

Einfluss von thermomechanischen Betriebsbeanspruchungen auf die Belagbildungsneigung von beschichteten Stahloberflächen in Kunststoffverarbeitungsmaschinen – Kurzfassung

Philipp Seeger^{1*}, Lienhard Wegewitz², Torben Buttler³, Heiko Hofmann¹, Christian Freiberger¹, Maria Sonneberg², René Gustus², Volker Wesling³, Wolfgang Maus-Friedrichs², Jürgen Wieser¹

1 Institut für Kunststofftechnik Darmstadt, Hochschule Darmstadt, Haardtring 100, 64295 Darmstadt

2 Clausthales Zentrum für Materialtechnik, TU Clausthal, Leibnizstraße 9, 38678 Clausthal-Zellerfeld

3 Institut für Schweißtechnik und trennende Fertigungsverfahren, TU Clausthal, Agricolastraße 2, 38678 Clausthal-Zellerfeld

Informationen zum Artikel

Veröffentlicht am 16.11.2021

Zum IGF-Vorhaben Nr. 20333N
Laufzeit: 01.01.2019 - 30.06.2021

* Korrespondierender Autor
Email: philipp.seeger@h-da.de

Zusammenfassung

Störungsfreie und reproduzierbare Prozesse sind in der Kunststoffverarbeitung von großer wirtschaftlicher Bedeutung. Eine nach wie vor weit verbreitete Ursache für Produktionsunterbrechungen und Ausschuss sind insbesondere Stippen und Beläge auf Werkzeug- und Maschinenoberflächen. In früheren Projekten konnte gezeigt werden, dass neben topographischen Einflussgrößen auch die Eisendiffusion vom Stahl in die Schmelze eine wesentliche Rolle bei der Belagbildung spielt, weil dadurch Vernetzungsreaktionen in der Schmelze in grenzflächennahen Bereichen ausgelöst werden, die das Belagwachstum begünstigen. Bereits durchgeführte Laborversuche lassen vermuten, dass sorgfältig applizierte und defektfreie Schichtsysteme die Eisendiffusion wirksam verhindern können. Dem steht die Erfahrung der Verarbeiter entgegen, dass damit die Belagbildung zwar manchmal, aber nicht immer sicher verhindert werden kann. Darauf aufbauend wurde angenommen, dass in der Praxis, bedingt durch thermomechanische Betriebsbeanspruchungen, oder auch durch die Reinigung mit Drahtbürsten, Veränderungen der Oberflächentopographie stattfinden und durch Mikrorisse in den Dünnschichtsystemen die Diffusionsdichtheit der Schichten gegenüber Eisenionen verloren geht. In dieser Arbeit ist es gelungen, Diffusionspfade zu identifizieren und den Mechanismus der Eisendiffusion auch im industriellen Umfeld nachzuweisen. Eine Laborprüfmethode wurde entwickelt und validiert. Die in den Betriebsversuchen nachgewiesenen Beläge und ihre Bestandteile, konnten mit der Laborprüfmethode nachgestellt und anschließend durch Analyse der Oberflächen nachgewiesen werden. Die Nachstellung der Reinigung mittels Drahtbürste ergab, dass Stahldrahtbürsten die Oberflächenbeschichtungen nachhaltig schädigen. Generell entstanden bei der Reinigung kleinste Partikel, die sich in Schicht- und Oberflächendefekten einlagern und anreichern könnten.

Einleitung

Für die mittelständischen Kunststoffverarbeiter sind störungsfreie und reproduzierbare Prozesse von großer Bedeutung für deren Wirtschaftlichkeit. Eine nach wie vor weit verbreitete Ursache für Produktionsunterbrechungen und Ausschuss sind insbesondere Stippen und Beläge auf Werkzeug- und Maschinenoberflächen. Stippen bezeichnen störende Einschlüsse im Kunststoffmaterial, die verschiedene Ursachen haben können. Es kann

sich um Fremdverunreinigungen in der Formmasse handeln, aber auch um Beläge, die sich auf den Stahloberflächen bei Schmelzekontakt bilden und ablösen können. Strömungstechnisch optimierte Fließwege sowie die Additivierung der Formmassen bilden zwar bereits wirksame Maßnahmen, können die Beagbildung jedoch nicht vollkommen vermeiden. Zusätzlich kommen in der Praxis häufig auch Beschichtungen aus CrN oder TiN zum Einsatz. Diese Schichtsysteme und deren Applikationsparameter basieren meist auf

der Erfahrung der beschichtenden Unternehmen. Die Verarbeiter jedoch berichten davon, dass diese Beschichtungen zwar manchmal wirksam sind, teilweise aber auch keine oder nur eine kurzzeitige Verbesserung der Situation erreicht wird. In früheren Projekten konnte gezeigt werden, dass neben topographischen Einflussgrößen auch die Eisendiffusion vom Stahl in die Schmelze eine wesentliche Rolle bei der Belagbildung spielt, weil dadurch Vernetzungsreaktionen in der Polymer-schmelze in den grenzflächennahen Bereichen ausgelöst werden, die das Belagwachstum begünstigen. Bereits durchgeführte Laborversuche lassen vermuten, dass sorgfältig und defektfrei applizierte Schichtsysteme die Eisendiffusion wirksam verhindern können.

Als Arbeitshypothese wurde von der Erkenntnis ausgegangen, dass eine defektarm applizierte Beschichtung einer Stahloberfläche einerseits die mechanische Anhaftung von Polymeren aus der Schmelze reduziert und andererseits die Eisendiffusion aus dem Stahl in die Polymer-schmelze wirksam unterbinden kann, so dass eine Belagbildung sicher verhindert wird.

Darauf aufbauend wurde angenommen, dass in der Praxis, bedingt durch thermomechanische Betriebsbeanspruchungen, Veränderungen der Oberflächentopographie der Beschichtung stattfinden und durch Mikrorisse in den Dünnschichtsystemen die Diffusionsdichtheit der Schichten gegenüber Eisenionen verloren geht, so dass sich auf der Beschichtung Beläge bilden können. Wesentliche Schädigungsmechanismen wären beispielsweise hohe Torsions- und Biegewechselbeanspruchungen der Schnecken während der Plastifizierung und die thermomechanischen Beanspruchungen beim Abstellen, Abkühlen, Wiederaufheizen und Wiederanfahren einer schmelzebeladenen Maschine. Dadurch können die sehr harten und wenig duktilen Beschichtungssysteme Mikrorisse und Ablösungen ausbilden, welche Diffusionskanäle für Eisenionen darstellen.

Darüber hinaus erscheinen Reinigungsprozeduren wie die Reinigung mittels Drahtbürste für solche Maschinenkomponenten kritisch. Obschon teilweise seitens der Maschinenhersteller von solchen Reinigungsverfahren abgeraten wird, sind sie in der Praxis doch verbreitet. Es wird die Hypothese aufgestellt, dass durch die Reinigung mittels Drahtbürste Oberflächendefekte generiert werden, die Schmelzeanhaftungen begünstigen.

Ziel des vorliegenden Projektes war es, die formulierten Arbeitshypothesen zur Rolle der thermomechanischen Beanspruchungen und der Reinigung von schmelzeführenden Komponenten zu überprüfen und daraus geeignete Richtlinien und Handlungsempfehlungen abzuleiten. Ein

wichtiges Teilziel des Projektes dabei war die Bereitstellung und Validierung einer Laborprüfmethode, mit der die Auswirkungen thermo-mechanischer Beanspruchungen auf die Belagbildung abgebildet werden können. Aufgrund der hohen Komplexität und limitierten Kontrollierbarkeit von Betriebsversuchen ist eine geeignete und validierte Laborprüfmethode von hoher Bedeutung für die Entwicklung von neuen Lösungen bzw. für einen objektiven Vergleich von Lösungsstrategien.

Arbeitsprogramm und Vorgehensweise

In diesem Projekt wurden erstmals systematische Grenzflächenuntersuchungen an realen schmelzebeanspruchten Maschinenoberflächen durchgeführt. Die Vorgehensweise zur Erreichung der zuvor beschriebenen Forschungsziele beinhaltet drei Hauptarbeitsgebiete: Grundlagen, Betriebsversuche und Modellversuche. Der wichtigste limitierende Faktor bei der Umsetzbarkeit von Grenzflächenuntersuchungen unter realen Prozessbedingungen wird durch den Umstand bestimmt, dass die notwendigen Analysemethoden generell nicht in-situ, d.h. unmittelbar in den kunststoffverarbeitenden Maschinen eingesetzt werden können. Im Rahmen dieses Projekts wurden daher zwei verschiedene experimentelle Ansätze verfolgt, um den Grenzflächen zwischen Werkzeug und Schmelze im realen Prozess näher zu kommen.

Im Rahmen von Betriebsversuchen wurden Maschinenenteile untersucht, die im realen Verarbeitungsprozess über sehr lange Zeiträume der Kunststoffschmelze und den thermo-mechanischen Belastungen ausgesetzt waren. Diese Maschinenteile wurden von Mitgliedern des projektbegleitenden Ausschusses zur Verfügung gestellt und hinsichtlich Schädigungen sowie Belägen untersucht.

Für den zweiten Ansatz zum Erfassen der Grenzflächenphänomene zwischen Schmelze und Modelloberfläche wurde ein Versuchswerkzeug konstruiert, in das sich Probekörper aus Stahl einbauen lassen. Die Probekörper wurden zum Teil definiert vorgeschädigt und anschließend unter kontrollierten Bedingungen der Polymer-schmelze ausgesetzt. Dafür wurden die Probekörper mit der gleichen kommerziellen Beschichtung versehen, die auch auf den Maschinenkomponenten appliziert ist. Außerdem wurden weitere Beschichtungen entwickelt, die im Versuchswerkzeug auf ihre Tauglichkeit zur Verringerung der Belagbildung untersucht wurden. Grundwerkstoff für alle Probekörper war der Kalt-arbeitsstahl 1.2379. Das eingesetzte Polymer war ein Polycarbonat der Type Makrolon 2408.

Betriebsversuche

In den Betriebsversuchen wurden Plastifizierschnecken aus der Kunststoffverarbeitung, sowohl im neuwertigen Zustand nach Beschichtung mit Chromnitrid-Multilagen, als auch nach 82 Wochen bzw. mehr als 17 Jahren Einsatz in der Industrie untersucht. Die Oberfläche wurde hinsichtlich der Belagbildung und Defekten aus der thermomechanischen Beanspruchung während des industriellen Einsatzes untersucht.

Die kommerzielle Cr-CrN-Multilagenbeschichtung haftet gut am Grundwerkstoff, es wurde nahezu keine Schichtabplatzungen oder -abhebungen beobachtet. Die Beschichtung weist im neuen Zustand charakteristische Oberflächendefekte auf. Sowohl am Schneckenrund als auch auf den Stegen existieren Kohlenstoffablagerungen, flächige Ausscheidungen mit Anteilen von Zink, Kupfer, Silizium und erhöhtem Sauerstoffanteil und Löcher mit Durchmessern im Bereich einiger Mikrometer bis einiger zehn Mikrometer. FIB-Schnitte zeigen, dass diese Löcher zum Teil bis in den Grundwerkstoff reichen bzw. der Grundwerkstoff am Boden der Löcher beeinflusst ist. Diese Löcher (Abb. 1) sind aufgrund des Kontakts zwischen Polymerschmelze und Grundwerkstoff mögliche Startpunkte für die Belagbildung und eröffnen Diffusionspfade für die Eisendiffusion.

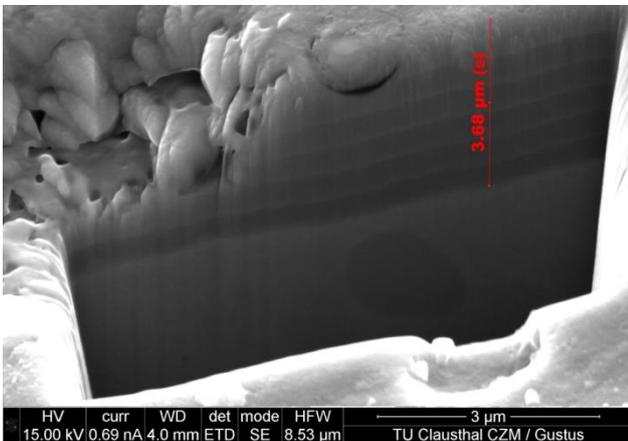


Abb. 1: REM-Aufnahme eines FIB-Schnitts, in der Einzugszone am Schneckenrund. Angegeben ist die geschätzte Schichtdicke, ohne Berücksichtigung des Kippwinkels.

Auf der Oberfläche der Schnecke, die mehr als 17 Jahre im Einsatz war, sind die Defekte der Beschichtung wie Löcher und Ausscheidungen weiterhin auffindbar, die auch auf der Referenzschnecke im Neuzustand sichtbar waren. Auf der gesamten Schneckenoberfläche ist ein erhöhter Kohlenstoffanteil zu finden, der auf Beläge hindeutet. Beläge und Polymerrückstände sind in der Kompressionszone am stärksten ausgeprägt. Starke Kohlenstoffablagerungen treten bevorzugt an Löchern und den flächigen Ausscheidungen

auf, die so bereits im Neuzustand vorhanden waren. Diese Defekte scheinen einen großen Einfluss auf die Entstehung und das Wachstum von Belägen zu haben. In allen Zonen gibt es große Bereiche in welchen geringe Mengen an Eisen nachweisbar sind. Besonders in der Kompressionszone, aber auch in der Ausstoßzone finden sich vermehrt Ausscheidungen bzw. Partikel mit Kupferanteil und großem Zinkanteil sowie stark eisenhaltige Partikel. Die Stegkanten sind in der Einzugszone stark beschädigt, es existieren abgeplatzte bzw. abgetragene Bereiche in der Beschichtung. Beschädigungen gleicher Art finden sich auch an den Stegkanten der Kompressions- und Ausstoßzone, sind dort allerdings seltener.

Im Fall einer mehr als 82 Wochen in der Industrie eingesetzten Plastifizierschnecke bilden sich auf der Oberfläche flächendeckend kohlenstoffhaltige Beläge nach dem Einsatz. In diesen Bereichen sind meistens Spuren von Eisen zu finden. Dies stützt die Theorie der Eisendiffusion aus dem Grundwerkstoff in die Schmelze. Nach dem Einsatz sind voluminöse Polymerrückstände nachweisbar, die nahezu in jedem Fall an Löchern oder Defekten, wie kupfer- und zinkreichen Einlagerungen in der Beschichtung lokalisiert sind. Die kohlenstoffreichen Beläge werden durch die übliche Reinigung mit Messingbürste nur zu einem geringen Anteil entfernt, die voluminösen Polymerrückstände hingegen sind nach Reinigung größtenteils von der Oberfläche entfernt. An der Oberfläche sind eisenreiche Partikel zu finden. An der Grenzfläche zwischen Beschichtung und Polymerrückständen bzw. -belägen wurde der höchste Sauerstoffanteil gemessen. Ein erhöhter Sauerstoffanteil in diesem Bereich deutet darauf hin, dass an der Grenzfläche andere chemische Verbindungen vorherrschen, möglicherweise kommt es an der Grenzfläche zur Umwandlung von Chromnitrid in Chromoxide. Phosphor wurde flächendeckend an der Oberfläche nachgewiesen, Natrium an vielen Stellen der Schneckenoberfläche. In Löchern der Beschichtung sammeln sich Elemente wie Phosphor, Natrium und weitere nach dem Einsatz der Schnecke an. Die Beschichtung ist bei dieser Plastifizierschnecke durch den Einsatz nicht beschädigt.

Versuche an Modellsystemen

Die Schichtzusammensetzung und Oberflächenbeschaffenheit der Probekörper mit kommerzieller Cr-CrN-Multilagenbeschichtung sind sehr ähnlich zur Plastifizierschnecke im Neuzustand. Auf den Probekörpern existiert eine größere Anzahl an Partikeln und einige große Löcher, die bis auf den Grundwerkstoff reichen. An den Probekörpern, die

einer zyklischen mechanischen Belastung unterworfen wurden, konnten keine Schädigungen in Form von Mikrorissen nachgewiesen werden. Es konnte in den Betriebsversuchen jedoch gezeigt werden, dass die in der Beschichtung bereits vorhandenen Defekte die Belagbildung an diesen Stellen fördern. Daher waren für die Untersuchung der Belagbildung im Modellversuch keine Vorschädigungen notwendig.

Die selbst entwickelten Cr/CrN-Schichten auf den Probekörpern weisen im Vergleich mit der kommerziellen Beschichtung weniger Löcher und Partikel auf. Allerdings sind längliche Spalten vorhanden, die im Fall der kommerziellen Cr-CrN-Multilagenbeschichtung nicht aufgetreten sind. Die Schichten weisen größere Kupferverunreinigungen an ihrer Oberfläche auf. Das Kupfer könnte dabei aus dem Beschichtungsprozess stammen. Das Beschichtungsunternehmen konnte bestätigen, dass im Prozess ein Lichtbogen entsteht, der in der Kupferelektrode einschlägt, auf der der Targetwerkstoff aufgebracht ist. Dabei verdampft Kupfer, welches sich dann im Prozess auf der Beschichtung absetzen könnte.

Das zweite hergestellte Schichtsystem besteht aus einer Nickel-Haftvermittlerschicht und einer darüber liegenden Cr/CrN-Schicht. Wie beim ersten Schichtsystem sind viele längliche Spalten an der Oberfläche vorhanden, die eine körnige Struktur aufweisen. Die Anbindung zwischen Nickelschicht und Grundwerkstoff ist gut, außer im Bereich der Spalten. Diese gehen häufig bis auf den Grundwerkstoff und geben Diffusionspfade zwischen Grundwerkstoff und Schmelze frei. An der Oberfläche sind größere Mengen an Verunreinigungen aus Kupfer, Zink und Aluminium vorhanden.

Die Probekörper wurden im eigens dafür konstruierten Versuchswerkzeug mit Polycarbonat Schmelze in Kontakt gebracht. Auf allen Probekörpern sind nach dem Schmelzekontakt kohlenstoffreiche Beläge vorhanden. In fast allen Versuchen wurden nach dem Schmelzekontakt Eisenspuren nachgewiesen. Dieser Sachverhalt stärkt die Theorie des Einflusses der Eisendiffusion weiter. In allen Versuchen wurden Phosphor, Natrium und Zinkspuren, zum Teil auch Chlorspuren an den Oberflächen gefunden, sowohl in den Modellversuchen, als auch in den Betriebsversuchen. Nach Angaben des Materialherstellers könnte das gefundene Natrium sowie die Chlorspuren aus dem Herstellungsprozess stammen und im Polycarbonat im ein- bis zweistelligen PPM Bereich enthalten sein. Phosphor hingegen könnte aus der Additivierung des Polycarbonats stammen und im zweistelligen PPM Bereich enthalten sein.

Die Nachstellung von Belagbildungsszenarien mit Hilfe des Werkzeugs ist gelungen, sowohl die Ausbildung von Belägen, als auch die Anreicherung von Elementen wie Eisen, Phosphor und Natrium, die bereits in den Betriebsversuchen an Plastifizierschnecken nachgewiesen wurden, konnte ebenfalls im Modellversuch anhand der schmelzebeaufschlagten Probekörper nachvollzogen werden. Trotz dieser vielversprechenden Ergebnisse sind hinsichtlich Versuchsdauer, Parametereingrenzung, Nachreinigung und Schnitttechnik noch Verbesserungen notwendig.

Reinigung

Die Nachstellung der Bürstenreinigung zeigt, dass von der Reinigung mit einer Stahldrahtbürste unbedingt abzuraten ist. Sowohl bei 200 °C als auch bei 27 °C traten erhebliche Beschädigungen der Oberflächenbeschichtung auf. Doch auch der Einsatz von Messingdrahtbürsten kann bei Temperaturen ab 200 °C aufgrund von Ablagerungen auf der Oberfläche ein Problem darstellen. Generell entstanden bei der Reinigung kleinste Partikel, die sich in Schicht- und Oberflächendefekten einlagern und anreichern könnten. Bei der Reinigung beschichteter Oberflächen ist daher darauf zu achten, dass der Einsatz von stark abrasiven Reinigungsbürsten vermieden wird.

Fazit

Es ist gelungen Diffusionspfade zu identifizieren und den Mechanismus der Eisendiffusion auch im industriellen Umfeld nachzuweisen. Zusätzlich wurde die Anreicherung von Phosphor in Betriebs- und Modellversuchen als möglicher weiterer Einflussparameter der Belagbildung identifiziert. Im direkten Vergleich mit den bereits vorhandenen Schichtdefekten scheinen die in diesem Projekt untersuchten Schädigungen, verursacht durch die thermomechanische Betriebsbeanspruchung, eine untergeordnete Rolle zu spielen.

Eine Laborprüfmethode wurde entwickelt und validiert. Die Validierung wurde dabei anhand der Plastifizierschnecken aus den Betriebsversuchen durchgeführt. Die in den Betriebsversuchen nachgewiesenen Beläge und ihre Bestandteile, insbesondere Eisen und Phosphor konnten im Werkzeug mit der Laborprüfmethode nachgestellt und anschließend durch Analyse der Oberflächen nachgewiesen werden.

Die gesamten Forschungsergebnisse können einem umfangreichen Forschungsbericht entnommen werden. Dieser ist über den Kontakt zu den beteiligten Instituten erhältlich.

Danksagung

Das IGF-Vorhaben (IGF-Vorhaben Nr. 20333N) der Forschungsgesellschaft Kunststoffe e.V., Haardtring 100, 64295 Darmstadt, zum Thema

„Einfluss von thermo-mechanischen Betriebsbeanspruchungen auf die Belagbildungseigung von beschichteten Stahloberflächen in Kunststoffverarbeitungsmaschinen“

wurde gefördert über die Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen „Otto von Guericke“ e.V. (AiF) im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie (BMWi) aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages. Für diese Förderung sei gedankt.

Auch für die Unterstützung durch die Forschungsgesellschaft Kunststoffe e.V. sei gedankt.

Weiterhin bedanken sich die Autoren bei den beteiligten Kolleginnen und Kollegen für die hervorragende Zusammenarbeit. Ebenso danken die Autoren den Studierenden, die als Hilfskräfte oder durch ihre Studien- und Abschlussarbeiten zum Gelingen des Vorhabens beigetragen haben.

Großer Dank gilt außerdem den Mitgliedern des projektbegleitenden Ausschusses (PA) für die materielle und auch für die wertvolle fachliche Unterstützung.

Die ungekürzte oder auszugsweise Wiedergabe dieses Artikels und seiner Verwendung zu Werbezwecken bedarf einer schriftlichen Genehmigung durch die beteiligten Institute.

Reprints of this report or parts of it or its use for promotion purposes require the prior written permission of the institutes involved.



Gefördert durch:



aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages