfläche. *spectral* ist den bekannten Dekorfolien für den Außenbereich auf PMMA oder PVDF Basis deutlich überlegen. Die hohe mechanische Beständigkeit ist auf die Vernetzung des Lackes durch den Einsatz von Elektronenstrahlen zurückzuführen, die gegenüber UV-Strahlen noch deutlich effektiver sind. Das wichtigste Merkmal und eine unbedingt notwendige Eigenschaft der *spectral* Folie ist aber die Bewitterungsstabilität. Diese wurde

Kontakt

celotec GmbH & Co. KG
Osttor 84
D-48324 Sendenhorst
Tel.: +49 (0)2526 8674900
info@celotec.com
www.celotec.com



Abb. 1 : Fenster mit spectral Oberfläche im neuen Produktionswerk der celotec

in umfassenden Tests durch künstliche Bewitterung und Freibewitterung geprüft. Die Folie hat im sehr anspruchsvollen Fenstermarkt die RAL- und CSTB-Zulassung erhalten.

Neue Produkte:

„Von Außen nach Innen“

Neben der Weiterentwicklung der *spectral* Folien für den Einsatz im

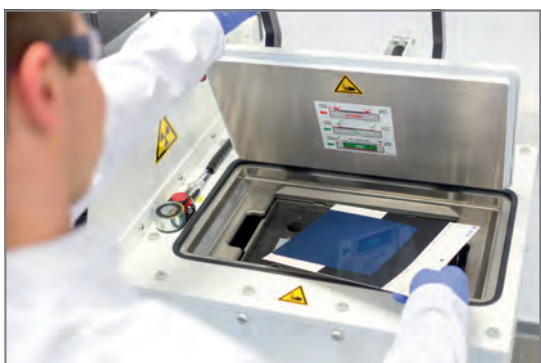
Bauaußenbereich entwickelt *celotec* momentan auch Dekorfolien für den Inneneinsatz. Hierbei gibt es Projekte im Bereich Wand- und Deckenverkleidung, Fußboden und für hochwertige Möbelloberflächen. Durch die eingesetzten Technologien können anderen Produkten neue Eigenschaften verliehen und dem Markt bereitgestellt werden.

Die Produktionstechnologie ist dabei wie ein Baukasten, aus dem man je nach Anforderungen unterschiedliche Trägerfolien mit unterschiedlichen Beschichtungen kombinieren kann. So können technische Eigenschaften ebenso wie Design und Farbe, oder auch Struktur und Haptik je nach Erfordernis und Kundenwunsch angepasst werden.



Innovative Dekorfolien

Die dekorativen Lackfolien werden zur Kaschierung von Profilen und Platten eingesetzt, z.B. für Fenster, Türen, Tore und Fassadenelemente im Außenbereich, aber auch für Platten und Leisten im Innenbereich.



Oberflächenanalytik

Das zweite Tätigkeitsfeld ist die Oberflächenanalytik. Angeboten werden Auftragsanalytik im Bereich physikalischer Prüfungen, instrumenteller Analytik, optischer Prüfungen und Bewitterungstests sowie weitere Ingenieurdienstleistungen.



„Experts for coated outdoor surfaces“

Hirtisieren® als industrieller Enabler von AM-Serienproduktion

Post-Processing als Voraussetzung eines industriellen Einsatzes von Bauteilen im metallischen 3D-Druck

Bei der additiven Fertigung metallischer Bauteile steht in erster Linie der 3D-Druck im Fokus der medialen Aufmerksamkeit. Neue Anforderungen an das Design der Bauteile mit nun schier unendlichen Freiheiten sowie die Weiterentwicklung der zum Druck eingesetzten Metallpulver rücken vermehrt das Thema Nachbearbeitung in den Fokus. Gedruckte Metallteile kommen in keinem gebrauchsfähigen Zustand aus dem Drucker, ein jedes Bauteil benötigt vor dem Einsatz irgendeine Form ein sogenanntes Post-Processing.

Die durch die Wärmebehandlung stressfreien Bauteile werden von der Bauplatte getrennt. Dies geschieht über Bandsägen oder Drahterodieren. Ist das Bauteil entpulvert, wärmebehandelt und von der Bauplatte getrennt, so müssen im nächsten

Schritt die am Bauteil anhaftenden Stützstrukturen entfernt werden. Diese Stützstrukturen dienen einerseits dazu um Überhänge, Hinterschneidungen und größere Hohlräume im Pulverbettverfahren realisieren zu können, die entstehende Wärme (Aufschmelzen der Pulver durch einen Laser oder Elektronenstrahl) in Richtung Bauplatte abzuleiten und um inneren Spannungen der Bauteile, welche während des Drucks vor allem durch thermische Unterschiede während des Druckprozesses entstehen, entgegen zu wirken. Diese Punkte gelten vor allem beim Druck im Pulverbettverfahren. Allen Druckverfahren ist zudem eine unzureichende Oberflächenqualität im Sinne einer großen Oberflächenrauheit zueigen. Diese muss in fast allen Fällen vor einem Einsatz der Bauteile um ein Vielfaches reduziert werden. Diese dem Druck nachgelagerten Schritte stellen einen beträchtlichen Anteil der finalen Bauteilkosten dar.

Die breite Gruppe an mechanischen Verfahren stellt den Status Quo der Nachbearbeitung 3D-gedruckter Metallbauteile dar. Dies beinhaltet die gesamte Palette an abtragenden Verfahren vom Schleifen bis hin zum Fräsen. Traditionell kann der metallische 3D-Druck der Branche des Metallgusses zugeordnet werden. Aus diesem Grund stehen mechanische Verfahren in den Betrieben zur Verfügung und der Umgang mit diesen ist Routine. Von der Einzelteil-

fertigung (Prototypenbau) kommend ist eine schrittweise manuelle mechanische Bearbeitung naheliegend und wohl auch zielführend. Dies beinhaltet manuelles Fräsen, Abzwicken mit Zangen und Feilen. All diesen mechanischen Verfahren ist gemein, dass sie weder die Bearbeitung von Innenräumen noch von geometrischen Hinterschneidungen und Freiformflächen erlauben. Eine Automatisierung ist mit der herkömmlichen Prozesskette mechanischer Schritte nicht möglich.

Elektrochemische Verfahren

Kombinationen an chemisch-elektrochemischen Verfahren bieten eine sehr brauchbare Alternative zu mechanischen Bearbeitungsschritten. Bei Anwendung einer elektrochemischen Bearbeitung wird das Bauteil leitfähig kontaktiert, in einen Elektrolyten getaucht, mit einer Gegenelektrode in einen Leiterkreis geschaltet und mittels Anlegen von Potential und Strom geglättet.

Ein prominenter Vertreter der elektrochemischen Methoden ist das Hirtisieren®. Dieses Verfahren hat die Wurzeln ebenfalls in der Elektrochemie, wurde aber eigens für die unterschiedlichen Aufgaben der Nachbearbeitung 3D-gedruckter Metallbauteile entwickelt. Als dynamisches Verfahren, welches chemisch und teils hydrodynamisch unterstützt wird, eignet sich dieses Verfahren besonders gut für die ersten Schritte

Kontakt

Hirtenberger Engineered Surfaces GmbH

Dr. habil. Wolfgang E.G. Hansal
Leobersdorferstrasse 31-33
A-2552 Hirtenberg
wolfgang.hansal@hirtenberger.com
hes.hirtenberger.com



der Bauteil und Oberflächenbearbeitung. In einem dreistufigen Prozess entfernt das Hirtisieren® im ersten Schritt die Stützstrukturen und die anhaftenden Pulverreste, ebnet die Oberfläche im zweiten Schritt auf ein technisch brauchbares Niveau ein ($R_a < 2 \mu\text{m}$) und poliert bei Bedarf das Teil im dritten Schritt auf. Der dritte Schritt stellt auch die Brücke zum klassischen Elektropolieren dar, hier sind glatte, glänzende Oberflächen erreichbar. Dieser auf flüssigen Medien basierende Prozess erlaubt auch die Bearbeitung von geometrisch schwer zugänglichen Bereichen und Innenräumen der Bauteile. Hier wirkt das einzigartige chemisch-elektrochemische Verfahren des Hirtisierens® als Enabler neuer Bauteilgeometrien und unterstützt so die Designfreiheit und damit einer der wichtigsten Stärken des 3D-Drucks.

Realisierung der Serienfertigung

Der metallische 3D-Druck konnte in den letzten Jahren sein Potential eindrucksvoll beweisen. Von der Fertigung von Prototypen bis zum 3D-Druck von Ersatzteilen finden sich weitverbreitet Anwendungen in allen industriellen Bereichen. Nun steht der nächste logische Entwicklungsschritt an, der Übergang von einer Einzelteulfertigung hin zur Serienfertigung. Bis es allerdings soweit ist, dass große Mengen an Teilen reproduzierbar und den Ansprüchen der modernen Qualitätssicherung genügend hergestellt werden können, bedarf

es weitere Abstimmungen und der Automatisierung der wesentlichen Produktionsschritte. Einen entscheidenden Anteil hat dabei das Post-Processing.

Gerade bei Nutzung der Möglichkeiten und Freiheiten des Designs, welches nun nicht mehr an die Limitierungen der traditionellen Fertigung gebunden ist, hat der 3D-Druck metallischer Bauteile eine starke Berechtigung als eigenständige Fertigungsmethode anerkannt zu werden. Mit der Massenfertigung und der damit verbundenen Notwendigkeit zur Automatisierung müssen allerdings die bei der Einzelteulfertigung typischen manuellen Bearbeitungsschritte ersetzt werden. Die beliebige Skalierbarkeit sowie die industriell etablierte Automatisierbarkeit machen gerade das Hirtisieren® zur idealen Nachbearbeitungsmethode größerer Bauteilserien. Dieser Prozess läuft voll automatisch und genügt damit höchsten Ansprüchen in Bezug auf Reproduzierbarkeit,

Nachverfolgbarkeit und Qualitätssicherung.

Zusammenfassend ist das Post-Processing ein ganz wesentlicher Aspekt beim Übergang von einer Einzelteulfertigung hin zu einer Großserienproduktion. Will der 3D-Druck sich nachhaltig als eigenständige Fertigungsmethode etablieren muss dieser Sprung zur Großserie geschafft werden. Im Bereich der Nachbearbeitung benötigt es dazu definierte und geschlossene Schnittstellen, eine möglichst vollständige Automatisierung sowie eine Skalierung der einzelnen Bearbeitungsschritte. Am besten geschieht dies über die vollautomatische, chemisch-elektrochemische Nachbearbeitung des Hirtisierens® welche als zusätzlichen Vorteil jegliche Designfreiheit des 3D-Drucks unterstützt.

Abb. 1: Die H6000, das industrielle Kompaktmodul zur vollautomatischen Nachbearbeitung mittels Hirtisieren®



Notizen



HIRTISATION®

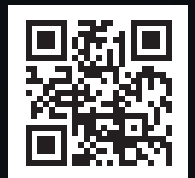
FULLY AUTOMATED POST-PROCESSING
OF 3D-PRINTED METAL PARTS



- No mechanical processing steps involved
- Reaching deeply into cavities and geometric undercuts
- Combination of electrochemical pulse methods, hydro-dynamic flow and particle assisted chemical removal
- Removal of powder cake
- Removal of support structures
- Levelling of surface roughness while retaining edge sharpness

**Hirtenberger Engineered
Surfaces GmbH**

Leobersdorfer Strasse 31-33
2552 Hirtenberg/Austria
Phone: +43 2256 811 84-835
E-Mail: hes@hirtenberger.com



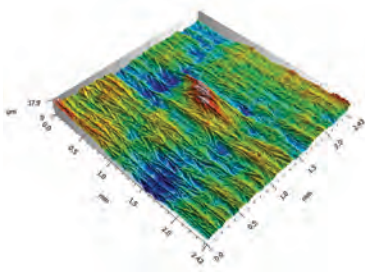
hes.hirtenberger.com

Overcome limitations in microstructure characterization.



LSM 900 for Materials

Your versatile confocal microscope for advanced imaging and surface topography: use it to characterize surface structures without contact. Combine all essential light microscopy contrasting methods for materials with high precision topography on a single instrument. Benefit from automation in data acquisition and post-processing.



zeiss.com/lsm900-mat



Seeing beyond