

## Teilprojekt A12

### Titel

Experimentelle Analyse thermomechanischer Eigenschaften  
thermisch gespritzter Beschichtungen

### Projektleitung/-bearbeitung

Projektleitung: Prof. Dr.-Ing. K. Bobzin

Projektbearbeitung: M.Sc. A. Schacht

Institut für Oberflächentechnik (IOT)

### Aufgabenstellung

- Entwicklung eines thermisch gespritzten Schichtsystems zur Werkzeugtemperierung im Spritz- und Kokillenguss mit dem Wirkprinzip einer elektrischen Widerstandsheizung
- Isolation der elektrisch leitenden Schicht zum Werkzeug und dem zu fertigenden Bauteil
- Untersuchung von thermischer, elektrischer, mechanischer und chemischer Beständigkeit des Schichtsystems

### Vorgehensweise

Das vollständige Schichtsystem besteht aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$  als Isolationsschicht auf beiden Seiten einer Heizschicht. Für die Heizschicht wurde zunächst der Werkstoff  $\text{TiO}_x/\text{Cr}_2\text{O}_3$  verwendet. Zu Beginn wurden Parameter entwickelt, um das Schichtsystem mittels atmosphärischem Plasmaspritzen auf Werkzeugstahl zu applizieren. Die elektrische Isolationswirkung der  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Schicht wurde als unkritisch betrachtet. An ausgewählten Proben wurde die Durchschlagfestigkeit ermittelt, um diese Annahme zu validieren. Anschließend wurden Heizversuche durchgeführt, um das Heizverhalten sowie die thermische Langzeitbeständigkeit zu untersuchen. Dabei wurde zur besseren Charakterisierung der Heizschicht auf die Deckisolationsschicht verzichtet. Für eine automatische Durchführung der Langzeitversuche wurde ein modularer Thermozyklusprüfstand eingerichtet. Dieser besteht, wie in Abbildung 1 schematisch dargestellt ist, aus einer LabVIEW-Steuerung mit Schnittstellen zu einem IR-Sensor, einer Spannungsquelle und einem Oszilloskop sowie einem Wärmetauscher zur Kühlung der Probe. Die Steuerung der

Temperatur erfolgt spannungsgeregelt. Eine leistungsgeregelte Ansteuerung ist derzeit nicht möglich.

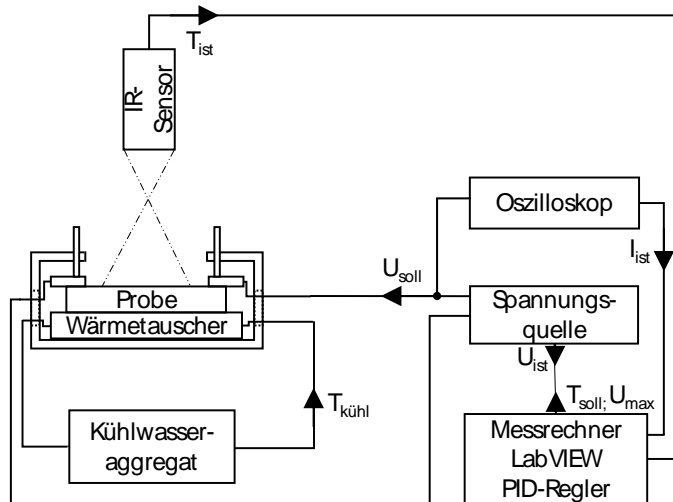


Abbildung 1: Schematische Darstellung des Thermozyklusprüfstands

## Ergebnisse

Ein Schichtsystem aus Isolationsschichten und Heizschicht wurde erfolgreich appliziert. Die exemplarisch ermittelte Durchschlagfestigkeit von ca. 1.000 V bei 50 Hz Wechselspannung und einer Isolationsschichtdicke von 100  $\mu\text{m}$  ist ausreichend. Durch Reduktion des  $\text{TiO}_2$  zu  $\text{TiO}_x$  während des Beschichtungsprozesses entsteht ein elektrischer Halbleiter, der als elektrisches Widerstandsheizelement eingesetzt wird. In ersten Heizversuchen wurde mittels Thermographie ein homogenes, flächiges Aufheizen der Heizschicht nachgewiesen. Die Thermozyklusprüfung ergab, dass die verwendete Heizschicht 10.000 Thermozyklen mit einem Temperatur-Zeit-Verlauf, wie in Abbildung 2 dargestellt, ohne Schichtversagen übersteht. Die Funktionsfähigkeit der Heizschicht ist nach 10.000 Zyklen weiterhin gegeben. Das angestrebte Ziel einer Heizrate von  $\dot{T} > 25 \text{ K/s}$  konnte bereits erreicht werden. Jedoch sinkt die Heizrate innerhalb der ersten 2.000 Zyklen auf 20 K/s und bleibt anschließend konstant. Diese Veränderung geht mit einem Anstieg des elektrischen Widerstands der Heizschicht einher, welcher vermutlich durch die Rückoxidation des  $\text{TiO}_x$  hervorgerufen wird. Mit einer leistungsgesteuerten Regelung kann die in der Heizphase angelegte Spannung entsprechend des Widerstandsanstiegs angepasst werden, sodass die Heizrate konstant gehalten werden kann.

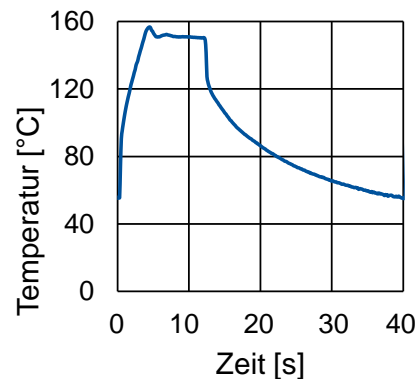


Abbildung 2: Exemplarischer Temperatur-Zeit-Verlauf eines Thermozyklus' mit einer Haltetemperatur von 150 °C

Um zu überprüfen, ob die beobachtete Veränderung ein Messartefakt ist, werden Thermozyklusversuche mit dem vollständigen Schichtsystem durchgeführt. Durch die Kombination der  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Deckschicht mit einem Versiegler wird der Kontakt zwischen  $\text{TiO}_x$  und Sauerstoff aus der Umgebung erschwert, wodurch die Rückoxidation des  $\text{TiO}_x$  kontrolliert werden soll. Die bei den Thermozyklen erreichte, mittlere Heizleistung im Bereich von 60 bis 150 °C beträgt  $P_{\text{heiz}} = 21,5 \text{ W/cm}^2$  und die Kühlleistung im Arbeitspunkt von  $T = 150 \text{ °C}$  beträgt  $P_{\text{kühl}} = 19 \text{ W/cm}^2$ .

### Zusammenfassung und Ausblick

Ein funktionsfähiges Heizschichtsystem wurde erfolgreich auf Werkzeugstahl appliziert. Mit diesem Schichtsystem ist ein homogenes Aufheizen möglich. Weiterhin wurde bewiesen, dass die geplante Heizrate von  $\dot{T} > 25 \text{ K/s}$  umsetzbar ist und die Heizschicht 10.000 Heizzyklen übersteht.

Im weiteren Verlauf sind Untersuchungen des mit 10.000 Zyklen belasteten Schichtsystems geplant, um den Einfluss des Lastkollektivs auf die Mikrostruktur und chemische Zusammensetzung zu bestimmen. Vergleichbare Versuche mit dem vollständigen Schichtsystem sollen ebenfalls durchgeführt werden.



**Veröffentlichungen**

K. Bobzin, M. Öte, M.A. Knoch, I. Alkhasli: Temperature Distribution on Thermally Sprayed Heating Conductor Coatings. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2019, **480**, 12002. doi: 10.1088/1757-899X/480/1/012002