Abschlussbericht zum Forschungsvorhaben

"Ökologische und funktionsoptimierte Vorbehandlungskette für die Plasmabeschichtung komplex geformter Schneidwerkzeuge (ÖkoClean)"

acp systems AG Albrecht + Schumacher Oberflächentechnik GmbH Boehlerit GmbH & Co. KG Chemische Fabrik Wocklum | Gebr. Hertin GmbH & Co KG Gühring KG Hufschmied Zerspanungssysteme GmbH MELEC GmbH Fraunhofer-Institut für Schicht- und Oberflächentechnik IST Leibniz-Institut für Plasmaforschung und Technologie e.V. (INP) Institut für Werkzeugmaschinen und Fabrikbetrieb (IWF) - TU Berlin

Berichtzeitraum 01.05.2016 - 31.10.2019

März 2020



www.dbu.de

Deutsch	DBUÇ					
Az 33033/01	Referat	Fördersumme	455.471,38 €			
Antragstitel	Ökologische und funktio mabeschichtung komplex	onsoptimierte Vorbehand x geformter Schneidwerkz	lungskette für die Plas- zeuge			
Stichworte	estrahlen, plasmaelektrolyti- smafeinreinigung, Zerspan- erspanwerkzeuge, Wende-					
Laufzeit	Projektbeginn	Projektende	Projektphase(n)			
42 Monate	01.05.2016	31.10.2019				
Zwischenberichte	Mai-Dezember 2016 erstellt am 02.02.2017 Januar-Juni 2017 erstellt am 26.07.2017 Juli -Dezember 2017erstellt am 28.01.2018 Januar - Juni 2018 erstellt am 13.08.2018 Juli -Dezember 2018 erstellt am 07.02.2019					
Bewilligungsempfänger	MELEC GmbH Dr.Rudolf-Eberle-Str.27 76534 Baden-Baden		Tel072232814510Fax072232814509Projektleitung000000000000000000000000000000000			
Kooperationspartner	Forschungsstellen * Fraunhofer IST * INP Greifswald e.V. * IWF der Technischen Uni Industriepartner * Hufschmied Zerspanungs * Albrecht & Schumacher C * Chemische Fabrik Wockle * acp - advanced clean pro <u>Assoziierte Partner:</u> * Boehlerit GmbH * Gühring KG	versität Berlin ssysteme GmbH Dberflächentechnik GmbH um duction GmbH	· · ·			

Zielsetzung und Anlass des Vorhabens

Zur Vermeidung von jährlich mehreren Tonnen umweltbelastender Abfälle bei der Produktion von beschichteten Werkzeugen wie Wendeschneidplatten, Bohrer und Fräsern aus Hartmetall bestand die Aufgabe darin, eine optimale Vorbehandlungskette zu entwickeln, um beschichtungsgerechte Werkzeugoberflächen zu erhalten.

Darstellung der Arbeitsschritte und der angewandten Methoden

Die Umsetzung dieses Vorhabens erfolgte über eine gezielte Vernetzung der Arbeitspakete:

* In AP1 wurde eine Standardverunreinigung (fertigungsabbildende synthetische Verschmutzung) festgelegt, um einen definierten Zustand vor der Plasmafeinreinigung zu erhalten.

- * Für die Verfahrensentwicklung wurden in AP2 zunächst die Verfahren (Reinigung mit neuartigen ökologischen wässrigen Medien, Strahlen mit CO₂-Schnee und plasmaelektrolytisches Polieren PEP) einzeln untersucht und evaluiert.
- * In einem nächsten Schritt in AP4 wurde eine Zusammenführung der einzelnen Reinigungsmethoden untersucht und evaluiert. Kernpunkt war eine direkte Verknüpfung von Vorreinigung und Feinreinigung. Zunächst wurde jeweils eine atmosphärendruckseitige Methode (CO₂-Strahlen, nasschemisch oder PEP) mit der Plasmafeinreinigung kombiniert. Weiterführend wurde eine Kombination von Schneestrahlen als ersten Schritt, die Anwendung der Nasschemie oder des Plasmapolierens im zweiten Schritt und final die Plasmafeinreinigung untersucht (AP4.1 – AP4.5).
- * Parallel wurden im AP3 Projekt die Versuche in AP2 und AP4 durch oberflächenanalytische Verfahren begleitet (u.a. REM mit EDX oder XRD), um punktuell Effekte der einzelnen Behandlungsmethoden und deren Kombinationen zu untersuchen. Es erfolgte als wesentliches Mittel zur Überprüfung der Wirksamkeit der Verfahren sowohl eine Charakterisierung der Schichthaftung und des Standzeitvermögens der abschließend beschichteten Proben anhand von Modellverschleißtests und Zerspanungsuntersuchungen. Diese nahmen den größten zeitlichen Anteil am Vorhaben ein.
- * Im Anschluss an die zunächst im Labormaßstab evaluierten Vorbehandlungsprozessketten erfolgte in AP5 ein Upscaling.
- * In einem letzten Schritt wurde der Einsatz der entwickelten Vorbehandlungskette im industriellen Umfeld getestet.

Deutsche Bundesstiftung Umwelt • An der Bornau 2 • 49090 Osnabrück • Tel 0541/9633-0 • Fax 0541/9633-190 • http://www.dbu.de

Ergebnisse und Diskussion

In der Entwicklung der Verfahrenskette wurden verschiedene Einzelverfahrenskombinationen an künstlich verschmutzten Zerspanwerkzeugen appliziert. Um eine bestmögliche Vergleichbarkeit herzustellen, wurde dazu eine synthetische Referenzverschmutzung aus Ölen, Fetten, Partikeln und Suspensionen der relevanten Fertigungskette entwickelt. Vor der Evaluierung wurden die Werkzeuge bezüglich Schneidkantenradien und Oberflächenrauheit sowie die Schichthaftung qualifiziert. Die maximale Standzeit der Werkzeuge wurde dann in Zerspanungsuntersuchungen bestimmt.

Einzelverfahren

Als Weiterentwicklung des State-of-the-art in der Produktion wurde für das wässrige Reinigungsverfahren ein ökologisches Reinigungskonzept entwickelt, mit dem der beste Reinigungseffekt bei kleinstmöglicher Einsatzmenge erreicht werden kann. Eine entsprechend gewählte Wirkstoffkombination hält die pH-Werte der eingesetzten wässrigen Reiniger in einem weitgehend neutralen Bereich und lässt sich biologisch abbauen. Es handelt sich dabei um ein zweistufiges Konzept, bei dem im ersten Schritt mittels Ultraschallunterstützung die Vorreinigung der Grobverschmutzung erreicht wird. Im zweiten Schritt erfolgt die finale Bauteilreinigung (Feinreinigung).

Das Arbeiten mit dem auf Überschallgeschwindigkeit beschleunigten CO₂-Schneestrahl ermöglicht die effiziente und schonende Entfernung partikulärer und filmischer Verunreinigungen wie u. a. Staub, Rückstände von Polierpasten, Öle oder Schneidemulsionen. Dieses Verfahren kann für den industriellen Einsatz automatisiert und lokalisiert für die Reinigung schwer zu erreichende Geometriebereiche eingesetzt werden.

Beim plasmaelektrolytischen Polieren (PEP) wird das zu behandelnde Bauteil in einem Elektrolyten aus nichttoxischen Salzen und Wasser durch Anlegen einer Spannung von einigen 100 V gereinigt und poliert. Neben sehr guten Reinigungsergebnissen werden Grate und Verunreinigungen im selben Prozessschritt entfernt. Außerdem lassen sich die Schneidkantenradien der Werkzeuge gezielt einstellen.

Für den letzten Schritt der Vorbehandlung wird die Substratoberfläche unter Vakuumbedingungen mittels plasmachemischer und plasmaphysikalischer Prozesse von jeglichen chemischen Verbindungen bis hinunter zur Nanometer-Skala befreit und chemisch aktiviert. Vor allem für die Anbindung bzw. Haftung nachfolgend aufgetragener Schichten spielt dies eine wesentliche Rolle. Ausschlaggebend für eine effektive Reinigung sind dabei die vorherrschenden Plasmabedingungen, die in weiten Bereichen durch Variation der Pulsgeometrie und Beschleunigungsspannungen modifiziert werden können.

Kombinationsverfahren

Eine Bewertung der Ergebnisse zeigt den direkten Einfluss der Einzelverfahren in der jeweiligen Kette:

- * Jegliche Reinigungsketten ohne Plasmafeinreinigung zeigten eine deutlich geringere Schichthaftung und Standzeit, als Chargen mit integrierter Plasmafeinreinigung.
- * Die optimierte wässrige Reinigung hat in der Verkettung keinen weiteren Einfluss, ist als Einzelverfahren aber mindestens so gut wie die Referenz.
- * CO₂-Strahlen besitzt den technologischen Vorteil der stark lokal fokussierten Reinigungsmöglichkeit.
- * Beim PEP können neben der Entfernung auch starker Verschmutzungen auch Schneidkantenradien eingestellt werden.
- * Die Verkettung von PEP mit CO₂-Strahlen zeigt insgesamt die höchste Relevanz bezüglich der industriellen Nutzbarkeit. Die Reihenfolge zeigt dabei keinen signifikanten Einfluss.

Öffentlichkeitsarbeit und Präsentation

An Veröffentlichungen in schriftlicher Form sind folgende Publikationen anzuführen:

- * Uhlmann, E.; Riemer, H.; An, S.; Fröhlich, M.; Paschke, H.; Petersen M.: Ecological and functional optimization of the pretreatment process for plasma based coatings of cutting tools, 16th Global Conference on Sustainable Manufacturing, Lexington, Kentucky, USA, 02.04.10.18
- * An, S.; Fricke, K; Riemer, H.; Paschke, H.; Quade, A.; Ihrke, R.; Fröhlich, M.: Vorbehandlung und Reinigung von Werkzeugoberflächen durch elektrolytisches Plasmapolieren zur Verbesserung der Haftung von Verschleißschutzschichten; Jubiläumspublikation des Anwenderkreis Atmosphärendruckplasmaverfahren (10 Jahre ak-adp) (ISBN-Nr. 978-3-00-063646-2)

Außerdem wurden auf folgenden Tagungen und Messen Ergebnisse auf wissenschaftlichen Postern präsentiert:

- * An, S.; Ihrke, R.; Quade, A.; Riemer, H.; Petersen, M.; Paschke, H.; Froehlich, M.: Investigation of surface pretreatment on cemented carbide cutting tools by plasma electrolytic polishing (PEP) for enhanced hard coating adhesion (Poster PO2069); Proceedings of the 16th Int. Conference on Plasma Surface Engineering, Garmisch-Partenkirchen, Germany, 17.09.-21.09.18
- * Bojahr, M.; Paschke, H.; Schmauz, G.: ÖkoClean Ökologische und funktionsoptimierte Vorbehandlungskette für die Plasmabeschichtung komplex geformter Schneidewerkzeuge; Poster DeburringExpo 2019, Karlsruhe, Germany, 08.-10.10.19

Im Rahmen der Projektbearbeitung fanden regelmäßige Treffen des Konsortiums statt. Darüber hinaus wurde regelmäßig auf Treffen der INPLAS Arbeitsgruppe "Werkzeugbeschichtungen", deren Mitglieder dieses Vorhaben initiiert haben und zum Teil daran mitwirkten, über den Projektfortschritt berichtet. Außerdem konnten die Ergebnisse den Jahresberichten des IST der Jahre 2017 und 2019 entnommen werden.

Fazit

Im Rahmen des Projekts wurden die mit einer Referenzverunreinigung versehenen Werkzeuge unter Einsatz neuartiger ökologischen wässriger Medien, der CO₂-Schneestrahlbearbeitung sowie des plasmaelektrolytischen Polierens einzeln und nachfolgend in Kombination gereinigt. Mithilfe von Zerspanuntersuchungen und einer Haftungscharakterisierung konnten die Reinigungsergebnisse sowie die Stärken und Schwächen der jeweiligen Verfahren und Verfahrenskombinationen evaluiert werden.

Folglich konnten Unterschiede in der Vorreinigung stärkerer Verschmutzungen, stark lokalisierter oder großflächiger Verschmutzungen sowie der Endreinigung (Feinreinigung) festgestellt werden.

- * Die wässrige Reinigung mit den neuartigen ökologischen Reinigern kann durch ihr zweistufiges Konzept breitbandig eingesetzt werden und ist sowohl bei der Vorreinigung als auch großflächigen Reinigung einsetzbar.
- * Das plasmaelektrolytische Polieren kann nach den erarbeiteten Ergebnissen sowohl in Bezug auf die Vorreinigung als auch auf eine lokalisierte Reinigung eingesetzt werden und bringt einen Geschwindigkeitsvorteil und weitere technologische Vorteile bezüglich einer geometrischen Einstellung der Werkzeuggeometrie (Kantenradius) mit.
- * Das CO₂-Schneestrahlen hat Stärken bezüglich der lokalisierten Reinigung, beispielsweise von Spannuten, benötigt zur flächenhaften Anwendung jedoch eine entsprechende automatisierte Handhabung.
- * Das Potential der Plasmafeinreinigung mit neuartiger Generatortechnologie, die hochenergetische Pulse verwendet, konnte im Projekt nicht zielführend erarbeitet werden. Dies ist ein wesentlicher Punkt bei fortgesetzten Aktivitäten.

Im Ergebnis wurde eine gute Reinigungsleistung der Verfahren in Kombination erbracht. Verglichen mit den konventionellen Verfahren, die als Referenz im Eingang des Projektes dargestellt wurden, lassen sich haftfeste Beschichtungen nachweisen.

Deutsche Bundesstiftung Umwelt • An der Bornau 2 • 49090 Osnabrück • Tel 0541/9633-0 • Fax 0541/9633-190 • http://www.dbu.de

Inhaltsverzeichnis

Tab	ellen-	und Bi	lderverzeichnis	I
For	melzei	ichen u	nd Abkürzungen	IV
1	Zusa	mmenfa	assung	1
2	Einlei	itung		1
3	Haup	tteil		2
	3.1	AP1 V	orarbeiten	2
		3.1.1	AP1.1 Referenzverunreinigung und Probentransfer	3
		3.1.2	AP1.2 Standardreinigungsverfahren	4
	3.2	AP2 E	inzelverfahren	6
		3.2.1	AP2.1 CO ₂ -Strahlen	6
		3.2.2	AP2.2 Wässrige Reinigung	10
		3.2.3	AP2.3 Plasmapolieren	14
		3.2.4	AP2.4 Plasmafeinreinigung	19
	3.3	AP4 K	ombinationsverfahren	25
		3.3.1	AP4.1 Kombination CO ₂ + Plasma	26
		3.3.2	AP4.2 Kombination Wässrig + Plasma	27
		3.3.3	AP4.3 Kombination Plasmapolieren + Plasma	27
		3.3.4	AP4.4 Kombination CO ₂ + Wässrig + Plasma	28
		3.3.5	AP4.5 Kombination CO ₂ + Plasmapolieren + Plasma	29
	3.4	AP3 E	valuierung	29
		3.4.1	AP3.1 Haftungscharakterisierung und AP3.3 Evaluierung durch	
			Standzeitversuche	29
		3.4.2	AP3.2 Analytische Untersuchung an Spannuten von Bohrern	40
	3.5	AP5 U	pscaling	41
		3.5.1	Umweltbilanz der eingesetzten CO2-Schneestrahl-Technologie	41
		3.5.2	Industrielle Hochskalierung	42
		3.5.3	SWOT-Analyse	42
		3.5.4	Öffentlichkeitsarbeit und Präsentation	45
	3.6	AP6 In	dustrietests	47
4	Fazit			53
5	Litera	aturverz	eichnis	54

Tabellen- und Bilderverzeichnis

Tabellenverzeichnis

Tabelle 3-1:	Eigenschaf	ften de	er geplant	en Ve	rsuchswerkstof	fe		12
Tabelle 3-2:	Auflistung	der	Abläufe	und	Bedingungen	für	die	unterschiedlichen
	Versuche							20
Tabelle 3-3:	Parameter	der P	lasmafein	reinig	ung bei A+S			22
Tabelle 3-4:	Auflistung	der	Abläufe	und	Bedingungen	für	die	unterschiedlichen
	Versuche z	u AP4	4.3					27
Tabelle 3-5:	Übersicht o	der Pla	asmapolie	rproze	esse			32
Tabelle 3-6:	Taktzeit un	d Med	dienverbrä	auche	analog AP4 (D	ruckli	uft un	d CO ₂)41

Bilderverzeichnis

Bild 3-1:	Zeit- und Arbeitsplan des Projektes ÖkoClean2
Bild 3-2:	Transport-Konzept v3.0 4
Bild 3-3:	Vergleich der Oberflächen unter dem Mikroskop5
Bild 3-4:	Bei A+S verschmutzte Wendeschneidplatte vor der Reinigung,
	aufgenommen mit verschiedenen Vergrößerungen
Bild 3-5:	Magnetronsputteranlage von A+S6
Bild 3-6:	Strahlkabine im Technikum der acp systems AG7
Bild 3-7:	Lichtmikroskopische Aufnahmen vor und nach der Reinigung einer WSP 7
Bild 3-8:	Lichtmikroskopische Aufnahmen vor und nach der Reinigung eines Stufenbohrer
Bild 3-9:	Lichtmikroskopische Aufnahmen vor und nach der Reinigung einer WSP 8
Bild 3-10:	Lichtmikroskopische Aufnahmen vor und nach der Reinigung eines
Bild 2 11.	Lichtmikrockonische Aufnahmen vor und nach der Beinigung eines 6 mm
Dilu 5-11.	Bohrern
Bild 3-12:	Überabeiteter Aufbau mit drei Düsen auf einer Linearachse. Die
	Wendeschneidplatte dreht sich gleichzeitig auf einer Drehachse
Bild 3-13:	Mehrdüsen-Strahleinheit zur Reinigung großer Flächen, bspw. Stoßfänger
	vor dem Lackieren oder mehrere Bauteile in einem Tray gleichzeitig9
Bild 3-13:	Vergleich verschiedener Inhibitoren (Borax, BTA: Benzotriazol, TEA:
	Triethanolamin, TEAO: Triethanolaminoleat bzw. vollneutralisiertes TEA mit
	Olsäure)
Bild 3-14:	Wendeschneidplatten vor und nach der Reinigung bei Wocklum
Bild 3-15:	Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der gereinigten Wendeschneidplatte
Bild 3-16:	EDX-Analyse der gereinigten Wendeschneidplatte
Bild 3-17:	Foto der Plasmapolieranlage am INP Greifswald14
Bild 3-18:	Schematische Darstellung der Plasmapolieranlage (links) und des
	Plasmapolierverfahrens (rechts)15
Bild 3-19:	a) Stromdichte als Funktion der Spannung sowie die Leitfähigkeit in
	Abhängigkeit von der Elektrolytkonzentration; b) Abhängigkeit von der
	Elektrolyttemperatur; c) Fotografische Aufnahmen der Proben16

Bild 3-20:	3-D Profil der Schneidkante vor und nach dem plasmaelektrolytischen Polieren
Bild 3-21:	Kantenradius eines nicht-rotierten Prüfkörpers in Abhängigkeit von der
	Spannung (links) und Kantenradius eines rotierten Prüfkörpers (Rechts)18
Bild 3-22:	Fotografische Aufnahmen des Proben: a) unbehandelt: b) kontaminiert: c)
	plasmapoliert
Bild 3-23:	ATR-FTIR Spektren der unbehandelten, kontaminierten und plasmapolierten
	Probe
Bild 3-24:	a) Foto der HIPMIS/PBII Anlage: b) Schema der HIPMIS/PBII Anlage20
Bild 3-25:	Aufnahmen der Proben: a) unbeschichtetes Werkzeug: b) TiN-beschichteten
	Werkzeugen gemäß Prozess 1; c) Prozess 2; d) Prozess 321
Bild 3-26:	Mikroskopische Aufnahmen von Schneidkanten von Hartmetallwerkzeugen;
	a) unbeschichtet; b) Prozess 1; c) Prozess 221
Bild 3-27:	Installation Pulser SPIK3000A, DC-Teil
Bild 3-28:	Pulser SPIK3000A, DC-Teil; a) Frontansicht; b) Rückansicht;
	c) Innenansicht
Bild 3-29:	a) Oszilloskop-Aufnahme (Gelb: Spannungsimpuls; Blau:
	Stromimpulsverlauf); b) Hohlkathodenentladungen dargestellt an einer im
	Prozess Stahlplatte mit Durchgangs-Bohrungen unterschiedlichen
	Durchmessers
Bild 3-30:	Impulsmessungen: Einzelimpuls an einem Titan-Target
Bild 3-31:	Impulsmessungen: Einzelimpuls mit Vorionisierungsimpuls an einem Titan-
	Target
Bild 3-32:	Lichtmikroskopische Aufnahmen vor und nach der Reinigung einer WSP.26
Bild 3-33:	Lichtmikroskopische Aufnahmen vor und nach der Reinigung einer WSP.26
Bild 3-34:	Lichtmikroskopische Aufnahmen vor und nach der Reinigung
	eines Fräsers27
Bild 3-35:	Aufnahmen der Proben; a) unbeschichtetes Werkzeug; b) TiN-beschichteten
	Werkzeugen gemäß Prozess 4; c) Prozess 5; d) Prozess 628
Bild 3-36:	Mikroskopische Aufnahmen von Schneidkanten von Hartmetallwerkzeugen;
	a) unbeschichtet; b) Prozess 4; c) Prozess 528
Bild 3-37:	Lichtmikroskopische Aufnahmen vor und nach der Reinigung einer WSP.29
Bild 3-38:	Lichtmikroskopische Aufnahmen vor und nach der Reinigung einer WSP.29
Bild 3-39:	Universal-Drehmaschine DMG CTX gamma 1250 TC, DMG MORI AG,
	Bielefeld, Deutschland
Bild 3-40:	CSM Revestester, CSM Instruments SA, Pesseux, Schweiz
Bild 3-41:	Übersicht der ersten Versuchsreihe
Bild 3-42:	REM-Aufnahmen der Wendeschneidplatten; a) Standardfeinreinigung und
	Standardbeschichtung (Versuchsreihe 2); b) Referenzverschmutzung,
	Standardfeinreinigung und Standardbeschichtung (V3); c)
	Referenzverschmutzung, Plasmapolierprozess A, Standardfeinreinigung
	und Standardbeschichtung (V4); d) Referenzverschmutzung,
	Plasmapolierprozess B, Standardfeinreinigung und Standardbeschichtung
	(V5); e) Referenzverschmutzung, Plasmapolierprozess C,
	Standardfeinreinigung und Standardbeschichtung (V6)

Standzeitergebnisse der Zerspanuntersuchungen der er	sten
Versuchsreihe	33
Probenübersicht der Haftungsoptimierung	34
Standzeitergebnisse der haftungsoptimierten Zerspanwerkzeuge	35
Übersicht der am INP beschichteten Werkzeuge	36
Übersicht der am INP beschichteten Werkzeuge	37
Standzeitergebnisse und Haftfestigkeiten der am INP beschicht	eten
Werkzeuge	38
REM-Aufnahmen der Wendeschneidplatten; a) Versuchsreihe 2	mit
Schichtdefekt im Bereich der Schneidecke; b) Versuchsreihe 2	mit
Schichtdefekten entlang der gesamten Schneidkante	38
Probenübersicht der von A+S beschichteten Werkzeuge	39
Standzeitergebnisse und Haftfestigkeiten der von A+S beschicht	eten
Werkzeuge	40
Analytische Untersuchung an Spannuten von Bohrern	41
Frästasche nach 45 min Bearbeitung	47
Beschichteter Torusfräser vom Typ HC644080-28010	48
5-Achs-Universal-Bearbeitungszentrum G350 (Grob 2019)	49
Referenzwerkzeug nach 15 min	49
Referenzwerkzeug nach 45 min	50
Wz6 nach 15 min	50
Wz6 nach 30 min	51
Wz19 nach 15 min	52
	Standzeitergebnisse der Zerspanuntersuchungen der er Versuchsreihe

Formelzeichen und Abkürzungen

Lateinische Formelzeichen

Zeichen	Einheit	Bezeichnung
a _e	mm	Eingriffsbreite
a _p	mm	Schnitttiefe
d	mm	Durchmesser
f	mm	Vorschub
F _N	Ν	Normalkraft
F⊤	Ν	Tangentialkraft
I	mm	Länge
Lc	Ν	Kritische Last
M_{max}	Nm	Maximales Drehmoment
n	min ⁻¹	Drehzahl
n _{max}	min ⁻¹	Maximale Hauptspindeldrehzahl
Pan	kW	Antriebsleistung
r _β	μm	Diamantspitzenradius
S	mm	Verfahrweg
SD	μm	Schichtdicke
$T_{VB0,3}$	min	Standzeit
VB	μm	Verschleißmarkenbreite
VB_{max}	mm	Maximale Verschleißmarkenbreite
Vc	m/min	Schnittgeschwindigkeit
Vi	m/min	Indentervorschubgeschwindigkeit

Abkürzungen

AE	Acoustic Emission					
AICrN	Aluminiumchromnitrid					
AITiN	Aluminiumtitannitrid					
AITiSiN	Aluminiumtitansiliziumnitrid					
ATR-FTIR	Attenuated total reflection Fourier transform infrared (Abgeschwächte Totalreflexion - Fourier-Transformations-Infrarotspektrometer)					
BTA	Benzotriazol					
CrN	Chromnitrid					
CVD	Chemical vapour deposition					
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie					
HEPA	Reinstluft Filter-Fan-Unit					
HIPIMS	High power impulse magnetron sputtering (Hochleistungsgepulste Magnetronzerstäubung)					
HRC	Härte nach Rockwell					
IBC	Intermediate Bulk Container					
IPA	Isopropylalkohol					
MFC	Mass flow controller (Massendurchflussregler)					
PACVD	Plasma aktivierte CVD					
PBII	Plasmabasierte Ionenimplantation					
PEP	Plasmaelektrolytisches Polieren					
PFR	Plasmafeinreinigung					
ppb	Parts per billion (Teile pro Milliarde)					
PVD	Physical Vapour Deposition					
REM	Rasterelektronenmikroskop					
SWOT	Strengths, Weaknesses, Opportunities and Threats (Stärken, Schwächen, Chancen und Risiken)					
TEA	Triethanolamin					
TEAO	Triethanolaminoleat bzw. vollneutralisiertes TEA mit Ölsäure					
TiAIN	Titanaluminiumnitrid					
TiN	Titannitrid					
TiSiN	Titansiliziumnitrid					
VOC	Volatile organic compounds (Flüchtige organische Verbindungen)					
WSP	Wendeschneidplatte					

Wz Werkzeug

1 Zusammenfassung

Im Projekt wurden unterschiedliche Methoden zur Reinigung von Hochleistungswerkzeugen aus Hartmetall angewandt, um gute Haftwerte für die nachfolgende Beschichtung zu realisieren. Die Reinigungsmethoden reichen von der nasschemischen Reinigung über die Bestrahlung mit festem CO₂ bis hin zum Einsatz des plasmaelektrolytischen Polierens (PEP) sowie der Kombination der genannten Verfahren. Prüfkörper wurden vor der Reinigung mit einer festgelegten, reproduzierbaren Oberflächenverunreinigung versehen, die den Oberflächenzustand der Zerspanungswerkzeuge nach der Fertigung abbildet. Durch eine Prozessoptimierung ist es gelungen, die Oberfläche von diesen hartnäckigen Verkrustungen zu befreien. Eine angepasste Prozessführung bewirkt dabei, dass sich für die Haftung bzw. Materialeigenschaften negative Effekte, wie z.B. ein selektiver Abtrag ("Leaching") reduzieren lassen. Darüber hinaus wird die wichtige Forderung der Konturtreue erfüllt: Der Radius der Schneidkanten lässt sich kontrolliert einstellen. Die gereinigten Bauteile wurden in einem folgenden Prozessschritt mittels Physical Vapour Deposition (PVD) mit einer Hartstoffschicht (TiN bzw. AITiSiN) versehen. Im Rahmen von Zerspanungsuntersuchungen wurde die Haftfestigkeit dieser Schichten untersucht und damit die praktische Anwendbarkeit der Vorbehandlung für die Reinigung und Konditionierung vor dem Beschichten nachgewiesen. Im Ergebnis liegt nun ein neuer, schneller und umweltverträglicherer Reinigungsprozess vor. Die so präparierten Werkzeuge erzielen ähnlich hohe Standzeiten wie konventionell, aber umweltbelastend gereinigte Werkzeuge.

2 Einleitung

Hochleistungswerkzeuge wie Fräs-, Dreh- oder Bohrwerkzeuge spielen in einer Vielzahl industrieller Produktionsbereiche eine Schlüsselrolle. Für deren Anwendung ist insbesondere die Oberflächengüte für die Funktion und Langlebigkeit entscheidend. Um die Lebensdauer eines Werkzeugs zu maximieren, werden unter anderem Verschleißschutzschichten bzw. Hartstoffschichten appliziert. Vor dem Beschichten müssen jedoch Verunreinigungen, die während des Herstellungsprozesses entstehen (z. B. Öle, Fette, Salze und andere Partikel), gründlich entfernt werden, da für eine ausreichende Haftung zwischen Werkzeugoberfläche und Beschichtung eine hohe Oberflächenqualität unabdingbar ist.

Daher ist eine abgestimmte und effiziente Reinigungstechnologie vor dem Beschichtungsprozess erforderlich. Konventionell werden mehrere Vorbehandlungsmethoden zur Reinigung und damit verbunden zur Verbesserung der Haftung eingesetzt, wie z. B. nasschemische Reinigung (mit und ohne Ultraschall), chemisches Ätzen und Plasmafeinreinigung. Besonders verbreitet sind Industriewaschstraßen, die bei Verwendung geeigneter Waschzusätze eine Reinigung erlauben. Dennoch bringen die genannten Verfahren mehrere Nachteile mit sich, wie z. B. schlechte Reproduzierbarkeit, Zeitaufwand, unzureichende Reinigungswirkung sowie die Emission von umweltbelastenden Stoffen. Daher ist die Entwicklung einer kosteneffizienten und nachhaltigen Vorbehandlungsmethode für eine gründliche Oberflächenreinigung von Werkstücken vor einer Be- oder Weiterverarbeitung erforderlich. Das plasmaelektrolytische Polierverfahren ist eine potenziell gut geeignete Methode zur effektiven Entfernung von Oxiden, Schmutz und Schmierstoffen von der Metalloberfläche und wurde im Rahmen dieses Projektes als Prozessschritt untersucht und mit weiteren Verfahren verglichen (MEL02, YER10, DUR16).

3 Hauptteil

Der Bericht orientiert sich im Folgenden an der Nummerierung und Bezeichnung der Arbeitspakete (AP), die dem in Bild 3-1 dargestellten Zeit- und Arbeitsplan zu entnehmen ist:

Zei	tpla	n ÖkoClean	Laufzeit: 3,5 Jahre		2016	2	2017			2018		2019)
			01.05.16 - 31.10.19	05 06 07	08 09 10 11 12	01 02 03 04 05 (6 07 08 09 10) 11 12 0	1 02 03 04	05 06 07 08 09	10 11 1:	2 01 02 03 04	05 06 07 08 09 10
AP1:	Vorarb	eiten		Kick-Off: 31.05.16		Erstes Treffen: 18.01.17	Zweite 14.09.	es Treffen: 9.17		Drittes Treffen:	Vier	tes Treffen:	Fünftes Treffen:
	AP1.1	Referenzverunreinigung								17.04.10			28.03.15
	AP1.2	Standardreinigungsverfa	ahren										
AP2:	Einzelv	verfahren											
	AP2.1	CO2-Trockeneis, -schne	ee										
	AP2.2	Wässrige Reinigung											
	AP2.3	Entwicklung Plasmapoli	eren										
	AP2.4	Plasmabasierte Feinrein	nigung			1111	11						
AP3:	Evaluie	erung											
	AP3.1	Haftungscharakterisieru	ng										
	AP3.2	Oberflächenanalytik											Abschlussteffen: 30.10.19
	AP3.3	Evaluierung durch Stand	dzeitversuche (IWF)										
AP4:	Kombi	nationsverfahren											
	AP4.1	CO2 + Plasma											
	AP4.2	Wässrig + Plasma											Verlängerung
	AP4.3	Plasmapolieren + Plasm	na										um 6 Monate
	AP4.4	CO2 + Wässrig + Plasn	na										
	AP4.5	CO2 + Plasmapolieren -	+ Plasma										
405	Mellen	stein											
AP5:	Upscal	Fundation / Modifika	ation										
	AP5.1	Evaluterung / Konzepter	stellung opscalling										
ADC.	AP5.2	Adaption / Modilikation		_									
AP'6:		Industristanta											a an
	AP6 2	Wirteehoftlich ökologieg	ha Evaluiarung										
	APG 2	Frachnickorbroitung	rie Evaluierung										
	AP0.3	Ergebnisverbreitung und	a Stakenoluer-Dialog										000000000000000000000000000000000000000

Bild 3-1: Zeit- und Arbeitsplan des Projektes ÖkoClean

3.1 AP1 Vorarbeiten

Um die Wirksamkeit der zu entwickelnden Reinigungsprozesskette im Verlauf des Vorhabens zu evaluieren, wurden die als Referenzwerkzeuge vorgesehenen Wendeschneidplatten (WSP), (Stufen-)Bohrer und Fräser in ihrem Ausgangszustand nach der Fertigung eingesetzt werden. Dazu war es zu Beginn notwendig, die Fertigungsfolge zu beschreiben und die relevanten Fertigungsmittel und -medien, die als Störstoffe noch auf der fertigen Oberfläche vorliegen können, zu berücksichtigen, vgl. Normen zur Technischen Sauberkeit: VDA 19, ISO 16232. In diesen Schriften finden sich Bestimmungen und Regeln zur Durchführung von Restschmutzanalysen, welche die Schritte Restschmutzextraktion, Bestimmung des Restölgehaltes (Gravimetrie), Bestimmung der Restpartikelmenge (Gravimetrie) sowie Partikelzahl und -größe (optische Verfahren/Scanning) bis hin zur 3D-Vermessung und Analytik der Elementzusammensetzung beschreiben [ISO16232]. Eine wesentliche Methode auf dem Weg zur Messung stellt dann die Analysefiltration dar, in der Extraktion über verschiedene Verfahren (Ultraschallunterstützung, Luftextraktion) und die Charakterisierung der Partikelfracht u.a. mittels Gravimetrie, Mikroskopie, Oberflächenmagnetismus beschrieben ist. Ein probates Mittel in der Qualitätssicherung ist die Abklingmessung, in der mithilfe eines so genannten Abklingkriteriums ein Sauberkeitswert ermittelt werden kann. Die Anwendbarkeit dieser Messung hängt stark vom Beprobungsverfahren, vom Probenumfang und den Beprobungsbedingungen ab, die eine Serienfertigung begleiten können.

Eine Möglichkeit, eine Technische Sauberkeitsanalyse (TSA-Routine) zu entwickeln, wurde in Zusammenarbeit mit dem Fraunhofer WKI in Braunschweig testweise erprobt, nachdem die ersten Testwerkzeuge zur Verfügung standen. Von der Firma Boehlerit zur Verfügung gestellte unterschiedlich verschmutzte Wendeschneidplatte (ÖI, Polierpaste) wurden zur Verfahrenserprobung mit Lösemitteln gereinigt und die Komponenten gravimetrisch mit einer Mikrowaage (elektronische Labormikrowaage MX5, Firma Mettler Toledo) bewertet (Messung von

11/2016). Diese Messungen an fünf unterschiedlichen Proben zeigten für die filmische Verunreinigung eine hohe Empfindlichkeit der Messung mit max. 0,0334 mg Messabweichung. Pastöse Verunreinigungen lassen sich prinzipiell gut messen, wenn auch mit starken prozentualen Abweichungen im Messergebnis bei den unterschiedlichen Proben von bis zu 80 %. Eine Restschmutzanalyse erschien dem Konsortium als nicht geeignet, um eine Reinigungswirkung der neuen Prozesskette praktikabel zu beschreiben.

Es wurde daher in Absprache mit dem Konsortium festgelegt, dass anwendungsorientiert mit Hilfe einer so genannten synthetischen Verschmutzung als Referenzverunreinigung gearbeitet wird, welche die vorliegenden Störstoffe modellhaft abbildet. Nach Kontamination der Testwerkzeuge durchlaufen diese die unterschiedlichen Reinigungsverfahren und deren variable Verkettung (Partner INP, acp, CFW). Danach wurden die Proben zur Referenzbeschichtung (Partner A+S) geschickt und final die Beschichtung charakterisiert (IWF, IST, INP) sowie die Standzeit bestimmt (IWF).

3.1.1 AP1.1 Referenzverunreinigung und Probentransfer

Referenzverunreinigung

Startpunkt für die weiteren Entwicklungen im Projekt war daher zunächst die Zusammenstellung der in der Fertigung verwendeten Medien über die zur Verfügung gestellten Beschreibung der fertigenden Industriepartner Gühring, Hufschmied und Boehlerit. Die relevanten Medien sind von den Inhaltsstoffen sehr vielfältig und sowohl fluid als auch pastös vorhanden:

a.	Schleiföl (fluid):	Sinto Grind TTK (oelheld)
b.	Waschlösung (fluid):	Deconex HT1510 / Decones HT1152 /
		Neodisher ProTech16
c.	Emulsion (fluid):	Zubora Systemcleaner (Zeller+Gmelin)
d.	Strahlmedium (Emulsion):	Ansatz mit Korund F500 / Fäulnisverhinderer
		G&S-WA / Korrosionsschutz SurTec 010 / Wasser
e.	Poliermedium (pastös):	K3/400: Diamant / Kokosschalen (+ Haftöl & nat. Fette
		aus den Schalen)
f.	Poliermedium (pastös):	Diastar (Gerber)

Eine Identifizierung der tatsächlich nach der Fertigung nachweisbaren Restverschmutzungen (Minerale, Metalle, Salze, organisch, Öle, Fette) wurde auf Werkzeugen des Partners Gühring nachgewiesen (vgl. AP3.2 Analytische Untersuchung an Spannuten von Bohrern (IST / Gühring). Im Wesentlichen zeigten sich im Rasterelektronenmikroskop (REM) organische (Kohlenstoffverbindungen) und anorganische Rückstände (u.a. Aluminiumoxid) aus den Schleifund Polierprozessen.

Die synthetische Verschmutzung wurde in mehreren Ansätzen so entwickelt, dass sich ein realistisches Modell für die Untersuchung der Reinigungsleistung aller Einzelverfahren ergab. Dabei wurde die erste Variante bezüglich der thermischen Auslagerung der Verschmutzungsmedienmischung zu extrem gewählt (Variante v1 mit 700 °C Auslagerungstemperatur) und die folgende Variante mit einem zu extremen komplexen Mediengemisch (v2 mit 6 Medien und 650 °C), so dass sich bei fast allen Verfahren optisch kaum Reinigungsleistung nachweisen lies. Die ab 05/2018 im Projekt eingesetzte Referenzverschmutzung arbeitet mit einer Verdünnung der Ingredienzien und einer reduzierten Temperbehandlung (550 °C). Diese Variante v3 bestand aus den 3 Medien Schleiföl (a) Sinto Grind TTK (15 g), Poliermittel (f) Diastar (3 g)

und Strahlmedium (e) als wässrigen Ansatz (3 g). In der Routine zur Aufbringung der Referenzverunreinigung wurden die Proben jeweils 3-mal für ca. 5 s getaucht. Zudem erfolgte eine Probenbewegung bzw. Bewegung des Bades. Danach erfolgte ein Abtropfen für 5 min mit der in einem Gestell aufgehängten Proben. Abschließend wurde ein "Einbrennen" im Temperofen bei 700 °C für 1 min durchgeführt.

Probentransfer

Da die Reinigungsprozeduren der Partner an regional sehr verteilt liegenden Standorten durchgeführt werden, ist ein Probentransfer der gereinigten Proben zwischen den jeweiligen Reinigungsschritten in der Verkettung, in jedem Fall aber zur Beschichtung bei A+S notwendig. Dies erfordert einen gesicherten Transport, der eine Kontamination der gereinigten Probenoberflächen durch den Transportbehälter sicher ausschließt. Ein erster Ansatz mit dem Versand in sterilen Einschweißfolien, wie in der Medizin verwendet (Sterilisationsfolien und -tüten d°rect), beinhaltet massive technologische Nachteile durch die Kontakte des Transportgutes (frisch gereinigte Proben/Werkzeuge) mit der Folie bzw. der Gaze. Außerdem ist ein Austausch mit der Atmosphäre (Feuchtigkeit, Luftsauerstoff) möglich.

Daher wurde ein konstruktiv aufwendigeres, dennoch einfach umzusetzendes Konzept erarbeitet, in welchem Acrylglasrohrabschnitte die Werkzeuge bzw. WSP ohne Kontakt zur Umhüllung aufnehmen (Bild 3-2). Die Röhren werden durch Verschlusskappen mit eingelegten Dichtungen verschlossen und sind dadurch bei Bedarf evakuierbar bzw. mit einem inerten Gas spülbar.



Bild 3-2: Transport-Konzept v3.0

3.1.2 AP1.2 Standardreinigungsverfahren

Die Reinigungsversuche mit wässrigen Medien wurden am IST in der mehrstufigen Standardreinigungsanlage (15-Becken-Anlage) durchgeführt und fanden parallel zu den Entwicklungsarbeiten bei CFW auch projektbegleitend in einer Laborbeckenanlage statt. Ziel war eine Überprüfbarkeit der Einsatztauglichkeit des entwickelten wässrigen Reinigerkonzeptes.

Zu Beginn des Projektes zeigten Reinigungsversuche mit der verwendeten synthetischen Verschmutzung v1 und v2 (vgl. AP1.1 Referenzverunreinigung und Probentransfer) keine erfolgreiche Entfernung. Dies gilt sowohl für die vielfältige Kombination aus Material (Kunststoff, Glas, Stahl, Buntmetall, Leichtmetall, etc.) und Verschmutzung (Fette, Öle, Korrosionsprodukte, Stäube, etc.), der einstellbaren Standardreinigungsanlage als auch für die Versuchsreinigung mit der mit Ultraschallunterstützung ausgestatteten Laboranlage mit den neuen Reinigerformulierungen. Auch bei CFW blieben zunächst Rückstände erhalten (Bild 3-3).



getempert

Reinigung Fraunhofer IST

Reinigung Chemische Fabrik Wocklum

Bild 3-3: Vergleich der Oberflächen unter dem Mikroskop

Die Firma A+S nutzt eine nasschemische Reinigung mit kommerziellen Standard-Reinigern. Diese Reinigung ist nicht speziell auf Hartmetall abgestimmt, sondern für ein breites Portfolio von Materialien angelegt und besteht aus einer Kombination von Ultraschallbecken und Spülbecken. Anschließend werden die Bauteile mit Druckluft trocken geblasen und in einem Wärmeschrank gelagert, bevor sie in eine Beschichtungsanlage chargiert werden. Diese nasschemische Reinigung wurde als Referenz im Projekt betrachtet.

Im Rahmen der Entwicklung der synthetischen Verschmutzung wurden einige Proben bei A+S gemäß den Vorgaben der Projektpartner verschmutzt. Abweichend von den allgemeinen Vorgaben mussten die Proben beim Aufheizen des Ofens und beim Abkühlen des Ofens im Ofen verbleiben, da der bei A+S verfügbare Ofen in heißem Zustand nicht geöffnet werden kann. In Bild 3-4 ist beispielhaft eine dieser synthetisch verschmutzten Wendeschneidplatten bei verschiedenen Vergrößerungen dargestellt. Es sind sehr starke Verschmutzungen zu sehen. Nach der nasschemischen Reinigung (drei Reinigungsbecken mit verschiedenen Reinigern mit Ultraschall-Unterstützung und Spülbecken, abschließendes Trockenblasen mit hochreiner Luft) waren optisch noch Rückstände erkennbar. Die Wendeschneidplatten wurden trotzdem beschichtet, allerdings zeigten die weiteren Tests, dass diese synthetische Verschmutzung mit der Standard-Reinigung von A+S nicht erfolgreich abgereinigt werden konnte.



Bild 3-4: Bei A+S verschmutzte Wendeschneidplatte vor der Reinigung, aufgenommen mit verschiedenen Vergrößerungen

Im Rahmen der bei A+S durchgeführten Beschichtungen wurde, soweit nicht anders vermerkt, auf die firmeninterne Standard-Plasmafeinreinigung zurückgegriffen. Dabei wurde eine gepulste Spannungsquelle für den Substrathalter ("Substratbiasspannung") in einem mehrstufigen Prozess mit verschiedenen Gaszusammensetzungen und Drücken verwendet. Die verwendete Magnetronsputteranlage ist in Bild 3-5 dargestellt.



Bild 3-5: Magnetronsputteranlage von A+S

Die Grundsätzliche Vorgehensweise für die Beschichtung der Proben sah folgendermaßen aus:

- Bauteile im Hochvakuum heizen
- Plasmafeinreinigung im Grobvakuum/ Feinvakuum in Argon-Wasserstoff-Mischung
- Plasmafeinreinigung im Feinvakuum/ Hochvakuum in Argon
- Beschichtung mit AlTiSiN

Bei der Beschichtung handelte es sich um eine AlTiSiN-Monolayer-Beschichtung mit metallischer Haftschicht. Die Schicht hatte eine Schichtdicke von ca. 2 μ m und eine Haftfestigkeit von HF2 (VDI 3198) auf der Prüfronde.

3.2 AP2 Einzelverfahren

3.2.1 AP2.1 CO₂-Strahlen

Die acp systems AG ist spezialisiert auf der trockenen Reinigung mittels CO₂-Schneestrahlen. Die patentierte quattroClean-Technologie des Unternehmens ermöglicht die trockene, materialschonende und umweltgerechte Entfernung partikulärer und filmischer Verunreinigungen von nahezu allen Materialien. Da die Reinigung trocken erfolgt, entfällt die sonst erforderliche, energieintensive Trocknung der gereinigten Bauteile und Baugruppen. Des Weiteren fallen keine zu entsorgenden Reststoffe, speziell stark verunreinigte Abwässer an. Mehr als 1000 weltweit im Einsatz befindende Systeme, haben die Praxistauglichkeit dieser innovativen Reinigungstechnologie unter Beweis gestellt. Fokus des AP2 war die Erarbeitung eines Prüfstands inkl. Methodik zur Reinigung der Prüflinge. Dabei handelt es sich um die Wendeschneidplatten (Firma Boehlerit) sowie um die Stufenbohrer und kleinen 6 mm-Bohrer (Gühring).

Manuelle Reinigungsversuche

Die manuelle Reinigung in einer Strahlkabine mit einer Reinstluft Filter-Fan-Unit (HEPA) ist in Bild 3-6 dargestellt.



Bild 3-6: Strahlkabine im Technikum der acp systems AG

Hierzu wurden in einer sauberen Strahlkabine die Komponenten manuell unter den CO₂-Schneestrahl einer Einzeldüse gehalten und entsprechend gehandhabt. Da es sich bei dem Schneestrahlverfahren um ein sog. Sichtlinienverfahren handelt, muss das Bauteil so gedreht werden, dass der Strahl jede der zu reinigenden Stellen der Bauteiloberfläche trifft. Bei der Wendeschneidplatte ist dies die gesamte Oberfläche. Bei den Bohrern betrifft dies speziell die Spannut und die Schneidkanten. Anhand der lichtmikroskopischen Auswertungen konnte festgestellt werden, dass das Schneestrahlverfahren prinzipiell geeignet ist, um die Verunreinigungen wirkungsvoll zu entfernen. Jedoch konnten in diesem Fall 100 % der aufgetragenen Verunreinigungen extrahiert werden.





Bild 3-7: Lichtmikroskopische Aufnahmen vor und nach der Reinigung einer WSP



Bild 3-8: Lichtmikroskopische Aufnahmen vor und nach der Reinigung eines Stufenbohrer

In Bild 3-7 und Bild 3-8 sind beispielhafte lichtmikroskopische Aufnahmen vor und nach der Reinigung abgebildet. Zu erkennen sind die teilweise noch zurück gebliebenen Rückstände. Prinzipiell ist aber eine deutliche Reduzierung der Verschmutzung sichtbar.

Auf Grundlage der Versuche bei der acp und den anderen Partnern wurde erkannt, dass die entwickelte Verschmutzung nicht den tatsächlichen Gegebenheiten in der Produktion von Werkzeugen entspricht (AP1.1 Referenzverunreinigung und Probentransfer). Daher wurden die Versuche mit der neuen Verunreinigung wiederholt. Neben der neuen Verunreinigung wurden unterschiedliche Strahlparameter (Druck und Abstand) eingesetzt, um deren Einfluss auf das Ergebnis zu evaluieren.





Bild 3-9: Lichtmikroskopische Aufnahmen vor und nach der Reinigung einer WSP





Bild 3-10: Lichtmikroskopische Aufnahmen vor und nach der Reinigung eines Stufenbohrers





Bild 3-11: Lichtmikroskopische Aufnahmen vor und nach der Reinigung eines 6 mm-Bohrern

Die Ergebnisse zeigen eine deutlich verbesserte Reinigungswirkung. Daher wurden die gereinigten Bauteile sauber verpackt und an den Partner A+S zur Plasmabeschichtung gesendet.

Automatisierte Reinigungstests mit Mehrdüsen-System

Durch die Erkenntnisse, dass die Reinigungswirkung sehr gut war, jedoch die Ergebnisse des Partners IWF unterschiedliche Ergebnisse gezeigt hat, wurde ein automatisierter Reinigungs-Prüfstand mit einem Mehrdüsen-Strahlsystem entwickelt und realisiert. Ziel dieses Mehrdüsensystems war es, sicherzustellen, dass nicht nur die Ober- und Unterseite der WSP, sondern auch ganz gezielt die Schneidkante gereinigt wird.



Bild 3-12: Überabeiteter Aufbau mit drei Düsen auf einer Linearachse. Die Wendeschneidplatte dreht sich gleichzeitig auf einer Drehachse

Mit diesem Aufbau wurden im ersten Schritt Versuche an Wendeschneidplatten für die Firma Gühring durchgeführt. Dort wurden Untersuchungen mit dem Rasterelektronenmikroskop mit Elementanalyse durchgeführt. Ein weiterer wichtiger Arbeitspunkt ist das Hochskalieren der Reinigung auf die Stückzahlen in der tatsächlichen Praxis. Werte der Partners Boehlerit: 10.000 Wendeschneidplatten pro Stunde. Dies ergibt eine Taktzeit von 0,3 s. Offen ist ein Anwendungstest mit der abgebildeten Strahleinheit (Bild 3-13) zur Reinigung von Wendeschneidplatten direkt im Tray.



Bild 3-13: Mehrdüsen-Strahleinheit zur Reinigung großer Flächen, bspw. Stoßfänger vor dem Lackieren oder mehrere Bauteile in einem Tray gleichzeitig.

Zusammenfassung der Arbeiten und Erkenntnisse aus dem AP2.1

Die acp systems AG hat im Rahmen des AP2.1 ein Verfahren (Prüfstand mit Methodik) zur Reinigung von praxistypischen Verunreinigungen in der Produktion von Werkzeugen (Bohrer und Wendeschneidplatten) erarbeitet. Es hat sich gezeigt, dass der Einfluss der Strahlpara-

meter vernachlässigbar ist. Vielmehr spielt die richtige Reinigungs-Strategie (Abfolge und genaue Winkeleinstellung) speziell an den Schneidkanten eine große Rolle auf das Standzeitergebnis.

3.2.2 AP2.2 Wässrige Reinigung

Evaluierung der Badmechanik

Da im Rahmen des Projekts verschiedene Werkzeuggeometrien wie Wendeschneidplatten, Bohr- und Fräswerkzeuge eingesetzt wurden und die Komplexität folglich sehr unterschiedlich ist, schieden an dieser Stelle einige Betriebsarten von vorn herein aus. Tauchbäder hätten in dieser Konstellation die meisten Hinterschneidungen erfasst, jedoch wären hier sehr lange Prozesszeiten und große Hitzemengen auf Grund der fehlenden Mechanik von Nöten gewesen, was wiederum weitere negative Effekte auf die Schichtmatrix hätte hervorrufen können. Spritzanlagen wären zwar in Sachen Mechanik um einiges stärker gewesen, jedoch werden solche Lösungen auf Grund der Düsenanordnungen meist nur bei gleichbleibenden Bauteilen verwendet und zeigen sich als ungeeignet für Schüttungen, neben den bereits zuvor genannten Wärmeverlusten. Somit kristallisierte sich hierbei die Nutzung eines Ultraschallbades für diesen Zweck heraus. Hier stellen Hinterschneidungen und Geometrie weniger Probleme dar, zumal auch Schüttungen effizient zu reinigen sind. Das resultiert in einem geringen Platzbedarf des Bades.

Evaluierung des Temperaturfensters

Aufgrund der guten Mechanik des Ultraschallbads konnte nun ein weit geringeres Temperaturfenster für die Reinigungsaufgabe gewählt werden. Dabei lag zu Grunde, dass eine alkalische Entfettung genutzt wurde, welche bessere chemische Eigenschaften für die Oberflache aufwies, als saure Systeme. Während die meisten Lösungen hier weit jenseits der 60 °C Marke gefahren werden, wurde hier eine Reduzierung auf den Bereich um 50 °C angestrebt.

Evaluierung einer wässrigen Reinigungskomponente

Nachdem nur Mechanik und Temperatur evaluiert wurden konnte mit dem Aufbau eines Reinigers begonnen werden. Dabei ist immer zu beachten, dass solche Reiniger als Einkomponenten gefahren werden können, oder aber als mehrkomponentige Lösungen. In diesem Fall wurde sich für ein zweikomponentiges System aus Builder und Tensidkomponente entschieden. Der Vorteil der mehrkomponentigen Lösung besteht darin, dass einzelne Baddefizite gezielt behoben werden können. Im Normalfall verarmen Bäder meist entweder am Builder oder bei den Tensiden, was in der einkomponentigen Lösung zu einem unnötigen Überschuss einzelner Bestandteile führt. Das wiederum entspricht nicht dem ökologischen Grundgedanken. An dieser Stelle könnte man jedoch vorwerfen, dass zweikomponentige Reiniger besonders in der Tensidkomponente stark verdünnt werden um eine bessere Dosierung zu gewährleisten und somit ein erhöhter Transportaufwand besteht. Dieses vermeintliche Problem wird im Unterpunkt Tenside gelöst.

<u>Builder</u>

Der Grundgedanke einer Builderkomponente besteht darin Alkalien, sowie Hilfsstoffe für die Entfettung zu vereinigen. Viele Industrien verwenden hier noch Feststoffe, die lediglich den Vorteil der Transporteffizienz mit sich bringen. Dieser ist selbstverständlich nicht zu vernachlässigen, allerding fallen hier im Nachgang und besonders bei der Nutzung einige negative Aspekte auf. Allein aus Arbeitssicherheitsgründen sind einige Schutzmaßnahmen erforderlich, um mit den stark ätzenden Chemikalien umzugehen. Auch Stäube sind beim Handling nicht zu vernachlässigen. Der nächste Punkt, der gegen Feststoffe spricht, ist, dass die Dosierung meist sehr aufwändig ist oder aber per Hand geschieht. Das führt zum Problem der Eintragung in das Prozessbad, wobei oft Vorlösungen angesetzt werden müssen, oder eine intensive Umwälzung im Bad selbst realisiert werden muss, damit die Feststoffe sich lösen und nicht einfach nur zu Boden sinken und zeitversetzt zu einem Konzentrationsschub führen. Flüssige Lösungen können sehr schnell, einfach und vollautomatisch zugeführt werden, ohne Gefahren, da hier in geschlossenen Systemen gearbeitet werden kann. Neben diesem Vorteil können die genutzten Kanister und Intermediate Bulk Container (IBC) mehrfach verwendet werden, während Sackware stets zu einem Maß an Sondermüll beiträgt.

Aus diesen Gründen wurde sich für eine flüssige Builderkomponente entschieden. Um das Tranksportmanko so klein wie möglich zu halten, wurde die Lösung so hochkonzentriert und auf Basis von Kaliumsalzen (höhere Löslichkeit) konzipiert, sodass die Mehrtransportmenge weit unter dem doppelten der Feststoffmenge liegt. Bedenkt man dabei die sehr hohe Dichte der Flüssigkomponente (ca. 1,55 g/cm³) ist sie sogar noch etwas näher am Wert der Feststoffkomponente. Zum Einsatz innerhalb der Lösung kommen Hydroxide, Carbonate sowie Kieselsäuresalze. Diese erfüllen alle den Anspruch leicht zu neutralisieren/ auszufällen zu sein, was eine Entsorgung vereinfacht und nicht nach aufwändigen Verfahren verlangt. Des Weiteren wurde bewusst auf Phosphate verzichtet, da diese bekanntlich in fließenden und besonders stehenden Gewässern zu Eutrophierung dieser maßgeblich beitragen. Damit ist der Ökoaspekt im Rahmen der Möglichkeiten erfüllt.

<u>Tenside</u>

Für die Entwicklung einer Tensidkomponente wurden nur Tenside nach Detergenzienverordnung verwendet, sowie einige besonders gut abbaubare Tensidsorten (zulässig für "Blauer Engel"). Die Nutzung von Tensiden auf nachwachsender Basis wurde zwar auch erwogen und getestet (Alkypolygycoside), zeigte allerdings nicht die gewünschten Ergebnisse. Als Fazit dessen konnte eine für die Reinigungsaufgabe gut funktionierender Tensidblend hergestellt werden. Wie bereits im Vorfeld erwähnt werden solche Komponenten der Handhabung wegen meist recht stark verdünnt, was einen unnötigen Transport von Wasser verursacht. Diese Verdünnung wurde in unserem Fall aber durch ein kennzeichnungsfreies und abbaubares, unproblematisches Lösemittel ersetzt, was höhere Tensidkonzentrationen zulässt und dem Wascheffekt zuträglich ist. Somit konnte auch hier ein Mehrwert, sowohl aus ökologischer Sicht, wie auch aus verfahrenstechnischer Sicht, erzielt werden.

Inhibitoren

Im Rahmen der Inhibitorfindung für diesen sehr speziellen Anwendungsfall wurden zwei Theorien zugrunde gelegt. Zum einen handelt es sich bei Kobalt um kein amphoteres Metall, d.h. es sind keine alkalisch löslichen Produkte (vgl. Zinkatlösungen) zu erwarten. Des Weiteren wurde maximal ein Monolayer an Kobalthydroxid an den freigelegten Stellen erwartet, da das Badmileau nur die Bildung von schwerlöslichen Hydroxiden zulässt. Dadurch sollte ein weiterer Abtrag vermieden werden. Um nun von Ultraschall abgereinigte Stellen, bzw. solche an denen Kobalthydroxid abgesprengt wurde, zu schützen und damit den weiteren Eintrag an Kobalt zu minimieren, bzw. eine erneute Bildung von Hydroxiden zu unterbinden, wurde ein geeigneter Inhibitor gesucht. Dabei wurden gängige Inhibitoren Verglichen, jedoch waren die meisten davon nicht explizit für Reinigungssysteme gedacht, sondern meist für Bohrschmiermittel. Nach einer Testreihe stelle sich neben dem von Grund auf sehr geringen Abtrag an Kobalt nur ein Inhibitor als wirksam heraus (Bild 3-14) Alle anderen zeigten keinen bzw. sogar verschlimmernde Effekte. Um diese Daten zu evaluieren wurden sowohl die inhibierte Version mit Borax, als auch die uninhibierte Version erneut direkt gegeneinander getestet mit einem gleichbleibend guten Ergebnis.





In Tabelle 3-1 sind die Abtragsraten der uninhibierten Version sowie von Borax gegenübergestellt.

Tabelle 3-1: Eigenschaften der g	geplanten Versuchswerkstoffe
----------------------------------	------------------------------

	Verlust ppb	Abtragsrate [mg/h/m ²]
Borax	180,4	22,21
uninhibiert	317,0	38,81

Evaluierung von Taktzeiten und Gesamtkonzept

Die Findung der Taktzeiten stellte sich durch eine Vorgabe von maximal 10 Minuten als sehr einfach dar, um die Reinigung zu realisieren. In diesem Zusammenhang wurde eine Vorreinigungsstufe auf Basis von Carbonaten im demulgierenden Spritzverfahren konzipiert. Der Zweck dieser Vorreinigungsstufe sollte der Abtrag von Groblasten und ein Aufweichen der Kontamination durch Quelleffekte sein. Es stellte sich jedoch heraus, dass auf Grund der hartnäckigen Kontamination und die für zwei Prozessstufen relativ kurze Taktzeit, keine sinnhafte Verbindung beider Prozesse möglich ist. Es ist notwendig die volle Taktzeit auf die Ultraschallreinigungsstufe zu verwenden, um eine saubere Bauteiloberfläche zu erhalten. Somit konnte insgesamt eine, unter ökologischen Aspekten gesehen, definitiv positiv zu bewertende Umsetzung des Reinigungsprozesses realisiert werden. Die dort erzeugten Produkte und Lösungen konnten damit auf die Praxis übertragen werden.

Praxisversuche

In einer Reihe zur Vorverifizierung des Prozesses wurden Wendeschneidplatten mit synthetischer Verschmutzung im Hause Wocklum unter verschiedenen Konzentrationsbedingungen gereinigt. Dabei konnte eine Optimalkonzentration für die Praxis erreicht werden innerhalb der Zeit- und Temperaturgrenzen.



7,5% Builder, 0,75% Blend 6, 2 Min. Tauchen +8 Min. US, 50°C

Bild 3-15: Wendeschneidplatten vor und nach der Reinigung bei Wocklum

Um den neu erstellten Prozess zu verifizieren, wurden Wendeschneidplatten (Bild 3-15) in Zusammenarbeit und anschließender Messung bei der Firma Gühring im REM analysiert (Bild 3-16). Die gereinigten Teile zeigten bei 15 kV Anregungsspannung eine optisch gute und saubere Oberfläche. Mittels energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX) wurde jedoch sehr wenig Co festgestellt (~1M %), damit besteht bei dieser Anregungsspannung keine Möglichkeit mehr, die Auswaschtiefe abschließend zu bestimmen.



Oberfläche

Bild 3-16: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der gereinigten Wendeschneidplatte

Als weiterführender Schritt wurde die Elementverteilung auf der Werkzeugoberfläche betrachtet, um eventuelle Abweichungen vom Normalzustand zu erkennen (Bild 3-17).



Analyse bei 25 kV Anregungsspannung

Bild 3-17: EDX-Analyse der gereinigten Wendeschneidplatte

Ein paralleler Versuch desselben Werkzeuges und industriellen Reinigungsbedingungen, zeigte nahezu gleiche Ergebnisse. Zusammenfassend ließ sich an dieser Stelle allerdings eine gute Vergleichbarkeit zum realen Prozess nachweisen. Es muss zusätzlich beachtet werden, dass hier die synthetische Kontamination als Testgrundlage genutzt wurde, in Kombination mit einer sehr empfindlichen Bauteilsorte. Für alle weiteren Tests, verweise ich freundlich auf die Ausführungen der Kollegen aus der Industrie und den Forschungsinstituten, da hier eine deutlich bessere Analytik vorhanden ist.

3.2.3 AP2.3 Plasmapolieren

Experimenteller Aufbau für das plasmaelektrolytische Polieren



Bild 3-18: Foto der Plasmapolieranlage am INP Greifswald

Das Foto einer elektrolytischen Plasmapoliervorrichtung ist in Bild 3-18 dargestellt. Die Anlage besteht aus einem kathodisch gepolten Edelstahlbecken, gefüllt mit einer erwärmten wässrigen, niedrigviskosen Elektrolytlösung aus anorganischen Salzen (siehe Bild 3-19). Das Werkstück, ein Hartmetall-Prüfkörper wird in dieses Becken getaucht und anodisch gepolt. Die elektrische Leitfähigkeit der Elektrolytlösung wurde durch Zugabe von materialspezifischen

Salzlösungen gesteuert. Beim Anlegen einer Hochspannung von bis zu 500 V wird überschüssiges Gas freigesetzt wodurch das Werkstück von einer dünnen Gashülle umschlossen wird, in der sich ein Plasma ausbildet. Durch die ablaufenden plasmachemischen Prozesse wird die Oberfläche gereinigt, geglättet und entgratet. Die Elektrolytrückstände werden anschließend mit einer 15-minütigen Reinigung in Wasser mittels Ultraschall entfernt.



Bild 3-19: Schematische Darstellung der Plasmapolieranlage (links) und des Plasmapolierverfahrens (rechts)

Untersuchungen zum Einfluss der Prozessparameter auf das Polieren von Hartmetallen

Das plasmaelektrolytische Polieren wird von einer Reihe von Faktoren beeinflusst. Dazu gehören Elektrolytparameter wie Zusammensetzung, Konzentration und Leitfähigkeit, die Prozessgrößen Spannung und Temperatur sowie Werkstoffparameter, wie Materialzusammensetzung und Probengeometrie. In Bild 3-20 ist die Stromdichte in Abhängigkeit von der Spannung bei unterschiedlichen Elektrolytkonzentrationen (4-12 Gew %) und Elektrolyttemperaturen (40 bis 80 °C) dargestellt.



(C)



Bild 3-20: a) Stromdichte als Funktion der Spannung sowie die Leitfähigkeit in Abhängigkeit von der Elektrolytkonzentration; b) Abhängigkeit von der Elektrolyttemperatur; c) Fotografische Aufnahmen der Proben

In Bild 3-20(a) ist die elektrische Leitfähigkeit des Elektrolyten in Abhängigkeit von der Salzkonzentration dargestellt. Durch Erhöhung der Elektrolytkonzentration steigt die Leitfähigkeit linear von 90 auf 191 mS/cm an (siehe eingefügte Grafik in Bild 3-20(a)) und die kritische Spannung V₂ verschiebt sich zu einem kleineren Wert. Weiterhin wurde der Zusammenhang zwischen Stromdichte und Spannung in Abhängigkeit von der Elektrolyttemperatur untersucht (siehe Bild 3-20(b)). Es wurde festgestellt, dass sich V₂ bei zunehmender Elektrolyttemperatur zu niedrigen Spannungen verschiebt. Dies ist vermutlich auf einen geringeren für die Ausbildung der Gashülle notwendigen Energieeintrag zurückzuführen. Mit dem Anstieg der Temperatur ist auch ein Anstieg der Leitfähigkeit zu verzeichnen. Die in der Dampf-Gasschicht erzeugte Leistung wird durch die Prozessspannung bestimmt und teilweise auf den Bulkelektrolyten übertragen, um die stabilisierte Grenzfläche zwischen Elektrolyt und Dampf-Gasschicht aufrechtzuerhalten. Die während des Plasmapolierens ablaufenden plasmachemischen und elektrochemischen Prozesse bewirken einen Abtrag und/oder eine Oxidation der Oberfläche. Bild 3-20(c) enthält fotografische Aufnahmen des Prüfkörpers während des Plasmapolierens sowie das entsprechende Resultat in Abhängigkeit vom Spannungsbereich. Während im Bereich $V_2 \rightarrow V_3$ eine deutliche Glättung der Hartmetalloberfläche erfolgte, wurde bei einem niedrigen sowie sehr hohen Spannungsbereich die Bildung einer Oxidschicht beobachtet. Basierend auf diesen Ergebnissen wurden für die nachfolgenden Untersuchungen die Prozessparameter dahingehend gewählt, dass ein Abtrag der Hartmetalloberfläche bzw. der Verschmutzung erzielt wird.

Einfluss des plasmaelektrolytischen Polierens auf den Kantenradius und die Oberflächenmorphologie

Für Schneidwerkzeuge ist der Kantenradius einer der wichtigsten Parameter, da er die Spanbildung, minimale Spandicke, Schnittkräfte, Schnittgeschwindigkeit und damit verbunden den Werkzeugverschleiß und die Werkzeugstandzeit maßgeblich beeinflusst [ZHA17]. Entsprechend der Anwendung liegt die Schneidkantenverrundung bei Werten zwischen 15 und 30 µm.

Der Kantenradius der plasmapolierten Prüfkörper wurde anhand von 3D-Profilen der vier Kanten unter Verwendung der Weißlichtinterferometrie bestimmt (exemplarisch in Bild 3-21 gezeigt).



Bild 3-21: 3-D Profil der Schneidkante vor und nach dem plasmaelektrolytischen Polieren.

Der in Bild 3-22 dargestellte Kantenradius als Funktion der Spannung zeigt eine Verringerung mit zunehmender Spannung durch den erhöhten Materialabtrag. Der große Fehlerbalken der Messung verdeutlicht eine unterschiedlich hohe Abtragsrate an den vier Kanten. Dies wiederum ist vermutlich auf eine Inhomogenität in der Dicke der Gas-Dampfschicht zurückzuführen, da sich die Gasblasen aufgrund der Auftriebskraft nach oben bewegen. Um diese Inhomogenität auszugleichen, wurde der Prüfkörper bei den nachfolgenden Versuchen nach jedem Polierprozess gedreht.



Bild 3-22: Kantenradius eines nicht-rotierten Prüfkörpers in Abhängigkeit von der Spannung (links) und Kantenradius eines rotierten Prüfkörpers (Rechts).

Durch die Rotation des Prüfkörpers um jeweils 90° wurde an allen vier Kanten ein vergleichbarer Kantenradius erzielt Bild 3-22 (rechts). Durch diese Prozessanpassung wurde der Kantenradius im Vergleich zum unbehandelten Prüfkörper um lediglich 2 µm erhöht, so dass ein wesentliches Kriterium, die Konturtreue, nach dem Plasmapolierprozess erfüllt wird.

Plasmaelektrolytische Reinigung der Hartmetalloberfläche

Im nächsten Schritt wurde die Reinigung der Hartmetalloberfläche unter Anwendung der zuvor untersuchten und ermittelten Prozessparameter analysiert. Der Prüfkörper wurde zuvor gemäß eines selbst entwickelten Protokolls wie folgt kontaminiert: Die Probe wurde in eine Lösung bestehend aus Schmierfett sowie Schleif- und Poliermittel getaucht und anschließend für eine Minute bei 700 °C im Ofen erhitzt.





Die in Bild 3-23 dargestellten Bilder zeigen den Prüfkörper in den verschiedenen Ausgangszuständen. Die kontaminierte Probe wurde anschließend plasmapoliert (Bild 3-23(c)). Die plasmapolierte Probe zeigt im Vergleich zum unbehandelten Prüfkörper eine glatte und glänzende Oberfläche. Um die Kontamination auf der Werkzeugoberfläche zu charakterisieren, wurden Untersuchungen mit der Fourier-Transformations-Infrarotspektroskopie (FTIR) mit der Technik der abgeschwächten Totalreflexion (ATR) durchgeführt. FTIR-Spektren der unbehandelten, kontaminierten sowie der plasmapolierten Probe sind in Bild 3-24 dargestellt.





Im IR-Spektrum des unbehandelten Prüfkörpers sind keinerlei Banden zu erkennen. Im Gegensatz dazu enthält das IR-Spektrum der kontaminierten Probe Schwingungsbanden, die organischen Verbindungen zuzuordnen sind. Die Banden bei den Wellenzahlen 2853 cm⁻¹, 2923 cm⁻¹ und 2955 cm⁻¹ sind auf aliphatische C-H-Bindungen zurückzuführen und belegen die Existenz von CH₂- und CH₃-Gruppen [VLA06]. Die Banden im Bereich von 1000 cm⁻¹ bis 1800 cm⁻¹ sind auf sauerstoffhaltige Gruppen zurückzuführen. Die kontaminierte und anschließend plasmapolierte Probe weist im FTIR-Spektrum keinerlei Banden auf. Folglich wurde der Fettfilm im Rahmen der Messempfindlichkeit rückstandsfrei durch das PEP-Verfahren entfernt.

3.2.4 AP2.4 Plasmafeinreinigung

Plasmafeinreinigung INP

Um die Wirksamkeit der Reinigungsprozesse vergleichen zu können, wurden auf den gereinigten Bauteilen Hartstoffschichten aufgebracht. Als zusätzlicher Konditionierungsschritt der Bauteiloberfläche wurde dabei in einigen Fällen die plasmabasierte Ionenimplantation (PBII) durchgeführt, bevor in einem weiteren Prozessschritt die Hartstoffschicht per hochleistungsgepulster Magnetronzerstäubung (HiPIMS: High power impulse magnetron sputtering) bzw. speziell das Kombinationsverfahren HiPIMS/PBII deponiert wurde. In Bild 3-25 (a) und (b) ist die Vakuumkammer des HiPMIS/PBII-Beschichtungsreaktors sowie der schematische Aufbau der Anlage am INP Greifswald dargestellt. Die Substrathalterung kann mit einem Potential beaufschlagt und rotiert werden.



(b)



Bild 3-25: a) Foto der HIPMIS/PBII Anlage; b) Schema der HIPMIS/PBII Anlage

Der wesentliche Unterschied zwischen dem Plasmafeinreinigungsprozess und dem Beschichtungsprozess liegt in der Höhe der Substratvorspannung (-10 kV gepulst gegenüber -50 V DC bzw. -1.0 kV gepulst). Die gepulste Spannung von -700 V (Feinreinigung) bzw. -670 V (Beschichtung) am Target wird von einer SPIK 2000USB-Impulseinheit (Melec GmbH) erzeugt. Das HiPIMS/PBII-Kombinationsverfahren erfordert eine Synchronisation der Spannungspulse am Substrat mit denen am Target für einen effizienten Ionenimplantationseffekt. Typische Zeiten liegen bei 20 min für die Plasmafeinreinigung sowie ca. 10 Stunden, um mit dem reaktiven HiPIMS-Prozess die benötigte Schichtdicke von 2 μ m zu erreichen. Die Rotationsgeschwindigkeit der Substrate lag bei 3 U/min. Die Parameter der Probenbehandlung sind in Tabelle 3-2 zusammengefasst.

Prozess-	Vorreinigung	Vakuumprozess		
Nr.	Ultraschall	Plasmafein-	Substratvorspannung	
		reinigung	während Beschichtung	
1	ja	ja	-50 V DC	
2	ja	ja	-1 kV gepulst	
3	ja	nein	-50 V DC	

Tabelle 3-2: Auflistung der Abläufe und Bedingungen für die unterschiedlichen Versuche

Für die Prozesse 1 bis 3 wurden Werkzeuge ultraschallgereinigt. Um den Effekt der Vorspannung zu untersuchen, wurde während der Schichtdeposition entweder eine DC-Spannung von -50 V oder eine gepulste Vorspannung von -1 kV an das Substrat angelegt. Im Prozess 3 fand außerdem kein Plasmafeinreinigungsschritt statt.

In Bild 3-26 sind Aufnahmen gezeigt, in denen unbeschichtete und Ti-beschichtete Wendeschneidplatten verglichen werden, die in den Prozessen 1-3 behandelt wurden, gemäß der in Tabelle 3-2 gelisteten Parameter. Dabei wird die Notwendigkeit einer restlosen Entfernung von Rückständen von der Werkzeugoberfläche deutlich: Ohne den Prozessschritt Plasmafeinreinigung (Prozess 3) konnte keine Adhärenz der TiN-Schicht erreicht werden (Bild 3-26(d)). Demgegenüber lassen sich mittels Plasmafeinreinigung gut adhärierende Schichten auftragen, wie in Bild 3-26(b) und Bild 3-26(c) erkennbar.



Bild 3-26: Aufnahmen der Proben; a) unbeschichtetes Werkzeug; b) TiN-beschichteten Werkzeugen gemäß Prozess 1; c) Prozess 2; d) Prozess 3

Unterschiede im Beschichtungsergebnis lassen sich ebenfalls anhand von optischen Mikroskopieaufnahmen feststellen. Im Bild 3-27 sind die Schneidkanten der Hartmetallwerkzeuge vergrößert dargestellt. Es ist bei höherer Substratvorspannung aufgrund der Feldüberhöhung an den Kanten Arcing zu beobachten, was bereits zu einem abrasiven Angriff der Schneidkanten führt [MÄN98]. Dies ist für eine gepulste Vorspannung von -1 kV (Prozess 2) in Bild 3-27(c) dargestellt. Im Vergleich dazu bleibt bei geringerer Vorspannung die Kontur der Schneidkante besser erhalten, wie in Bild 3-27(b) für -50 V DC (Prozess 1) gezeigt.



Bild 3-27: Mikroskopische Aufnahmen von Schneidkanten von Hartmetallwerkzeugen; a) unbeschichtet; b) Prozess 1; c) Prozess 2

Plasmafeinreinigung A+S

Die Proben für die Untersuchung verschiedener Parameter bei der Plasmafeinreinigung wurden von den Projektpartnern mit synthetischer Verschmutzung (v3) geliefert und bei A+S mit der nasschemischen Standard-Reinigung gereinigt. Anschließend wurden die Proben in die Beschichtungsanlage chargiert und dort mit den festgelegten Parametern plasmafeingereinigt (siehe Tabelle 3-3) und direkt im Anschluss ohne Vakuumunterbrechung beschichtet. Die Parameter wurden in Absprache mit den Projektpartnern festgelegt, nachdem durch Vorversuche der mögliche Parameterraum definiert wurde.

Nr.	Dauer	H2 [sccm]	Ar [sccm]	O2 [sccm]	Bias [V]	Druck [mbar]
1	1 h	0	90	0	500	5,0 E-3
2	1 h	0	50	0	500	5,0 E-3
3	1 h	70	30	0	500	5,0 E-3
4	1 h	750	3000	0	200	7,0 E-1
5a	20 min	0	0	100	500	5,0 E-3
5b	1 h	70	30	0	500	5,0 E-3
6	1 h	0	500	0	200	7,0 E-1

Tabelle 3-3: Parameter der Plasmafeinreinigung bei A+S

Bei Versuch Nr. 5 wurde eine zweistufige Plasmafeinreinigung getestet, bei allen anderen Versuchen eine einstufige. Als Proben kamen Wendeschneidplatten und Stufenbohrer zum Einsatz. Die Wendeschneidplatten wurden nach der Beschichtung zum Projektpartner IWF für die Analyse geschickt. Die Bohrer wurden mittels Mikrostrahlen poliert und auf Schichthaftungsfehler untersucht (Digitalmikroskop), zudem wurde ein Kalottenschliff eingebracht und der Übergang Schicht-Hartmetall dokumentiert. Gemeinsam mit dem Projektpartner Gühring wurde die Begutachtung der Bohrer ausgewertet.

Plasmafeinreinigung IST/Melec

PVD Beschichtungen benötigen eine vergleichsweise bessere Oberflächenqualität der zu beschichtenden Oberflächen als es für die PACVD bzw. chemische Gasphasenabscheidung (engl.: chemical vapour deposition, kurz: CVD bzw. PACVD = plasma aktivierte CVD) notwendig ist. Aufgrund der höheren Beschichtungstemperaturen (typisch 520 bis 550 °C) lassen sich organische Rückstände besser entfernen bzw. reagieren die Oberflächen weniger sensitiv auf den Oberflächenzustand. Gleichwohl ist es auch bei der PACVD-Beschichtung notwendig, auf einen sauberen, oxidfreien und rückstandslosen Bauteilzustand zu achten!

Die im Vorhaben zu entwickelnde Technologie zur Plasmafeinreinigung zielt auf die Herstellung hochreproduzierbarer Oberflächenzustände und optimaler Schichthaftung ab. Dazu soll eine neuartige Generatortechnologie eingesetzt werden, wie sie bereits bei HiPIMS-Beschichtungen als integraler Bestandteil der Beschichtungsprozedur verwendet wird. Aktuell wurden im Vorhaben Kombinationen aus atmosphärischen Reinigungsschritten mit Plasmafeinreinigung (PFR) und PVD-Beschichtungen untersucht und mittels Zerspanuntersuchungen am IWF evaluiert. Folgende Schichtvarianten und -prozesse wurden dabei betrachtet:

- PVD DC Magnetronsputtern von AlCrN (A+S Bassum)
- HiPIMS von TiN (INP Greifswald) Vorbehandlung mit plasmaelektrolytischem Polieren aber ohne Feinätzen (PFR)

Im ebenfalls nutzbaren PACVD-Verfahren können zur Prozessentwicklung zwei Verfahrensrouten verglichen werden, um den Erfolg des Generatoreinsatzes bei der PFR zu bewerten.

- I. Referenzprozess PACVD: Nutzung des an der Anlage vorhandenen Standardgenerator (Bipolarpulsgenerator) für die PFR und die PACVD-Beschichtung (TiN)
- II. "ÖkoClean-Prozess": Nutzung des neuartigen Pulser (MELEC Demonstrator) für kinetische Ätzprozesse und folgende ,klassische' PACVD-Beschichtung mit dem Standardgenerator

Die beiden Prozessrouten sollten sich untereinander sehr gut vergleichen lassen. Eine Referenzierung zu den bereits im Projekt durchgeführten PVD-Beschichtungen ist allerdings nicht sinnvoll. Einen Einsatz des Pulsers für die Beschichtungsprozesse vorzusehen erscheint zu aufwendig, da HiPIMS-analoge Prozesse im Bereich von PACVD-Beschichtungen bislang nicht Stand der Technik sind. Eine entsprechende Entwicklung stellt ein ganz eigenes Forschungsvorhaben dar.



Bild 3-28: Installation Pulser SPIK3000A, DC-Teil

Die Versuche zum Einsatz des bei Melec entwickelten Pulsers fanden am Dortmunder OberflächenCentrum statt (Bild 3-28). Dargestellt ist der komplette Test-Generatorgerätesatz mit dem zugehörigen Zubehör wie zum Beispiel eine Gleichstromversogung 30 kW, 1000 V max. (Bild 3-29) und die Mess-Anordnung für die dynamische Impulsmessung von Spannung und Strom.



Bild 3-29: Pulser SPIK3000A, DC-Teil; a) Frontansicht; b) Rückansicht; c) Innenansicht

In Vorversuchen (u. a. am INP durchgeführt) konnte gezeigt werden, dass nicht nur die eingebrachte gemittelte elektrische Plasmaleistung sondern auch die Variation der durch das Equipment generierten Pulsmuster einen erheblichen Einfluss auf die Intensität der Hohlkathodenentladungen besitzt und sehr gut gesteuert werden kann. Dies ist in Bild 3-30 belegt, wo mögliche Puls-Pakete in der Ansicht im Oszilloskop (Bild 3-30a) gezeigt sind und die resultierenden Entladungen an einer präparierten Platte mit unterschiedlichen Lochdurchmessern, die eine gezielte Variation der Parameter zur Unterdrückung der Hohlkathoden (helle Leuchterscheinungen in Bild 3-30b) zeigen.



Bild 3-30: a) Oszilloskop-Aufnahme (Gelb: Spannungsimpuls; Blau: Stromimpulsverlauf); b) Hohlkathodenentladungen dargestellt an einer im Prozess Stahlplatte mit Durchgangs-Bohrungen unterschiedlichen Durchmessers

Bedingt durch die Anlagentechnik bedingt war es bei unserem Projektpartner A&S nicht möglich an der dort vorhandenen PVD-Anlage Ätzversuche mit einer anschließenden HiPIMS– Beschichtung vorzunehmen. Die Drehdurchführung für den Substrathalter konnte nur mit einer geringen Spannungsbelastung von max. 200 V beaufschlagt werden. Versuche mit einem Demonstrator-Generator waren daher nicht möglich.

Am INP in Greifswald wurden Ätzversuche mit einer Hochspannung von bis zu 10 kV und einer HiPIMS-Schicht mit einem am INP vorhandenen MELEC Pulsgenerator vom Typ SIPP2000 erfolgreich betrieben (Ergebnisse hierzu siehe AP2.4 Plasmafeinreinigung – "Plasmafeinreinigung INP").

MELEC konnte durch elektrische Impulsmessungen am INP nachweisen, dass die vorhandene PVD Anlage generell für HiPIMS-Anwendungen geeignet ist. Die nachfolgenden Impulsmessungen zeigen den Spannung- und Stromverlauf bei Betrieb eines 4-Inch-Magnetrons (Flächenmaß 81,03 cm²) mit einem Titan-Target.



Bild 3-31: Impulsmessungen: Einzelimpuls an einem Titan-Target



Bild 3-32: Impulsmessungen: Einzelimpuls mit Vorionisierungsimpuls an einem Titan-Target

HiPIMS-Anwendungen sind generell stark abhängig vom verwendeten Target-Material wie z. B. Kupfer, Titan oder Aluminium. Allgemein erreicht man den HiPIMS-Bereich bei einer max. Target-Impuls-Stromdichte von \geq 1 A/cm². Die durchgeführten Versuche zur reaktiven Prozessführung mit Titantargets und zur Erzeugung von TiO₂ weisen bei einem Einzelimpuls eine max. Stromdichte von 1,99 A/cm² (Bild 3-31) und bei einem Einzelpuls mit einem Vorionisierungs-Impuls 3,04 A/cm² (Bild 3-32). Die höhere Impulsstromdichte mit einem Vorionisierungs-impuls bewirkt vorab eine geringere Plasmaimpedanz, was bewirkt, dass bei gleicher Leistung die Spitzenstromdichte von 1,99 A/cm² auf 3,04 A/cm² ansteigt und somit der Ionisierungsgrad des Plasmas wesentlich größer ist und einen unmittelbaren vorteilhaften Einfluss auf die Schichthaftung und die erzielbaren Schichteigenschaften hat.

3.3 AP4 Kombinationsverfahren

Die Proben für die Untersuchung verschiedener Parameter bei der Plasmafeinreinigung wurden von den Projektpartnern mit synthetischer Verschmutzung (v3) geliefert und gemäß den Arbeitspaketen bei den entsprechenden Projektpartnern gereinigt. Die gereinigten Proben wurden meist in einer speziell entwickelten Transportverpackung an A+S versendet. Bei A+S wurden die Proben mit Isopropanol (auch 2-Propanol, Isopropylalkohol, IPA genannt) abgespült und mit Stickstoff trocken geblasen. Anschließend wurden die Proben wie bereits in Kapitel 3.1 beschrieben in die Anlage chargiert und mit der Standard-Plasmafeinreinigung von A+S in der Anlage gereinigt und ohne Vakuumunterbrechung beschichtet. Ein Teil der Kombinationsprozesse wurde am INP beschichtet (HiPIMS-Verfahren) bei dem dann eine gepulste PFR eingesetzt wurde. Alle Proben wurden dann an den Projektpartner IWF zur Analyse geschickt.

3.3.1 AP4.1 Kombination CO₂ + Plasma

Anhand der gewonnenen Erkenntnisse aus dem AP2 sowie mit dem automatisierten Prüfaufbau im Technikum der acp systems AG, wurden weitere Reinigungsversuche an Wendeschneidplatten durchgeführt. Dokumentiert ist jeweils, von welchem Partner die Proben zur acp gelangt sind und an welchen Partner diese weitergesendet wurden:

1. Reinigung von verschmutzten Wendeschneidplatten (FhG-IST verschmutzt und an acp gesendet) und Weiterversand an INP nach der Reinigung





Bild 3-33: Lichtmikroskopische Aufnahmen vor und nach der Reinigung einer WSP

2. Reinigung von verschmutzten Wendeschneidplatten (FhG-IST verschmutzt und an acp gesendet) und Weiterversand an A+S nach der Reinigung





Bild 3-34: Lichtmikroskopische Aufnahmen vor und nach der Reinigung einer WSP

3. Reinigung von verschmutzten Fräsern der Firma Hufschmied (FhG-IST verschmutzt und versendet) und Weiterversand an A+S nach der Reinigung



Bild 3-35: Lichtmikroskopische Aufnahmen vor und nach der Reinigung eines Fräsers

3.3.2 AP4.2 Kombination Wässrig + Plasma

Die Arbeiten dieses Arbeitspaktes sollten nach ursprünglichem Projektplan die aufeinanderfolgende Anwendung einer wässrigen Reinigung als Vorreinigungsschritt mit einer nachfolgenden optimierten PFR untersuchen. Da die PFR mit dem entwickelten Pulser bis zum Endstand des Projektes nicht in den relevanten Beschichtungsanlagen umgesetzt werden konnte (vgl. auch AP2.4 Plasmafeinreinigung) wurde diese Kombination nur im Rahmen der klassischen Referenzprozesse (vgl. **Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden.**) als Einzelverfahren berücksichtigt. Alle anderen Kombinationen konnten teilweise durch die am INP zur Beschichtung eingesetzte HiPIMS-Anlage mit einer im Vergleich zum Standard variierten PFR behandelt werden.

3.3.3 AP4.3 Kombination Plasmapolieren + Plasma

Die Arbeiten in diesem Komplex umfassen Behandlungsketten, in denen die Wirkung der kombinierten, aufeinanderfolgenden Anwendung mehrerer Reinigungsschritte untersucht wurde. Die Behandlungsschritte PEP, Plasmafeinreinigung bzw. Schichtdeposition wurden ganz analog, wie weiter oben detailliert beschrieben angewandt, aber in Kombination mit einem weiteren Vorbehandlungs- bzw. Reinigungsschritt.

Aus der Vielzahl der durchgeführten Kombinationsverfahren werden hier exemplarisch Ergebnisse für die Kombination PEP mit nachfolgender Plasmafeinreinigung und TiN-Beschichtung (in Arbeitsplan als "Plasmapolieren + Plasma" bezeichnet) näher erläutert.

Bei diesem Kombinationsverfahren kamen kontaminierte Werkzeugbauteile zum Einsatz und die Behandlungsparameter blieben gegenüber den Methoden in AP2.3 und AP2.4 unverändert. Die Variation der Versuchsbedingungen für die verschiedenen Substrate ist in Tabelle 3-4 enthalten.

	Vorreinigung	Vakuumprozess		
Prozess-Nr.	DED	Plasmafeinreini-	Substratvorspannung	
		gung	während Beschichtung	
4	ja	ja	-50 V DC	
5	ja	ja	-1 kV gepulst	
6	ja	nein	-50 V DC	

Tabelle 3-4: Auflistung der Abläufe und Bedingungen für die unterschiedlichen Versuche zu AP4.3

In Bild 3-36 sind Aufnahmen eines unbeschichteten Werkzeugs verglichen mit dem Ergebnis nach der Beschichtung gezeigt. Ebenso wie schon bei den herkömmlich mit Ultraschall gereinigten Subtraten ist die Einschaltung eines Plasmafeinreinigungsschrittes offenbar hilfreich für eine Adhärenz der Schicht.



Bild 3-36: Aufnahmen der Proben; a) unbeschichtetes Werkzeug; b) TiN-beschichteten Werkzeugen gemäß Prozess 4; c) Prozess 5; d) Prozess 6

Wie zuvor zeigen die Schneidkanten im Mikroskop erhebliche Unterschiede im Beschichtungsergebnis. Im Bild 3-37 sind die Schneidkanten der Hartmetallwerkzeuge vergrößert dargestellt. Das erwähnte Arcing bei höherer Substratvorspannung aufgrund einer Feldüberhöhung an den Kanten tritt hier ebenfalls auf. Ein abrasiver Angriff der Schneidkanten wird sichtbar in Bild 3-37(c) zum Prozess 5. führt. Im Vergleich dazu bleibt bei geringerer Vorspannung die Kontur der Schneidkante besser erhalten, wie in Bild 3-37(b) für -50 V DC (Prozess 4) gezeigt.



Bild 3-37: Mikroskopische Aufnahmen von Schneidkanten von Hartmetallwerkzeugen; a) unbeschichtet; b) Prozess 4; c) Prozess 5

3.3.4 AP4.4 Kombination CO₂ + Wässrig + Plasma

Reinigung von Wendeschneidplatten (Bild 3-38) und anschließend Versand Firma Wocklum Chemie.



Bild 3-38: Lichtmikroskopische Aufnahmen vor und nach der Reinigung einer WSP

3.3.5 AP4.5 Kombination CO₂ + Plasmapolieren + Plasma

Reinigung von Plasmapolierten Wendeschneidplatten (von INP an acp gesendet, Bild 3-39) und Weiterversand an A+S nach der Reinigung.





Bild 3-39: Lichtmikroskopische Aufnahmen vor und nach der Reinigung einer WSP

Zusammenfassung der Arbeiten und Erkenntnisse aus dem AP4

Im Rahmen der Arbeiten des AP4 hat sich gezeigt, dass der erarbeitete Prüfstand für größere Versuchsreihen geeignet ist. Das CO₂-Schneestrahlen hat sich als eine effektive Vorbehandlungsmethode herauskristallisiert.

- 3.4 AP3 Evaluierung
- 3.4.1 AP3.1 Haftungscharakterisierung und AP3.3 Evaluierung durch Standzeitversuche

Zur Evaluierung der gereinigten und beschichteten Werkzeuge wurden Haftungs- sowie Zerspanungsuntersuchungen durchgeführt. Zunächst erfolgten bei allen Werkzeugen Eingangskontrollen zur Beschreibung des Ausgangszustands und zur Identifikation möglicher Einflüsse der vorangegangenen Prozesse. Mithilfe eines REM der Firma CARL ZEISS SMT, Oberkochen, vom Typ LEO 1455VP wurden Detailaufnahmen der Werkzeugschneidecken angefertigt. Die Analyse der Schneidkantengestalt erfolgte unter Einsatz der Streifenlichtprojektion mit dem System MikroCAD pico der Firma GFMESSTECHNIK GMBH, Teltow. Des Weiteren erfolgte die Aufnahme der Rauheit der Werkzeugspanflächen mit dem opto-mechanischen Oberflächenmessgerät HOMMEL ETAMIC nanoscan 855 der Firma JENOPTIK AG, Jena. Die Zerspanuntersuchungen wurden an der Universal-Drehmaschine CTX gamma 1250 TC der Firma DMG MORI AG, Bielefeld, durchgeführt, (Bild 3-40). Die Werkzeugmaschine besitzt eine Antriebsleistung von $P_{an} = 34$ kW, ein maximales Drehmoment $M_{max} = 380$ Nm sowie eine maximale Hauptspindeldrehzahl $n_{max} = 5000$ min⁻¹. Zudem verfügt die Maschine über eine Frässpindel zur 5-Achs Simultanbearbeitung, die eine maximale Drehzahl von n = 18000 min⁻¹ bei einer Antriebleistung von $P_{an} = 22$ kW besitzt. Der Arbeitsraum ermöglicht die Bearbeitung von Bauteilen mit einem maximalen Durchmesser d = 630 mm und einer maximalen Länge I = 1250 mm. Des Weiteren kann Stangenmaterial mit einem Durchmesser d = 65 mm bearbeitet werden.





Übersicht der Zerspanwerkzeuge

Die Drehbearbeitung des Baustahls C45 erfolgte mit einer Schnittgeschwindigkeit von $v_c = 250$ m/min, einem Vorschub von f = 0,1 mm sowie einer Schnitttiefe von $a_p = 0,25$ mm. Als Kriterium für die Verschleißbewertung wurde der Freiflächenverschleiß herangezogen, da diese Verschleißform ursächlich für die Oberflächenqualität sowie Maßhaltigkeit des Bauteils ist. Als Standzeitkriterium wurde in den folgenden Versuchen eine maximale Verschleißmarkenbreite VB_{max} = 0,3 mm definiert. Die Werkzeuge wurden dazu in regelmäßigen Intervallen aus dem Prozess entnommen. Unter Einsatz eines Stereomikroskops der Firma LEICA MICROSYSTEMS, Wetzlar, vom Typ M3Z erfolgte die Messung der Verschleißmarkenbreite.

Bei der Zerspanung mit geometrisch bestimmter Schneide sind die Verschleißmechanismen Adhäsion, Abrasion, Oberflächenzerrüttung und tribochemische Reaktionen zu beobachten. Diese Mechanismen führen zu Verschleißformen wie beispielsweise Kolkverschleiß und Freiflächenverschleiß. Zur Reduzierung dieser Verschleißausprägung werden Zerspanwerkzeuge mit Beschichtungen versehen. Ein wesentliches Qualitätsmerkmal einer Beschichtung ist die Haftfestigkeit. Diese lässt sich unter Einsatz des sogenannten Scratch-Tests nach DIN EN ISO 20502 bestimmen [DINENISO20502]. Für die Durchführung dieser Untersuchungen kam der CSM Revestester der Firma CSM INSTRUMENTS SA, Peseux, Schweiz zum Einsatz (Bild 3-41). Mithilfe eines Rockwell C Diamantindenters wird über einen Verfahrweg von s = 10 mm eine anteigende Normalkraft von $F_N = 100$ N auf die Probe übertragen. Infolge der eingebrachten Spannungen entstehen verschiedene Oberflächenschädigungen, die sowohl

optisch als auch messtechnisch erfasst werden und Aufschluss über die Haftfestigkeit der Beschichtung geben.





Im Rahmen der ersten Untersuchungen im Projektverlauf fand zunächst ein Vergleich zwischen unbeschichteten und von der Firma A+S beschichteten Werkzeuge statt. Ebenso wurden die ersten Werkzeuge mit einer Referenzverschmutzung versehen, wie in AP1.1 beschrieben. Die Werkzeuge mit Referenzverschmutzung wurden sowohl der konventionellen Beschichtungsroutine zugeführt als auch mittels PEP gereinigt. Eine Übersicht der ersten Versuchsreihe ist in Bild 3-42 dargestellt.



Bild 3-42: Übersicht der ersten Versuchsreihe

Durch das INP wurden zudem drei unterschiedliche Strategien des Plasmapolierprozesses untersucht. Nach Abschluss des Plasmapolierprozesses müssen die wässrigen Elektrolyte von den Werkzeugen gereinigt werden. Das geschieht wahlweise in einem Wasserbad mit oder ohne Ultraschallunterstützung bzw. auch in Kombination. Die Zuordnung der Plasmapolierprozesse ist in Tabelle 3-5 dargestellt.

	Plasmapolieren	Wasserbad	Ultraschall
INP A	ja	ja	ja
INP B	ja	nein	ja
INP C	ja	ja	nein

Tabelle 3-5: Übersicht der Plasmapolierprozesse

Nach Abschluss der Reinigungs- und Beschichtungsprozesse wurden die Werkzeuge vor dem Einsatz unter dem REM untersucht. Wie in Bild 3-43 dargestellt, konnten bei diesen Werkzeugen erhebliche Schichtdefekte im Bereich der Schneidecke beobachtet werden. Zudem ist in Bild 3-43b zu erkennen, dass die Variante mit der Referenzverschmutzung und der konventionellen Beschichtungsprozedur auch Defekte im Bereich der Spanfläche aufweist und die Oberflächenbeschaffenheit des beschichteten Werkzeugs insgesamt für einen Einsatz im Zerspanprozess ungeeignet ist. Des Weiteren sind bei den plasmapolierten Proben und insbesondere in Bild 3-43c Rückstände unter der Beschichtung zu beobachten.



Bild 3-43: REM-Aufnahmen der Wendeschneidplatten; a) Standardfeinreinigung und Standardbeschichtung (Versuchsreihe 2); b) Referenzverschmutzung, Standardfeinreinigung und Standardbeschichtung (V3); c) Referenzverschmutzung, Plasmapolierprozess A, Standardfeinreinigung und Standardbeschichtung (V4); d) Referenzverschmutzung, Plasmapolierprozess B, Standardfeinreinigung und Standardbeschichtung (V5); e) Referenzverschmutzung, Plasmapolierprozess C, Standardfeinreinigung und Standardbeschichtung (V6)

Trotz der erheblichen Rückstände durch die Referenzverschmutzung sowie der Haftungsdefekte wurden die Werkzeuge zur Identifizierung erster Tendenzen im Zerspanprozess untersucht. Die Standzeiten der Werkzeuge nach Erreichen der Verschleißmarkenbreite von VB = 0,3 mm sind in Bild 3-44 dargestellt. Die Werkzeuge der Prozesse 1 und 3 weisen mit $T_{VB0,3} \approx 2,8$ min bzw. $T_{VB0,3} = 3$ min die geringsten Standzeiten auf. Auffällig ist jedoch, dass die Werkzeuge der Prozesse 4 bis 6 ähnliche bzw. sogar höhere Standzeiten als die Werkzeuge aus Prozess 2 aufweisen, obwohl diese Werkzeuge mit der Referenzverschmutzung versehen wurden. Dies lässt erste Schlüsse zu, dass der Plasmapolierprozess neben einer sehr guten Reinigungsleistung einen positiven Einfluss auf die Schichthaftung haben könnte. Des Weiteren zeigt die Versuchsreihe 4 (Prozess A mit Wasserbad- und anschließender Ultraschallreinigung) die besten Standzeitergebnisse mit $T_{VB0,3} \approx 8$ min. Möglicherweise sind bei Prozess 5 und 6 noch Elektrolytrückstände auf den Proben verblieben, die Einflüsse auf den Beschichtungsprozess bzw. die Schichthaftung ausüben.

- 1. unbeschichtet
- 2. beschichtet Standardprozess A&S
- 3. Verschmutzung, beschichtet Standardprozess A&S
- 4. Verschmutzung, Plasmapolierprozess A, beschichtet Standardprozess A&S
- 5. Verschmutzung, Plasmapolierprozess B, beschichtet Standardprozess A&S
- 6. Verschmutzung, Plasmapolierprozess C, beschichtet Standardprozess A&S



Bild 3-44: Standzeitergebnisse der Zerspanuntersuchungen der ersten Versuchsreihe

Aufgrund der vorliegenden Schichtdefekte an den Zerspanwerkzeugen und der sich daraus ergebenen Prozessstreuungen wurde in Absprache mit dem Konsortium eine Optimierung des Beschichtungsprozesses vorgenommen. Da die AlTiSiN-Schicht bei Firma A+S für Stahlbauteile entwickelt wurde, folgte eine Variation verschiedener Beschichtungsparameter des Magnetronsputterprozesses sowie eine Anpassung des Schichtaufbaus. Die Wendeschneidplatten wurden nicht separat synthetisch verschmutzt und bei A+S mit der nasschemischen Standard-Reinigung zugeführt und anschließend beschichtet. Die Probenübersicht und die Anpassung des Beschichtungsprozesses sind in Bild 3-45 dargestellt.



Bild 3-45: Probenübersicht der Haftungsoptimierung

In Bild 3-46 sind die Standzeitergebnisse der Werkzeuge mit haftungsoptimierter Beschichtung dargestellt. Hierbei wird deutlich, dass eine Anpassung der Beschichtungsdauer, Herabsetzung der Biasspannung oder Erhöhung der Beschichtungstemperatur allein keinen Vorteil in Bezug auf die Werkzeugstandzeit bringt. Durch den Einsatz einer metallischen Haftschicht konnten allerdings die Standzeiten des Ausgangswerkzeugs (Prozess 1) von $T_{VB0,3} \approx 7,5$ min auf $T_{VB0,3} = 16$ min (Prozess 5) bzw. $T_{VB0,3} = 15,5$ min (Prozess 6) erhöht werden. Auf weitere Ausführungen zu den Voruntersuchungen und Haftfestigkeitscharakterisierungen wird an dieser Stelle verzichtet. Der Beschichtungsprozess für die im Rahmen dieses Projekts beschichteten Proben wurde daher entsprechend auf Prozess 5 umgestellt und es wurde eine metallische Haftschicht eingesetzt. Dieser Prozess wurde für alle nachfolgenden Untersuchungen übernommen.





Aufgrund der laufenden Beschichtungsoptimierung bei A+S wurde mit dem Konsortium abgestimmt, dass parallel am INP Greifswald die Abscheidung einer TiN-Beschichtung mittels Hi-PIMS erfolgt. Das führte jedoch dazu, dass die Ergebnisse der Zerspanuntersuchungen, aufgrund sehr unterschiedlicher Eigenschaftsprofile der Beschichtungen vom INP und A+S, nicht untereinander vergleichbar sind. Aus diesem Grund sind die Ergebnisse im Folgenden in Abhängigkeit der abgeschiedenen Verschleißschutzschicht dargestellt. In Bild 3-47 sind die Werkzeuge und deren Prozessketten dargestellt, die am INP beschichtet worden sind. Neben einem Vergleich der Prozesse des Plasmapolierens, der CO₂-Reinigung sowie der wässrigen Reinigung durch die Firma CFW, fand hier eine Untersuchung der Plasmafeinreinigung sowie des Beschichtungsprozesses statt (siehe AP2.4).



Bild 3-47: Übersicht der am INP beschichteten Werkzeuge

Wie eingangs beschrieben, wurden die Haftfestigkeiten der Beschichtungen mittels Scratch-Test bestimmt. In Bild 3-48 sind exemplarisch die Untersuchungen zweier Werkzeuge der Prozesse 1 und 3 dargestellt. Während des Scratch-Tests werden die Normal- und Tangentialkraft sowie das Acoustic Emission Signal aufgezeichnet. Diese Daten ermöglichen das Detektieren eines Schichtdefektes. In Abhängigkeit des Schicht-Substrat-Verbundes fällt die Detektion der Schichtdefekte mithilfe dieser Daten unterschiedlich schwer aus. Aufgrund der geringfügigen Ausschläge der Signale, wie beispielsweise bei Prozess 1 dargestellt, ist eine zusätzliche Analyse mittels licht- und rasterelektronenmikroskopischer Bilder erforderlich. Von Interesse ist während des Versuchs die kritische Last Lc. Es werden nach DIN EN ISO 20502 die Werte Lc1, Lc2 und Lc3 unterschieden, wobei Lc1 der Last entspricht, unter der erste Risse auftreten [DINENISO20502]. Lc2 entspricht der Last unter der es zu ersten Abplatzungen der Beschichtung kommt und Lc3 beschreibt die Last bei vollständiger Durchdringung der Beschichtung auf den Grundwerkstoff. Zur Beschreibung der Schichthaftung wird in der Praxis auf den Lc2-Wert zurückgegriffen, wie auch im Folgenden.



Bild 3-48: Übersicht der am INP beschichteten Werkzeuge

In Bild 3-49 sind die ermittelten Lc2-Werte sowie die Standzeiten der am INP beschichteten Werkzeuge dargestellt. Die Werkzeuge des Prozesses 2 weisen mit einer kritischen Last von Lc2 = 65 N die beste Schichthaftung auf. Des Weiteren wird im Vergleich von Prozess 1 zu Prozess 2 ersichtlich, dass der Plasmapolierprozess im Vergleich zur Ultraschallreinigung trotz Verschmutzung zu einer höheren Schichthaftung führt. Bei den Prozessen 5 und 6 ohne Plasmafeinreinigung konnte keine haftfeste Beschichtung abgeschieden werden bzw. bei Prozess 5 konnte keine Beschichtung auf dem Substrat nachgewiesen werden. Mit dem Vergleich von Prozess 5 und 6 lässt sich zudem schlussfolgern, dass der Plasmapolierprozess auch in diesem Fall die Schichthaftung erhöht. Die Kombinationsprozesse 7 und 8 zeigen bei der Schichthaftung keinen Vorteil gegenüber Plasmapolierprozessen, hier wurden Haftfestigkeiten von Lc2 \approx 50 N ermittelt.

Die Ergebnisse der Haftfestigkeitsuntersuchungen korrelieren mit den Standzeitergebnissen. Jedoch traten insbesondere bei den Prozessen 1 und 2 hohe Prozessstreuungen auf, sodass die höchsten gemittelten Standzeiten von $T_{VB0,3} = 60,75$ min mit den Werkzeugen des Prozesses 8 erzielt werden konnten. Folglich führte hier die Kombination aus wässriger Reinigung und elektrolytischem Plasmapolieren zum besten Standzeitergebnis.

- 1. Ultraschallreinigung mit Iso. und Aceton, Plasmafeinreinigung, DC-Bias
- 2. Kontaminiert, plasmapoliert, Ultraschallreinigung mit Wasser, Plasmafeinreinigung, DC-Bias
- 3. Ultraschallreinigung mit Iso. und Aceton, Plasmafeinreinigung, Bias gepulst
- 4. Kontaminiert, plasmapoliert, Ultraschallreinigung mit Wasser, Bias gepulst
- 5. Ultraschallreinigung mit Iso. und Aceton, DC-Bias
- 6. Kontaminiert, plasmapoliert, Ultraschallreinigung mit Wasser, DC-Bias
- 7. CO2 Strahlen, Plasmapolieren, Plasmafeinreinigung
- 8. Wässrige Lösung von CW, Plasmapolieren, Plasmafeinreinigung



Werkzeuge: SNMA120604 Werkstück: C45E **Prozessparameter:** = 250 m/min V 0,1 mm = a_p = 0,25mm Außenlängs-Runddrehen Trockenbearbeitung Werkzeuge: SNMA 120604 Messsystem: CSM Revetest Prüfkörper: Diamantspitze:

 $r_{\beta} = 20,00 \ \mu m$ **Prozessparameter:** Indentervorschubgeschwindigkeit: $v_i = 0,01 \ m/min$

Bild 3-49: Standzeitergebnisse und Haftfestigkeiten der am INP beschichteten Werkzeuge

Als Grund für die Prozessstreuungen können Schichtdefekte an den Schneidkanten angeführt werden, die den Werkzeugverschleiß im Zerspanprozess maßgeblich beeinflussen. In Bild 3-50 sind exemplarisch zwei Werkzeuge des Prozesses 2 dargestellt, die unterschiedliche Schichtdefekte aufweisen.



Bild 3-50: REM-Aufnahmen der Wendeschneidplatten; a) Versuchsreihe 2 mit Schichtdefekt im Bereich der Schneidecke; b) Versuchsreihe 2 mit Schichtdefekten entlang der gesamten Schneidkante

Die Übersicht der Werkzeuge mit der AlTiSiN-Deckschicht von A+S ist in Bild 3-51 dargestellt. Im Rahmen dieser Untersuchungen wurden ebenfalls das elektrolytische Plasmapolieren, die CO₂-Schneestrahlreinigung sowie die wässrige Reinigung eingesetzt. Zudem erfolgte die Untersuchung der Kombination aus CO₂-Scheestrahlen und wässriger Reinigung (AP4.4). Die im Folgenden analysierten Werkzeuge wurden alle zuvor mit einer Referenzverschmutzung versehen.



Bild 3-51: Probenübersicht der von A+S beschichteten Werkzeuge

Die ermittelten Lc2-Werte sowie die Standzeiten der Werkzeuge mit AlTiSiN-Beschichtung sind in Bild 3-52 dargestellt. Im Vergleich mit der TiN-Deckschicht konnten bei der AlTiSiN-Beschichtung niedrigere Haftfestigkeiten mit Werten zwischen Lc2 \approx 31,8 N und Lc2 \approx 46,4 N ermittelt werden. Dies ist möglicherweise auf das abweichende Beschichtungsverfahren zurückzuführen, sodass in diesem Fall der HiPIMS-Beschichtungsprozess eine höhere Schichthaftung ermöglicht. Die höchste Schichthaftung konnte bei den Werkzeugen des Prozesses 1 nachgewiesen werden. Allerdings sind hier hohe Prozessstreuungen zwischen Lc2 \approx 21,8 N und Lc2 \approx 68,5 N zu beobachten. Die Werkzeuge der Prozesse 3 bis 7 weisen sehr ähnliche Haftfestigkeiten zwischen Lc2 \approx 37,8 N und Lc2 \approx 40,9 N bei vergleichsweise geringen Streuungen auf.

Die Standzeiten der Werkzeuge fallen im Vergleich zur TiN-Beschichtung ebenfalls deutlich niedriger aus. Dies ist hauptsächlich auf die geringere Haftfestigkeit der AlTiSiN-Beschichtung zurückzuführen. Des Weiteren besteht bei den Standzeiten ebenfalls eine Korrelation mit den Haftfestigkeitsuntersuchungen. So weisen die Werkzeuge des Prozesses 1 mit der höchsten Haftfestigkeit auch die höchsten Standzeiten auf. Die hohen Differenzen in den Ergebnissen sind auch hier auf die Abweichungen der Schichthaftfestigkeiten zurückzuführen.



Bild 3-52: Standzeitergebnisse und Haftfestigkeiten der von A+S beschichteten Werkzeuge

3.4.2 AP3.2 Analytische Untersuchung an Spannuten von Bohrern

Zur Untersuchung von produktionsrelevanten Verschmutzungen auf Bohrern (d = 6,9 mm) aus der Produktion, wurden exemplarisch am IST REM-Analysen durchgeführt (Bild 3-53). Die Ergebnisse zeigen an vier Positionen unterschiedliche Rückstände, die nach der Standardreinigungsprozedur in der IST-Anlage für Hartmetalle (ohne Ultraschallunterstützung, um Cobaltauswaschung zu vermeiden) vorhanden waren. Diese sind nach der Diskussion auf organische (Kohlenstoffverbindungen) und anorganische Rückstände (Aluminiumoxid, ...) aus den Schleif- und Polierprozessen zurückzuführen. Diese sind ggf. für massive Enthaftungsprobleme bei Beschichtungen verantwortlich.





3.5 AP5 Upscaling

Die Ergebnisse aus dem AP 4 haben zwar gezeigt, dass die CO₂-Schneestrahltechnolgie ein effektives Vorbehandlungsverfahren darstellt. Jedoch muss der Ablauf in Bezug auf Taktzeit und Medienverbrauch an die Anforderungen der Werkzeugproduzierenden Unternehmen angepasst werden.

Tabelle 3-6: Taktzeit und Medienverbräuche analog AP4 (Druckluft und CO₂)

Taktzeit	30 Sekunden	Kosten (Volkosten)
Verbrauch CO2 pro Bauteil bei drei	ca. 200 g CO ₂	8 Cent
CO ₂ -Schneestrahldüsen		
Verbrauch Druckluft pro Bauteil bei	ca. 700 Liter	2 Cent
drei CO2-Schneestrahldüsen		
Summe		10 Cent

3.5.1 Umweltbilanz der eingesetzten CO₂-Schneestrahl-Technologie

Bei dem eingesetzten CO₂ handelt es sich nicht um extra für diese Applikation hergestelltes CO₂, sondern um ein Abfallprodukt aus der chemischen Industrie, bspw. bei der Ammoniaksynthese [AIR18, LIN20]. Das CO₂ ist somit bereits bilanziert und findet in der Schneestrahlreinigung lediglich eine Weiterverwendung. Wenn die CO₂-Schnestrahlreinigung eine klassische Nasschemische oder Tensid-Reinigungs-Anwendung ersetzt, wirkt sich dies positiv auf die Umweltbilanz des Unternehmens aus. Es fallen keine kontaminierten Abwässer an und es entweichen keine flüchtigen organischen Verbindungen (VOC). Darüber hinaus kann auf eine energieintensive Trocknung verzichtet werden, da es sich um eine Trockenreinigung handelt. Es entweicht lediglich Luft mit CO₂, welches sowieso an anderer Stelle in die Atmosphäre gelangt wäre. Die extrahierte Verunreinigung wird in einem Abluftfilter von dem CO₂/Luftgemisch separiert, welcher von Zeit zu Zeit getauscht und als Feststoff entsorgt wird.

Einzige Umweltauswirkung ist der Energieverbrauch bei der Erzeugung der eingesetzten Druckluft (ca. 100 g CO₂ pro 1.000 l Druckluft) sowie der Energieverbrauch der Schneestrahlanlage selbst. Dieser beträgt für die verwendete Anlage ca. 4 bis 5 kW.

3.5.2 Industrielle Hochskalierung

Der Reinigungsprozess stellt einen wesentlichen Schritt in der gesamten Wertschöpfungskette eines Werkzeuges dar, da die Qualität der Reinigung die Einsatzgrenzen der Hartstoffschicht bestimmt. Aufgrund unzureichender Werkzeugreinigung und der daraus resultierenden mangelnden Schichtqualität verzeichnen die im Konsortium beteiligten Werkzeughersteller nach eigenen Angaben einen Ausschuss in der Produktion von ca. 2 %. Allein bezogen auf die Herstellung von Präzisionswerkzeugen in Deutschland, die jährlich ein Produktionsvolumen von rund 11,5 Milliarden Euro (2018) hat, macht das eine Ausschusswert von ca. 230 Millionen Euro [VDM19].

Es ist also klar ersichtlich, dass es in dem Feld der Oberflächenbehandlung, insbesondere bei der Beschichtung von komplexen Schneid- und Zerspanungswerkzeugen einen großen Spielraum für Innovationen gibt. Sowohl in ökologischer als auch ökonomischer Hinsicht. Unter diesen Gesichtspunkten sollte im Rahmen des Projekts ÖkoClean eine optimierte Vorbehandlungskette für Zerspanungswerkzeuge erarbeitet werden.

Sie verknüpft zu entwickelnde Reinigungsprozesse mit bereits verfügbaren modernen Reinigungsprozessen so miteinander, dass sowohl die Umweltbelastung durch die Reinigung als auch der Ausschuss durch für die Beschichtung mangelhafte Oberflächenqualitäten bei der Hartstoffbeschichtung deutlich verringert wird.

Um eine entsprechende ökonomische und ökologische Einschätzung der aus ÖkoClean resultierenden technischen Neuerungen treffen zu können, wird im Folgendem eine SWOT-Analyse durchgeführt. Der definierte Rahmen für die Analyse ist kongruent mit dem Projektziel.

3.5.3 SWOT-Analyse

Stärken (Strengths)

Die einzelnen Vorbehandlungsmethoden habe schon einzeln betrachtet ein großes Potenzial die Oberflächenvorbehandlung von Werkzeugen zu revolutionieren. In ökonomischer, aber vor allem auch in ökologischer Hinsicht:

Beim **CO₂-Trockenstrahlen** wird ein CO₂-Schneestrahl auf Überschallgeschwindigkeit beschleunigt. Das Verfahren ist eine effiziente und schonende Möglichkeit partikuläre und filmische Verunreinigungen zu entfernen. Beispielsweise Staub, Ablationsrückstände, Flitter, Flussmittelrückstände, Schmauchspuren, Öle, Fingerprints, Schneidemulsionen, Polierpaste und andere übliche Verschmutzungen. Ein Einsparungspotential liegt darin, dass das Ausgangsmaterial CO₂-Schnee als "Abfallprodukt" bei der chemischen Produktion gewonnen wird und daher relativ günstig herzustellen ist. Außerdem entstehen keine Kosten bei der Entsorgung, da das Medium nach dem Prozess gasförmig ist und in die Luft abgegeben werden kann. Lediglich eine Abführung der Partikel muss gewährleistet werden, um eine Rekontamination des Produktes zu vermeiden.

Eine **nasschemische Reinigung** vor der Werkzeugbeschichtung ist zurzeit ein fester Bestandteil in der Produktion. In ÖkoClean wird die Kombination so gewählt, dass der größtmögliche Effekt mit der kleinstmöglichen Einsatzmenge erreicht wird. Dies soll über eine intelligente Wirkstoffkombination durch Nutzung der Synergien geschehen. Ziel ist weiterhin, die pH-Werte der eingesetzten wässrigen Reiniger in einem moderaten (neutralen) Bereich zu halten, um eine höchst mögliche Sicherheit beim Einsatz innerhalb der verwendeten Anlagen zu gewährleisten.

Beim **Plasmapolieren** wird das zu behandelnde Bauteil in einer elektrolytischen Lösung, welche aus einer Mischung aus handelsüblichen, nichttoxischen Salzen und Wasser besteht (1 bis 2 %), gereinigt und poliert. Dies erfolgt durch das Anlegen einer Spannung von einigen 100 V., neben den sehr guten Ergebnissen, insbesondere im Vergleich zu elektropolierten Bauteilen, werden Grate und Verunreinigungen im selben Prozessschritt entfernt. Von der Reinigung, über die Entfettung und Entgratung bis hin zum Oberflächenfinish ist alles in einem Prozessschritt innerhalb weniger Minuten realisierbar. Ohne nötigen Wechsel zu einer anderen Anlage, ohne Transportwege, ohne Zeitverlust und ohne Lagerung von gefährlichen Chemikalien.

Das **HiPIMS** hat als Schichtabscheideverfahren für die industrielle Anwendung eine hohe Attraktivität in puncto Schichtqualität und deren damit erreichten Leistungsfähigkeit. Die Kopplung dieser hochqualitativen Methode für die Beschichtung von Werkstücken und Bauteilen mit dem Verfahren der Ionenimplantation eröffnet eine Vielzahl an Möglichkeiten. So kann z.B. durch das Implantieren des abzuscheidenden Materials in die Werkstoffoberfläche eine ideale Haftung erreicht werden, was es ermöglicht, dass Haftvermittlerschichten wie z.B. CrN nicht mehr notwendig sind. Dies bedeutet eine schnellere und einfachere Prozessführung, und das mit einer noch gesteigerten Wirksamkeit. Ferner kann durch die Verknüpfung von Ionenimplantation und HiPIMS ein intensiver Ionenbeschuss der Werkstoffoberfläche erfolgen, welcher Verschmutzungen abträgt. Hier besteht somit das Potential darin, sowohl Plasmafeinreinigung als auch Beschichtung in einem Prozessschritt zu fahren, also neben anderen Vorteilen die Prozesszeit von der Einschleusung in die Beschichtungskammer bis zur Entnahme der Werkstücke merklich zu verkürzen.

Die **Plasmafeinreinigung**, ist bei jeder Verfahrenskombination der letzte Prozessschritt. Bei sehr hartnäckigen Verschmutzungen der Substratoberflächen, die gleichzeitig isolierend wirken, kann es auf den zu entfernenden Verschmutzungsteilflächen zu elektrischen Aufladungen kommen, die nur mit bipolaren Pulsmustern entladen und effektiv gereinigt werden können.

Im Projekt ÖkoClean wurden diese innovativen Verfahren nun noch kombiniert, um das optimale Reinigungsergebnis für die entsprechenden Feinwerkzeuge zu erzielen. Durch dieses breite Spektrum von Methoden kann man flexibel auf verschiedene Herausforderungen im Reinigungsprozess reagieren. Komplizierte Geometrien, unterschiedliche Verschmutzungen und Verschmutzungsgrade oder Werkstoffkompositionen.

Auch im Umgang mit den erfassten Daten und die daraus zu tätigenden Anpassungen sind nun eine nicht zu unterschätzende Stärke des Konglomerats um ÖkoClean. Von den Vorbereitungen einer passenden Referenzverschmutzung, der optimalen Verfahrensreihenfolge bis hin zur Behandlungsdauer. Auf der Basis dieses Wissens können sich nun diese ökologisch sinnvollen Verbesserungen der Wertschöpfungskette den Weg in die Wirtschaft bahnen.

Schwächen (Weaknesses)

Die oben bereits ausgeführte Flexibilität bringt aber nicht nur positive Effekte. Für eine industrielle Anwendung ist nicht ausschließlich das Produktionsergebnis ausschlaggebend, sondern auch die Handhabbarkeit. Man muss entsprechend sehr darauf achten die Komplexität der Kombinationsketten nicht zu stark zu erhöhen. Es sollte immer der nötige Effekt bei geringstem Aufwand bevorzugt werden.

Nur so kann der ökonomische und ökologische Gewinn auch praktikabel in die Wertschöpfungskette der Oberflächenbeschichtungsindustrie und Werkzeugherstellung weitergegeben werden.

Eine weitere Schwäche ist, dass sich das Plasmapolieren, eine Schlüsseltechnik der Verfahrenskombination, erst in einem fortgeschrittenen Prototypenstatus befindet. Zurzeit gibt es nur eine Plasmapolieranlage für Einzelstücke und Kleinstserien. Um diese Technologie auf einen Industriemaßstab zu heben, bedarf es noch erheblichen Investitionen, was einen Innovationstransfer verzögern könnte.

Chancen (Opportunities)

Die Chancen der aus ÖkoClean resultierenden technischen Innovation liegen auf der Hand. Ökologisch verantwortungsvolles Handeln hat sich seinen Weg von einer Randthematik in den Mainstream gebahnt. Umweltschutz und -entlastung sind längst kein "nice-to-have" mehr, sondern in absehbarer Zeit in "must-have".

Mit der zunehmenden Politisierung von ökologischer Nachhaltigkeit werden sich in naher Zukunft verschiedene Industriezweige genauer damit auseinandersetzen müssen, wie sie ihre Ökobilanz verbessern. Es sind neue Gesetzgebungen und strenge Regeln, mit empfindlicheren Bestrafungen bei Nichtbeachtung, absehbar.

Genau in diesem Gefüge reiht sich ÖkoClean mit seinem innovativen Ansatz ein. Die ersten Projektergebnisse haben in dieser, im wahrsten Sinne des Wortes, "Unternehmensumweltsituation" gute Chancen aktiv von den Wertschöpfungsketten der Beschichtungsindustrie aufgegriffen zu werden. Folgeprojekte, welche sich eine direkte Einbindung in die industriellen Produktionsabläufe zum Ziel setzt, haben eine große Chance direkt in diese integriert zu werden.

Risiken (Threats)

Die Risiken, die sich aus ÖkoClean ergeben sind überschaubar. Ein Umschwung in der Auseinandersetzung mit ökologisch nachhaltigen Konzepten oder konträre politische Ausrichtungen sind nicht zu erwarten. Selbst wenn ein solch unwahrscheinlicher Fall eintreten würde, kann die entwickelte Behandlungskette von ÖkoClean immer noch über die Reinigungseffizienz auszeichnen.

Ein eine oder mehrere Konkurrenztechnologien, die auf einem ähnlichen Level wie ÖkoClean Reinigungseffizienz und ökologische Nachhaltigkeit garantieren, sind nicht absehbar.

Greift man nun die einzelnen Gesichtspunkte der SWOT-Analyse auf ist sehr deutlich geworden, dass durch ÖkoClean ein großes Potenzial für eine zusätzliche Umweltentlastung bei der Beschichtung von komplex geformter Schneidwerkzeugen besteht. Auch die Effektivität mit entsprechender Effizienz der Reinigung geht klar aus den Projektergebnissen hervor. Die Berechnung einer monetären Einsparung gestaltet sich dagegen schwierig. Es ist offensichtlich, dass durch die gesteigerte Effizienz, die signifikante Einsparung an umweltschädlichen Materialien und die entsprechend gesenkte Entsorgungskosten der Schadstoffe, große monetäre Einsparungen möglich sind. Dadurch, dass sich einige Teile der Behandlungskette noch in einem Zustand befindet, in dem eine wirtschaftliche Nutzung nicht direkt möglich ist, ist eine Serienfertigung und die auftretenden Investitionskosten vorerst nicht genau zu beziffern.

3.5.4 Öffentlichkeitsarbeit und Präsentation

Ziele der Öffentlichkeitsarbeit

Klares Ziel der Öffentlichkeitsarbeit von ÖkoClean ist es, die ersten Projektergebnisse sowohl in die Industrie als auch weiter in die Forschung zu tragen.

Im Laufe des Projektes hat sich gezeigt, dass schon die einzelnen Vorbehandlungsverfahren isoliert gute Reinigungsergebnisse erzielen können. Wie sich im späteren Verlauf von ÖkoClean gezeigt hat, kann man diese Reinigungsergebnisse mit verschiedenen Verfahrenskombinationen noch deutlich verbessern und auf verschiedene Materialien und Beschichtungen abstimmen.

Da sich jedoch einige Schlüsseltechnologien noch in einem fortgeschrittenen Prototypenstadium befinden, wie beispielsweise das Plasmapolieren, oder es sich noch um sehr junge Technologien handelt, mit eingeschränkten Erfahrungswerten aus der tatsächlichen industriellen Anwendung, ist eine direkte Überführung in die Wirtschaft schwierig.

Zwar konnte die Chemische Fabrik Wocklum innerhalb des Projektes einen Flüssigreiniger entwickeln, der eine deutlich bessere ökologische Bilanz hat als vergleichbare Produkte, dass ist jedoch nur die Spitze des Eisbergs. Das Potenzial durch die Kombination der verschiedenen Verfahren, welches ÖkoClean deutlich herausgestellt hat, geht weit über die Verbesserung der einzelnen Reinigungsverfahren hinaus.

Dieses offengelegte Potenzial ist ein starker Indikator dafür Folgeprojekte in Erwägung zu ziehen und aktiv zu bewerben.

Strategie der Öffentlichkeitsarbeit

Durch das ambitionierte Ziel von ÖkoClean, verschiedene, neuartige Vorbehandlungsmethoden zur Beschichtung von Zerspanungswerkzeugen einzeln zu bewerten und anschließend in verschiedenen Kombinationsketten zusammen zu führen, sind große Mengen von Messdaten entstanden. Es handelt sich dabei um sehr vielversprechende, aber anfängliche Ergebnisse. Diese schaffen ein gutes Verständnis für die ökonomischen und ökologischen Möglichkeiten durch eine Verkettung dieser Innovativen verfahren.

Genau an diesem Status muss sich die Strategie für die Öffentlichkeitsarbeit orientieren. Ein direkter Übergang der Verfahrensketten ist noch nicht möglich. Ein Rezept, wie man die Verfahren untereinander effizient verkettet und wie sich diese Verkettungen bei verschiedenen Verschmutzungen und zu behandelnden Materialien ist zum jetzigen Zeitpunkt noch nicht vorhanden. Entsprechend ist eine direkte Überführung in die Wirtschaft und die damit verbundenen Marketingmaßnahmen noch verfrüht.

Vielmehr sollte die Öffentlichkeitsarbeit an den vorhandenen Ergebnissen ansetzen und weitere potenzielle Stakeholder in eventuellen Folgeprojekten einbinden.

Aber auch projektunspezifische Stakeholder sollten in einer Strategie für die Öffentlichkeitsarbeit nicht außen vorgelassen werden. Denn zurzeit dominieren nur wenige Themen die Medien so stark wie der Klimawandel und die damit verbundenen Maßnahmen zu einer ökologischen verantwortungsvolleren Industrielandschaft.

Diese Entwicklung sollte auch ÖkoClean zur Eigenwerbung nutzen. Die Projektergebnisse sollten in Teilen für eine breitere Öffentlichkeit zugänglich gemacht werden, in einer greifbaren Art und Weise. Gerade in den eher konservativen Branchen, zu denen tendenziell die Oberflächenbeschichtung und Werkzeugherstellung gehören, ist es wichtig zu zeigen, dass man innovativ in eine nachhaltige Richtung arbeitet.

Instrumente der Öffentlichkeitsarbeit

Das Ziel ist es weitere Stakeholder in die Materie von ÖkoClean einzuführen, um Folgeprojekte zu generieren, die einen tatsächlichen Technologietransfer in die Industrie ermöglichen. Aufgrund der hohen Komplexität und Flexibilität des Projekts, gegeben durch die verschiedenen Partner, ist ein direkter Kontakt zu potenziellen Stakeholdern umso wichtiger.

Es bieten sich also Marketingmaßnahmen an, welche zum einen Spielraum für eine genaue Einführung in das Thema bieten und Reaktionen auf sehr spezielle Fragen zulässt. Ganz klassisch bietet sich hierfür eine Messevertretung an. Auf Messen ist es möglich direkt die definierten Stakeholder anzusprechen. Interessierte Forscher und Unternehmer können einen direkten Kontakt knüpfen und im Einzelgesprächen eine Bindung zu den Projektergebnissen knüpfen. In Deutschland bieten sich hierfür diverse Messen an:

Die **SurfaceTechnology Germany** ist eine Internationale Fachmesse für Oberflächen & Schichten. Die Messe findet vom 16. bis zum 18. Juni 2020 in Stuttgart statt und bietet ein Rahmenprogramm, welches eine ideale Basis ist, um den Wissenstransfer voranzutreiben und Vernetzungen auszubauen [SUR20]. 300 Aussteller Begrüßen auf 8300 Quadratmetern über 6000 Messebesucher, die sich rund um die Oberflächentechnik positionieren. Zudem ist es möglich sich in das Vortragsprogramm einzureihen und die Ergebnisse von ÖkoClean einem Publikum zu präsentieren. Diese Messe bietet zwar ein sehr breites Schema an Themen, entsprechend gibt es aber auch viele Anknüpfungspunkte für die Projektergebnisse von ÖkoClean.

Auf der parts2clean besuchen rund 4200 Besucher, 230 Aussteller auf 6900 Quadratmetern. Die Messe findet vom 27. bis zum 29. Oktober 2020 statt, ebenfalls in Stuttgart [PAR20]. Im Bereich der Bauteilreinigung bietet die parts2clean starke Informations- und Lösungsangebote. Neues und Wissenswertes, das Unternehmen bei der stabilen und wirtschaftlichen Bewältigung ihrer Reinigungsaufgaben unterstützt, bietet neben den Ausstellerpräsentationen auch das Rahmenprogramm der parts2clean. Gespräche über Prozesslösungen, die sich am Zustand der Bauteile und der geforderten Sauberkeit orientieren, stehen im Mittelpunkt der Sonderfläche "QSREIN 4.0" des Fachverbands industrielle Teilereinigung (FiT). Themen dort sind beispielsweise die Optimierung bestehender Prozesse sowie Lösungen für neue Aufgabenstellungen. In diese thematische Ausrichtung fügt sich ÖkoClean nahtlos ein. Auch bei parts2clean ist es möglich im Rahmenprogramm Vorträge zu positionieren. Die Messe, die beim Thema Oberflächentechnik auch immer wieder auftaucht, ist natürlich die Hannover Messe. Sie läuft vom 20. bis zum 24. April 2020 [HAN20]. Mit 200000 Besuchern und rund 6000 Austellern, ist sie eine der bedeutendsten Messen für alle Technologien rund um die industrielle Transformation - mit ausgezeichneten Innovationen oder ungewöhnlichen Produkten. Auch wenn das sehr weit gefasst ist, sind doch einige direkte Anknüpfungspunkte mit ÖkoClean vorhanden. Denn gerade Nachhaltigkeit in der Produktion wird auf der Hannover Messe 2020 eine zentrale Rolle spielen.

Auf den **Oberflächentagen** des Zentralverbandes Oberflächentechnik e.V. (ZVO) nutzen zahlreiche nationale und internationale Teilnehmer die vielfältigen Möglichkeiten zu gegenseitiger Information und gemeinsamer Diskussionen als Basis für zukünftige Entwicklungen in ihren jeweiligen Segmenten. Dem grenzüberschreitenden Gedankenaustausch misst der ZVO-Kongress von jeher eine besondere Bedeutung bei. Die Tage finden vom 16. bis 18. September 2020 statt, in Düsseldorf [OBE20]. Diese vier Messen bieten die interessantesten und potentesten Plattformen für eine öffentliche Präsentation der ÖkoClean Ergebnisse gegenüber eines Fachpublikums. Zudem werden mit großer Wahrscheinlichkeit mehrere Projektpartner diese Messen ohnehin zur Ausstellung nutzen. Es sollte allerdings auch eine Plattform geschaffen werden, über die ein allgemeineres Publikum angesprochen werden kann. Den medialen Hype um Klimawandel und zunehmende Verständnis um ökologische Verantwortung sollte auch ÖkoClean ausnutzen.

Eine kosteneffiziente Methode eine solche Plattform aufzubauen ist über eine Internetplattform. Diese kann nicht nur dazu dienen ein allgemeines Verständnis über den Innovationslevel in traditionellen Industrien zu schaffen, sondern auch ein Kommunikationstool für künftige Projekte sein, die auf die Ergebnisse von ÖkoClean aufbauen.

3.6 AP6 Industrietests

Im Rahmen des Projektes wurden bei der Firma Hufschmied Zerspanungssysteme GmbH Industrieversuche durchgeführt. Im Folgenden werden die wesentlichen Arbeiten näher erläutert. Zunächst werden die festgelegten Randbedingungen beschrieben.

Randbedingungen

Bezüglich der Material- und Werkzeugauswahl und der späteren Beurteilung des Zerspanungsprozesses wurden folgende Rahmenbedingungen festgelegt:

Material:

- X153CrMoV12 (1.2379)
- Wärmebehandelt HRC 60

Bearbeitungsaufgabe:

- Tasche fräsen (Bild 3-50)
- Trochoidal Schruppen
- v_c = 90 m/min
- f = 0,075mm
- $a_e = 4$ mm
- $a_p = 8$ mm
- keine Kühlung



Bild 3-54: Frästasche nach 45 min Bearbeitung

<u>Werkzeug</u>

Die Fräswerkzeuge vom Typ HC644080-28010 sind speziell auf die Bearbeitung von gehärteten Stählen ausgerichtet (Bild 3-55). Die Gesamtlänge L1 beträgt 60 mm und die Schneidenlänge L2 = 8 mm. Der Durchmesser des Werkzeugs D1 beträgt 8 mm, wobei der Schaftdurchmesser D2 mit einer Toleranz von 8 h6 vorlag. Die Torusfräser sind mit einer Schneidenanzahl Z = 4 gefertigt worden. Als Schneidstoff wurde ein Hartmetall der Korngrößenklasse ultrafein (ISO 4499) mit einem WC-Gehalt von 91 % und einem Co-Gehalt von 9 % verwendet. Der Werkstoff weist eine Härte HV30 von 1920 auf. Neben einer hohen Härte verfügt dieses Hartmetall auch über eine hohe Zähigkeit. Nach der Norm ISO 513 wird dieser Werkstoff der ISO-Klassifikation K05/10 zugeordnet. Das für die Tests eingesetzte Referenzwerkzeug wurde zusätzlich über das HiPIMS-Verfahren mit einer TiAIN/TiSiN Beschichtung versehen.



Bild 3-55: Beschichteter Torusfräser vom Typ HC644080-28010

Neben diesem o.g. Referenzwerkzeug wurden für die Industrietests zwei verschiedene Reinigungskonzepte untersucht:

- Reinigung 1: CO₂-Strahlen
- Reinigung 2: Plasmapolieren

Die Werkzeuggeometrie und Hartmetallzusammensetzung entsprach dem Referenzwerkzeug. Die Beschichtung wurde von der Firma A+S bereitgestellt. Hierfür kam eine keramische PVD-Schicht aus AlTiSiN mit einer Schichtdicke $s_D = 1,9 \ \mu m$ zum Einsatz.

Maschine

Die Zerspanversuche fanden auf einem 5-Achs Universal-Bearbeitungszentrum der Firma Grob, Mindelheim, vom Typ G350, statt (Bild 3-56). Die Maschine verfügt über eine Antriebsleistung von $P_{an} = 53$ kW, ein maximales Drehmoment von $M_{max} = 63$ Nm und eine maximale Hauptspindeldrehzahl von $n_{max} = 30.000$ min⁻¹. Zu den besonderen Maschinenmerkmalen zählen die kompakte Bauweise, der große Schwenkbereich sowie die horizontale Spindellage. Die horizontale Spindellage ermöglicht den größtmöglichen Z-Verfahrweg und einen optimalen Spänefall.



Bild 3-56: 5-Achs-Universal-Bearbeitungszentrum G350 (Grob 2019)

Für die Fräsversuche wurden die Referenzwerkzeuge und Werkzeuge mit den unterschiedlichen Reinigungsmethoden 1 und 2 miteinander verglichen. Die Fräsversuche wurden in Intervallen von 15 min unterbrochen, um den Verschleißfortschritt der Werkzeuge analysieren zu können. Es wurden der Freiflächenverschleiß VB_{max} und sonstige Verschleißmerkmale bis zum Erreichen des Standzeitkriteriums $T_{VB} = 45$ min gemessen und dokumentiert. Bild 3-57 zeigt die Ergebnisse der Fräsversuche mit dem Referenzwerkzeug. Nach 15 min Einsatzdauer wurde ein Freiflächenverschleiß mit VB_{max} = 80 µm dokumentiert. Es traten keine Schichtabplatzungen oder thermisch bedingten Schädigungen am Werkzeug auf. An den Umfangsschneiden sind keine sonstigen Auffälligkeiten beobachtet worden.



Bild 3-57: Referenzwerkzeug nach 15 min

Nach 30 min stieg der Verschleiß an der Stirnschneide leicht an. Es wurden keine Schichtablösungen festgestellt. An der Ecke der Umfangsschneiden konnte dagegen lokal an einigen Schneiden ein erhöhter Kolkverschleiß mit VB_{max}>150µm dokumentiert werden. Nach 45 min Bearbeitungsdauer stieg der Verschleiß an der Stirnschneide stetig und kontrolliertet auf VB_{max} = 100 µm an (Bild 3-58). Der Radius der Werkzeuge zeigt infolge eines ausgeprägten Kolkverschleißes dagegen massive Verschleißerscheinungen auf. Hiervon waren alle Schneiden der Werkzeuge betroffen.



Bild 3-58: Referenzwerkzeug nach 45 min

Im Folgenden wird auf die Zerspanversuche mit den Werkzeugen, welche mit CO_2 -Schneestrahlen gereinigt wurden, eingegangen. Nach einer Einsatzdauer von 15 min ist bereits ein Freiflächenverschleiß von $VB_{max} = 100 \,\mu m$ aufgetreten (Bild 3-59). Auffällig sind hier die Schichtabplatzungen, die sich über die gesamte Schneidenlänge ausprägen. Die Umfangsschneiden zeigen neben den Abplatzungen auch abrasive Verschleißerscheinungen.



Bild 3-59: Wz6 nach 15 min

Nach 30 min Einsatzdauer (Bild 3-60) stieg der Verschleiß stark an. Auf den Stirnschneiden konnte ein $VB_{max} = 170 \ \mu m$ gemessen werden. Hier konnten wieder Schichtabplatzungen beobachtet werden. An den Umfangsschneiden sind massive Ausbrüche aufgetreten, die zum Teil bis zur ersten Fasenbreite der Freifläche reichen. Darüber hinaus sind Abplatzungen der Schicht ersichtlich. Nach weiteren 3 min Bearbeitung, kam es infolge des bereits fortgeschrittenen Verschleißes letztlich zum Werkzeugbruch.



Bild 3-60: Wz6 nach 30 min

Das plasmapolierte Werkzeug (Wz19) zeigte nach 15 min ein Freiflächenverschleiß mit $VB_{max} = 200 \ \mu m$ und lag somit von allen getesteten Werkzeugen am höchsten (Bild 3-61). Es traten Schichtabplatzungen mit einer Länge von 230 μm auf. Die Abplatzungen sind hier deutlicher als bei Wz 6 ausgeprägt. An den Umfangsschneiden kam es zu Kaltverschweißungen, die sich infolge der nicht vorhandenen Beschichtung ausbilden konnten. Aufgrund des bereits nach 15 minvorliegenden Verschleißzustandes, wurden die weiteren Versuche abgebrochen.



Bild 3-61: Wz19 nach 15 min

Aus den Zerspanversuchen konnten folgende Kenntnisse abgeleitet werden:

- Das Referenzwerkzeug zeigte in den Industrietests bei den Schruppbedingungen die beste Eignung. Hier konnten eine intakte Beschichtung und ein stetig wachsender Verschleißfortschritt beobachtet werden
- Allerdings wurde als Industriereferenz eine TiAIN/TiSiN-HiPIMS-Beschichtung eingesetzt, die explizit für die Hartbearbeitung entwickelt wurde
- Die Werkzeuge mit der A+S Beschichtung zeigten infolge der hohen mechanischen und thermischen Wechselbelastungen Schichtabplatzungen und damit verbunden abrasive Verschleißerscheinungen
- Die Schichtabplatzungen waren bei dem Werkzeug mit der plasmapolierten Reinigung am stärksten ausgeprägt

4 Fazit

Zusammenfassung der Vorhabensergebnisse

Im Rahmen des Vorhabens ÖkoClean wurde zunächst eine Referenzverunreinigung definiert, die eine Abbildung von Verunreinigungen des Herstellungsprozesses über verschiedene Werkzeuge und Werkzeugchargen gleichermaßen ermöglicht. Zunächst wurden die Reinigungsergebnisse unter Einsatz der Reinigung mit neuartigen ökologischen wässrigen Medien, Strahlen mit CO₂-Schnee und plasmaelektrolytisches Polieren einzeln untersucht und evaluiert.

Danach erfolgte die Kombination der Verfahren, die nach der Beurteilung der Reinigungsergebnisse in den Einzelverfahren jeweils kombiniert verknüpft wurden. Im Rahmen der Evaluation durch die Zerspanuntersuchungen und Haftungscharakterisierung konnte gezeigt werden, dass in Abhängigkeit der verwendeten Beschichtung sowohl die wässrige Reinigung, das CO₂-Strahlen und das Plasmapolieren als auch Kombinationen daraus zu guten Ergebnissen führen. Zudem konnte der Einfluss der Plasmafeinreinigungsparameter auf die Schichthaftung sowie Werkzeugstandzeit festgestellt werden. Die einzelnen Verfahren weisen jedoch Stärken in den Bereichen der Vorreinigung stärkerer Verschmutzungen, stark lokalisierter oder großflächiger Reinigung sowie der Endreinigung (Feinreinigung) auf.

- Die wässrige Reinigung mit den neuartigen ökologischen Reinigern kann durch ihr zweistufiges Konzept breitbandig eingesetzt werden und ist sowohl bei der Vorreinigung als auch großflächigen Reinigung einsetzbar.
- Das plasmaelektrolytische Polieren kann nach den erarbeiteten Ergebnissen sowohl in Bezug auf die Vorreinigung als auch auf eine lokalisierte Reinigung eingesetzt werden und bringt einen Geschwindigkeitsvorteil und weitere technologische Vorteile bezüglich einer geometrischen Einstellung der Werkzeuggeometrie (Kantenradius) mit.
- Das CO₂-Schneestrahlen hat Stärken bezüglich der lokalisierten Reinigung, beispielsweise von Spannuten, benötigt zur flächenhaften Anwendung jedoch eine entsprechende automatisierte Handhabung.
- Das Potential der Plasmafeinreinigung mit neuartiger Generatortechnologie, die hochenergetische Pulse verwendet, konnte im Projekt nicht zielführend erarbeitet werden. Dies ist ein wesentlicher Punkt bei fortgesetzten Aktivitäten.

Im Ergebnis wurde eine gute Reinigungsleistung der Verfahren in Kombination erbracht. Verglichen mit den konventionellen Verfahren, die als Referenz im Eingang des Projektes dargestellt wurden, lassen sich haftfeste Beschichtungen nachweisen.

Zukünftige Arbeiten

Der Einfluss der Verfahren auf den Randbereich der Werzeugsubstrate muss in weiterführenden Untersuchungen stärker in den Fokus gerückt werden. Im Rahmen dieses Vorhabens konnten lediglich einigen Stichproben untersucht werden, bei denen ein wesentliche Änderung der Substratzusammensetzung in der Randzone beobachtet werden konnte.

Weiterhin ist der Einsatz der weiterentwickelten Generatortechnologie neu zu bewerten, indem die entwickelten neuen Pulser in der Prozesskette im Bereich der Vakuumverfahren genauer untersucht werden.

5 Literaturverzeichnis

AIR18	Air Liquide: 2017 Sustainable Development Report. Paris. 2018.		
DINENISO20502	DIN EN ISO 20502, (11.2016) Hochleistungskeramik - Bestimmung der Haftung von keramischen Schichten mit dem Ritztest. Berlin: Beuth.		
DUR16	Duradji, V.N.; Kaputkin, D.E.: Metal Surface Treatment in Electrolyte Plasma during Anodic Process. Journal of The Electrochemical Society (2016), 163 S. E43-E48.		
HAN20	Deutsche Messe: Hannover Messe. Hannover. 2020. URL: www.hanno- vermesse.de (Zugriff: 2020-03-06).		
LIN20	Linde Aktiengesellschaft: CO ₂ reduzieren und wiederverwerten. Pullach. 2020. URL: https://www.the-linde-group.com/de/clean_techno- logy/clean_technologyportfolio/carbon_capture_storage/index.html (Zu- griff: 2020-03-06).		
ISO16232	ISO 16232, Part 3, (12.2018) Road vehicles – Cleanliness of components of fluid circuits – Part 3: Method of extraction of contaminants by pressure rinsing. Berlin: Beuth.		
MÄN98	Mändl, S.; Günzel, R.; Rauschenbach, B.; Hilke, R.; Knösel, R.; Künanz, K.: Characterization of drills implanted with nitrogen plasma immersion ion implantation. Surface and Coatings Technology (103-104) (1998), S. 161-167		
MEL02	Meletis, E.I.; Nie, X.; Wang, F.L.; Jiang, J.C.: Electrolytic plasma processing for cleaning and metal-coating of steel surfaces. Surface and Coatings Technology (2002), 150 S. 246-256.		
OBE20	ZVO-Oberflächentage: Kongress für Galvano- und Oberflächentechnik. Hilden. 2020. URL: https://oberflaechentage.zvo.org/ (Zugriff: 2020-03-06).		
PAR20	Deutsche Messe: Parts2Clean. Hannover. 2020. URL: www.parts2clean.de (Zugriff: 2020-03-06).		
SUR20	Deutsche Messe: SurfaceTechnology GERMANY. Hannover. 2020.URL: www.surface-technology-germany.de (Zugriff: 2020-03-06).		
VDA19	Regelwerk: "VDA Band 19 Prüfung der Technischen Sauberkeit - Parti- kelverunreinigung funktionsrelevanter Automobilteile / 1. Auflage 2004.		
VLA06	Vlachos, N.; Skopelitis, Y.; Psaroudaki, M.; Konstantinidou, V.; Chatzi- lazarou, A.; Tegou, E.: Applications of Fourier transform-infrared spec- troscopy to edible oils. Analytica Chimica Acta (573-574) (2006), S. 459-465.		
VDM19	Verband Deutscher Maschinen- und Anlagenbau (VDMA): Statements anlässlich der Jahrespressekonferenz des Fachverbands Präzisions- werkzeuge im VDMA am 16. Januar 2019 in Frankfurt/Main. Frankfurt. 2019.		
YER10	Yerokhin, A.; Pilkington, A.; Matthews, A.: Pulse current plasma assisted electrolytic cleaning of AISI 4340 steel. Journal of Materials Processing Technology (2010), 210 S. 54-63.		