



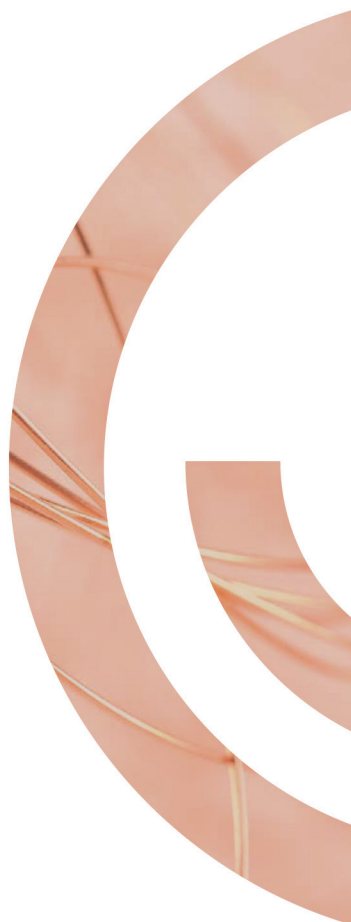
Deutsches
Kupferinstitut

Kupfer- Symposium 2021

Werkstofftagung vom
24.-25. November 2021

In Kooperation mit: Friedrich-Schiller-Universität Jena /
Otto-Schott-Institut für Materialforschung

Tagungsbeiträge



17. KUPFERSYMPOSIUM 2021

Möglichkeiten zur Prozessüberwachung beim Ultraschallschweißen von Aluminiumlitzen /Kupferterminal-Verbindungen (Gester, A.; Roder, K.; Pöthig, P.; Wagner, G.; Bergmann, J. P.)	4
Beitrag zur qualitativen Beschreibung von Kupferpulvern für den 3D-Druck mittels pulverbasierten selektiven Laserschmelzen (Schwedler, O.; Busch, H.; Klengel, S.; Krombholz, A.)	8
Optimierte Messung des Relaxationsverhaltens von Kupfer und Kupferlegierungen mittels Cantilever-Versuchen und Machine Learning gestützter Parameteridentifikation als Basis für die Simulation des Relaxationsverhalten von Kupferbauteilen (Butz, A.; Norouzi, E.; Morand, L.; Weber, M.; Helm, D.; Schlay, B.; Bauer, F.; Pfeffer, K.; Klotz, U.E.; Eisenbart, M.)	12
Niedriglegierte festigkeitsoptimierte Kupferbasislegierungen mit hohen Leitfähigkeitseigenschaften: Untersuchung des Potentials binärer CuSc-Legierungen (Dölling, J.; Zilly, A.)	16
Moderne hochfeste Kupferbasislegierungen für automotive Anwendungen (Frehn, A.; Mack, S.; Greschner, U.)	20
Entwicklung und Charakterisierung von ausscheidungshärtenden Legierungen im System Cu-Ni-Al (Eisenbart, M.; Friedmann, V.; Preussner, J.; Bauer, F., Warres, C., Lutz, T.; Klotz, U.E.)	24
Gefügeentwicklung von Bleibronze in Abhängigkeit von den Abkühlbedingungen beim Sandguss (Schulz, I.; Weichert, S.; Reuß, J.; Katrakova-Krüger, D.)	28
Additive Fertigung metallischer Microteile (Heitzmann, K.)	33
Lasergestützte Additive Fertigung reiner Kupferbauteile unter Einsatz von Laserstrahlung im NIR-Spektralbereich (Kohl, H.; Schade, L.; Matthäus, G.; Ullsperger, T.; Yürekli, B.; Seyfarth, B.; Nolte, S.)	34

Adhesive metallization on carbon-fiber-reinforced polymer (CFRP) by cold plasma spraying (Xu, J.; Henning, A.; Pfuch, A.; Schmidt, J.; Kretzschmar, B.S.M.; Grünler, B.; Lampke, T.).....	37
Werkstoffspezifische Entwicklung der Werkzeuggeometrie für das Tauchfräsen von bleifreien Cu-Zn-Werkstoffen (Baier, S.; Schraknepper, D.; Bergs, T.).....	40
Laseradditive Fertigung von Kupfer und Kupferlegierungen mit grüner Wellenlänge (Vogt, S.; Göbel, M.; Hermann, F.; Thielmann, M.).....	43
Einfluss der Temperatur auf das Verhalten des Leiterwerkstoffes und der Vorspannkraft bei Schraubenverbindungen mit beschichteten Leitern aus Kupfer und kleinem Querschnitt (Djuimeni Podeu, F. S.; Beilner, M.; Schlegel, S.).....	46
Elektrisches Kontaktverhalten geclinchter Leiter aus Kupfer bei Fehlerströmen (Reschke, G.; Kiefer, J.; Schlegel, S.; Hildmann, C.; Demmer, F.; Kalich, J.; Füssel, U.)	49
Bleifreie Werkstoffe auf Basis der Legierungssysteme Cu-Sn und Cu-Sn-Zn zur Substitution von Rotguss und Zinn-Bronzen (Tammen, N.; Karabulut, F.; Bolz, S.; Weiß, S.)	52
Korrosionsschutz und Funktionalisierung von Oberflächen aus Kupferwerkstoffen mit komplexer Geometrie (Fritzsche, R.; Werner, R.)	55

Möglichkeiten zur Prozessüberwachung beim Ultraschallschweißen von Aluminiumlitzen /Kupferterminal-Verbindungen

Gester, A. (1); Roder, K. (3); Pöthig, P. (2); Wagner, G. (1); Bergmann, J. P. (2)

Das anhaltende Bestreben zur Nutzung erneuerbarer Energien führt zu einem stetig steigenden Bedarf an elektrischen Antrieben. So werden beispielsweise in der Automobilbranche, in der traditionell fossile Brennstoffe verwendet werden, zunehmend Konzepte zur Umstellung der Motoren auf hybride oder rein elektrische Antriebe entwickelt und bereits umgesetzt. Hierbei spielt die Versorgung der Elektromotoren mit Energie eine ebenso wichtige Rolle wie die Antriebe selbst. Damit verbunden sind hohe Anforderungen an zuverlässige Verbindungen von Leitungen und Steckern. Hinzu kommt, dass die Fahrzeuge immer mehr elektronische Funktionen (z. B. Fahrerassistenzsysteme) enthalten, wodurch sich die Gesamtlänge der in den Fahrzeugen verwendeten Leitungen drastisch erhöht. Um zusätzlich dem parallelen Trend des werkstofflichen Leichtbaus gerecht zu werden, erfolgt aufgrund der Gewichts- und Kostenersparnis zunehmend die Substitution von Kupferleitungen durch Aluminium im Bereich stromführender Komponenten. Dementsprechend hat sich besonders das Fügen von Aluminium und Kupfer zu einem weit verbreitenden Forschungsschwerpunkt entwickelt.

Das stoffschlüssige Fügen von Aluminiumlitzen-Kupferterminal-Mischverbindungen ist jedoch mit verschiedenen Herausforderungen verbunden, die zu verringerten Verbindungseigenschaften (z. B. erhöhter elektrischer Widerstand und reduzierte Verbindungsfestigkeit) führen können. Hierzu zählen bspw. die Bildung von spröden intermetallischen Phasen (IMP) sowie das Auftreten von Passivierungsschichten auf den Oberflächen von Aluminium und Kupfer. Insbesondere bei konventionellen Fügeverfahren wird die Bildung der IMP durch die hohen Füge-temperaturen und das Bilden einer schmelzflüssigen Phase begünstigt. Vor diesem Hintergrund stellt das Ultraschall-

schweißen ein kostengünstiges Alternativverfahren dar. Hierbei sei insbesondere auf die kurzen Prozesszeiten sowie den vergleichsweise geringen Wärmeeintrag hingewiesen, wodurch ein Aufschmelzen der Fügepartner unterbunden und die Bildung von IMP signifikant reduziert werden kann. Zudem werden vorhandene Oxidschichten auf den Aluminiumlitzen mechanisch aufgebrochen. Aus diesem Grund ist das Ultraschallschweißen ein weit verbreitetes Verfahren zum Fügen von Litze-Terminal-Verbindungen in der kabelverarbeitenden Industrie und bei Zulieferern für die Automobilbranche. Neben dem Einsparen von Kosten und Gewicht, liegt hier ein weiterer Fokus auf dem Erzielen vorgegebener elektrischer und mechanischer Verbindungseigenschaften. Deshalb unterliegen die Litze-Terminal-Verbindungen hohen Qualitätsstandards und bedürfen einer kontinuierlichen Qualitäts- und Prozesskontrolle. In der industriellen Anwendung werden hierfür zumeist zerstörende Prüfverfahren – wie z. B. der Scherzugversuch zur Ermittlung vorgegebener Mindesttrennkraft – eingesetzt. Alternative zerstörungsfreie

Methoden und Möglichkeiten zur Prozessüberwachung sowie die damit verbundene Detektion von Unregelmäßigkeiten während des Schweißprozesses existieren hingegen kaum. Vor diesem Hintergrund befasst sich der vorliegende Beitrag mit der Überwachung des torsionalen Ultraschallschweißens auf Grundlage der im Prozess wirkenden Schwingungen und Füge-temperaturen.

Zielstellung und experimentelles Vorgehen

Ziel der Untersuchungen war es, durch zerstörungsfreie Methoden Unregelmäßigkeiten während des Schweißprozesses sowie verschiedene Verbindungszustände (Kompaktierung der Litze) detektieren und charakterisieren zu können. Beim Ultraschallschweißen können Unregelmäßigkeiten bspw. in Form von Kontaminationen durch herstellungsbedingte Ölrückstände in den Litzen entstehen. Dies kann zu einer verringerten Anbindung der Drähte an das Terminal und folglich zu verringerten mechanischen Eigenschaften führen. Zur Simulation einer Ölkontamination wurden die Terminals mithilfe einer Mikrodosierröhre mit einem Film aus Stanzöl im Bereich der Fügezone gezielt verunreinigt. Die verwendeten Prozessparameter entsprachen dem Best-Fit-Parametersatz. Für die nicht kontaminierten und die mit Öl kontaminierten Verbunde wurde als Kriterium für das Beenden des Schweißprozesses in der Anlagensteuerung das Erreichen einer definierten Ultraschallenergie von 3.200 J genutzt. Zur Charakterisierung der Kontaminationen während des Schweißprozesses wurden Schwingungsmessungen mittels Laservibrometer durchgeführt. Hierzu wurde ein In-Plane-Vibrometer IPV-100 des Unternehmens Polytec verwendet. Aufgrund des Funktionsprinzips des verwendeten In-Plane-Vibrometers sind lediglich Schwingungen parallel zum Messkopf des Vibrometers erfassbar. Aus diesem Grund wurde der Mess-Spot auf die Seitenfläche des Terminals gerichtet, da die durch die Ultraschalloszillation entstehende Hauptschwingungsebene auf diese Weise parallel zum Messkopf verläuft. Die Schwingungsmessungen erfolgten mit einer Samplingrate von 250 kHz. Der Versuchsaufbau ist in Bild 1 dargestellt. Neben der Detektion von Unregelmäßigkeiten ist beim Ultraschallschweißen von Litze-Terminal-Verbindungen die vollflächige Anbindung der Litzen an

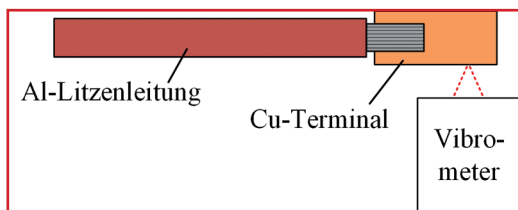


Bild 1: Messaufbau zur Ermittlung der Schwingungen am Terminal (Draufsicht)

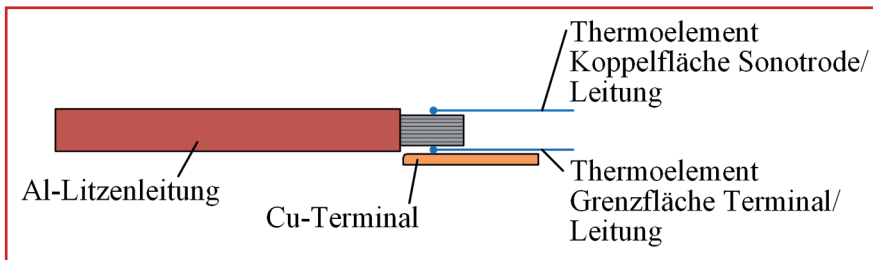


Bild 2: Messaufbau zur Temperaturbestimmung (Seitenansicht)

das Terminal als auch die Anbindung der Drähte untereinander (Kompaktierung) eine zentrale Voraussetzung für die erforderlichen mechanischen und elektrischen Eigenschaften. Entsprechend können ungünstig gewählte Prozessparameter zu variierenden Verbindungszuständen und verringerter Verbindungsqualität führen. Zur Generierung der verschiedenen Verbindungszustände wurden zunächst drei Kompaktierungszustände durch einen energiegeregelten Schweißprozess definiert. Hierzu erfolgte – ausgehend von einem vorab ermittelten Best-Fit-Parametersatz (Schweißenergie = 3.200 J) – die Erhöhung bzw. Verringerung der Schweißenergie um 1.000 J. Dadurch wurden Verbindungen mit geringer Kompaktierung („unterschweißte“) sowie starker Kompaktierung der Litze (auch als „überschweißte“ bezeichnet) hergestellt. Zur anschließenden Charakterisierung der Verbindungszustände wurde die energieabhängige Temperaturentwicklung während des Schweißprozesses mittels Thermoelementen ermittelt. Hierzu kam ein Messverstärker vom Typ HBK QuantumX MX809B mit einer Samplingrate von 200 Hz zum Einsatz. Es wurden dabei je Versuch zwei Thermoelemente vom Typ K an den Grenzflächen zwischen Terminal und Litze sowie zwischen Litze und Sonotrode platziert, wie Bild 2 darstellt.

Die Untersuchungen erfolgten auf einer torsionalen Metall-Ultraschallschweißmaschine MT8000 PowerWheel vom

Hersteller Telsonic GmbH. Sie weist eine Generatorleistung von 10 kW und eine maximale Pressenkraft von 8 kN auf und ist in Bild 3 dargestellt. Als Terminalwerkstoff wurde Cu-ETP (EN CW004A) verwendet, wobei die Terminals Maße von 50 x 22,5 x 3 mm (L x B x H) aufwiesen. Bei den Litzenleitungen handelte es sich um EN AW-1370 Aluminiumleitungen vom Typ FLALRY mit einem Leitungsquerschnitt von 50 mm² die durch das Unternehmen Gebauer & Griller bereitgestellt wurden.

Ergebnisse

Schwingungsanalyse

Zur Untersuchung der Aussagefähigkeit von Schwingungsdaten über eine vorliegende Terminalkontamination wurden Messungen mittels Laservibrometer durchgeführt. Hierbei wurden die Frequenz und die Amplitude als Funktion der Zeit ermittelt und mittels Kurzzeit-Fourier-Transformation in ein Spektrum umgewandelt. Bild 4 zeigt die resultierenden Diagramme für den Fall eines nicht kontaminierten und eines mit Öl kontaminierten Terminals.

In Bild 4a ist der zeitliche Ablauf des Schwingungsverhaltens des Terminals während des Schweißprozesses von nicht kontaminierten Proben dargestellt. Sowohl für den nicht kontaminierten Zustand in Bild 4a als auch den kontaminierten Zustand in Bild 4b ist zunächst ein breit-

bandiges Störsignal im Zeitbereich bis 0,1 s zu erkennen, das seinen Ursprung in der initialen Abwärtsbewegung der Sonotrode hat und zu einer Schwingung im Messaufbau führt. Ab 0,1 s ist für die nicht kontaminierte Schweißverbindung ein abrupter Anstieg der Schwingungsamplitude auf 4,5 µm im 20 kHz-Band ersichtlich, der dem Frequenzbereich der Sonotrode entspricht. Da das Terminal aufgrund der stattfindenden Anbindung zum Litzenkabel zunehmend zum Schwingen angeregt



Bild 3: Torsionale Ultraschallschweißanlage Telsonic MT8000 PowerWheel

wird, steigt die Schwingungsamplitude bis zum Ende des Schweißprozesses kontinuierlich bis auf 6,5 µm an.

Bild 4b zeigt den Frequenzverlauf am mit Ölkontaminierten Terminal. Bis zum Zeitpunkt $t = 0,2$ s ist im Schwingungsverlauf ein Anstieg der Amplitude auf ca. 3,5 µm erkennbar, wobei sich die Schwingung unmittelbar danach wieder auf 1,9 µm verringert. Es wird davon ausgegangen, dass eine Relativbewegung (Schlupf) zwischen Terminal und Litze aufgrund des Öls entsteht, das entsprechend als unerwünschtes Schmiermittel fungiert. Folge hiervon ist eine Verringerung des erforderlichen Energie- und Wärmeeintrages der jedoch für eine hinreichende Kompaktierung der Drähte und eine entsprechende Anbindung der Litze an das Terminal erforderlich ist. Entsprechend wird das Terminal mit geringer Intensität zum Schwingen angeregt und geringere Amplituden gemessen.

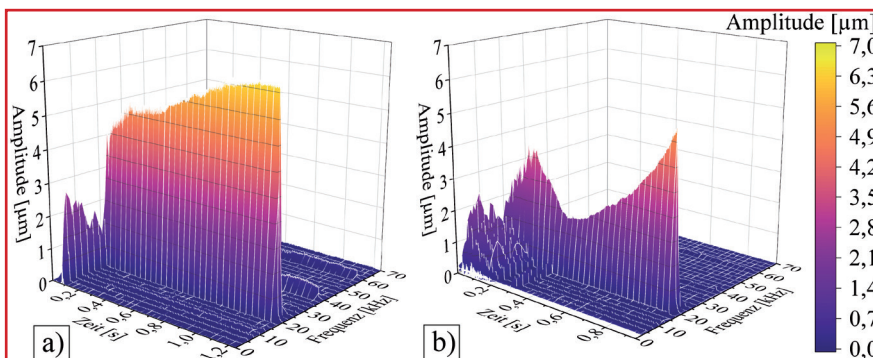


Bild 4: Kurzzeit-Fouriertransformationen der Schwingungen am Terminal für den a) nicht kontaminierten und b) mit Öl kontaminierten Zustand.

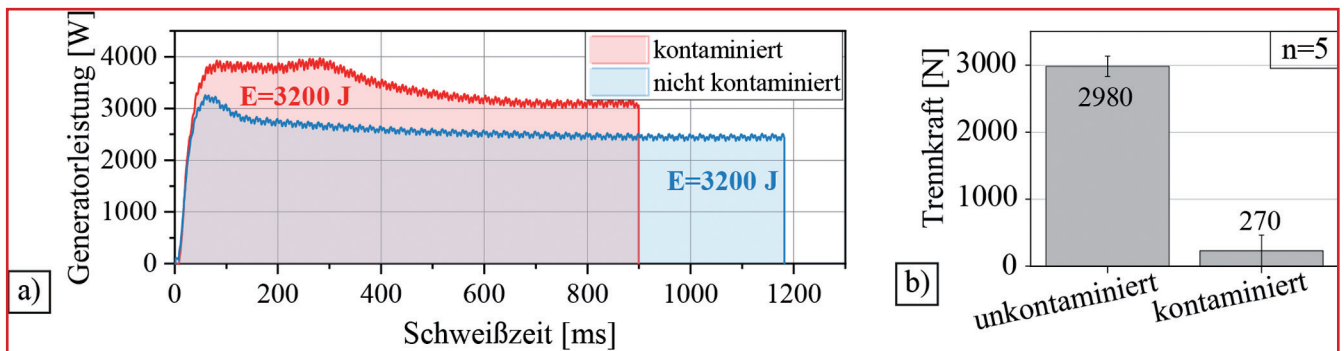


Bild 5: a) Ultraschallgeneratorleistungen sowie deren Integrale für eine unkontaminierten und eine mit Öl kontaminierte Schweißverbindung und b) erreichte Trennkräfte für beide Zustände

Ab ca. 0,4 s ist ein erneuter Anstieg der Amplitude bis zum Ende des Schweißprozesses zu beobachten. Entsprechend kann davon ausgegangen werden, dass Teile des Öls durch die Ultraschallschwingung aus der Fügezone entfernt wurden und eine zunehmende Anbindung der Litze an den Ableiter erfolgte.

Zusammenfassend ist festzuhalten, dass durch die Ölkontamination eine verringerte Schwingungsübertragung in das Terminal stattfindet. Diese Abweichungen gegenüber dem Vergleichsprozess können im aufgezeichneten Schwingungssignal am Terminal detektiert werden.

Neben der Analyse der Terminalschwingungen, wurden zusätzlich die anlagenseitig aufgezeichneten Leistungsverläufe ausgewertet. In Bild 5a sind die Generatorleistung (rote und blaue Kurve) sowie deren Kurvenintegrale $E = \int P(t) dt$ (Fläche unter roter und blauer Kurve) exemplarisch für einen unkontaminierten und einen kontaminierten Verbund dargestellt.

Aufgrund des Effektes des Ultraschalls, Oxidschichten in der Fügezone aufzubrechen und aus der Fügezone zu entfernen, wird häufig von einer Reinigungswirkung des Ultraschalls gesprochen. Aufgrund dieses Effektes wird angenommen, dass

ein Großteil des Öls aus der Fügezone entfernt wird, wodurch das „Rutschen“, also die Relativbewegung reduziert wird und in einem erneuten Anstieg der Terminalschwingungen resultiert. Aufgrund des Regels des Ultraschallgenerators gegen den Schlupf beim kontaminierten Verbund wird mehr Energie in kürzerer Zeit benötigt, wodurch die eingestellte Energie von 3.200 J als Abbruchkriterium im Schweißprozess nach 900 ms wesentlich früher erreicht wurde als beim regulär geschweißten Verbund (1.180 ms). Der Schweißvorgang unter kontaminierten Bedingungen wird somit deutlich eher abgebrochen als im nicht kontaminierten Fall. Durch das frühzeitige Beenden und den Verlust an Reibungswärme als Resultat des Schlupfes wurden bei den mit Öl kontaminierten Verbunden zumeist wesentlich geringere Trennkräfte (vgl. Bild 5) erzielt. Zusammenfassend konnte gezeigt werden, dass Kontaminationen in der Fügezone sowohl durch eine Überwachung der Terminalschwingungen als auch der Generatorleistung detektiert werden können.

Temperaturmessungen

Zur Untersuchung der Zusammenhänge zwischen Temperatur und Ultraschallenergie wurden Messungen mittels Thermoelementen vorgenommen. Diese sind in Bild 6 für die drei untersuchten Zustände unterschweiß, „Best-Fit“ und überschweiß dargestellt.

Es fällt zunächst auf, dass für alle drei Schweiß- bzw. Kompaktierungszustände an der Grenzfläche zwischen Leitung und Terminal sowie der Koppelfläche zwischen Leitung und Sonotrode unterschiedlich hohe Maximaltemperaturen in Abhängigkeit von der eingestellten Schweißenergie erzielt wurden. Grundsätzlich resultiert aus einer Erhöhung der Schweißenergie

auch eine höhere Temperatur im Schweißprozess. Demnach ist die Temperatur prinzipiell als Messgröße zur Prozessüberwachung geeignet. Für alle Schweißzustände ist zudem erkennbar, dass im Schweißprozess grundsätzlich zwei Spitzentemperaturen („Peaks“) erreicht werden. Da die für die Versuche genutzte Schweißanlage mit einem sog. „Vorschall“ zum Vorkompaktieren der Litzenleitung und einem „Hauptschall“ zum tatsächlichen Verschweißen arbeitet, resultieren die dargestellten Spitzenwerte aus diesen beiden Prozessstufen. Weiterhin zeigten sich für die mit dem Best-Fit-Parameter geschweißten Verbindungen Abweichungen im Temperaturverlauf an der Grenzfläche zwischen Leitung und Terminal. Gegenüber den gefügten Zuständen mit $\pm 1.000 J$ wurde eine Verringerung der Maximaltemperatur für die mit 3.200 J geschweißten Verbunde auf 200 °C beobachtet, während die beiden Maximaltemperaturen für den unter- bzw. überschweißten Zustand 224 °C bzw. 263 °C betragen. Ob es sich hierbei um einen bisher unbekanntem Effekt beim Fügen mit torsionalem Wirkprinzip oder Messungenauigkeiten beim Ermitteln der Temperatur handelt, konnte im Rahmen der Untersuchungen nicht abschließend geklärt werden.

Interessanterweise liegen für alle Versuche die Temperaturen an der Koppelfläche zwischen Leitung und Sonotrode höher als an der Grenzfläche zwischen Leitung und Terminal. Da die Sonotrode die Litzenleitung in ihrer Schwingungsbewegung mitführt und dadurch Reibungswärme an der Grenzfläche zwischen Terminal und Leitung entsteht, sollten die Temperaturen erwartungsgemäß an dieser Grenzfläche höher ausfallen. Die Aufklärung dieses Sachverhaltes erfordert weitere Untersuchungen. Es konnte jedoch gezeigt werden, dass eine klare Differenzierbarkeit der Schweißzustände anhand von Tempe-

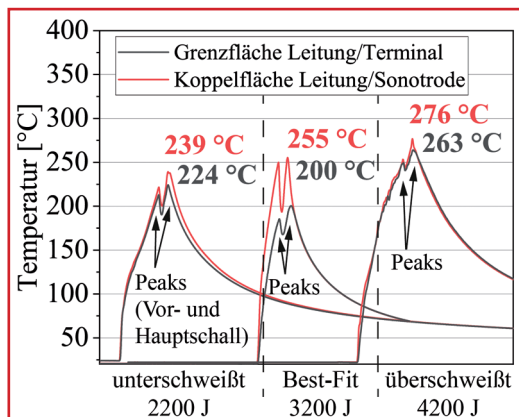


Bild 6: Temperaturmessungen für die verschiedenen Verbindungszustände

raturmessungen in der Fügezone möglich ist. Dabei bleibt festzuhalten, dass zur Durchführung einer Temperaturmessung auf die hier beschriebene Art und Weise bei jedem Schweißvorgang ein Thermoelement eingelegt werden muss, welches im Prozess dabei zerstört wird. Für eine industrielle Nutzung wäre die Anbringung von Thermoelementen im Amboss oder den Seitenschiebern daher sinnvoller, wobei hier untersucht werden muss, ob ähnliche Korrelationen zwischen den Temperaturverläufen mit der Ultraschallenergie bestehen.

Zusammenfassung

Im vorgestellten Beitrag wurden zerstörungsfreie Methoden zur Detektion von Unregelmäßigkeiten während des Schweißprozesses sowie zur Charakterisierung verschiedener Verbindungszustände evaluiert. Hierzu wurden zwei Szenarien betrachtet, bei denen Einschränkungen in der Prozessstabilität und verringerte Verbindungsqualitäten auftreten können. Zunächst wurde gezielt eine Kontamination des Fügebereiches mittels Stanzöl vorgenommen und somit der Einfluss variierender Reibeigenschaften betrachtet. Im zweiten Fall wurden verschiedene Kompaktierungszustände durch eine Variation der Schweißenergie eingestellt. Aus den durchgeführten Untersuchungen können zusammenfassend nachfolgende Ergebnisse festgehalten werden:

- Die Ermittlung von Schwingungen seitlich am Kupferterminal kann zur Detektion von kontaminierten Proben verwendet werden. Speziell die Betrachtung des Amplitudenverlaufes konnte hierbei als aussagekräftige Messgröße identifiziert werden. Infolge der variierenden Reibbedingungen im Fügebereich konnte eine Verringerung der Amplituden während des Fügeprozesses für die mit Öl kontaminierten Proben ermittelt werden.
- Weiterhin wurde durch die Analyse der Generatorleistung der Einfluss von Kontaminationen durch Öl auf den Leistungsverlauf aufgezeigt. Infolge der Relativbewegung zwischen Terminal und Litze (Schlupf) wurde im Vergleich zu den nicht kontaminierten Verbunden mehr Energie in kürzerer Zeit benötigt, wodurch der energiege-regelte Schweißprozess vorzeitig beendet wurde und zu einer verringerten Schweißnahtqualität führte.
- Zur Ermittlung der während des Schweißprozesses resultierenden Maximaltemperaturen mittels Thermoelementen, wurden drei verschiedene Verbindungszustände untersucht. Hierbei wurde gezeigt, dass die ermittelten Temperaturen dem jeweiligen Schweißzustand zugeordnet werden können.
- Es konnte zudem gezeigt werden, dass die Temperaturen an der Koppelfläche zwischen Litze und Sonotrode einheitlich höher waren als im Bereich

der Grenzfläche zwischen Litze und Terminal. Insbesondere die Temperaturentwicklung während des Schweißprozesses sowie der parallel dazu ablaufende Kompaktierungsprozess der Litze sind noch Gegenstand aktueller Untersuchungen und erfordern weitere Forschung in diesem Bereich.

Danksagung

Die vorgestellten Arbeiten erfolgten im Rahmen des IGF-Vorhabens 20376 BR „Erarbeitung von Bewertungsstrategien für ultraschallgeschweißte Aluminiumlitzen-Verbindungen“. Das IGF-Vorhaben 20376 BR der Forschungsvereinigung Schweißen und verwandte Verfahren e.V. des DVS, Aachener Straße 172, 40223 Düsseldorf wurde über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert. Die Autoren bedanken sich für die finanzielle Unterstützung.

- (1) *Technische Universität Chemnitz, Professur Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde*
- (2) *Technische Universität Ilmenau, Fakultät für Maschinenbau, Fachgebiet Fertigungstechnik*
- (3) *Technische Universität Chemnitz, Stiftungsprofessur Textile Kunststoff- und Hybridverbunde*

Beitrag zur qualitativen Beschreibung von Kupferpulvern für den 3D-Druck mittels pulverbasierten selektiven Laserschmelzen

Schwedler, O. (1); Busch, H. (1); Klengel, S. (2); Krombholz, A. (2)

Neben den konventionellen formgebenden und subtraktiven Bearbeitungsprozessen etablieren sich immer mehr additive Fertigungsverfahren als Produktionsprozesse. Ein in der 3D-Druckverarbeitung von Kupferwerkstoffen etabliertes Fertigungsverfahren ist das pulverbasierte selektive Laserschmelzen (SLM). Dieses Verfahren erfordert eine sehr aufwendige Herstellung des Ausgangsmaterials, welches in Pulverform vorliegen muss. Von besonderer Bedeutung sind dabei die qualitativen Merkmale, die neben morphologischen Eigenschaften auch die chemische Zusammensetzung des Pulvers beinhaltet. In dem Beitrag wird eine solche Charakterisierung für die Kupferpulver von zwei unterschiedlichen Herstellern vorgenommen. Im Anschluss werden die Eigenschaften von Teststrukturen, die mit der SLM-Technologie aus den beiden Pulvern gefertigt worden untersucht und mögliche Rückschlüsse auf die Pulverqualität gezogen.

Die additive Fertigung gewinnt immer mehr an Bedeutung. Der Vorteil ist die weitaus größere Designfreiheit bei der Konstruktion von Bauteilen, die gepaart mit den spezifischen Eigenschaften, wie der hohen elektrischen als auch thermischen Leitfähigkeit von Kupfer für den Einsatz in Elektro- und Elektronikanwendungen bspw. als Induktoren oder auch Kühlkörper prädestiniert sind. Eines dieser additiven Fertigungsverfahren, welches zunehmend für den metallischen Werkstoff Kupfer an Bedeutung gewinnt

ist das Sinter Laser Melting (SLM), welches auch als Laser Powder Bed Fusion (LPBF) bezeichnet wird. Dabei wird aus einzelnen Kupferpulverlagen die durch eine CAD-Software vorgegebene 3D-Struktur des Bauteils schichtweise generiert. Das Kupferpulver wird an der Berührungsstelle mit dem Laserstrahl aufgeschmolzen, erstarrt anschließend und bildet mit den darunterliegenden bereits erstarrten Bauteilschichten eine feste Struktur. Im Anschluss wird die Bauplatzform abgesenkt und mit einem Rakel eine neue Pulverschicht mit einer definierten Schichtdicke über das herabgesetzte Bauteil aufgebracht. Im nächsten Schritt erfolgt der lokale Aufschmelzprozess erneut. Diese Prozedur wiederholt sich so lange, bis das zu druckende Bauteil vollständig gefertigt wurde. [1, 2] Als Energiequelle für den Schmelzvorgang kommt beim SLM ein Laserstrahl zum Einsatz. Da Kupfer ein stärkeres Reflexionsvermögen gegenüber roten Laserstrahlen (Spektralbereich 1.030 bis 1.070 nm) hat und somit der Wärmeeintrag in das Bauteil nur geringfügig ist, wird häufig ein grüner Laser (Spektralbereich 515 bis 532 nm) eingesetzt. Bei Verwendung eines grünen

Lasers erhöht sich der Absorptionsgrad des Kupfers auf bis zu 60 %, wogegen er bei rotem Licht nur bei 5 bis 10 % liegt. [3, 4] Verfahrensbedingt muss das zu verdruckende Ausgangsmaterial in Pulverform vorliegen und entsprechend hergestellt werden. Etablierte Herstellungsverfahren beinhalten verschiedene Metallschmelztechnologien, die mit einem Inertgasverdünnungsprozess gekoppelt werden. Zur Pulverherstellung wird zunächst das Ausgangsmaterial durch Wärmezufuhr verflüssigt und im Anschluss überhitzt in einem Inertgasstrom (zumeist Argon) verdüst. Die sphärisch ausgeprägten erstarrten Pulverpartikel werden in einem Pulversammelbehälter aufgefangen. [5] Durch zwei unterschiedliche Zerstäubermodi (Freifall- bzw. Close-Coupled-Zerstäubung) lassen sich die Pulverwerkstoffe mit unterschiedlichen, aber definierten Partikeldurchmesserverteilungen herstellen. [6] An das Ausgangsmaterial für den 3D-Druck mittels SLM werden besondere Qualitätsansprüche gestellt, die nach [5] in folgende Merkmale eingeteilt werden können:

- Partikelgröße/-verteilung,
- die Morphologie der Pulverpartikel und
- ihre chemische Zusammensetzung.

Pulvercharakterisierung

Um mögliche Einflüsse der Pulverqualität auf ausgewählte physikalisch-technologische Eigenschaften eines Druckteils bewerten zu können, wurden Kupferpulver von zwei verschiedenen Herstellern analysiert und im Anschluss unter identischen Fertigungsbedingungen im SLM-Verfahren verdruckt. Beide Pulver (im weiteren Verlauf als Pulver A und Pulver B bezeichnet) wurden in schutzgasgefüllten Verpackungen zum Schutz vor Umwelteinflüssen angeliefert. Nach der Packungsentnahme wurde an beiden Pulvermaterialien REM-Untersuchungen durchgeführt und die Pulvermorphologie untersucht. Es zeigten sich sehr ähnliche Morphologien, die sich durch hohe Sphärizität der Partikel und durch wenige Satelliten und auch „Kartoffeln“ auszeichnete (Bild 1). Eine Reihe von Kennwerten zur Charakterisierung von Pulverwerkstoffen ist der Tabelle 1 zu entnehmen. Die Pulver sind sich in ihren Eigenschaften sehr ähnlich. Auffällig ist, dass die Partikel des Pulvers B im Vergleich kleiner und das Pulver somit etwas feiner ist. Die Fließrate, die stark

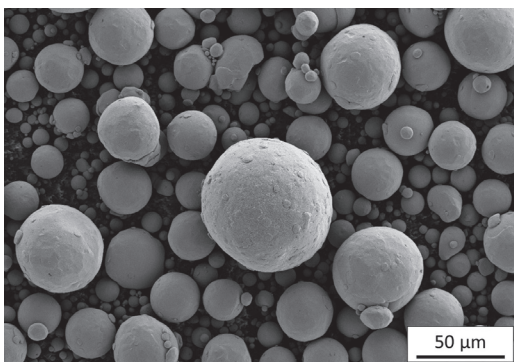


Bild 1: REM-Aufnahmen eines Kupferpulvers

Pulver	Partikelgröße	Fließrate	Schüttdichte
A	d10 = 29 µm d50 = 44 µm d90 = 65 µm	14,0 s/50g	4,50 g/cm³
B	d10 = 18 µm d50 = 25 µm d90 = 35 µm	16,6 s/50g	4,74 g/cm³

Tabelle 1: Geometrische und mechanische Charakterisierung der verwendeten Pulver

von der Rundheit der Partikel abhängt hat Relevanz für die Homogenität des gerakelten Pulverbetts im SLM-Prozess. Sie ist bei Pulvers B ist etwas höher. Die Schüttdichte

Für den Ergebnisvergleich der verdrukten Kupferpulver wurde eine relativ einfache Probekörpergeometrie gewählt. Während eines Druckjobs wurden neun Zylinder

Pulver	Ag	Bi	Pb	Sn	Zn	Fe	Ni	S	P	Mn	Co	Cd	Te	Al	Se	Mg	As	Cr	O ₂ *	Cu
A	10,6	0,5	2,2	0,9	1,5	3,4	4,3	2,8	0,2	0,2	0,3	0,3	0,1	0,3	0,6	0,3	0,9	0,3	285	99,98
B	12,0	0,6	1,8	0,1	2,7	2,2	5,8	4,1	0,3	0,2	0,4	0,3	0,5	0,3	0,9	0,3	0,8	0,3	170	99,98

Tabelle 2: Chemische Zusammensetzung der verdrukten Pulver in Gew.-ppm, Cu in Gew.-%

wiederum ist abhängig von der Pulvergrößenverteilung. Aufgrund der feineren Partikelverteilung des Pulvers B, ist auch die Schüttdichte höher.

Von beiden Pulvern wurden sog. Umschmelzproben hergestellt, die im Anschluss mit optischer Emissionsspektroskopie (OES) auf die chemischen Zusammensetzungen untersucht wurden. Beide Pulver haben eine sehr hohe Reinheit und bestehen zu 99,98% aus Kupfer. An zwei weiteren Umschmelzproben wurde der Wasserstoffversprödungsversuch nach DIN EN ISO 2626 durchgeführt. Bei der visuellen Begutachtung der unter Wasserstoffatmosphäre geglühten Proben bei 200-facher Vergrößerung, konnten bei keiner der Proben die typischen zerklüfteten Gefügekorn Grenzen detektiert werden, die typisch für das Reagieren des Sauerstoffs im Kupfer mit dem Wasserstoff sind. Darüber hinaus überstieg die Summe bestimmter Begleitelemente nicht den Massenanteil von 0,3 %, so dass beide Pulvermaterialien die Ansprüche an die Kupfergüte Cu-OFE (Oxygen Free Electronic) erfüllen. Die chemischen Zusammensetzungen der Pulver sind in Tabelle 2 wiedergegeben.

Fertigung von 3D-Druckkörpern mittels SLM

Das Verdrukken der beiden Kupferpulver erfolgte auf einer SLM-Anlage der Firma Trumpf (TruPrint 1000) mit einem grünen Laser der Wellenlänge 515 nm. Einige der verwendeten Druckparameter beinhaltet Tabelle 3.

aufrechtstehend additiv generiert. Als Durchmesser wurden 10 mm und als Höhe 80 mm (2.800 Pulverlagen) festgelegt. Für weiterführende Untersuchungen wurden die Zylinder mittels Drahterodieren in 13

gefüllten Pulvers möglich waren, wurden die Angaben des jeweiligen Pulverherstellers als Referenz genutzt. Die beschriebenen Sauerstoffgehalte sind in Tabelle 4 gegenübergestellt.

Zunächst wird deutlich, dass während des Druckprozesses eine Sauerstoffübertragung vom Pulver auf die Bauteile erfolgt. Da die in den Bauteilen gemessenen O₂-Konzentrationen höher sind als die von den Herstellern angegebenen Konzentrationen, muss ein zusätzliches Sauerstoffangebot vorliegen. Daraus lässt sich schließen, dass diese zusätzliche

Oxidation allem Anschein nach auf die Entnahme des Pulvers aus der sauerstoffierten Verpackung bis zum Druckbeginn zurückzuführen ist. Darüber hinaus ist die mit Argon gespülte Atmosphäre nicht

Laserleistung 100 W	Schutzgas Argon (5.0)
Scangeschwindigkeit 600 mm/s	O ₂ -Level im Bauraum <0,01 Vol.-%

Tabelle 3: Ausgewählte SLM-Druckparameter

Scheiben mit einer jeweiligen Dicke von 5 mm getrennt (Bild 2). Das unterste Probenstück (h = 12 mm) diente zur Einspannung in die Drahterodiermaschine und wurde bei den künftigen Messungen nicht berücksichtigt. Aus zwei weiteren Zylindern wurden mit einer CNC-Drehmaschine taillierte Rundzugproben erzeugt.

Vergleich der pulverabhängigen Bauteileigenschaften

Um den potentiellen Eintrag des (Oberflächen-)sauerstoffs der Pulver auf die gedruckten Probekörper quantifizieren zu können, wurden die scheibenförmigen Proben für Sauerstoffbestimmungen durch Heißgasextraktion genutzt. Hierzu wurden Ober- und Unterseite der Scheiben zur vollständigen Oberflächenreinheit überfräst und anschließend die Messbutzen (Probeneinwaage ca. 1 g) aus der Mitte der Scheibe herausgestantzt. Darüber hinaus wurden auch die Sauerstoffkonzentrationen des nicht verdrukten Kupferpulvers des Bauraums bestimmt. Da unmittelbar vor Verarbeitungsbeginn keine Sauerstoffmessungen des gerade ein-

völlig sauerstofffrei (O₂-Level im Bauraum <0,01 Vol.-%, Geräteangabe) und kann somit als Quelle zur Verfügung stehen. Hierfür spricht auch die Zunahme der quantifizierten Sauerstoffkonzentration im restlichen, nicht für den Druck verwendeten Pulver. Die durchgeführten Wasserstoffversprödungstests an ausgewählten Probestücken hatten zum Ergebnis, dass beide Probekörper aufgrund der Sauerstoffgehalte den Test nicht bestanden haben.

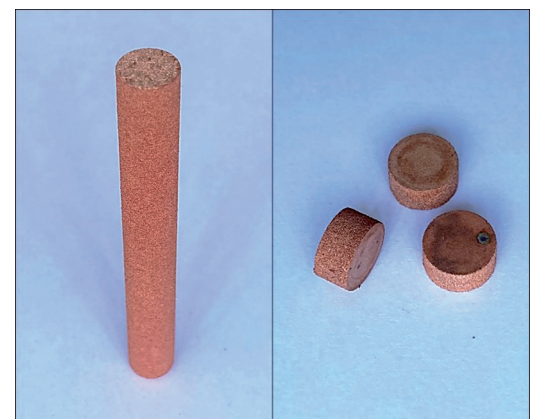


Bild 2: SLM-gedruckter Probekörper (links), erodierte Zylinderscheibe (rechts)

Pulver	Herstellerangabe	Probekörper	Restpulver im Bauraum
A	285	318,7 ± 12,5	372,0 ± 5,3
B	170	187,8 ± 5,1	253,0 ± 5,1

Tabelle 4: Sauerstoffgehalte von Pulvermaterialien und Probekörpern in Gew.-ppm

Bei Betrachtung von Bild 3 ist ein leichter Gradient des Sauerstoffgehalts, abnehmend vom unteren zum oberen Teil des 3D-gedruckten Körpers, zu erkennen. Unter der Annahme, dass in den verwen-

deten Kupferpulvern homogene Sauerstoffkonzentrationen vorliegen, liegt eine Erhöhung des Inertisierungsgrades im Bauraum mit einer Abnahme des Sauerstoffangebots mit zunehmender Druckzeit nahe.

Da die Dichte additiv gefertigter Bauteile ein wesentliches Qualitätsmerkmal ist, wurde sie für die Teilkörper nach dem archimedischen Prinzip ermittelt. Die stark zerklüfteten und von partiell aufgeschmolzenen Pulveranteilen hinterschnittene Mantelfläche der zylindrischen Scheiben (Bild 4) ließen keine vollständige Benetzung mit der Messflüssigkeit (destilliertes Wasser) zu, so dass nur geringe Dichten mit großen Streuungen bestimmt werden konnten.

Um den fehlerhaften Einfluss der Oberfläche zu eliminieren, wurden die Mantelflächen von zwei weiteren gedruckten Zylindern überdreht, erneut Probekörperchen herausgerodiert und die Dichteanalyse wiederholt. Erwartungsgemäß ergaben sich nach diesem Arbeitsschritt höhere mittlere Dichten ($\rho_{\text{Pulver A}} = 8,905 \pm 0,003 \text{ g/cm}^3$, $\rho_{\text{Pulver B}} = 8,908 \pm 0,003 \text{ g/cm}^3$), die darüber hinaus homogener im Bauteil verteilt waren. Die durchschnittliche Dichte des Körpers aus Pulver A ist etwas geringer und somit die Porosität etwas höher als die des aus Pulver B generierten Druckkörpers. (Bild 5).

In den Untersuchungen lässt sich der Zusammenhang zwischen einer höheren Sauerstoffkonzentration, übertragen vom Kupferpulver ins Druckteil und der daraus resultierenden geringeren Dichte bzw. erhöhten Porosität des SLM-gedruckten Bauteils bestätigen. Aufgrund der Normalverteilungen der Messwerte konnten die Korrelationen zwischen den Sauerstoffanteilen und den Dichten der einzelnen Probekörperchen bestimmt werden. Es liegen für beide Bauteile indirekte Korrelationen vor, die für den Probekörper aus Pulver B

-0,76 und für das Pendant aus Pulver A sogar -0,91 beträgt.

In vergleichbaren Untersuchungen von [7] wird ebenfalls darauf hingewiesen, dass geringere Sauerstoffkonzentrationen zu dichteren SLM-Bauteilen führt. Als Begründung hierfür wird die Veränderung der Oberflächenspannung des Schmelzbades durch Sauerstoff und davon abhängig ein porenbildendes Erstarrungsverhalten beschrieben. Die nach [8] mit zunehmenden Sauerstoffgehalt einhergehende Erhöhung mechanischer Werkstoffeigenschaften von Kupfer wie die Zugfestigkeit, konnte bei den gedruckten Bauteilen nicht nachgewiesen werden. Die üblichen Kennwerte des Zugversuchs sind für das sauerstoffreichere Druckteil im Vergleich geringer, was auf die höhere Porosität im Bauteil zurückzuführen ist. Bei den Kleinlasthärtebestimmungen hingegen, die über den Querschnitt der untersten Probekörperchen (je sieben Messungen) ermittelt wurden, konnte eine geringfügig höhere Härte der sauerstoffreicheren Probe aus Pulver A ermittelt werden (Tabelle 5). Eine Signifikanz der unterschiedlichen Härten konnten mit einem t-Test nachgewiesen werden.

Zusammenfassung

Es wurden Kupferpulver von zwei unterschiedlichen Herstellern charakterisiert und zu zylindrischen Probekörpern mittels SLM verdichtet. Im Anschluss wurden die Probekörper zerteilt und die Sauerstoffkonzentrationen, die Dichten und ausgewählte mechanisch-technologische Kennwerte bestimmt und verglichen.

- zwischen den Ausgangssauerstoffgehalten eingesetzter Kupferpulver und den daraus resultierenden Sauerstoffkonzentrationen in SLM-gedruckten Bauteilen besteht ein Zusammenhang,
- während des 3D-Drucks mittels SLM kann bei unzureichender O₂-Inertisierung Sauerstoff vom Bauteil und dem unverbrauchten Kupferpulver aufgenommen werden,
- geringere/höhere Sauerstoffangebote während des Drucks haben höhere/

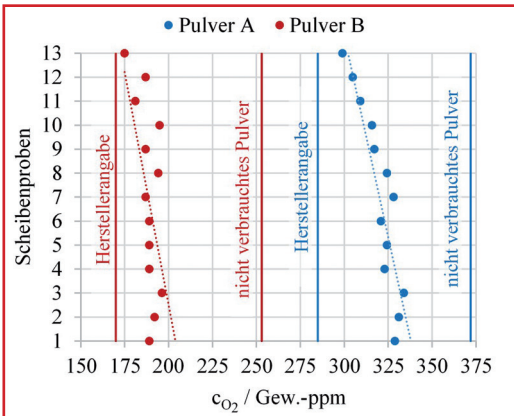


Bild 3: Sauerstoffgehalt des Pulvers und in den gedruckten SLM-Probekörperscheiben

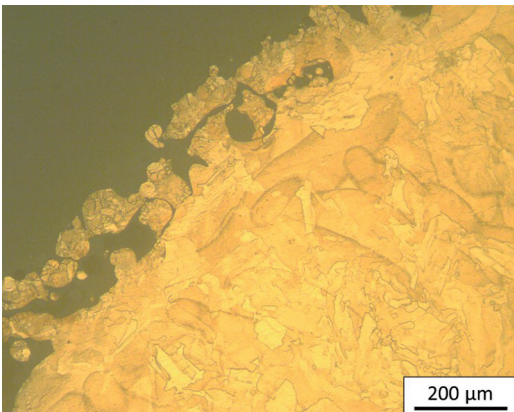


Bild 4: Metallografischer Schliff durch den Randbereich eines Druckteils

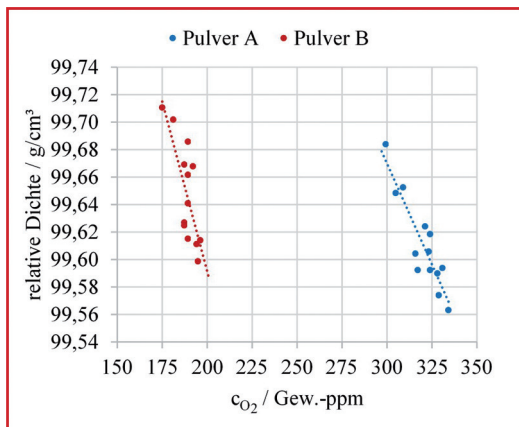


Bild 5: Vergleich der relativen Dichten (Referenzdichte Kupfer 8,94 g/cm³)

Probekörper generiert aus:	Wasserstoffversprödungstest	Härte HV 1 (je sieben Messungen)	Zugversuch (je eine Messung)		
			R _m / MPa	R _{p0,2} / MPa	A50 / %
Pulver A	nicht bestanden	64,1	215	139	42
Pulver B		63,9	220	144	57

Tabelle 5: Mechanisch-technologische Eigenschaften der Probekörper

geringere Bauteildichten bzw. weniger/mehr Porosität zur Folge,

- die durch den SLM-Druck erzeugte poröse und hinterschnittene Oberflächentopografie verfälscht die archimedisch ermittelte Dichte
- die Porigkeit von Bauteilen (Zugproben) führt zu einer Verringerung der im Zugversuch ermittelten Kennwerte,
- ein erhöhter Sauerstoffgehalt in Kupfer hat eine höhere Materialdichte und somit eine höhere Härte zur Folge.

Literatur

- [1] P. A. Lykov, E. V. Safonov, A. M. Akhmedjanov, „Selective Laser Melting of Copper“, Materials Science Forum, Bd. 843, S. 284–288, 2016.
- [2] Q. Jiang, P. Zhang, Z. Yu, „A Review on Additive Manufacturing of Pure Copper“, Coatings, Bd. 740, Nr. 11, S. 1–31, 2021.
- [3] D. Heußen, „Additive Fertigung von Bauteilen aus Rein-Kupfer mittels SLM und grüner Laserstrahlung“, Fraunhofer-Institut für Lasertechnik ILT, Aachen, Schlussbericht zum IGF-Vorhaben Nr. 19.549N, 2020.
- [4] U. Duerr, „Reproduzierbares Laserschweißen von Kupferwerkstoffen“, Metall, Nr. 10, S. 647–651, 2008.
- [5] C. Lehnert, „Herstellung von Metallpulvern durch Inertgasverdüsung mittels VIGA und EIGA Anlagen“, Prozesswärme, Nr. 07, S. 45–52, 2019.
- [6] U. Fritsching, V. Uhlenwinkel, „Hybrid Gas Atomization for Powder Production“, Intech Open, 2012.
- [7] K. Dietrich, V. Krumova, D. Bauer, „Einfluss von Restsauerstoff auf die Porosität von pulverbettbasierten Laserstrahlgeschmolzenen Bauteilen“, Prozesswärme, Nr. 7, S. 53–58, 2019.
- [8] K. Dies, „Kupfer und Kupferlegierungen in der Technik“, Berlin: Springer Verlag, 1967.

(1) KME Mansfeld GmbH, Lichtlöcherberg 40, 06333 Hettstedt

(2) Fraunhofer-Institut für Mikrostruktur von Werkstoffen und Systemen, Walter-Hülse-Straße 1, 06120 Halle

Optimierte Messung des Relaxationsverhaltens von Kupfer und Kupferlegierungen mittels Cantilever-Versuchen und Machine Learning gestützter Parameteridentifikation als Basis für die Simulation des Relaxationsverhaltens von Kupferbauteilen

Butz, A.; Norouzi, E.; Morand, L.; Weber, M.; Helm, D. (1)
Schlay, B.; Bauer, F.; Pfeffer, K.; Klotz, U.E.; Eisenbart, M. (2)

In dem Projekt IGF 21114N wird daran gearbeitet, ein wirtschaftliches Prüfverfahren und eine Methodik zur effizienten Bestimmung der Materialparameter für die Simulation des Relaxationsverhaltens von Kupferwerkstoffen zu realisieren. Die gemessenen Versuchsdaten werden über einen neu entwickelten Workflow in Modellparameter für ein elasto-viskoplastisches Materialmodell überführt, mit dem die Abbildung des zeitveränderlichen Materialverhaltens von Kupferwerkstoffen für die simulationsunterstützte Bauteilauslegung möglich wird. Zu diesem Zweck wurde ein optimierter Prüfstand für das Cantilever-Prüfverfahren entwickelt und aufgebaut. Die damit ermittelten Prüfergebnisse werden mittels Machine Learning (ML) Verfahren ausgewertet, um die Materialmodellparameter für die simulative Bauteilauslegung effizient zu bestimmen. In diesem Beitrag werden der optimierte Cantilever-Prüfstand und die Vorgehensweise für die Bestimmung der Modellparameter vorgestellt.

Wachsende Ansprüche an immer kleiner werdende Bauteile machen auch vor den Kupferwerkstoffen nicht halt, sodass die zuverlässige Bauteilauslegung hohe Anforderungen an die Kenntnis der Werkstoffeigenschaften im Produktionsprozess und Bauteileinsatz stellt. In den vorangegangenen öffentlich geförderten Projekten IGF 18597N [1] und IGF 17278N [2] zur Simulation des zeitlich veränderlichen Materialverhaltens von Kupfer wurde bereits gezeigt, dass Werkstoffeigenschaften aus dem uniaxialen Relaxationsversuch erfolgreich abgeleitet und als Basis für die Werkstoffmodellierung herangezogen werden können. Jedoch sind diese uniaxialen Versuche sehr

aufwändig. Dagegen erlauben alternative Prüfverfahren, wie der in der ASTM E328-13 [3] beschriebene Cantilever-Versuch, eine größere Anzahl an Proben parallel und sehr kostengünstig zu prüfen. Der Nachteil der Methode besteht allerdings darin, dass die Messdaten bislang nicht direkt für die Werkstoffmodellierung und die Werkstoffparameteranpassung genutzt werden können und damit nicht für CAE-Anwendungen zur Bauteilauslegung zugänglich sind.

Ausgangssituation

In den vorangegangenen Projekten wurde das Relaxationsverhalten der CuNiSi-Legierung C19010 im uniaxialen Zugversuch und im uniaxialen Relaxationsversuch charakterisiert [4, 5]. Auf Basis dieser Messdaten wurden mittels nichtlinearer Parameteroptimierung die Modellparameter für ein am Fraunhofer IWM entwickeltes Werkstoffmodell bestimmt, mit dem sich anschließend das Relaxationsverhalten von Bauteilen im Betrieb mit hoher Genauigkeit simulieren ließ. Dieses Vorgehen ist in Bild 1 in Pfad (A) dargestellt. Das Verfahren ist generisch und in gleicher Weise für weitere Werkstoffe mit vergleichbarem Materialverhalten anwendbar, sofern experimentelle Daten aus uniaxialen Versuchen vorliegen. Ein Nachteil dieser Messmethode besteht darin, dass die Versuchsstände für uniaxiale Zugversuche hohe Investitionen in die Messtechnik erfordern. Darüber hinaus sind die Versuche nur seriell durchführbar. Für die Messung des Langzeit-Relaxationsverhaltens sind Versuche mit Prüfzeiten von bis zu mehreren hundert Stunden

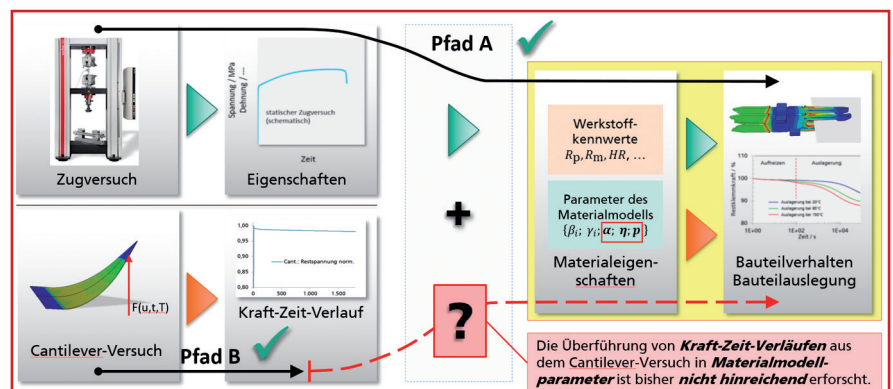


Bild 1: Vorgehensweise für die Identifikation von Modellparametern. Pfad A ist bereits realisiert, der Nachteil besteht in dem hohen Aufwand bei der Versuchsdurchführung und der Parameteridentifikation. Pfad B stellt eine effizientere Vorgehensweise dar, allerdings besteht Forschungsbedarf um die Messdaten aus dem Cantilever-Versuch für die Parameteridentifikation zugänglich zu machen

erforderlich, wodurch die Durchführung von ganzen Prüferien einen sehr langen Zeitraum in Anspruch nimmt und daher aus wirtschaftlicher Sicht nicht praktikabel ist. Dagegen sind in der ASTM E328-13 Versuche wie z.B. der Cantilever-Versuch beschrieben, der einfach aufgebaut, kostengünstig bzw. parallel durchführbar ist und dadurch nur niedrige Kosten in der Anschaffung und bei der Versuchsdurchführung verursacht. Die Messungen des Langzeitverhaltens von Kupferlegierungen mittels Cantilever-Versuch sind in der Praxis daher bereits schon länger etabliert [6, 7]. Die daraus ermittelten Messdaten sind allerdings nicht geeignet, um daraus Parameter für die Werkstoffmodellierung direkt zu bestimmen, was in Bild 2 in Pfad (B) dargestellt ist. In dem aktuellen Vorhaben wird daher eine Methodik entwickelt, mit der die Messdaten des Cantilever-Versuchs genutzt werden können, um daraus direkt die Parameter des Materialmodells zur Beschreibung der zeitabhängigen Eigenschaften von Kupferwerkstoffen zu bestimmen.

Um dieses Ziel zu erreichen, wird ein optimierter Cantilever-Versuch am fem entwickelt und aufgebaut, um die hierfür erforderlichen Messdaten zu ermitteln. Die Messdaten werden anschließend am Fraunhofer IWM mittels ML-Verfahren weiterverarbeitet, um auf diese Weise eine effiziente Anpassung der Modellparameter durchzuführen und für die Bauteilauslegung bereitzustellen.

Cantilever-Versuchstand

In Bild 2 ist der Versuchsaufbau entsprechend ASTM 328-13 für diskontinuierliche Messung der Spannungsrelaxation darge-

stellt. Alternative Versuchsaufbauten, die eine kontinuierliche Messung ermöglichen, sind laut Norm ebenfalls möglich und werden in der Praxis auch eingesetzt. Die trapezförmige Probe wird für den Versuch an der breiten Seite fest eingespannt. Die Probenspitze wird über einen Pendelstab ausgelenkt, wodurch eine Biegung der Probe entsteht. Die Auslenkung der Probe resultiert in einer Gegenkraft (Rückstellkraft) der Probe, die durch Spannungsrelaxation im Laufe der Zeit nachlässt. Dieser

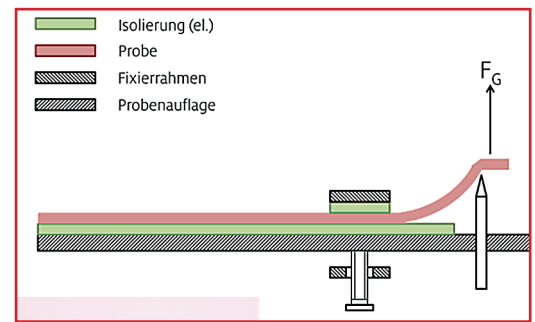


Bild 2: Aufbau des Versuchstands für den Cantilever-Versuch für diskontinuierliche Messungen

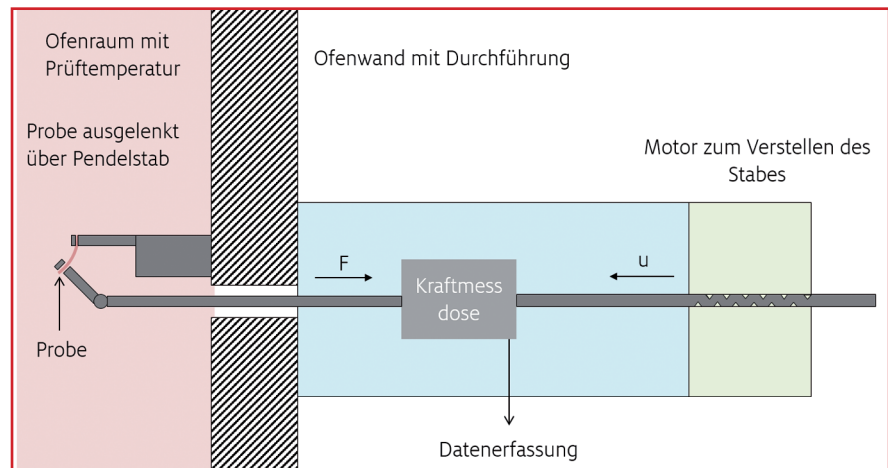


Bild 3: Prinzipskizze des neu konstruierten Cantilever-Versuchsstands

Effekt ist umso stärker ausgeprägt, je höher die Umgebungstemperatur ist. Im diskontinuierlichen Versuch wird die Kraft-Zeit-Kurve ermittelt, indem zu verschiedenen Zeitpunkten die Kraft F_G ermittelt wird, bei der sich die Probenspitze vom Pendelstab löst. Neben der diskontinuierlichen Messung erschweren die Auslenkung der Probe mittels Stellschraube sowie die Lagerung der Kragarmspitze die Nutzung der Messdaten für die Parameterbestimmung des Materialmodells.

Bei der Neukonstruktion des Versuchstands am fem können diese Nachteile durch folgenden Maßnahmen vermieden werden: Um die Kraft kontinuierlich während der gesamten Versuchsdurchführung zu messen, wird bei dem neuen Versuchstand eine Kraftmessdose verwendet, so dass der Versuch nicht unterbrochen werden muss und die Rückstellkraft kontinuierlich aufgezeichnet werden kann (Bild 3). Um die Versuche möglichst immer präzise in der gleichen Art

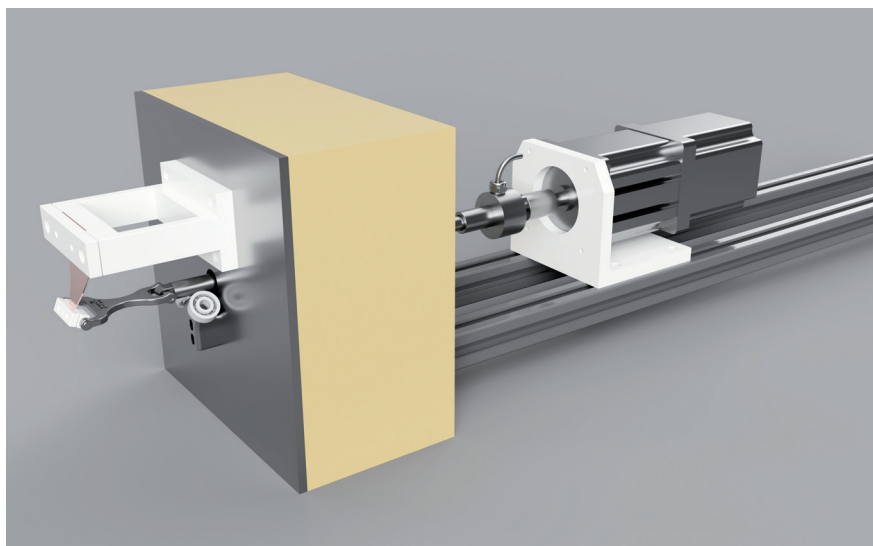


Bild 4: Links: CAD-Modell des Prüfplatzentwurfs, rechts: Prototyp eines Prüfplatzes

und Weise durchführen zu können, wird die Auslenkung der Probe nicht manuell durch eine Bewegungsschraube realisiert, sondern indem der Druckstab samt eingebauter Kraftmessdose mit einem Motor mit konstanter Geschwindigkeit auf die gewünschte Endposition gefahren wird. Neben der kontinuierlichen Messung des Kraftverlusts lässt sich so auch das besonders dynamische Werkstoffverhalten bei Start der Relaxation präzise aufzeichnen. Die Einspannung an der Probenspitze ist so konstruiert, dass diese präzise in dem numerischen Modell des Cantilever-Versuchs abgebildet werden kann. Mit dem neuen Prüfstand sind Messungen von neun Proben zeitgleich realisierbar, indem neun Prüfplätze parallel in einen Ofen eingebaut werden. Für die vorgegebene Prüftemperatur können somit gleichzeitig entweder unterschiedliche Auslenkungen der Probe realisiert oder aber auch mehrere verschiedene Werkstoffe oder Werkstoffzustände parallel geprüft werden.

Darstellung des Materialmodells und Beschreibung des Lösungsansatzes

Mit dem am Fraunhofer IWM entwickelten Materialmodell kann das zeitabhängige Verformungsverhalten der untersuchten Kupferlegierung mit hoher Genauigkeit vorausberechnet werden, sodass das Modell für die Simulation des mechanischen Verhaltens von Steckverbindern aus Kupferlegierungen unter komplexen thermo-mechanischen Belastungen sehr gut geeignet ist. Das Modell ist sowohl zur Simulation des Fertigungsprozesses als auch zur Simulation des Bauteileinsatzes einschließlich des Kurz- und Langzeitverhaltens einsetzbar.

Bei dem Modell handelt es sich um ein Viskoplastizitätsmodell, bei dem die Erholung Bestandteil des Verfestigungsverhalten ist. Die Fließfunktion f und die Bedingung $f \leq 0$ für den elastischen Bereich sind gegeben mit:

$$f(\varepsilon_p, \dot{\varepsilon}_p, \vartheta) = \bar{\sigma}_y - \sigma_y \leq 0. \quad (1)$$

Darin ist $\bar{\sigma}_y$ die von-Mises-Vergleichsspannung und σ_y der aktuelle Wert der Fließspannung im betrachteten materiellen Punkt sowie ε_p die plastische Vergleichsdehnung und $\dot{\varepsilon}_p$ die Vergleichsdehnungsgeschwindigkeit sowie die Temperatur ϑ . Die Fließspannung σ_y kann in ihre Anteile für die plastizitäts-induzierte Grundfes-

tigkeit R_0 , die isotrope Verfestigung $R(\varepsilon_p)$ und die geschwindigkeitsabhängige Überspannung $R_{ov}(\dot{\varepsilon}_p)$ wie folgt zerlegt werden.

$$\sigma_y(\varepsilon_p, \dot{\varepsilon}_p, \vartheta) = \sqrt{\frac{2}{3}} [R_0 + R(\varepsilon_p) + R_{ov}(\dot{\varepsilon}_p)]. \quad (2)$$

Die isotrope Verfestigung $R(\varepsilon_p)$ wird nicht als einfache Funktion sondern als Entwicklungsgleichung mit Erholungsterm eingeführt:

$$\dot{R} = \gamma \dot{\varepsilon}_p - (\beta \dot{\varepsilon}_p + \alpha) \quad (3)$$

Darin sind γ und β Modellparameter des Verfestigungsansatzes und α der Modellparameter des Erholungsterms. Für die Spannungsrelaxation von Kupferlegierungen ist nicht nur der Erholungsterm relevant sondern auch die Abhängigkeit der Fließspannung σ_y von der plastischen Vergleichsdehnungsgeschwindigkeit $\dot{\varepsilon}_p$: Für die Beschreibung dieser Abhängigkeit wurde die von der plastischen Vergleichsdehnungsgeschwindigkeit abhängige Überspannung $R_{ov}(\dot{\varepsilon}_p)$ eingeführt, die mit dem Viskoplastizitätsmodell nach Perzyna [8] in Gleichung (4) beschrieben wird.

$$R_{ov}(\dot{\varepsilon}_p) = r (\eta \dot{\varepsilon}_p)^{1/p}. \quad (4)$$

Darin sind r ein Normierungsparameter für die Spannung und η und p die Modellparameter des Viskoplastizitätsmodells. Hier nicht explizit aufgeführt ist das Elastizitätsmodell mit den Parametern Elastizitätsmoduls E und Querkontraktionszahl ν .

Basierend auf der Annahme, dass die Querkontraktionszahl aus Tabellenwerken entnommen wird, enthält das Modell insgesamt sieben zu identifizierende Materialparameter, die zu der Menge der Modellparameter M_p zusammengefasst werden:

$$M_p = \{ \gamma, \beta, \eta, p, \alpha, E, R_0 \}. \quad (4)$$

Die Parameter sind darüber hinaus zum Teil stark temperaturabhängig, sodass die Versuche idealerweise isotherm geführt werden müssen, um die Temperaturabhängigkeit mit geringem Aufwand zu bestimmen.

Die in Gl. (4) dargestellten Materialmodellparameter werden typischerweise aus uniaxialen Zug- und Relaxationsversuchen abgeleitet. Bei diesen Versuchen kann die Spannungs-Dehnungs-Kurve und die Spannungs-Zeit-Kurve direkt aus der gemessenen Kraft-Weg-Kurve bestimmt

werden. Im Gegensatz dazu ist die Auswertung des Cantilever-Versuchs deutlich komplexer, da die Spannungs- und Dehnungsverteilung nicht homogen ist. Eine direkte Bestimmung der Spannungs-Dehnungs-Kurve aus den Kraft-Weg-Daten an der Spitze des Cantilevers ist daher nicht möglich. Um den Cantilever-Versuch trotzdem für eine effiziente Parameteridentifikation zugänglich zu machen, wird in diesem Vorhaben untersucht und im Folgenden erste Ergebnisse gezeigt, wie die Methoden des Machine Learning hierfür effizient genutzt werden können.

Strategien zur Identifikation der Materialmodellparameter

Der klassische Ansatz zur Anpassung der Modellparameter an die Cantilever-Versuchsdaten ist die sogenannte „inverse Simulation“. Hierbei werden in einer Iterationsschleife ein Satz Modellparameter vorgegeben, die FEM-Simulation des Cantilever-Versuchs durchgeführt, die Simulationsergebnisse mit den Versuchsdaten verglichen und mittels eines Optimierers ein neuer Satz Materialmodellparameter für die nächste Iteration bestimmt. Diese Iterationsschleife wird solange durchlaufen, bis die Simulation die Versuchsdaten (z.B. Kraft-Zeit-Kurve der ausgelenkten Spitze des Cantilevers) ausreichend genau abbildet. Der Nachteil dieses Ansatzes besteht darin, dass für jede Optimierungsschleife mehrere FEM-Simulationen durchgeführt werden müssen und die Parametersensitivität für die zu identifizierenden Parameter sehr unterschiedlich ist. Aufgrund der Komplexität des Simulationsmodells und der Anzahl an Parametern, die bestimmt werden müssen, ergibt sich daraus ein sehr hoher Rechen- und Zeitaufwand, der im Bereich mehrerer Tage bis Wochen liegen kann und für die industrielle Anwendung deswegen wenig praktikabel ist.

Mit Hilfe der Anwendung des Machine Learning kann der Aufwand für eine Parameteridentifikation deutlich reduziert werden. Für die geplante Anwendung werden aktuell zwei Vorgehensweisen untersucht, siehe hierzu z.B. auch [9]:

1. Lernen der Vorwärtsabbildung: Hierbei lernt ein maschinelles Lernmodell die Beziehung zwischen den vorgegebenen Materialmodellparametern und der Systemantwort des Cantilever-Versuchs aus der Simulation. Die vorher beschriebene Optimierung kann damit beschleunigt werden, da diese nicht

mehr auf die rechenintensive FE-Simulation zurückgreifen muss, sondern das um ein Vielfaches schnellere maschinelle Lernmodell nutzen kann.

2. Lernen der inversen Abbildung: Hierbei lernt ein maschinelles Lernmodell den inversen Zusammenhang zwischen Materialmodellparametern und der Systemantwort des Cantilever-Versuchs. Eine Optimierung, wie sie oben beschrieben wird, ist dadurch nicht mehr erforderlich, stattdessen können Materialmodellparameter direkt aus den Cantilever-Versuchen bestimmt werden.

Ein vereinfachtes Beispiel zur Anpassung des im vorherigen Abschnitt beschriebenen Materialmodells mittels ML ist in Bild 5 dargestellt. Dabei ist das Ziel, die Materialmodellparameter mittels Optimierung so anzupassen, damit die Systemantwort des ML-Modells mit der Messkurve eines Relaxationsversuchs möglichst übereinstimmt. Es ist zu erkennen, dass die dabei identifizierten Materialmodellparameter eine Systemantwort liefern, die mit der aus dem Experiment ausreichend genau übereinstimmt. Im Bild 5 ist der Vergleich der Kraft-Weg-Kurve eines vereinfachten Cantilever-Modells dargestellt, die mit einem FE-Simulationsmodell bzw. einem trainierten ML-Modell ermittelt wurde. In beiden Fällen wurde der gleiche Satz an Materialmodellparametern vorgegeben. Beide Vorgehensweisen liefern vergleichbare Ergebnisse, der ML-Ansatz ist jedoch deutlich schneller. Im nächsten Schritt erfolgt die Übertragung der Methodik auf den Cantilever-Versuch entsprechend des neuen Versuchsaufbaus, sowie das Erlernen der inversen Abbildung.

Der große Vorteil bei der Nutzung von ML-basierten Methoden ist, dass der zeitaufwendige Teil (das Erzeugen eines Datensatzes und Trainieren der Modelle) nur einmal durchgeführt werden muss und das ML-Modell dann für die Modellparameteridentifikation unterschiedlicher Kupferwerkstoffe und Materialchargen eingesetzt werden kann, solange das Materialverhalten mit dem zugrundeliegenden Materialmodell beschrieben werden kann.

Zusammenfassung und Ausblick

Es wurde eine Vorgehensweise vorgestellt, um das Langzeitverhalten von Kupferwerkstoffen zu charakterisieren sowie Modelle für die CAE-Anwendung anzupassen und diese für die Bauteilauslegung bereitzu-

stellen. Der optimierte Versuchsaufbau für den etablierten Cantilever-Versuch ist geeignet, um präzise Messungen des Langzeitverhaltens wirtschaftlich durchzuführen und Daten für die Anpassung von Materialmodellen bereitzustellen. Die ML-basierten Methoden zur Anpassung der Modellparameter zeigen in den ersten bereits durchgeführten Untersuchungen vielversprechende Ergebnisse, die im nächsten Schritt auf den komplexeren Fall des realen Cantilever-Versuchs übertragen werden. Mit Abschluss des Projektes soll ein durchgängiger Workflow für die experimentelle Charakterisierung von Kupferwerkstoffen und deren Modellanpassung für CAE-Anwendungen zur Verfügung stehen.

Förderhinweis

Das IGF-Vorhaben „Qualifizierung von standardisierten Langzeitversuchen an Kupferwerkstoffen zur wirtschaftlichen Bestimmung von Materialparametern für CAE-Anwendungen“ der Forschungsvereinigung Edelmetalle und Metallchemie wird unter der Fördernummer IGF 21114N über die Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen (AiF) im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Literatur

- [1] M. Eisenbart, M. Weber, K. Pfeffer, D. Helm, U.E. Klotz, Standardisierung der mechanischen Charakterisierung und Quantifizierung von Materialkennwerten zur Modellierung des zeitabhängigen Verformungsverhaltens von Halbzeugen aus hochleitfähigen Cu-Legierungen, Abschlussbericht AiF-IGF 18597N, Forschungsinstitut für Edelmetalle und Metallchemie, Fraunhofer IWM, 2018.
- [2] M. Eisenbart, M. Weber, K. Pfeffer, J. Preußner, D. Helm, U.E. Klotz, Untersuchung und Modellierung des Relaxationsverhaltens von höherfesten und hochleitfähigen Cu-Legierungen, Abschlussbericht AiF-IGF 17287N, Forschungsinstitut für Edelmetalle und Metallchemie, Fraunhofer IWM, 2014.
- [3] ASTM E328-13, Standard Test Methods for Stress Relaxation Tests for Materials and Structures, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2013, www.astm.org.
- [4] M. Weber, J. Preußner, D. Helm, M. Eisenbart, K. Pfeffer, U.E. Klotz, Numerical analyses of the precipitation kinetics and of the viscoplastic deformation behavior of Cu-Ni-Si alloys, METALL 69 (2015) 76–81.

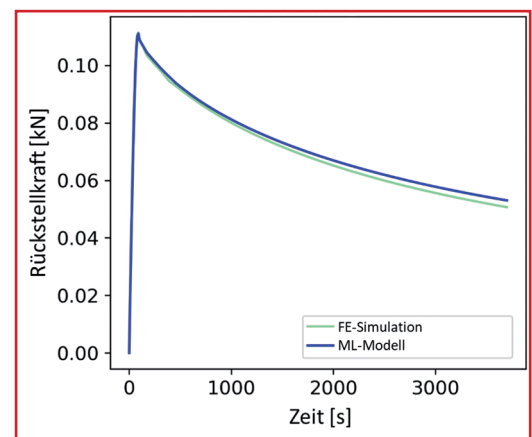
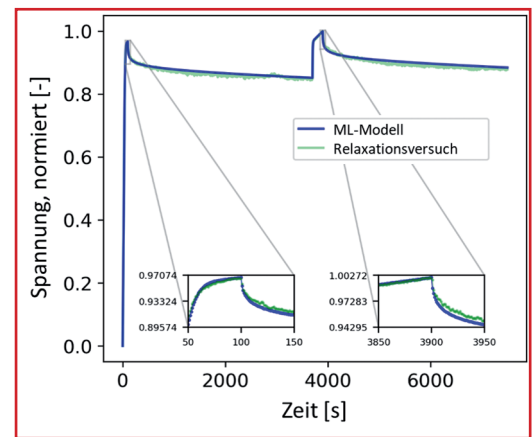


Bild 5: Oberes Bild: Vergleich der experimentellen Spannungs-Zeit-Kurve (grün) mit der mittels ML angepassten uniaxialen Spannungs-Zeit-Kurve des Materialmodells (blau). Die Spannungs-Werte sind normiert. Unteres Bild: Vergleich der Kraft-Weg-Kurve des Cantilever-Versuchs berechnet mit einem FE-Simulationsmodell (grün) bzw. dem trainierten ML-Modell (blau).

- [5] K. Pfeffer, M. Eisenbart, U.E. Klotz, J. Preußner, M. Weber, D. Helm, Characterization of the precipitation state of Cu-Ni-Si alloys after different heat treatments, METALL 67 (2013) 500–503.
- [6] S. Groß, Spannungsrelaxation von Kupferlegierungen, METALL 45 (1991) 1108–1113.
- [7] S. Groß, T. Helmenkamp, M. Köhler, V. Tietz, Spannungsrelaxation von Cu-Legierungen und ihre Messmethoden, Kontaktverhalten und Schalten, Fachtagung Albert-Keil-Kontaktseminar, 19 (2007) 151–155.
- [8] P. Perzyna, The constitutive equations for work-hardening and rate-sensitive plastic materials Proc. Vibrational Problems, 4 (1963) 281–290.
- [9] R. Mahnen, Identification of material parameters for constitutive equations, Encyclopedia of computational mechanics (2004) 637–655.

(1) Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM, Freiburg
 (2) Forschungsinstitut Edelmetalle + Metallchemie, Schwäbisch Gmünd (fem)

Niedriglegierte festigkeitsoptimierte Kupferbasislegierungen mit hohen Leitfähigkeitseigenschaften: Untersuchung des Potentials binärer CuSc-Legierungen

Dölling, J.; Zilly, A. (1)

Dem Zielkonflikt, bestehend aus hoher elektrischer beziehungsweise thermischer Leitfähigkeit und guten mechanischen Eigenschaften, welchem in heutigen und zukünftigen Herausforderungen der Elektro- und Automobilindustrie steigende Bedeutung zukommt, wird durch Ausscheidungshärtung begegnet. Scandiumhaltige Legierungen zeigen eine hohe Temperatur- und Rekristallisationsstabilität und härten ohne Kaltumformung ab 375 °C durch Ausscheidungsbildung aus. Bereits eine geringe Kaltumformung vor der Auslagerung feint entstehende intermetallische Ausscheidungsphasen. Über Auslagerungstemperaturen von 350 °C bis 500 °C zeigt sich eine hohe Reliabilität der Messergebnisse. Auf dieser Grundlage, kann ein tiefergehendes Verständnis über die Interaktion mit verschiedenen Kaltumformgraden während der Wärmebehandlung aufgebaut werden. Der Vergleich mit dem industriell vielfältig eingesetzten Benchmarkwerkstoff CuZr_{0,15} ordnet die Analysen ein.

Um steigenden Anforderungen an Kupferlegierungen für heutige Produkte und zukünftige Anwendungsfelder der Elektro- und Automobilindustrie Rechnung zu tragen, sind verschiedene festigkeitssteigernde Mechanismen denkbar. Hierzu zählen Korngrenzen-, Versetzungs-, Mischkristallverfestigung und Ausscheidungshärtung. Während Korngrenzen- und Versetzungsverfestigung Schwächen bei höheren Temperatureinsatzbedingungen aufweisen, bringt die Mischkristallverfestigung signifikante Einbußen hinsichtlich der Leitfähigkeit mit sich. Dem Zielkonflikt aus hoher elektrischer, respektive thermischer Leitfähigkeit und guten mechanischen Eigenschaften wird daher durch Ausscheidungshärtung Folge geleistet.

Das Leichtmetall Scandium, welches bei 1.541 °C in den schmelzflüssigen Zustand übergeht, wird seit Jahren für Leichtbauanwendungen untersucht und aufgrund einer Vielzahl positiver Eigenschaften

bevorzugt bei erhöhten Materialanforderungen eingesetzt [1]. In bis dato weniger intensiv analysierten Kupferbasislegierungen weist das kornfeinende [2] Legierungselement mit einer maximalen Löslichkeit von 0,35 wt.-% bei 865 °C [3 bis 5] Potential zur Ausscheidungshärtung [6] auf.

In einer aktuellen Veröffentlichung von Hao et. al. wurde der Ausscheidungsmechanismus von Cu₄Sc sozusammengefasst [7]:

- Im Verlauf der Auslagerung bilden sich in CuSc-Legierungen zunächst homo-

gen verteilte, scandiumreiche Atomcluster.

- Daraus bilden sich im Anschluss kleine stabförmige Ausscheidungen mit zwei Atomlagen.
- Aufgrund des größeren Atomradius von Scandium im Vergleich zu Kupfer findet an dieser Stelle auch der Übergang in teilkohärente, lamellare Ausscheidungen mit hohem festigkeitssteigerndem Effekt statt.
- Die Ausscheidungen expandieren anschließend in Länge und Breite, integrieren zusätzliche Lagen und werden inkohärent.
- In der Folge stellt die Festigkeitssteigerung für diese Legierung eine Kombination aus Schneid- und Orowan-Mechanismus dar.

Das ausgeschiedene Volumen und die Zahl der gebildeten Ausscheidungen, respektive die Art derselben, stellen relevante Einflussgrößen auf resultierende Werkstoffeigenschaften dar [8]. Die elektrische beziehungsweise thermische Leitfähigkeit wird durch gelöste Fremdelemente in der Kupfermatrix, welche die Elektronenbewegung behindern, verringert [6, 9]. Je mehr Legierungselemente in Ausscheidungen übergehen, desto deutlicher verbessern sich diese Eigenschaften [6].

In der Literatur wurden bisher lediglich Gusszustände niedriglegierter CuSc-Proben [10] oder stark umgeformte sowie kryogen gewalzte Varianten beschrieben [7]. Mit Blick auf die industrielle Nutzung einer abgestimmten thermo-mechanischen Behandlung soll die Lücke moderater bis hoher Kaltumformgrade weiter geschlossen werden. Zudem soll der Bereich niedriger Auslagerungstemperaturen, welche bis dato wenig berücksichtigt wurden, mit dem Ziel optimaler Werkstoffeigenschaften und einer möglichst ressourcenschonenden industriellen Fertigungskette analysiert werden.

Zentrales Element zur Potentialabschätzung scandiumhaltiger Legierungen ist der

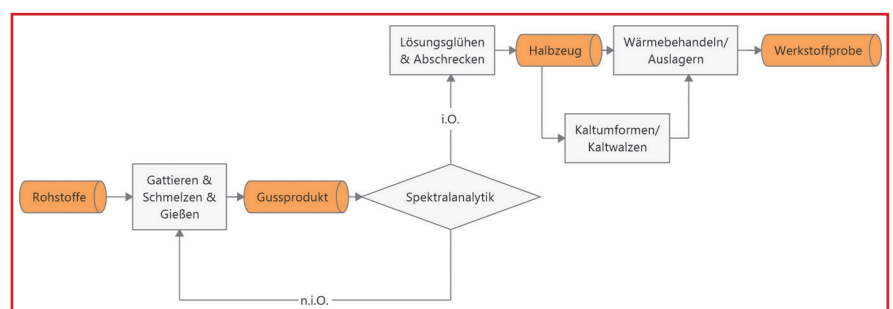


Bild 1: Prozessablauf der Probenpräparation

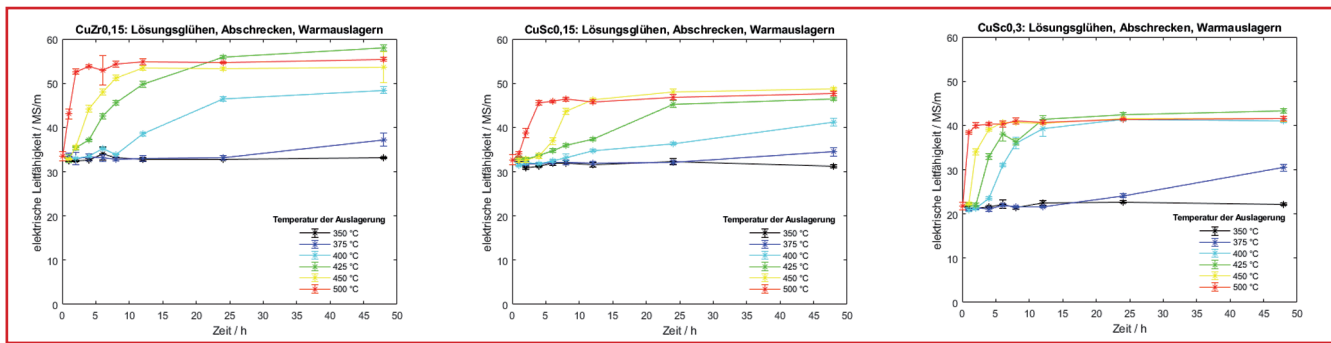


Bild 2: Entwicklung der elektrischen Leitfähigkeit von nicht kaltumgeformten Proben aus CuSc0,15, CuSc0,3 und CuZr0,15

direkte Vergleich zu ausführlich analysierten Materialeigenschaften des hochleitfähigen Benchmarkwerkstoffs CuZr0,15 [6, 11]. Diese Legierung wird in vielfältigen industriellen Anwendungsgebieten, wie Steckverbindern, Stromschienen, in Elektromotoren oder als Elektrodenwerkstoff in Schweißanwendungen eingesetzt [12]. Zirkonium besitzt eine maximale Löslichkeit von 0,17 wt.-% bei 972 °C [13] und ermöglicht durch Ausscheidungsbildung ebenfalls eine Härtesteigerung bei gleichzeitiger Optimierung der Leitfähigkeit [14].

Experimentelle Vorgehensweise

Die Legierungen CuSc0,15, CuSc0,3 und CuZr0,15 werden schmelzmetallurgisch in einer Vakuum-Induktionsgießanlage verarbeitet. Es folgen Legierungsanalysen mit Funken-OES, welche mithilfe nasschemischer Analysen kalibriert ist. Die mit Kupferfolie geschützten Proben werden anschließend für 120 min lösungsgeglüht und im bewegten Wasserbad auf Raumtemperatur abgeschreckt. CuSc-Legierungen werden bei 870 °C lösungsgeglüht, CuZr0,15 bei 960 °C. Die Temperaturwahl ergibt sich aus dem Bereich der maximalen

Löslichkeit des Legierungselementes und entsprechenden Glühversuchen. Die Auslagerung der Proben erfolgt im Rahmen der Untersuchungen bei 350 °C, 375 °C, 400 °C, 425 °C, 450 °C und 500 °C. Zusätzlich wird der Einfluss von mechanischer Bearbeitung vor der Ausscheidungsbehandlung durch die bezogenen Kaltumformgrade 25 %, 50 % und 75 % berücksichtigt. Der Prozessablauf zur Herstellung des Probenmaterials ist in Bild 1 visualisiert. Die Entwicklung der mechanischen Eigenschaften wird durch Mikrohärtemessung, die elektrische Leitfähigkeit durch Wirbelstromprüfung, verfolgt. Licht- und Rasterelektronenmikroskopie begleiten die Analysen.

Ergebnisse

Um die Legierungssysteme hinsichtlich der Ausscheidungsbildung zu analysieren, werden, wie in Bild 2 dargestellt, Proben ohne Kaltumformung vor der Auslagerung verglichen. Für sämtliche Legierungen CuSc0,15, CuSc0,3 und CuZr0,15 beginnt eine langsame Ausscheidungsbildung ab einer Temperatur von 375 °C. Eine erhöhte Auslagerungstemperatur beschleunigt, unabhängig vom Legierungssystem, die

homogene Keimbildung und Formation der Ausscheidungen. Eine schnellere Ausscheidungsbildungs- und Wachstumsrate, respektive reinere Kupfermatrix und damit erhöhte Leitfähigkeit, ist die Folge. Der Bereich der maximalen Elementlöslichkeit im Matrixmetall zeigt für beide Legierungssysteme eine erhöhte Keimbildung und Wachstumskraft [7, 15]. Dies spiegelt sich in einem erhöhten Gradienten der ansteigenden Leitfähigkeit wider.

Besonders der Einfluss einer optionalen Kaltumformung gibt ein tiefergehendes Verständnis bezüglich des Materialverhaltens. Bild 3 zeigt die Entwicklung der Werkstoffhärte und der elektrischen Leitfähigkeit von CuSc0,3 bei 375 °C.

Bereits geringe Kaltumformungen beschleunigen die Ausscheidungsbildung deutlich und ermöglichen zudem eine Ausscheidungswärmebehandlung bei tieferen Temperaturen. Dies zeigt sich bei 75 % Kaltumformung nach 2 h in einem Härtepeak von 200 HV0,1. Durch die Vergrößerung der Ausscheidungen geht die festigkeitssteigernde Kombination aus Schneid- und Orowan-Mechanismus während der Überalterung zunehmend in den reinen Umgehungsmechanismus

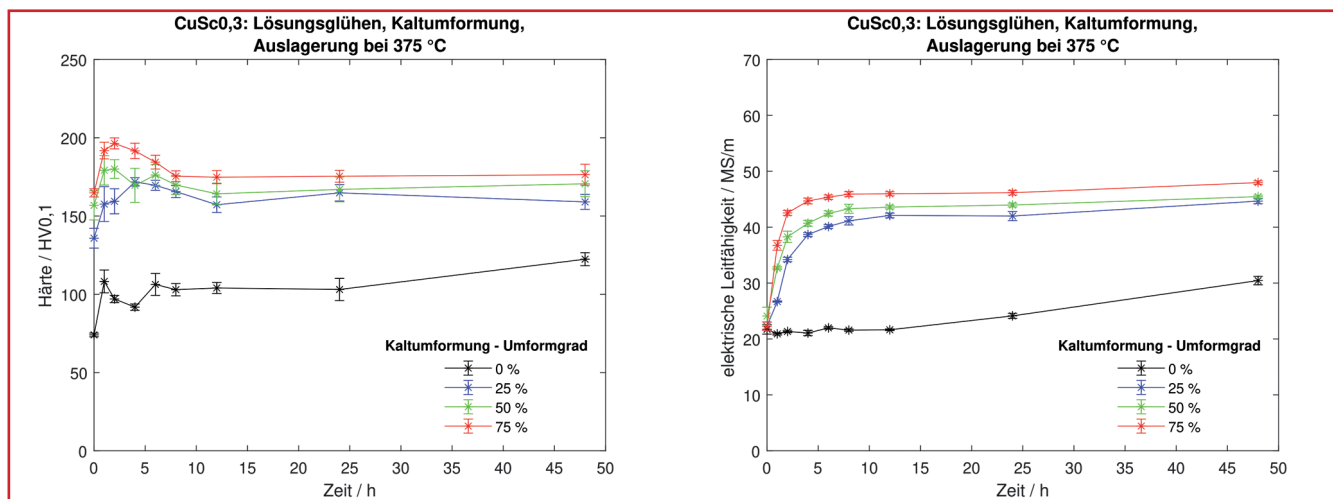


Bild 3: Entwicklung der Werkstoffhärte und elektrischen Leitfähigkeit von CuSc0,3 durch Auslagerung bei 375 °C

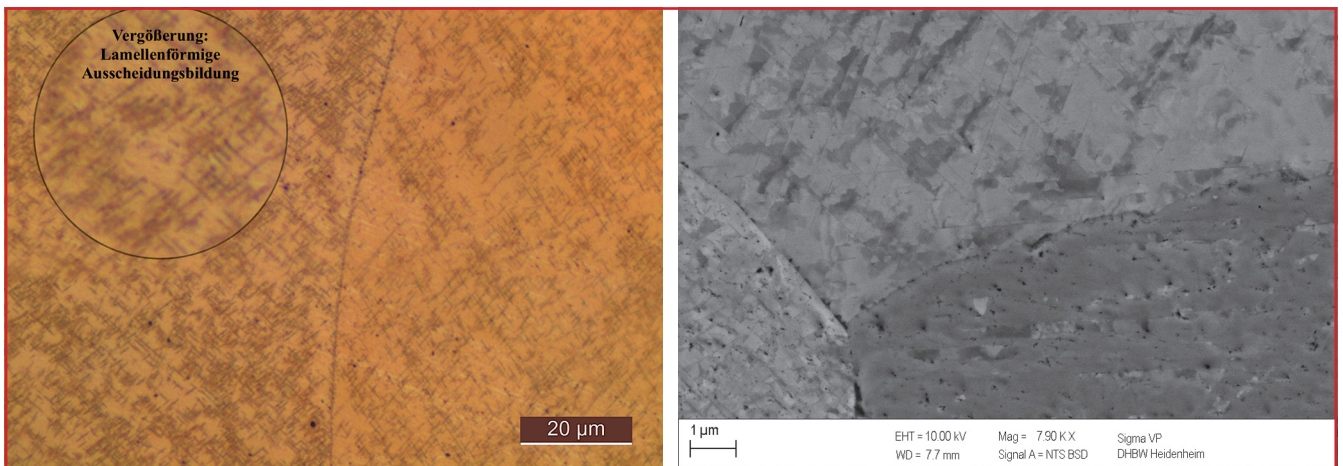


Bild 4: Ausscheidungsbildung nach 48 h bei 375 °C (ohne Kaltumformung) (links: Lichtmikroskop - geätzt nach Klemm III, rechts: Raster-elektronenmikroskop)

über. Da sich Vergrößerungseffekte kaum auf die Reinheit der Kupfermatrix auswirken, bleibt die elektrische Leitfähigkeit auf hohem Niveau.

Vergrößerte Ausscheidungen nicht kaltumgeformter und überalterter Proben von CuSc0,3 lassen sich begleitend metallografisch analysieren. Die erwarteten Lamellenausscheidungen zeigen sich in homogenen regelmäßigen Strukturen innerhalb des Kornes, welches Bild 4 deutlich zeigt.

Korrelierend mit den gemessenen Werkstoffhärten und Leitfähigkeiten wirkt sich bereits ein geringer Umformgrad signifikant auf resultierende Ausscheidungsgrößen aus. Die Länge der Lamellen bei nicht kaltumgeformten Proben ist mit 1,6 µm vergleichsweise groß. Hingegen zeigen die kaltumgeformten Proben, entsprechend den Auswirkungen auf Werkstoffkennwerte, feinere Strukturen von 57 nm, 35 nm beziehungsweise 19 nm (25 %, 50 % und 75 %). Eine weitere Steigerung der Kaltumformung über 25 % wirkt sich dem-

zufolge nur noch in geringerem Maße auf die Ausscheidungsgröße aus.

Ergänzend zur Betrachtung von CuSc0,3 ermöglicht der Vergleich zu CuSc0,15 eine Abschätzung inwiefern sich ein geringerer Legierungsgehalt auf die Ausscheidungs- und Werkstoffeigenschaften auswirkt. Bild 5 zeigt, neben einer erhöhten elektrischen Leitfähigkeit, welche direkt in Bezug zur reduzierten Legierungsmenge gesetzt werden kann, auch deutlich reduzierte Festigkeitssteigerungen. Die Zugabe von nur 0,15 wt.-% Scandium ist nicht ausreichend, um festigkeitssteigernde Ausscheidungen zu bilden. Berücksichtigt werden muss neben der Ausscheidungsbildung zudem auch die Erholung. Für umgeformte Proben ist relevant, ob die Keimbildung und das Ausscheidungswachstum ausreichend zügig einsetzt, oder sich Versetzungen durch Versetzungsannihilation abbauen. Die Wirkmechanismen sind nicht getrennt, sondern in Interaktion zueinander zu betrachten [7].

Während die Steigerung der elektrischen Leitfähigkeit von CuSc0,15 bei 375 °C eine Ausscheidungsbildung bestätigt (Bild 5), verdeutlicht die Werkstoffhärte wenig festigkeitssteigernde Wirksamkeit derselben, beziehungsweise eine dominierende Überlagerung von erholenden Effekten.

Der direkte Bezug auf CuZr0,15 ermöglicht den Vergleich mit einem ausscheidungsfähigen industriellen Benchmarkprodukt. In Bild 6 wird deutlich, dass kaltumgeformte Legierungen aus CuZr0,15 durch die Auslagerung nahezu die elektrische Leitfähigkeit von reinem Kupfer erreichen. Gegenüber diesem Vorteil steht der geringe festigkeitssteigernde Effekt. Die Legierung erreicht, auch durch eine 75 % Kaltumformung, lediglich Peak-Härten um 170 HV0,1. Damit bleibt im direkten Vergleich mit CuSc0,3 ein Defizit von 30 HV0,1 bestehen.

Die Rekristallisation wird durch starke Umformgrade, beziehungsweise die damit in Zusammenhang stehende hohe Zahl

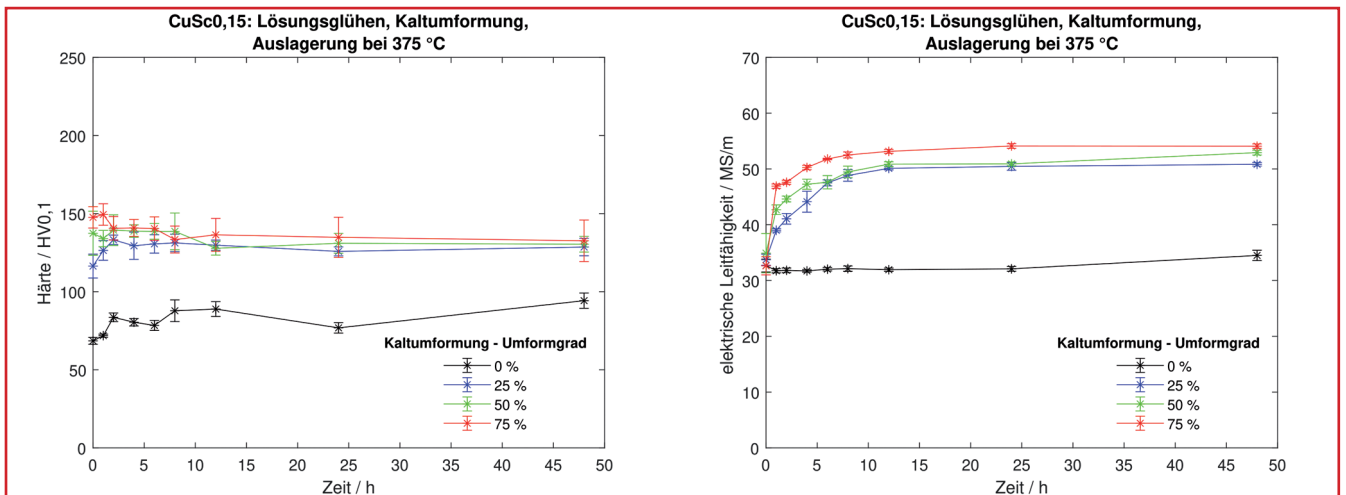


Bild 5: Entwicklung der Werkstoffhärte und elektrischen Leitfähigkeit von CuSc0,15 durch Auslagerung bei 375 °C

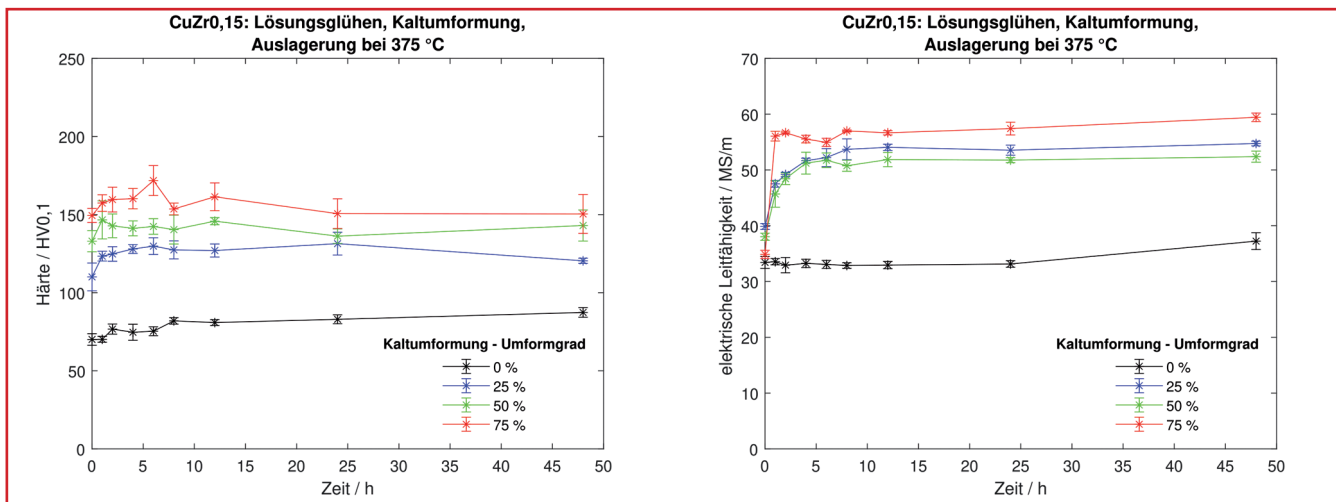


Bild 6: Entwicklung der Werkstoffhärte und elektrischen Leitfähigkeit von CuZr_{0,15} durch Auslagerung bei 375 °C

möglicher Keimstellen, begünstigt [6, 17]. Dieses Verhalten wird durch metallografische Analysen bei CuZr_{0,15}-Proben nach 48 h ab 450 °C ersichtlich. Sowohl die 50 % als auch die 75 % kaltumgeformten Proben zeigen deutliche Rekristallisationserscheinungen. Proben aus CuSc_{0,15} und CuSc_{0,3} zeigen trotz einer starken Kaltumformung von 75 % erst ab 48 h bei 500 °C beginnende Gefügebildungen. Da der Widerstand gegen die Rekristallisation mit dem Anteil an legierten Fremdatomen steigt [18], ist besonders der Vergleich von CuSc_{0,15} mit CuZr_{0,15} an dieser Stelle zu betonen. Die Ergebnisse für CuZr_{0,15} bewegen sich hierbei in guter Übereinstimmung zu den publizierten Kennwerten [6, 12].

Fazit und Ausblick

Die Ergebnisse der durchgeführten Versuchsreihen belegen deutliche Härtesteigerungen durch Zugabe von 0,3 wt.-% Scandium in einer binären Legierung mit Kupfer. Die Nutzung verschiedener Kaltumformgrade zeigt großen Einfluss auf die resultierende Ausscheidungsbildung und schließt die Lücke zwischen nicht umgeformten CuSc-Varianten [11] und stark umgeformten, beziehungsweise kryogen gewalzten Proben [7]. Durch die Kaltumformung steht eine größere Zahl potenter Keimstellen für folgende Umwandlungsreaktionen zur Verfügung. Das Resultat sind signifikante Härtesteigerungen und ein schneller Anstieg der Leitfähigkeit, welcher auf eine reinere Kupfermatrix zurückzuführen ist. Außerdem kann das aus den zulegierten Scandiumatomen resultierende Ausscheidungsvolumen von Cu₄Sc effektiv umgesetzt werden. Über publizierte Erkenntnisse hinaus [11] wurde die Auswirkung verschiedener Auslage-

rungstemperaturen analysiert. Abhebdend von aktuellen Veröffentlichungen [7] wurde ein Augenmerk auf vergleichsweise niedrige Auslagerungstemperaturen gelegt, welche auch im Sinne zukünftiger, möglichst ressourcenschonender, industrieller Fertigungsketten sind.

Zusammenfassend stellen CuSc-Varianten einen hochleistungsfähigen Legierungsansatz für künftige Kupferlegierungen dar, welcher sich für individuelle Werkstoffanforderungen konditionieren lässt. Alle analysierten Werkstoffkennwerte müssen als Ergebnis des Zusammenspiels von Kaltverfestigung, Ausscheidungsbildung, Ausscheidungswachstum, Erholung und Rekristallisation betrachtet werden. Die CuSc-Legierungen weisen eine sehr gute Kombination aus hoher Leitfähigkeit, signifikanter Steigerung mechanischer Werkstoffkennwerte und gutem Rekristallisationsverhalten auf. Daher sind sie besonders für Anwendungen bei erhöhten Einsatztemperaturen attraktiv. Gegenüber CuZr_{0,15} sind Härtesteigerungen über 30 HV_{0,1}, auf absolut 200 HV_{0,1}, bisher bestätigt. Leitfähigkeiten im Bereich von geringfügig unter 50 MS/m sind für binäre CuSc_{0,3}-Legierungen realistisch. Weiterführende Analysen zu ternären Legierungskombinationen und folgende Anwendungsversuche werden das Potential niedriglegierter CuSc-Legierungen weiter ausschöpfen.

Literatur

- [1] Riva, S., Yusenko, K. V., Lavery, N. P., Jarvis, D. J. u. Brown, S. G. R.: The scandium effect in multicomponent alloys. *International Materials Reviews* 61 (2016) 3, S. 203–228
- [2] Arzhavitin, V. M., Korotkova, I. M. u. Sytin, V. I.: Grain-boundary internal friction of yttrium- or scandium-microalloyed copper. *Russian Metallurgy* (2016) 3, S. 229–234

- [3] Predel, B.: Cu-Sc (Copper-Scandium). Group IV Physical Chemistry. SpringerMaterials (1994) 5D
- [4] Subramanian, P. R., Laughlin, D. E. u. Chakrabarti, D. J.: The Cu-Sc (Copper-Scandium) System. *Bulletin of Alloy Phase Diagrams* 9 (1988) 3, S. 378–382
- [5] Goncharuk, L. V. u. Sidorko, V. R.: Thermodynamic properties of scandium-copper compounds. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics* 45 (2006) 1-2, S. 72–75
- [6] Dies, K.: Kupfer und Kupferlegierungen in der Technik. Berlin, Heidelberg: Springer Verlag 2014
- [7] Hao, Z., Xie, G., Liu, X., Tan, Q. u. Wang, R.: The precipitation behaviours and strengthening mechanism of a Cu-0.4 wt% Sc alloy. *Journal of Materials Science & Technology* 98 (2022), S. 1–13
- [8] Miyake, J. u. Fine, M. E.: Electrical conductivity versus strength in a precipitation hardened alloy. *Acta Metallurgica et Materialia* 40 (1992) 4, S. 733–741
- [9] Davis, J. R.: Metals handbook. Non-ferrous alloys and special-purpose materials. ASM handbook, / prepared under the direction of the ASM International Handbook Committee ; Vol. 2. [Materials Park, Ohio]: ASM International 1990
- [10] Franczak, K., Kwaśniewski, P., Kiesiewicz, G., Zasadzińska, M., Jurkiewicz, B., Strzypek, P. u. Rdzawski, Z.: Research of mechanical and electrical properties of Cu-Sc and Cu-Zr alloys. *Archives of Civil and Mechanical Engineering* 20 (2020) 1
- [11] Davis, J. R. (Hrsg.): Copper and copper alloys. ASM specialty handbook. Materials Park, OH: ASM International 2008
- [12] Kupferinstitut, D.: Niedriglegierte Kupferwerkstoffe. Eigenschaften-Verarbeitung-Verwendung. Deutsches Kupferinstitut Berufsverband e.V. (2012), S. 1–36
- [13] Arias, D. u. Abriata, J. P.: Cu-Zr (Copper-Zirconium). *Journal of Phase Equilibria* 11 (1990) 5, S. 452–459
- [14] Nakashima, K., Miyamoto, K., Kunimine, T., Monzen, R. u. Muramatsu, N.: Precipitation behavior of Cu-Zr compounds in a Cu-0.13 wt%Zr alloy. *Journal of Alloys and Compounds* 816 (2020), S. 152650
- [15] Chbihi, A., Sauvage, X. u. Blavette, D.: Atomic scale investigation of Cr precipitation in copper. *Acta Materialia* 60 (2012) 11, S. 4575–4585
- [16] Callister, W. D., Rethwisch, D. G. u. Schefler, M.: Materialwissenschaften und Werkstofftechnik. Eine Einführung. Wiley VCH Lehrbuchkollektion 1. Weinheim: Wiley-VCH 2013

(1) Julia Dölling, M.Sc., Prof. Dr.-Ing. Andreas Zilly, Duale Hochschule Baden-Württemberg, Stuttgart

Moderne hochfeste Kupferbasislegierungen für automotiv Anwendungen

Frehn, A.; Mack, S.; Greschner, U. (1)

Werkstoffe auf Kupferbasis finden bereits heute Einsatz in verschiedene Anwendungen von Fahrzeugen mit Verbrennungs- und Elektromotoren. Für Fahrzeuge mit Verbrennungsmotoren (ICE) geht es darum, gleichzeitig Marktanteile zu halten und immer strengere Emissions- und Effizienzstandards zu erfüllen. Dabei werden aufgrund begrenzter Entwicklungsbudgets und absehbarer Produkt-Lebenszyklen kaum signifikante Motorneuentwicklungen zu erwarten sein. Auf der anderen Seite ist auch aufgrund der massiven staatlichen finanziellen Förderung ein starker Anstieg von Fahrzeugen mit Hybrid- (HEV) oder reinem Batterieantrieb (BEV) zu verzeichnen. Inwieweit Fahrzeuge mit Brennstoffzellenantrieb (FCEV) oder Wasserstoffverbrennungsmotor den Antriebstechnologiemix ergänzen werden, ist heute noch nicht absehbar [1, 2].

Allen Antriebskonzepten gemein ist der Bedarf nach modernen Werkstoffen, welche die für die jeweilige Anwendungen notwendigen Eigenschaften erfüllen und in der Regel auch ein Kostenziel erreichen müssen. Dabei geht es oft um die Eigenschaften Festigkeit (in Kombination mit Verschleißbeständigkeit bzw. Schwingfestigkeit) und Umformbarkeit sowie im Falle der Kupferbasislegierungen auch um elektrische und thermische Eigenschaften. Dabei kann davon ausgegangen werden, dass durch erhöhte Anforderungen im Bereich Verbrennungsmotoren und Anforderungen bezüglich Zuverlässigkeit und Miniaturisierung bei Elektrofahrzeugen der Anteil von hochfes-

ten Werkstoffen (ähnlich wie in der Fahrzeugstruktur) zunehmen wird.

In diesem Beitrag sollen verschiedene hochfeste Kupferbasislegierungen und entsprechende Bauteilanwendungen vorgestellt werden. Dabei sollen neben den eigentlichen Anwendungen auch die Herausforderungen an die Entwicklung und Prüfung der Bauteile beleuchtet werden.

Hochfeste Kupferbasislegierungen

Eine Übersicht über die hier betrachteten hochfesten Kupferbasislegierungen mit deren wichtigen Eigenschaften findet sich in Tabelle 1. Im Folgenden sollen die einzelnen Legierungsgruppen näher beschrieben werden.

Kupferbasislegierungen auf Basis von Cu-Be

Kupfer-Beryllium-Legierungen sind seit vielen Jahren Stand der Technik und aus zahlreichen verschiedenen Anwendungsfeldern nicht mehr wegzudenken. Dabei wird im Allgemeinen zwischen Legierungen unterschieden, die einerseits den Schwerpunkt auf hoher Festigkeit, andererseits auf hoher elektrischer Leitfähigkeit legen. Zu der Gruppe der hochfesten Legierungen zählen unter anderem die Legierungen 25 (C17200) und M25 (C17300), die Berylliumgehalte zwischen 1,80 und 2,00% aufweisen und, im Falle der Legierung M25, zusätzlich mit Blei legiert sind, um eine verbesserte Verarbeitung bei Dreh-, Bohr- und Fräsprozessen zu erreichen. Diese Legierungen weisen im ausgelagerten Zustand die höchsten Festigkeiten und Härtewerte aller kommerziell verfügbaren Kupferbasislegierungen auf, siehe dazu Bild 1. Die Legierungen, bei denen im Vergleich niedrigere Festigkeiten, dafür aber höhere Leitfähigkeiten erreicht werden, sind in der Regel mit niedrigeren Beryllium-Gehalten legiert. So enthalten die Legierungen 3 (C17510) und 10 (C17500) Berylliumgehalte von 0,4 bis 0,7% und zusätzlich die Legierungselemente Nickel und/oder Cobalt. Um einen Festigkeitsabfall bei höheren Temperaturen zu vermeiden, wurde die Legierung 10X entwickelt, die im Vergleich zur Legierung 10 zusätzlich mit geringen Gehalten an Zirkon legiert ist und dadurch eine hohe Festigkeit und Duktilität in einem Temperaturbereich bis ca. 430°C erreicht. Die hohen Festigkeiten all dieser Legierungen führen in der Regel auch zur einer sehr guten Verschleißbeständigkeit und Schwingfestigkeit auch

	25 HT	PerforMet™	3 HT	10X HT	ToughMet®3 TS95	ToughMet®3 AT110	ToughMet®3 TS160U
Chemie	CuBe2	CuNiSi2Cr	CuNiBe	CuCoBeZr	CuNi15Sn8	CuNi15Sn8	CuNi15Sn8
Min. $R_{p0,2}$, MPa #	1000	790	660	585	655	760	1035
Min. R_m , MPa #	1210	860	760	690	730	910	1140
Min. A, % #	4	7	5	15	18	10	5
Härte	40 HRC	27 HRC	100 HRB	92 HRB	97 HRB	30 HRC	34 HRC
Dichte, g/cm ³	8,36	8,69	8,83	8,83	9	9	9
CTE, *10 ⁻⁶ 1/K	17,00	17,00	17,60	17,60	16,40	16,40	16,40
Wärmeleitfähigkeit, W/m*K	105	160	240	225	38	38	38
Wärmekapazität (RT), J/g*K	0,360	0,410	0,335	0,414	0,377	0,377	0,377
Wärmekapazität (100°C), J/g*K	0,406	0,410	0,381	0,414	0,389	0,389	0,389
E-Modul, GPa	131	130	138	138	144	144	144
Schwingfestigkeit, R=-1 bei 10 ⁷ , MPa	350	240	280	Not tested	420	260	370

Tabelle 1: Hier vorgestellte Legierungen und Eigenschaftsprofile, # geometrie-/halbzeugabhängig

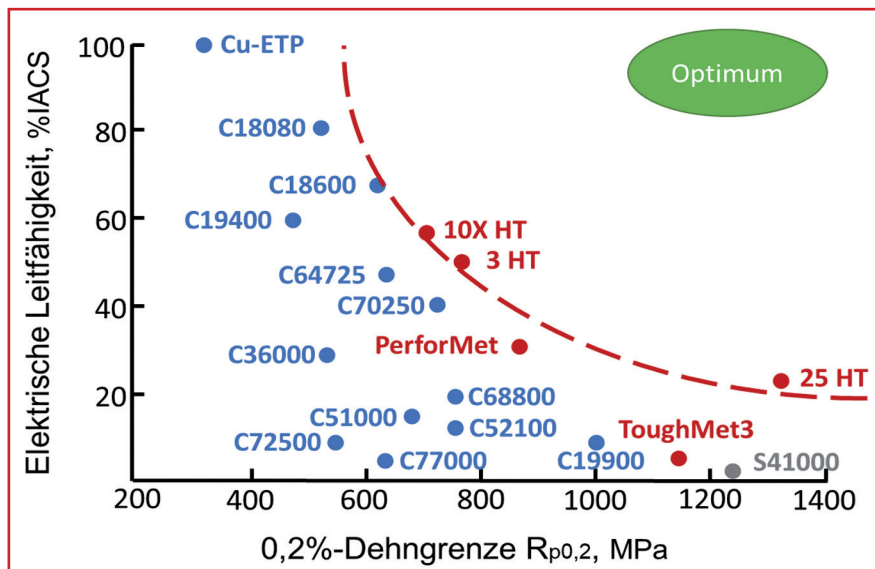


Bild 1: Zusammenhang zwischen Zugfestigkeit und elektrischer Leitfähigkeit für verschiedene Kupferbasislegierungen

bei höheren Temperaturen, was zu einem Einsatz in verschiedenen Motorbauteilen geführt hat. Dies wird später noch genauer beleuchtet.

Nickelbronzewerkstoffe (ToughMet®)

Auch wenn die Wirkung des Elements Beryllium auf den menschlichen Körper inzwischen gut erforscht ist und entsprechende Vorgaben zur Verarbeitung berylliumhaltiger Legierungen existieren [3], bestand vereinzelt den Wunsch, alternative Legierungskonzepte zu entwickeln, die auf dieses Element verzichten, aber trotzdem die Möglichkeit eröffnen, hochfeste Bauteile aus Kupferbasiswerkstoffen darstellen zu können. Die Nickelbronze-Legierungen ToughMet®2 (C72700) und ToughMet®3 (C72900) enthalten unterschiedlich hohe Gehalte an Nickel und Zinn und erreichen über eine spinodale Härtung hohe Festigkeiten und Härten, die teilweise mit denen der Legierung 25 vergleichbar sind. Diese Legierungen werden bei Materion in einem speziellen (und patentierten) Gießprozess, dem sogenannten EquaCast-Prozess, hergestellt. Mithilfe dieses Prozesses ist es möglich, extrem gleichmäßige und feinkörnige Gefüge einzustellen und eine sehr feine Verteilung der Legierungselemente zu erreichen, was zu sehr gleichmäßigen Eigenschaften und hoher Halbzeugqualität führt [4]. Durch die Kombination dieser Eigenschaften ergeben sich zusätzlich eine sehr gute Verschleißbeständigkeit und sehr gute Reibeigenschaften der Oberfläche. Der Zusatz von Nickel führt zudem zu einer im Vergleich zu den Cu-Be-Legierungen deut-

lich besseren Korrosionsbeständigkeit. Diese Eigenschaftskombination resultiert in einem vermehrten Einsatz in Hülsen und Lagern.

Werkstoffe mit besonderer thermischer Leitfähigkeit (PerforMet™)

Bei der Entwicklung der PerforMet™-Legierung stand die Kombination aus einer hohen Festigkeit mit einer sehr guten thermischen Leitfähigkeit im Vordergrund. Die Legierung ist mit Nickel, Silizium und Chrom legiert und generiert seine hohe Festigkeit durch die Ausbildung feiner Nickel-Silizide. Gegenüber anderen Legierungen findet bei höheren Temperaturen kein so deutlicher Festigkeitsabfall wie z.B. bei der Legierung 25 statt (Bild 2), und ähnlich wie bei den ToughMet®-Legierungen zeigt die PerforMet™-Legierung sehr gute Reibeigenschaften der Oberfläche, eine hohe

Verschleißbeständigkeit und eine sehr gute Korrosionsbeständigkeit, bedingt durch den höheren Nickelgehalt. Die sehr gute thermische Leitfähigkeit führt zu einer Neubewertung von Motorbauteilen, die nun größere Wärmemengen ableiten können.

Anwendungen und Herausforderungen

Bei der (Weiter-) Entwicklung von Verbrennungsmotoren steht in der Regel die Erhöhung der Leistungsdichte im Mittelpunkt. Diese ist entscheidend, um einerseits eine Maximierung der Leistung bei gleichem Hubraum zu erreichen oder andererseits die Leistung bei einem Motoren-Downsizing mindestens stabil zu halten. Die Motorleistung wird durch die Fähigkeit begrenzt, dem Verbrennungsraum Wärme zu entziehen und gleichzeitig einen entsprechenden Druckanstieg zu ermöglichen. Eine Überhitzung kritischer Teile wie Kolben und Ventile kann zu Fehlfunktionen des Motors sowie zu vorzeitigem Verschleiß oder sogar zum katastrophalen Bauteilausfall führen.

Ein begrenzender Faktor beim Downsizing ist die Fähigkeit der Brennkammermaterialien, die höheren Drücke und Temperaturen, die mit einem BMEP-Wert („Brake Mean Effective Pressure“) bei einem bestimmten Hubraum verbunden sind, zu ertragen. Die in Ventileführungen, Ventilsitzen und Kolbenringen verwendeten Materialien müssen zudem präzise Toleranzen und Passungen aufweisen und gleichzeitig die Wärme von den Hot Spots zum Kühlmittel ableiten, um höhere Endgastemperaturen zu vermeiden, die zu einer höheren Wahrscheinlichkeit hinsichtlich Klopfen und Vorzündungen führen können.

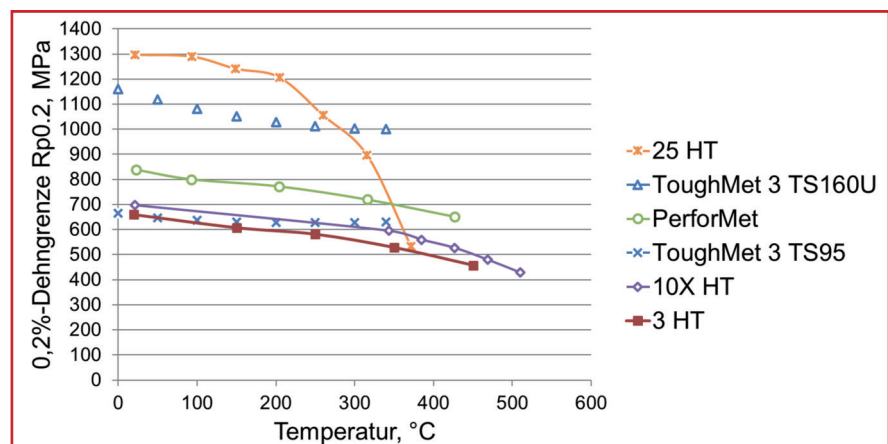


Bild 2: 0,2%-Dehngrenze aus dem quasi-statischen Zugversuch in Abhängigkeit von der Temperatur für verschiedene Legierungen

	25	PerforMet™	3	10X	ToughMet®3
Chemie	CuBe2	CuNiSi2Cr	CuNiBe	CuCoBeZr	CuNi15Sn8
Ventilsitze (Auslass)		X	X	X	
Ventilsitze (Einlass)	X	X			
Kolbenbolzen, Pleuelaugen	X	X			X
Kolbenringe		X			X
Ventilführungen	X	X	X	X	X
Anlaufscheiben					X

Tabelle 2: Anwendungsbereiche der betrachteten Legierungen (Auswahl)

In der Serienproduktion von Automobilen werden Ventilsitzringe, Ventilführungen und Kolbenringe traditionell aus Eisenbasiswerkstoffen hergestellt, hauptsächlich um einerseits eine möglichst hohe Haltbarkeit zu gewährleisten und andererseits die Kosten zu minimieren. Wie in der Rennsportindustrie schon seit Jahren bekannt, haben Eisenbasiswerkstoffe eine relativ hohe Reibung und eine geringe Wärmeleitfähigkeit, was eine Weiterentwicklung hin zu effizienten Motoren mit hohem BMEP erschwert. Legierungen auf Kupferbasis mit relativ hoher Leitfähigkeit und geringer Reibung werden daher üblicherweise schon seit Jahren für Ventilführungen und Ventilsitzringe im Rennsport verwendet, darunter die in Abschnitt 2 beschriebenen Legierungen 3 (C17510), 10X, 25 (C17200), PerforMet™ und die ToughMet®-Bronzen, wobei in Tabelle 2 die einzelnen Legierungen der entsprechenden Anwendung zugeordnet sind. All diese Legierungen zeigen eine günstige Kombination aus statischer und zyklischer Festigkeit, Wärmeleitfähigkeit, Wärmeausdehnungskoeffizient, Verschleiß- und Reibungseigenschaften sowie Korrosionsbeständigkeit. Im Falle von Kolbenringen ergeben sich daraus z.B. weitere interessante Möglichkeiten, auch im Hinblick auf das Kolbendesign:

- Ein leitfähiger Ring, der es ermöglichen würde, die Ringnut näher am Kolbenboden zu platzieren, wodurch eine Reduzierung des Spaltvolumen erreicht würde
- Ein Ringmaterial mit natürlich niedriger Reibung, so dass keine weitere Beschichtung erforderlich ist und der Verschleiß trotzdem reduziert werden könnte

Um die Vorteile der Legierungen auch für Serienfahrzeuge zu demonstrieren und belastbare Daten zu ermitteln, wurden diese einem mehrstufigen Testprogramm unterzogen, was im Folgenden vorgestellt wird.

CFD-Simulationen und Zylinder-Motorentests

Im Auftrag von Materion untersuchte GE Precision Engineering Ltd. die verfügbaren Materialoptionen und führte anschließend CFD-Simulationen („Computational Fluid Dynamics“) sowie Tests auf einem Einzylinder-Motorprüfstand durch. Ziel der CFD-Simulationen war es festzustellen, wie sich die Anwendung der in Abschnitt 2 genannten Legierungen auf die Komponententemperatur auswirkt, insbesondere auf Ventilsitze, -führungen und Kolbenringe, sowie die daraus resultierenden Auswirkungen auf Ventile, Zylinderkopf und Kolben. Die CFD-Modelle basierten auf dem Ultraboost-Motor, wie er in [5] vorgestellt wurde. Die nachfolgenden Prüfstandstests wurden mit einem 250-ccm-Moto3-Motor durchgeführt, um zu beurteilen, wie sich die Legierungen im Vergleich zu Standardwerkstoffen in Bezug auf die grundlegende Funktionalität verhalten.

Die Modellierung, deren Vorgehensweise in [6] genauer beschrieben ist, prognostizierte eine erhebliche Reduzierung der Kolben-, Ventil- und Kolben-, Ventil- und Zylinderkopftemperaturen. Ein oberer Kolbenring aus PerforMet™ mit hoher Wärmeleitfähigkeit senkt die Kolbentemperaturen im Vergleich zum gleichen Bauteil aus Stahl erheblich, je nach Bauteilbereich um bis zu 22°C. Die deutlichste Reduzierung der Temperatur mit Auslassventilsitzen aus PerforMet™ im Vergleich zu Auslassventilsitzen aus Stahl ist in Bild 3 zusammengefasst. Die Erhöhung der Wärmeleitfähigkeit der Sitze reduziert die durchschnittliche Temperatur der Kontaktstelle zwischen Sitz und Ventil (-48°C) und die maximale Ventiltemperatur (-47 °C). Des Weiteren wird die maximale Temperatur der Zylinderkopfbrücke auf der Abgasseite reduziert (-7 °C), womit ein

Ventilsitz mit größerem Durchmesser und besserer Durchströmung oder eine robustere Zylinderkopfkonstruktion mit geringerer Anfälligkeit für thermisch induzierte Rissbildung ermöglicht wird.

Die in den CFD-Simulationen erbrachten positiven Ergebnisse im Hinblick auf die Temperaturentwicklung im Verbrennungsmotor sagen allerdings nichts über die realen Eigenschaften der Materialien und deren Haltbarkeit in der Praxis aus. Daher wurden die Ventilsitze, -führungen und Kolbenringe aus verschiedenen Materialien im GE250R auf dem Prüfstand getestet, wobei hier der Einzylinder-Moto3-Motor von GEPE genutzt wurde, siehe [7]. Das Testprogramm entsprach einer Belastung von 1500h im Moto3-Zyklus. Vor und nach jedem Test wurden die Werte für das Ventilspiel, den Innendurchmesser, die Rundheit, die Zylindrizität und die Oberflächenrauheit der Ventilführung sowie das Ventilsitzprofil gemessen. Außerdem wurde vor und nach jedem Test eine grundlegende Dichtheitsprüfung der Ventile durchgeführt. Alle Materialien, die als Ventilsitze getestet wurden, zeigten keine messbaren Veränderungen durch den Motoraufbau in Bezug auf das Spiel oder die Auflagefläche. Die Ventilsitzprofile waren nach jedem Test unverändert, so auch die Ergebnisse der Dichtheitsprüfung. Lediglich die Ventilführungen aus einer Variante des ToughMet®3-Materials zeigten Verschleiß auf der Ober- und Unterseite. Die Kolbenringe aus PerforMet™ schnitten deutlich besser ab als erwartet. Die Legierung zeigte in 3 Dauertests von je 5h keinen Leistungsverlust gegenüber den Standardlegierungen. Untersuchungen nach dem Test zeigten keine Veränderung des Ringspalts und der Dicke, sowie keine Anzeichen von Ringbeschädigung und keine messbare Veränderung der Kolbennut. Details können wiederum [6] entnommen werden.

Motortests mit einem Serienmotor

Um die in Abschnitt 3.1 beschriebenen positiven Ergebnisse zu bestätigen und eine weitere Aussage bez. der Haltbarkeit zu erhalten, wurde ein Motortest an einem Serienmotor durchgeführt, siehe Bild 4. Dabei handelte es sich um einen Ford Ecoboost 2.3L RS-Motor, wie er beispielsweise im Ford Focus RS oder im Ford Mustang eingesetzt wird. Die Tests wurden von Cosworth in England durchgeführt, wobei hier der unveränderte Serienmotor

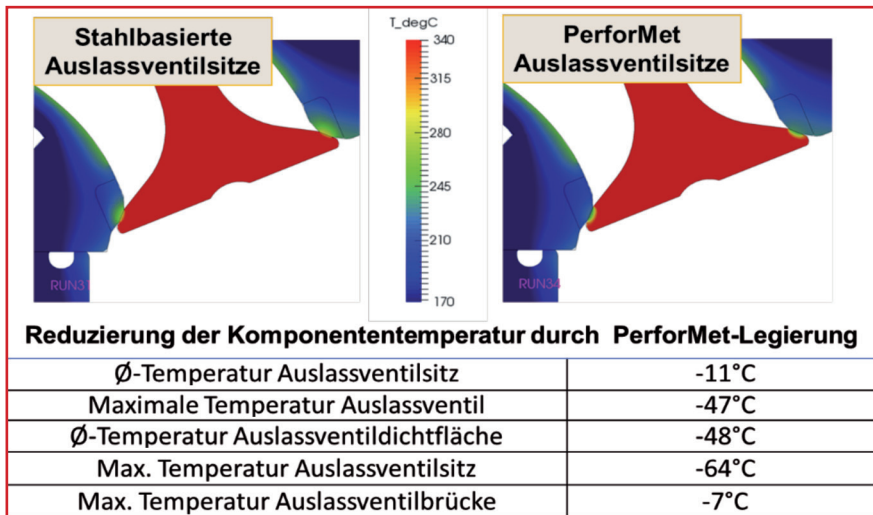


Bild 3: Simulative Berechnung der Bauteiltemperaturen mit Ventilsitzen (Auslass) aus PerforMet™

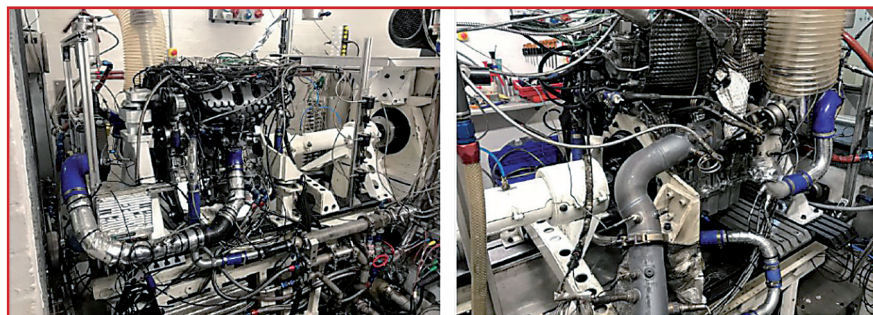


Bild 4: Teststands Aufbau des Motorentests bei Cosworth

mit einem modifizierten Motor verglichen wurde. Die Modifikation umfasste zum einen den Einsatz von u.a. Kolben, Pleuelringen, Pleuelstangen, Ventilsitze und Ventilführungen, teilweise aus den in Abschnitt 2 beschriebenen Werkstoffen sowie einigen designtechnischen Änderungen, die aus den Ergebnissen der früheren CFD-Simulationen und Einzylinder-Motorentests resultierten. Details zum Testaufbau und den -parametern finden sich in [8].

Durch den Einsatz anderer Werkstoffe und die durchgeführten Modifikationen konnte eine Reduzierung der oszillierenden Masse von 31 % gegenüber dem Serienmotor erreicht werden. Weiterhin wurden bei den Versuchen deutliche Verbesserungen bei Reibmoment und spezifischem Kraftstoffverbrauch deutlich. Bild 5 zeigt zusammenfassend die wichtigsten Ergebnisse. Die Haltbarkeit des modifizierten Motors konnte in den Versuchen festgestellt werden; es kam zu keinerlei Problemen bei den modifizierten Bauteilen. Eine anschließende Untersuchung der Bauteile zeigte z.B. an den Ventilsitzen und -führungen aus PerforMet™ keinen signifikanten Verschleiß oder Pittings. Auch

die Pleuelaugen aus ToughMet® zeigten nur geringen Verschleiß ohne funktionale Auswirkungen.

Zusammenfassung und Ausblick

In diesem Beitrag wurden verschiedene hochfeste Kupferbasiswerkstoffe und die dazugehörigen möglichen Anwendungen vorgestellt. Dabei zeigen diese Werkstoffe ein breites Eigenschaftsspektrum, wobei gerade in Verbrennungsmotoren die Eigenschaften Festigkeit (verbunden mit hoher Verschleißbeständigkeit und zyklischer Festigkeit) und thermische Leitfähigkeit von besonderer Bedeutung sind. Bei der Anwendung der beschriebenen Legierungen wurden mehrere Entwicklungsschrit-

te verfolgt. CFD-Simulationen lieferten in einem ersten Schritt positive Aussagen bezüglich der Temperaturentwicklung der betrachteten Motorkomponenten. Die durch die Simulationen erhaltenen Ergebnisse wurden anschließend in Ein- und Mehrzylinder-Motorentests überprüft und die Frage nach der Haltbarkeit der modifizierten Komponenten positiv beantwortet. Im Motorentest mit dem Serienmotor konnten zudem Vorteile bei Reibmoment und Kraftstoffverbrauch durch Gewichtsreduzierung der oszillierenden Massen nachgewiesen werden. Die vorgestellten Werkstoffe können einen wichtigen Beitrag beim weiteren Downsizing sowie bei einer Leistungsoptimierung bei bestehenden Verbrennungsmotoren leisten. Aufgrund hoher Beständigkeit der beschriebenen Werkstoffe gegenüber einer Wasserstoffversprödung könnten diese auch relevant sein bei zukünftigen Verbrennungsmotoren auf Wasserstoffbasis.

Literatur

- [1] Heikel, C.; Becker, U.: PKW-Antriebe im Überblick – Vergangenheit, Gegenwart und Zukunft, MTZ-Springer-Verlag, 06.12.2012
- [2] Hebling, C.: Wasserstoff als Wegbereiter der nachhaltigen Mobilität; MTZ-Fachtagung Heavy Duty-, On- und Off-Highway-Motoren, 10.-11.11.20, Mannheim
- [3] Bundesanstalt für Arbeitsschutz und Arbeitsmedizin (BAuA), TRGS900, Juni 2017
- [4] Cribb, R.; Gedeon, M.J.; Gresing, F.C.: Performance Advances in Copper-Nickel-Tin Spinodal Alloys, Advanced Materials & Processes, September 2013, S. 20-25, ASM International
- [5] Turner, J.; Popplewell, A.; Patel, R.; Johnson, T.: Ultra Boost for Economy: Extending the Limits of Extreme Engine Downsizing, SAE Int. J. Engines 7(1), S. 387-417, 2014
- [6] Improving Engine Performance with High Performance Alloys, <https://materion.com/access-forms/improving-engine-white-paper>
- [7] Race Engine Technology Magazine, May 2016
- [8] Tricker, D.; Egger, A.; Krus, D.; Bredda, S.: Impact of High Performance Combustion Chamber Alloys on Fuel Efficiency, SAE Int. J. Adv. & Curr. Prac. in Mobility 2(5), S. 2918-2924, 2020

(1) Dr. Andreas Frehn, Steffen Mack, Ulrich Greschner, Materion Brush GmbH, Motorstraße 34, 70499 Stuttgart

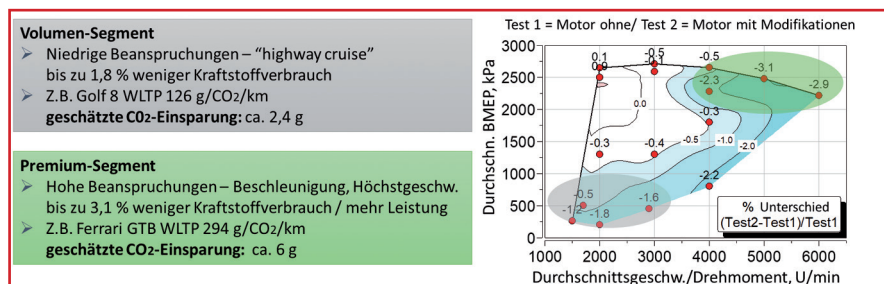


Bild 5: Ermittelte Versuchswerte und Abschätzung der Einsparung von Kraftstoff und CO₂

Entwicklung und Charakterisierung von ausscheidungshärtenden Legierungen im System Cu-Ni-Al

Eisenbart, M. (1); Friedmann, V. (2); Preussner, J. (2); Bauer, F. (1), Warres, C. (3), Lutz, T. (3); Klotz, U.E. (1)

In einem Forschungsvorhaben zur Entwicklung von hochfesten Kupferlegierungen mit hoher elektrischer Leitfähigkeit wurde das Legierungssystem Cu-Ni-Al umfangreich untersucht. Als vierte Legierungselemente wurden Co, Cr, Fe und Mn, Sn, Ti systematisch untersucht. In diesem Artikel wird auf das System Cu-Ni-Al-Fe näher eingegangen. Mit Hilfe der vorgestellten experimentellen Methoden können sehr viele Legierungszusammensetzungen mit Eigenschaften in Abhängigkeit von der Wärmebehandlung korreliert werden. Automatisierte Berechnungen der Gleichgewichts-Thermodynamik liefern Aussagen über die konzentrationsabhängige Phasenbildung. Fokus der Berechnungen war die härtende Phase Ni₃Al, die sich in der Kupfer-Mischkristallmatrix ausscheidet. Durch die Kombination beider Methoden ergibt sich ein Verständnis des Legierungssystems bezüglich Phasenbildung und Aushärtungsverhalten. Nach den High-Throughput-Analysen wurden ausgewählte Ziellegierungen genauer mikroskopisch untersucht. Um die fein verteilten Ni₃Al-Ausscheidungen darstellen zu können, wurden diese Analysen im Transmissionselektronenmikroskop (TEM) durchgeführt.

Kupferlegierungen finden unter anderem als Steckverbinder ein breites Einsatzgebiet. Durch die fortschreitende technische Entwicklung steigen die Anforderungen an die verwendeten Werkstoffe. Platz- und Gewichtsreduktion stehen bspw. bei der Miniaturisierung im Vordergrund. Dadurch treten höhere Kräfte und Temperaturen in kleineren Werkstoffvolumina auf, während die Funktion zuverlässig erfüllt werden muss. Auch rücken zunehmend umwelttechnische und gesundheitliche Aspekte bei der Werkstoffauswahl in den Fokus. Besonders betroffen sind hierbei berylliumhaltige Kupferlegierungen. Diese besitzen zwar hervorragende mechanische und elektrische Eigenschaften, werden jedoch hinsichtlich gesundheitlicher Bedenken und strategischer Bedeutung als kritisch eingestuft. Beryllium hat eine karzinogene Wirkung und die bei der Bearbeitung berylliumhaltiger Werkstoffe entstehenden Stäube können schwere Lungenerkrankungen hervorrufen. Darüber hinaus wird Beryllium in nur wenigen außereuropäischen Ländern und Firmen produziert, wodurch ein

ungünstiges Abhängigkeitsverhältnis für den europäischen Wirtschaftsstandort besteht. Daher wird an Alternativen zu CuBe-Legierungen geforscht.

Die Entwicklung neuer Legierungen ist ein kosten- und zeitintensiver Prozess, welcher durch Nutzung von High-Throughput Methoden deutlich beschleunigt werden kann [Klotz 2018]. Dabei werden in einer Probe gleichzeitig eine Vielzahl an Legierungszusammensetzungen experimentell hergestellt und analysiert. Begleitet wurden die Analysen von automatisierten thermodynamischen Berechnungen zur Phasenbildung. Dabei konnte das System Cu-Ni-Al als potentiell vielversprechend für die Entwicklung neuer hochfester Legierungen identifiziert werden. In einer zweiten Phase wurden verschiedene vierte Legierungselemente zulegiert und deren Einfluss auf Phasenbildung und Eigenschaften untersucht.

Legierungsscreening mit Diffusionspaaren

Bei der Herstellung eines Diffusionspaares werden binäre Kupferbasislegierungen bei

ca. 900 °C unter mechanischem Druck diffusionsverschweißt. Durch eine anschließende Glühung bei ca. 900 °C erfolgt die gegenseitige, weiträumige Diffusion der Legierungselemente, wodurch sich ein Legierungsgradient in der Diffusionszone einstellt. Unterschiedliche Positionen entlang des Gradienten entsprechen damit unterschiedlichen Legierungszusammensetzungen. Diese Methode zum Legierungsscreening wurde 2018 auf dem Kupfersymposium präsentiert und in [Klotz 2018] sowie [Ratschb 2018] beschrieben.

Im hier beschriebenen Projekt wurden die Ausgangslegierungen CuAl_{4,2}, CuNi_{9,5} und CuFe₃ (Angaben in Gewichts-%) verwendet. Die Legierung CuFe₃ lag als Stab vor, auf den Ringe der Legierungen CuNi_{9,5} und CuAl_{4,2} aufgesteckt wurden (Bild 1). Nach der Diffusionsverschweißung folgte eine Glühung in einem Rohröfen bei 900 °C für zwei Wochen. Daraus ergab sich eine Diffusionszone im quaternären Legierungssystem Cu-Ni-Al-Fe. Um die Oxidation der Probenoberfläche zu minimieren, wurde der Röhrenofen permanent mit Argon gespült, die Probe war zudem mit Titanspänen bedeckt.

Die Probe wurde nach Abschluss der zweiwöchigen Glühung in Wasser abgeschreckt, anschließend mittels radialer Schnitte zerteilt, um die resultierenden vier Teile weiter untersuchen zu können. Drei der Probenstücke wurden nach dem Lösungsglühen und Abschrecken für 3 h bei 346 °C, 402 °C bzw. 455 °C ausgelagert und anschließend metallographisch präpariert. Am lösungsgeglühten Zustand wurde eine EDX-Rastermessung durchgeführt, bei der der Abstand zwischen den einzelnen Messpunkten in horizontaler und vertikaler Richtung jeweils 50 µm betrug. Schließlich wurden in diesem Messbereich Härtemessungen (HV0.025) mit den gleichen Abständen durchgeführt

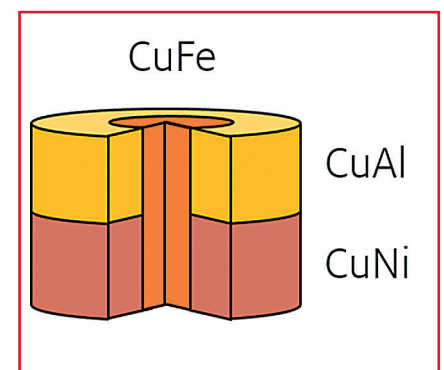


Bild 1: Schematische Darstellung des Aufbaus der Diffusionsprobe

und mit den EDX-Messungen überlagert. Auch an den ausgelagerten Proben wurden diese Härtemessungen durchgeführt und mit der EDX-Messung des geglühten und abgeschreckten Zustands überlagert. Die Vorgehensweise erlaubt es, gleichzeitig an einer Vielzahl von Legierungszusammensetzungen Aussagen über die mechanischen Eigenschaften zu treffen [Ratschb 2018]. Durch den Vergleich der Härten bei unterschiedlichen Auslagerungstemperaturen erhält man Informationen darüber, welche Zusammensetzungen im betrachteten Konzentrationsbereich Potential für eine Ausscheidungshärtung besitzen.

Ergebnisse

Legierungsscreening mit Diffusionspaaren

In Bild 2 ist der Schliff der Probe im Diffusionsbereich zu sehen. Jede Härtemessung ist dabei anhand der EDX-Messung einer individuellen chemischen Zusammensetzung zuzuordnen. Es ist gut zu erkennen, wo sich ein Bereich mit hoher Härte ausgebildet hat. In diesem Bereich erfolgte auch

die Präparation einer TEM-Lamelle zur Untersuchung der Mikrostruktur.

Das EDX-Raster der geglühten Probe wurde den Härterastern der vier Zustände lösungsgeglüht sowie ausgelagert bei 346 °C, 402 °C bzw. 455 °C möglichst genau zugeordnet. Für die Darstellung der Ergebnisse wird auf eine etwas vereinfachende Darstellung zurückgegriffen, wobei die quaternären Zusammensetzungen (Cu-Al-Ni-Fe) auf Anteile der ursprünglich verwendeten binären Ausgangslegierungen CuAl_{4,2} CuNi_{9,5} und CuFe₃ zurückgerechnet werden. Das erlaubt die Auftragung der Härtewerte über dem gewählten Zusammensetzungsbereich und eine Identifikation interessanter Zusammensetzungsbereiche auf einen Blick. Die Methode und ihre Grenzen in der Darstellung sind in [Ratschb 2018] genauer beschrieben. Bild 3 zeigt Härtekarten für den lösungsgeglühten Zustand sowie die ausgelagerten Zustände nach einer dreistündigen Auslagerung bei 346 °C bzw. 402 °C. Der Vergleich eignet sich besonders gut für die Identifizierung ausscheidungshärtender Legierungen. Die Auswertung zeigt, dass sich im System Cu-

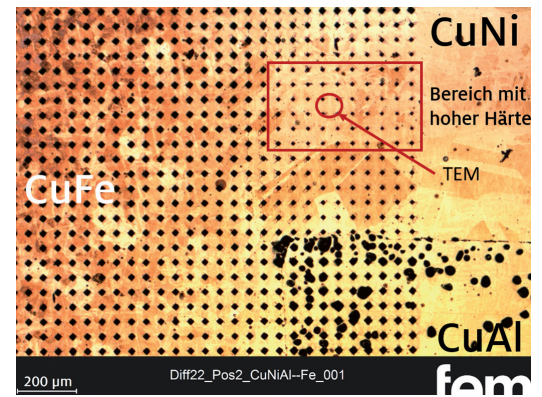


Bild 2: Schliff der Probe, die bei 455°C für 3h geglüht wurde, der Bereich mit hoher Härte ist markiert sowie die Position der Probenentnahme für TEM-Untersuchung

Ni-Al-Fe, insbesondere in einem Bereich mit gleichzeitig hohem Ni- und Al-Gehalt, hohe Härten erzielen lassen.

Evaluierung der Phasenbildung mittels CALPHAD

Das Legierungsscreening wurde durch thermodynamische Simulationen unterstützt. Basis der rechnerischen Analysen

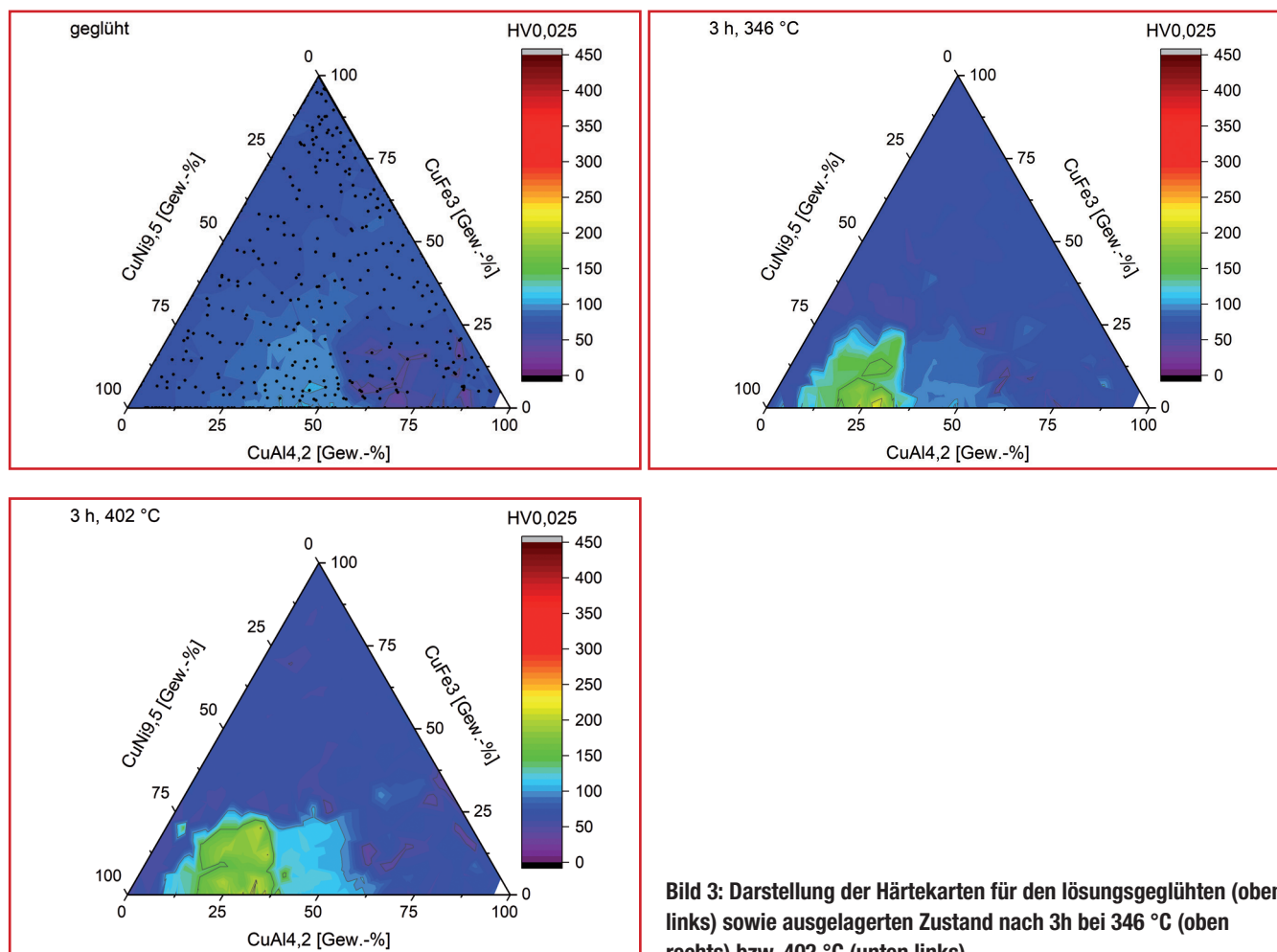


Bild 3: Darstellung der Härtekarten für den lösungsgeglühten (oben links) sowie ausgelagerten Zustand nach 3h bei 346 °C (oben rechts) bzw. 402 °C (unten links)

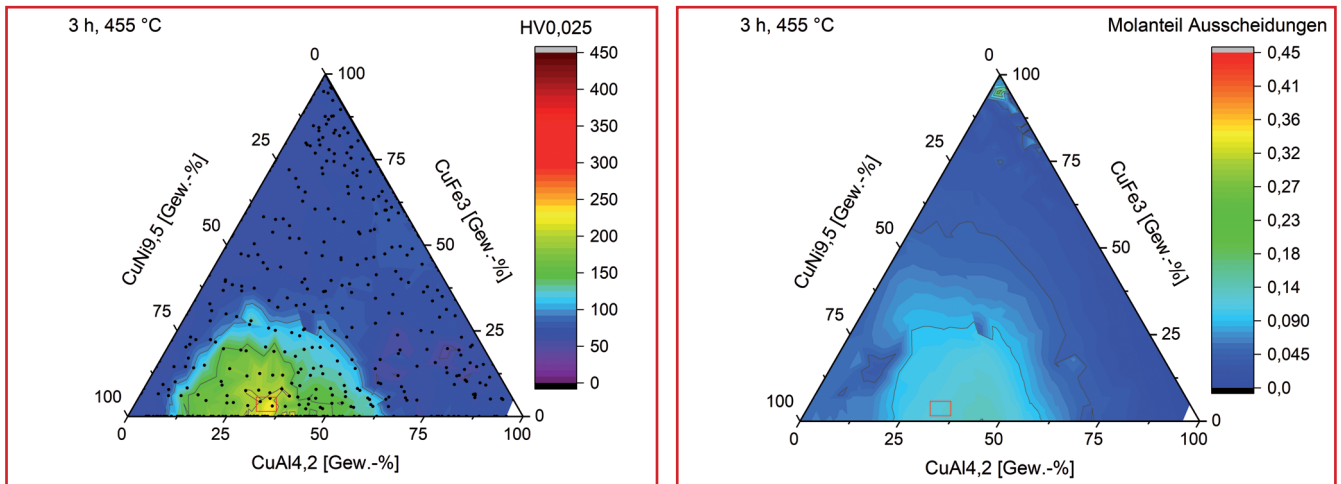


Bild 4: Härtekarte der Diffusionsprobe Cu-Ni-Al-Fe im ausgelagerten Zustand 455 °C für 3 h (links) und berechnete Ausscheidungsphasenanteile im thermodynamischen Gleichgewichtszustand (rechts), die ungefähre Position der TEM-Probe ist in beiden Diagrammen eingezeichnet

waren die bis zu 1.650 unterschiedlichen chemischen Zusammensetzungen, die mittels EDX gemessen wurden, siehe Kapitel 3. Um die Vielzahl an Berechnungen durchführen und auswerten zu können, wurden diese automatisiert durchgeführt. Mit einem in der Programmiersprache Python eigens erstellten Skript wurden die zahlreichen chemischen Zusammensetzungen maschinell eingelesen und die thermodynamischen Simulationen mit der Software ThermoCalc2020a [Anderson 2002] unter Verwendung der thermodynamischen Datenbank TCCU3 [TCCU3 2020] und der Schnittstelle TC Python [TQ SDK 2020] automatisiert gestartet. Die Auswertung und Visualisierung der Berechnungen erfolgte im gleichen Rechenvorgang unter Verwendung von öffentlich zugänglichen Python-Bibliotheken. Es wurden Matrix- und Phasenanteile sowie der Molanteil der Elemente in der

Matrix bei Raumtemperatur der Diffusionsproben Cu-Ni-Al-Co, Cu-Ni-Al-Fe, Cu-Ni-Al-Co-Sn und Cu-Ni-Al-Co-Mn berechnet, welche am fem umfangreich charakterisiert wurden. In Bild 4 sind beispielhaft die Ergebnisse der Härtemessungen der Diffusionsprobe Cu-Ni-Al-Fe im ausgelagerten Zustand (455 °C/3 h, links) den berechneten Ausscheidungsphasenanteilen bei 455 °C gegenübergestellt (rechts).

Laut thermodynamischen Berechnungen treten im Cu-Ni-Al-Fe System Ausscheidungen mit zwei unterschiedlichen Kristallstrukturen auf, deren Phasenanteile in Bild 5 dargestellt sind. Die kubisch raumzentrierte B2-Struktur beinhaltet die intermetallische Phase NiAl. Diese tritt bei ca. 50 % CuAl_{4,2} auf (Bild 5, links). Daneben bildet sich bei niedrigeren Gehalten von CuAl_{4,2} die intermetallische Phase Ni₃Al mit L1₂-Struktur (Bild 5, rechts).

Die thermodynamisch stabilen Ausscheidungsphasenanteile korrelieren nur indirekt mit resultierenden Härten. Die Härte hängt u.a. stark von der Verteilung der Größe der Ausscheidungsphasen ab, die hier nicht berechnet wurde. Die Vorgehensweise zeigt jedoch, dass man auch mit stark vereinfachten Randbedingungen Korrelationen zwischen dem berechneten Anteil der Ausscheidungsphase und der resultierenden Härte herstellen kann.

Mikrostrukturcharakterisierung im TEM

Die Charakterisierung der Mikrostruktur erfolgte mit einem Jeol ARM 200F Transmissionselektronenmikroskop. Das Übersichtsbild von zwei Körnern aus dem Zielbereich zeigt die Position der Feinbereichselektronenbeugung, siehe Bild 6. Die Position der Feinbereichsblende ist durch einen gelben Kreis gekennzeichnet. Im

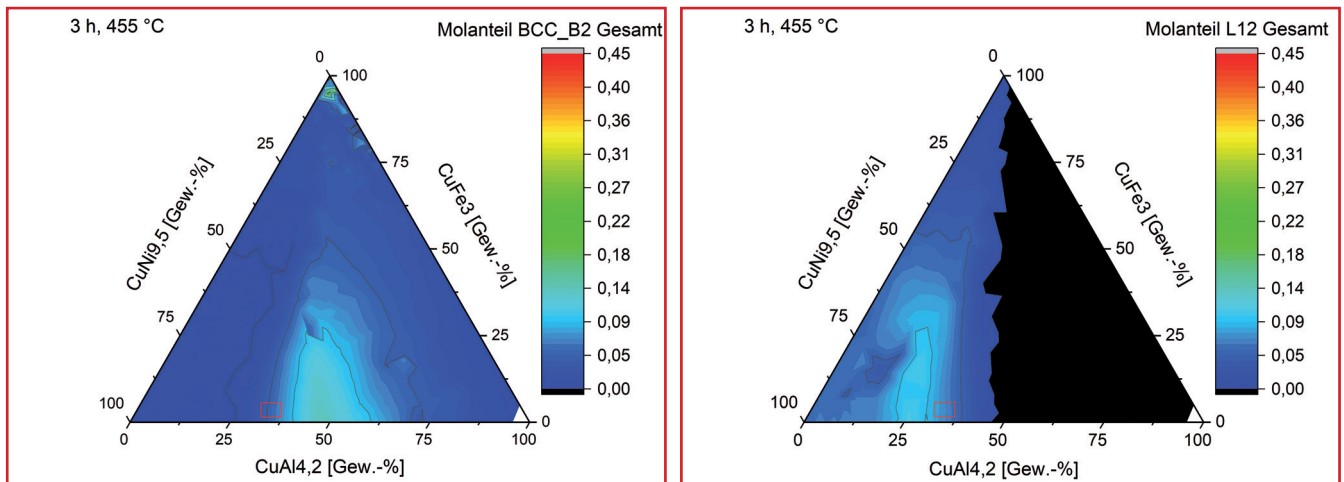


Bild 5: Berechneter Anteil aller Phasen mit B2-Struktur (links) und L12-Struktur (rechts), die ungefähre Position der TEM-Probe ist in beiden Diagrammen eingezeichnet

Beugungsbild, [100]-Zonenachse, (Ecke links) wurde die Ni_3Al Phase identifiziert. Zwischen den intensiven Reflexen der Matrix sind die Überstrukturreflexe der Ni_3Al -Phase erkennbar. Die ADF (Angular Dark Field) Abbildung (Bild 6, mitte) zeigt helle und dunkle Bereiche. Die dunklen Bereiche repräsentieren zum Teil die Versetzung in der Matrix.

Das EDX-Mapping (in Bild 6 rechts oben) zeigt die Matrix (blau) und die Ni-Verteilung, hier stellvertretend für die Ni_3Al -Phase, als streifenförmig angeordneten Strukturen in grün. In Bild 6 rechts unten ist eine Überlagerung der ADF Abbildung in blau, und der Ni EDX-Abbildung in grün dargestellt. Diese Darstellung lässt ein Festpinnen von Versetzungen an Ausscheidungen vermuten.

Die Abbildung von Versetzungen im Transmissionselektronenmikroskop ist nicht eindeutig, da diese erst abhängig vom Kippwinkel und der Kristallorientierung sichtbar werden. D.h. die Probenorientierung trägt unterschiedlich zur Kontrastentstehung bei und lässt Versetzungen gegebenenfalls vergrößert erscheinen. Im Gegensatz zu Versetzungen, die beispielsweise als klare feine Line erscheinen können, wenn die Ebene senkrecht zur optischen Achse liegt.

Zusammenfassung und Ausblick

Anhand der automatisierten thermodynamischen Berechnungen und der experimentellen High-Throughput-Analysen wurden im Legierungssystem Cu-Ni-Al-Fe Bereiche mit einem hohen Anteil an potentiell festigkeitssteigernden Phasen bzw. Bereiche mit hoher Härte identifiziert. Mittels TEM-Untersuchung konnten dort anschließend fein verteilte Ni_3Al -Ausscheidungen nachgewiesen werden. Die Wirkung der Phase Ni_3Al ist insbesondere in Nickelbasissuperlegierungen bekannt. Dort trägt sie auch bei hohen Temperaturen intensiv zur Festigkeitsstei-

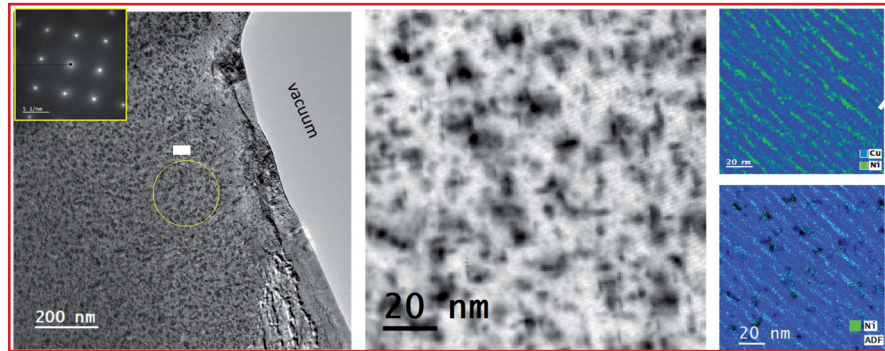


Bild 6: STEM-Strukturanalyse: STEM Abbildungen mit Position der Feinbereichsblende (links); Diffraktogramm (Ecke links) zeigt Beugungsreflexe der L12 geordneten Ni_3Al -Phase; ADF-Abbildung (mitte); EDX-Mapping Ni (grün) und Cu (blau) (oben rechts) und Überlagerung ADF Abbildung (blau) mit Ni EDX-Mapping (grün) (unten rechts)

gerung bei. Weiterführende Untersuchungen im System Cu-Ni-Al zeigten bereits, dass sich auch in Kupferlegierungen durch diese Phase hohe Festigkeiten erzielen lassen [Bauer 2019]. Durch Industriepartner wurden erste Versuche mit dem Legierungssystem Cu-Ni-Al durchgeführt, um die Verarbeitbarkeit zu bewerten. Weitere Analysen der mechanischen, elektrischen und korrosiven Eigenschaften sind nötig, um auch den industriellen Einsatz bewerten zu können.

Danksagung

Unser Dank gilt besonders Frau Dr. Karin Ratschbacher für die Herstellung und Untersuchung der Diffusionsproben. Wir danken dem Ministerium für Wirtschaft, Arbeit und Wohnungsbau Baden-Württemberg, das im Rahmen des Förderprogramms „Innovative Rohstoffnutzung in KMU“ das vorliegende Projekt „Berylliumersatz in Kupferlegierungen (CuBiK)“ Az: 3-4330.62-FEM/46 finanziell unterstützt hat. Weiterer Dank gilt den am Projekt beteiligten Partnern aus der Industrie: Agosi AG, Robert Bosch GmbH, G. RAU GmbH & Co. KG, Indutherm GmbH, Nonnenmacher GmbH, Wieland-Werke AG und Deutsches Kupferinstitut (DKI).

Literatur

- [Bradley 1938] A. J. Bradley, H. Lipson, „An X-Ray investigation of slowly cooled copper-nickel-aluminium alloys“, *Proceedings of the Royal Society A*, Bd. 167, Nr. 930, S. 421–438, 1938, doi: 10.1098/rspa.1938.0139.
- [Anderson 2002] J.O. Andersson, T. Helander, L. Höglund, P.F. Shi, B. Sundman, (2002), „Thermo-Calc and DICTRA, Computational tools for materials science“ *Calphad*, 26, 273-312.
- [TCCU3 2020] Thermo-Calc Software TCCU3 Cu-alloys database
- [Klotz 2018] U.E. Klotz, M. Eisenbart, K. Ratschbacher, „Neuartige Screeningmethode zur Legierungsentwicklung auf Basis von Diffusionspaaren“, *METALL Zeitschrift für Metallurgie*, Bd. 72, S. 430–433, 2018.
- [Ratschb 2018] K. Ratschbacher, U.E. Klotz, M. Eisenbart, „Diffusion samples as a high-throughput screening method for alloy development“, *Materials Science and Technology (United Kingdom)*, Bd. 36, Nr. 8, S. 925–932, 2020, doi: 10.1080/02670836.2018.1491932.
- [Bauer 2019] F. Bauer, M. Eisenbart, U.E. Klotz, „Development of high-strength Cu-Ni-Al alloys“, *METALL*, Bd. 73, Nr. 11, S. 428–431, 2019.
- [MOBCU3 2020] Thermo-Calc Software MOBCU3 Cu-alloys database
- [TQ SDK 2020] TQ-Interface SDK Programmer Guide 2020b

- (1) *fem Forschungsinstitut Edelmetalle und Metallchemie, Schwäbisch Gmünd*
- (2) *Fraunhofer Institut für Werkstoffmechanik IWM, Freiburg*
- (3) *NMI Naturwissenschaftliches und Medizinisches Institut an der Universität Tübingen, Reutlingen*

Gefügeentwicklung von Bleibronze in Abhängigkeit von den Abkühlbedingungen beim Sandguss

Schulz, I. (1); Weichert, S. (1); Reuß, J. (2); Katrakova-Krüger, D. (1)

Bronzelegierungen mit unterschiedlichem Bleigehalt werden nach wie vor vorrangig als Werkstoffe für Gleitlager eingesetzt, da diese sehr gute Gleit- und Notlaufeigenschaften auch bei zeitweiligem Schmierstoffmangel aufweisen. Deren Herstellung kann sowohl im Sand- als auch im Schleuderguss erfolgen. Die spezifischen Eigenschaften der Gleitlager werden vom Gefüge des verwendeten Werkstoffs beeinflusst, das wiederum von der chemischen Zusammensetzung und den Herstellungsbedingungen, wie z.B. der Abkühlgeschwindigkeit und der Bauteilgröße abhängig ist. Am Beispiel von CuSn7Pb15 zeigt dieser Beitrag die Auswirkungen unterschiedlicher Abkühlgeschwindigkeit auf das Gefüge. Aufgrund der stark unterschiedlichen Härten im mehrphasigem Gefüge liegt ein besonderer Augenmerk auf der Präparation. Um die bei der Erstarrung der Gusslegierung auftretenden Unterschiede in der Gefügeentwicklung gegenüberzustellen, ist bei der Präparation eine möglichst verformungsfreie Probenoberfläche notwendig, da nur so die für die Erfassung und Auswertung relevanten Merkmale herausgearbeitet werden können. Die für die Charakterisierung des Gefüges und der chemischen Zusammensetzung, insbesondere des Bleianteils und der Bleiverteilung zielführende Präparationsmethode wird vorgestellt.

Für die Bronzelegierung CuSn7Pb15 ergeben sich durch die geringe Härte der Matrix und das in der Legierung enthaltene Blei besondere Anforderungen an die metallographische Präparation. In diesem Beitrag werden die verschiedenen Präparationsmethoden für eine möglichst verformungsfreie Probenoberfläche zur Darstellung des wahren Gefüges gegenübergestellt und die Ergebnisse bei der licht- und rasterelektronischen Gefügeanalyse bezüglich der Auswertbarkeit verglichen. Ferner wird die Gefügeentwicklung bei

einer sehr langsamen und einer hohen Abkühlgeschwindigkeit unter dem Aspekt der chemischen Zusammensetzung, insbesondere Bleigehalt und Morphologie der Bleipartikel sowie der Korngröße des erstandenen Gefüges betrachtet. Die Qualität der möglichst verformungsfreien Oberfläche wurde licht- und rasterelektronenmikroskopisch beurteilt und eine Korrelation zwischen den hierbei ermittelten Werten und den Herstellungsparametern geschaffen.

Präparationsmethoden

Die getrennten Proben wurden in Form von Makro- und Mikroschliffen metallographisch von Hand, mit halbautomatischem Schleif- und Poliergerät, Vibrationspolitur und elektrolytischem Polieren präpariert. Beim Nasstrennen eignen sich SiC-Scheiben für weiche Materialien für kleine Abmessungen, größere Teile ließen sich mit Diamanttrennscheiben deutlich besser trennen. Zum Warmeinbetten wurde ein Einbettmittel auf Epoxidharzbasis verwendet, kupferhal-

tige leitfähige Einbettmittel sind für die nachfolgende REM-Analyse gut geeignet. Zum Plan- und nachfolgendem Feinschleifen wurde SiC-Papier (P320, P600, P1000 und P4000) entweder auf einem halbautomatischen Schleif- und Poliergerät mit 5N (Einzelproben) Gleichlauf verwendet oder die Präparation von Hand durchgeführt. Kunstharzgebundene Diamantschleifscheiben (54 µm und 18 µm) erzeugten in dem extrem weichen Material trotz niedrigem Anpressdruck zu viele tiefe Kratzer, die in den folgenden Präparationsschritten nicht restlos entfernt werden konnten (Bilder 01 und 02). Es folgte eine Diamantpolitur auf einem niedrig geflockten Polierrtuch mit 1 µm Diamantsuspension (Bild 03), eine Endpolitur mit OPS (0,05 µm) mit einem Zusatz von NH₃ + H₂O auf einem mittelhart geflockten Polierrtuch und ein anschließendes Spülen auf dem Polierrtuch mit destilliertem Wasser für 30 – 60 Sekunden (Bild 04). Alle Bilder wurden von der jeweils gleichen Stelle aufgenommen, die Bleipartikel waren sichtbar, Kratzer der vorherigen Präparationsschritte hatten sich verringert.

Bei der anschließenden Vibrationspolitur (Saphir Vibro von ATM Qness GmbH) mit OPS 0,05 µm unter Zugabe von NH₃ + H₂O über 4 Stunden erhöhte sich die Anzahl der sichtbaren Bleipartikel deutlich (Bilder 05 und 06). Diese Präparationsmethode führt zu einer Probenoberfläche ohne große Verformungen in der Matrix, auch kleine Bleipartikel werden so präpariert, dass sie nicht durch das duktile Grundmaterial verschmiert sind.

Als alternative Präparation wurde das elektrolytische Polieren genutzt, (LectroPol-5 Struers GmbH), ein phosphorsäurebasierter Elektrolyt erwies sich als geeignet. Damit sich dieser während der Politur nicht erwärmt, kam eine an das Gerät angeschlossene externe Kühlung

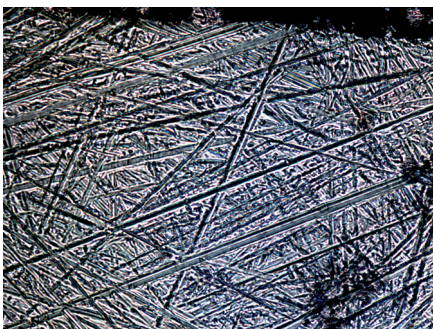


Bild 01: Probenoberfläche nach Feinschleifen mit Diamantschleifscheiben bis 18 µm

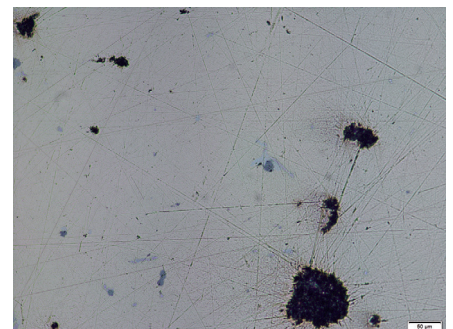


Bild 02: Probenoberfläche nach Feinschleifen mit SiC-Papier P4000

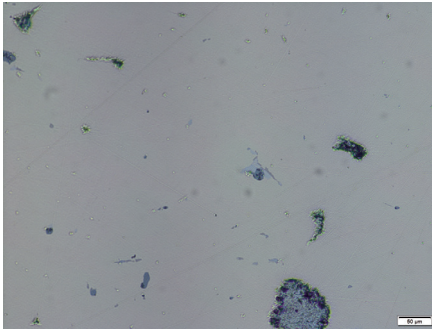


Bild 03: Probenoberfläche nach Diamantpolitur 1 µm

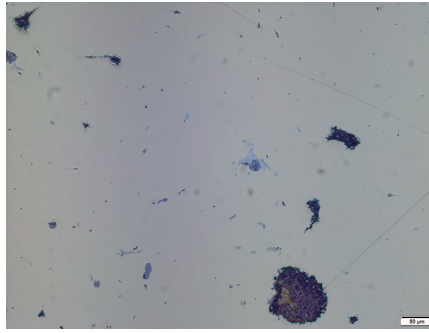


Bild 04: Probenoberfläche nach Politur mit OPS

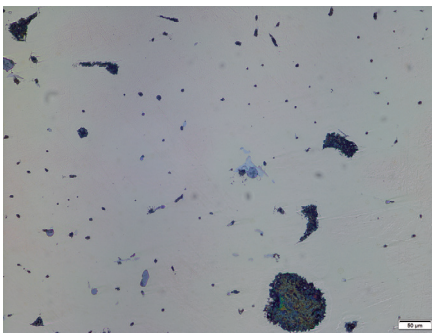


Bild 05: Probenoberfläche nach 1 h Vibrationspolitur

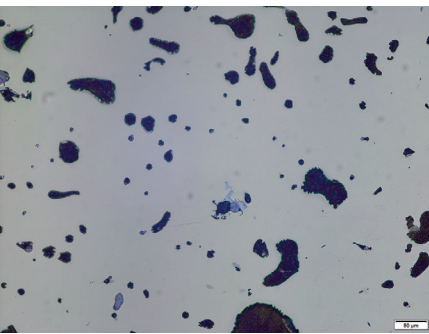


Bild 06: Probenoberfläche nach 3 h Vibrationspolitur

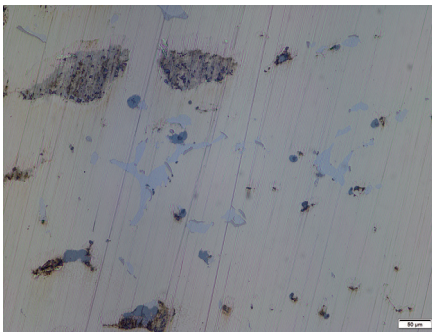


Bild 07: Probenoberfläche nach Feinschleifen mit SiC-Papier P4000

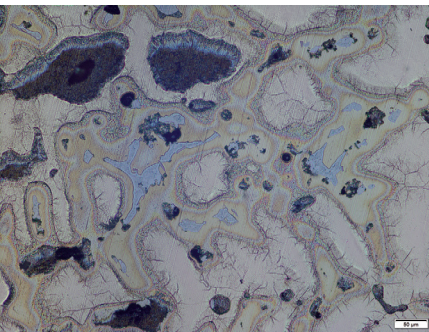


Bild 08: Probenoberfläche nach elektrolytischer Politur (0,37 A, 7 V, Flussrate 13, 13 sec.)

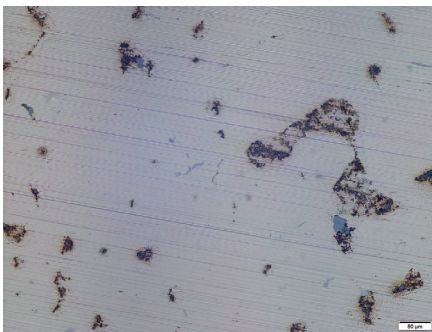


Bild 09: Probenoberfläche nach Feinschleifen mit SiC-Papier P4000

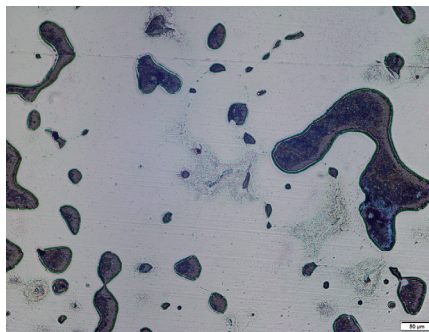


Bild 10: Probenoberfläche nach elektrolytischer Politur (1,73 A, 23 V, Flussrate 13, 3 sec.)

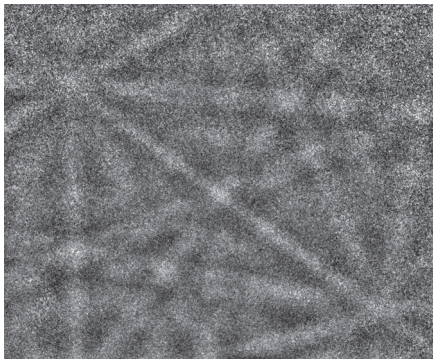
zum Einsatz. Gute Ergebnisse wurden mit hohen Werten für Spannung und

Stromstärke und sehr kurzen Polierzeiten erreicht (Bilder 07 – 10).

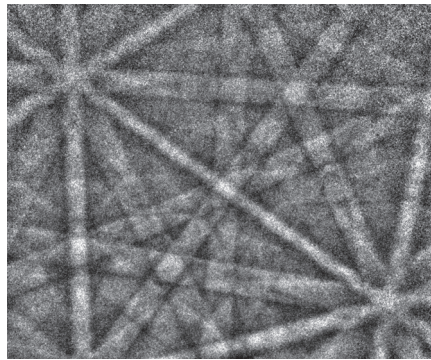
Um zu überprüfen, ob die Probenoberfläche nach den entsprechenden Präparationen auch möglichst verformungsfrei ist, wurden mittels Elektronenrückstreubeugung (Electron BackScatter Diffraction, EBSD) entsprechende Pattern aufgenommen. Sowohl die langwierige Präparation mit insgesamt vier Stunden Vibrationspolitur als auch das elektrolytische Polieren mit hoher Spannung und Stromstärke und kurzen Polierzeiten zeigten gut auswertbare Ergebnisse für die Matrix (Bilder 11a – c). Die Bereiche des Bleis ergaben keine auswertbaren Pattern, da aufgrund der geringen Härte des Bleis diese Stellen deutlich tiefer lagen. Diese Reliefbildung wurde auch schon in [1] beschrieben. Um auch Blei mittels EBSD zu charakterisieren muss die Präparation weiterentwickelt werden.

Ermittlung des Bleigehaltes und der -verteilung

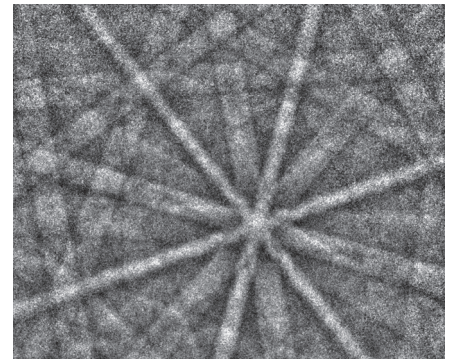
Die Verteilung und Größe der Bleipartikel in der Legierung ist abhängig von der Abkühlgeschwindigkeit. Bei langsamen Abkühlgeschwindigkeiten bilden sich mehr große Bleipartikel aus, viele kleine feinverteilte Bleipartikel entstehen bei schnelleren Abkühlgeschwindigkeiten. Je nach Größe der Gussstücke und Gießverfahren können die Abkühlgeschwindigkeiten auch über den Durchmesser variieren und es damit zu unterschiedlichen Ausbildungen der Bleipartikel und zu Schwankungen des Bleigehaltes innerhalb eines Gussstückes kommen (Bild 12). Der ermittelte Bleigehalt ist sehr stark von der noch vorhandenen Verformung der Probenoberfläche und damit von der verwendeten Präparationsmethode abhängig. Um den bei der Ermittlung des Bleigehaltes mittels lichtmikroskopischer Phasenanalyse erforderlichen Kontrast zwischen Blei und Matrix zu erhalten, wurden Bilder ausgewertet, die im REM SU5000 (Fa. Hitachi High-Tech Europe GmbH) mittels BSE-Kontrast (Materialkontrast mittels Rückstreuelektronen - BackScatteredElectrons) aufgenommen wurden, Blei erscheint hell in dunkler Matrix (Bild 13). Damit war auch eine eindeutige Unterscheidung zwischen dem Blei und den vorhandenen Mikrolunkern möglich. Im Bild 14 sind die nach den verschiedenen Präparationsschritten an einer Probe ermittelten Bleigehalte mit verschiedenen Verfahren der Licht- und Rasterelektronenmikroskopie sowie der OES-Analyse



a) OPS-Politur



b) Vibrationspolitur 3h



c) Elektrolytische Politur

Bild 11: Bilder der Elektronenrückstreubeugung bei verschiedenen Präparationsmethoden

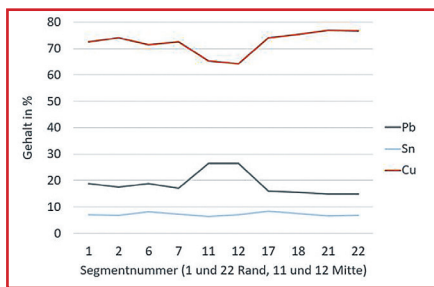


Bild 12: Schwankungen des Pb-Gehaltes einer Scheibe mit 90 cm Durchmesser (OES-Analyse)

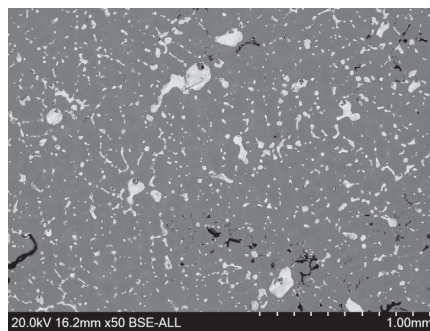


Bild 13: REM-Bild im BSE-Kontrast (hell – Blei, dunkel – Mikrolunker, grau – Matrix)

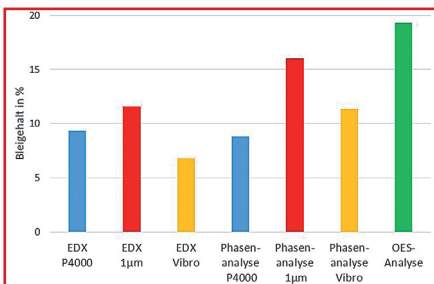


Bild 14: Vergleich des Pb-Gehaltes nach unterschiedlichen Präparationsmethoden

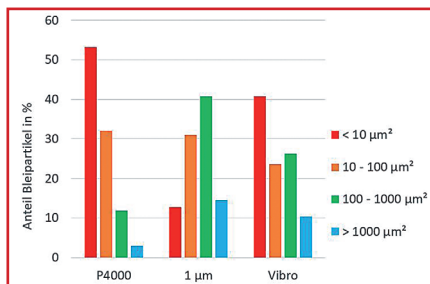


Bild 15: Größenklassen der Bleipartikel nach unterschiedlichen Präparationsmethoden

standenen Körner erhält man nach einer Makroätzung. Dafür wurde das Makroätzmittel CuM4 [2] verwendet, die Ätzdauer betrug 45 Sekunden (Bilder 20 und 21). Verschiedene Ätzmittel zur Sichtbarmachung der Korngrenzen nach [2] lieferten nicht den gewünschten Erfolg. Daher wurde die unterschiedliche Korngröße mittels EBSD dargestellt (Bilder 22 und 23), verwendet wurde ein EBSD-System von Oxford Instruments mit C-Nano-Detektor und AZtec-Software.

Gefügecharakterisierung mit Hilfe EDX/EBSD und Nanoindentation

Das Gefüge der untersuchten Bleibronzelegierung besteht aus der Matrix (α -Mischkristalle und $\alpha+\delta$ -Eutektikum) und den in der Matrix eingelagerten Bleipartikeln, die eine unregelmäßige geometrische Form haben. Die Bleipartikel und das $\alpha+\delta$ -Eutektikum sind im polierten Zustand licht- und rasterelektronenmikroskopisch deutlich zu erkennen (Bilder 24 und 25).

Bei der Erstarrung der Schmelze werden zuerst kupferreiche Mischkristalle ausgeschieden, die die Dendritenstämme und -äste bilden. Dazwischen befinden sich die zinnreicheren Bereiche, wodurch deutliche Seigerungen in der Matrix vorhanden sind [3, 4]. Diese Sn-Seigerungen (Bild 26) können im REM über Elementverteilungsbilder mit langen Zählzeiten dargestellt werden, ebenso wie das zinnreiche Eutektikum (Bild 27).

Eine weitere genaue Identifizierung des Eutektikums kann mittels EBSD vorgenommen werden. Neben der kupfer- und zinnhaltigen δ -Phase können die beiden Kupfer-Phosphor- und Nickel-Phosphor-Phasen unterschieden werden (Bild 28). Eine weitere Möglichkeit der Identifizierung dieser Phasen bietet der Linescan (Bild 29).

(Optisches Emissionsspektrometer) dargestellt. Für Aussagen zur Größe und Verteilung des Bleis in der Bronzematrix wurde eine Quantifizierung der Bleipartikel nach der Größe durchgeführt (Bild 15). Der Anteil der kleinen Bleipartikel unter $10 \mu\text{m}^2$ ist bei der Quantifizierung nach dem Schleifen auf SiC-Papier (P4000) sehr hoch, da die noch auf dem Schliff vorhandenen Kratzer und Präparationsartefakte von der Bildauswertung als Bleipartikel erkannt werden.

Der direkte Einfluss der Abkühlgeschwindigkeit auf die Ausbildung des Bleis ist in den Bildern 16 bis 19 dargestellt. Die Proben wurden je zwei Scheiben mit 20 cm Durchmesser und etwa 5 cm Höhe entnommen, die einmal in einer Sandform (langsame Abkühlung) und in einer wassergekühlten Stahlkokille

(schnelle Abkühlung) gegossen wurden. Eine genaue Bestimmung der Abkühlgeschwindigkeit war bei diesen Gießversuchen nicht möglich. Bei höherer Abkühlgeschwindigkeit bilden sich deutlich kleinere Bleipartikel, die feiner verteilt in der Matrix vorliegen.

Bestimmung der Korngröße

Die unterschiedlichen Abkühlgeschwindigkeiten haben auch einen direkten Einfluss auf die Korngröße des entstehenden Gefüges. Hohe Abkühlgeschwindigkeiten führen zu einem feinkörnigeren Gefüge, langsame Abkühlgeschwindigkeiten dagegen zu einem Gefüge, das aus großen Körnern besteht.

Einem ersten Überblick über die Größe der nach der entsprechenden Abkühlung ent-

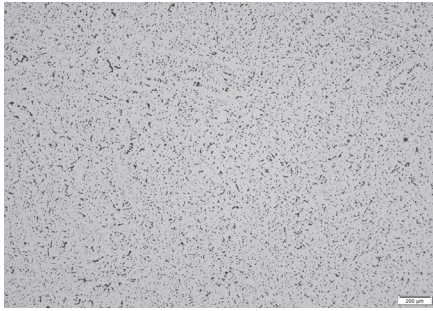


Bild 16: Bleiausbildung bei schneller Abkühlung am Rand der Scheibe

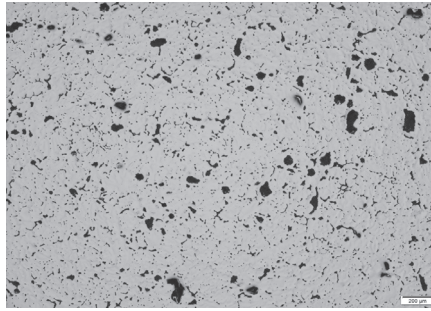


Bild 17: Bleiausbildung bei langsamer Abkühlung am Rand der Scheibe

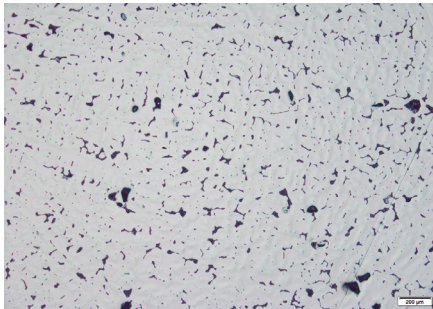


Bild 18: Bleiausbildung bei schneller Abkühlung in der Mitte der Scheibe

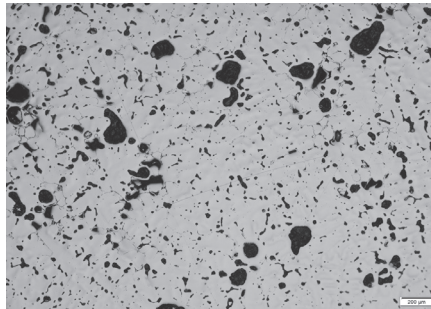


Bild 19: Bleiausbildung bei langsamer Abkühlung in der Mitte der Scheibe



Bild 20: feinkörniges Gefüge bei schneller Abkühlung (Makroätzung)



Bild 21: grobkörniges Gefüge nach langsamer Abkühlung (Makroätzung)

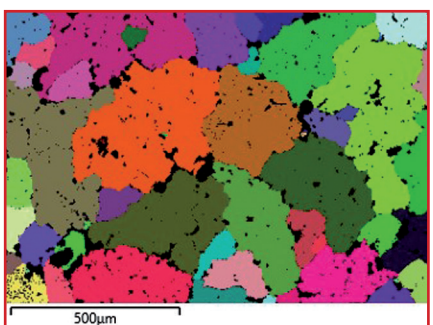


Bild 22: feinkörniges Gefüge bei schneller Abkühlung (EBSD)

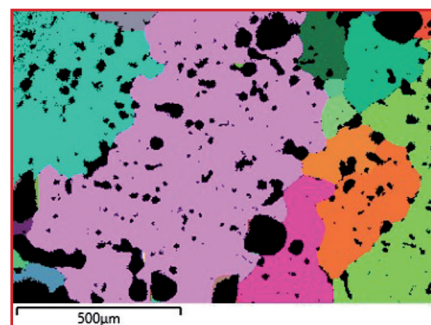


Bild 23: grobkörniges Gefüge nach langsamer Abkühlung (EBSD)

Der Gefügebau der untersuchten Bleibronze entspricht einer Tragkristallstruktur, die auf zwei unterschiedliche Arten betrachtet werden kann. Zum einen sind harte Tragkristalle ($\alpha+\delta$ -Eutektikum) in einer weichen Grundmasse (α -Mischkristalle) eingelagert. Werden der α -Mischkristall und das $\alpha+\delta$ -Eutektikum zusammen als Grundmasse

betrachtet, so sind zum anderen weiche Bleieinlagerungen in einer härteren Matrix vorhanden [4]. Mittels Nanoindentation ist es möglich das Eutektikum mit einer hohen Härte und Sprödigkeit von der Matrix zu unterscheiden (Bilder 30 und 31). Für die Untersuchung wurde ein Nanoindenter Hysitron TS 77 Select der Fa. Bruker verwendet.

Schlussfolgerungen

Am Beispiel der Bleibronzelegierung CuSn7Pb15 wurde gezeigt, dass die Präparation mit Schleifen auf SiC-Papier bis 4000er Körnung und ein nachfolgendes zeitaufwändiges Vibrationspolieren eine weitestgehend verformungsfreie Oberfläche der Proben erzeugt. Als alternative Methode mit deutlich kürzeren Präparationszeiten und gleichen Eigenschaften der präparierten Oberfläche kann das elektrolytische Polieren eingesetzt werden. Eine Korrelation des mittels EDX oder Phasenanalyse bestimmten Bleigehaltes zur OES-Analyse ist aufgrund der starken Inhomogenität der Proben bezüglich der Verteilung und der Partikelgröße des Bleis nicht möglich. Die Klassifizierung der Bleipartikel nach der Größe liefert erst nach den Vibrationspolieren aussagekräftige Ergebnisse, nach dem Schleifen bzw. Diamantpolieren sind die kleinen Bleipartikel, die von der weichen Matrix bei der Präparation der Probenoberfläche zugedeckt werden, nicht sichtbar. Für die Bestimmung der Korngrößen bei unterschiedlichen Abkühlgeschwindigkeiten brachten unterschiedliche in der Literatur genannte Ätzmethoden keinen entsprechenden Erfolg, gute Ergebnisse wurden mittels EBSD erhalten. Diese Methode ist jedoch für routinemäßige

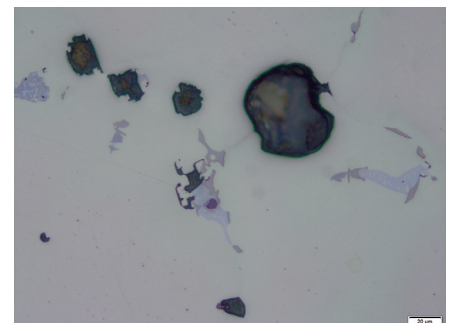


Bild 24: α -Mischkristall (hell) mit eingelagertem $\alpha+\delta$ -Eutektikum (blaugrau) und Bleipartikeln (dunkel)

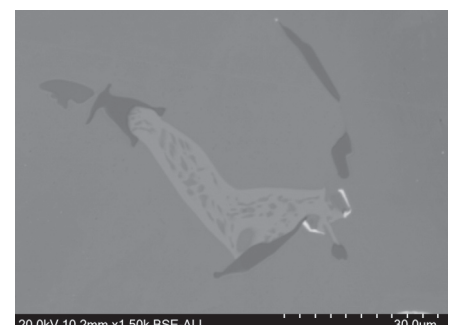


Bild 25: $\alpha+\delta$ -Eutektikum im α -Mischkristall (REM-Bild)

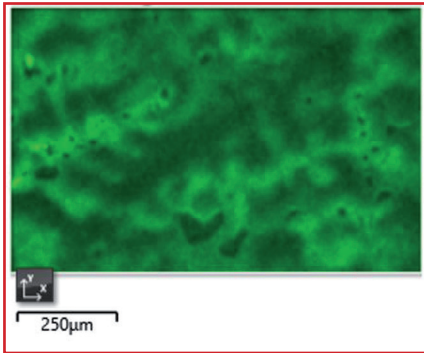


Bild 26: Elementverteilungsbild der Sn-Seigerungen in der Matrix

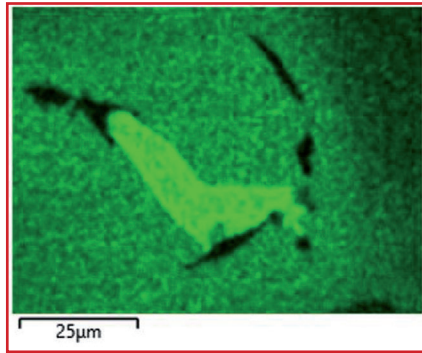


Bild 27: Elementverteilungsbild des α+δ-Eutektikums

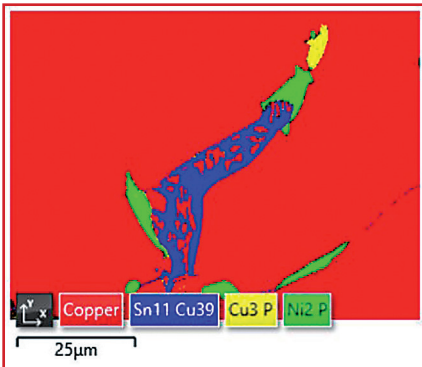


Bild 28: EBSD-Bild des Eutektikums

Untersuchungen wegen der aufwändigen Präparation und der langen Messzeiten bei den EBSD-Messungen nicht geeignet. Bei den grobkörnigen Gefügen, die bei langsamen Abkühlgeschwindigkeiten entstehen, müssten mehrere EBSD-Messungen nebeneinander angeordnet werden um einen repräsentativen Bereich mit einer entsprechenden Statistik auszuwerten. Eine Gefügecharakterisierung mittels EBSD liefert Ergebnisse über die einzelnen sich bei der Erstarrung bildenden Phasen, das Verfahren der Nanoindentation zeigt hierzu eine gute Übereinstimmung.

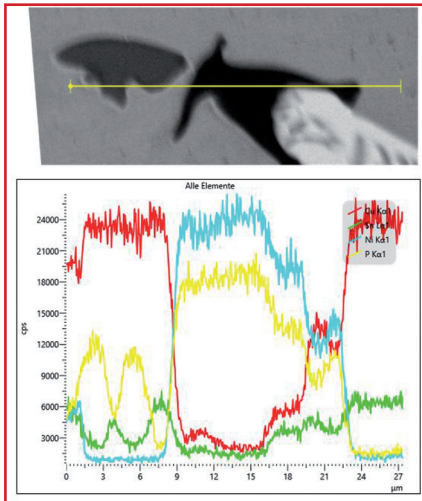


Bild 29: Linescan im Bereich des Eutektikums

Danksagungen

Das für diese Untersuchung eingesetzte Rasterelektronenmikroskop mit angeschlossener energiedispersiver Röntgenmikroanalyse wurde durch das Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) im Rahmen des Programms FHIinvest (Förderkennzeichen 13FH102IN6)

gefördert. Die Untersuchungen mittels Nanoindenter wurden von Herrn Dr. Ude Dirk Hangen (Bruker Nano GmbH) im Applikationslabor in Aachen mit dem Nanoindenter Hysitron TS77 Select (Berkovich Indenter) durchgeführt. Ein Teil der vorgestellten Arbeiten wurde vom BMWi im Rahmen eines ZIM Projektes (ZF4251816SH9) gefördert.

Literatur

- [1] Hofmann, U; Skrabal, V: Metallographische Charakterisierung heterogener Gefüge von Gleitwerkstoffen aus Bronze und Sondermessing; Pract. Metallogr. 54 (2017) 11; S. 767 – 793
- [2] Petzow, G.; Metallographisches Ätzen; Gebrüder Borntraeger, Berlin – Stuttgart 1976, 5. Auflage, S. 63 ff.
- [3] Freudenberger, J.; Heilmeier, M: Materialkunde der Nichteisenmetalle und -legierungen, WILEY-VCH Verlag, Weinheim, Deutschland, 2020, S. 220 ff
- [4] Schuhmann, H.; Oettel, H.: Metallographie, 14. Auflage, WILEY-VCH Verlag, Weinheim, Deutschland, 2005, S. 794 ff.

- (1) TH Köln, Labor für Werkstoffe, Steinmüllerallee 1, 51643 Gummersbach
- (2) Martin Luck Metallgießerei, Am Torhaus 30, 66113 Saarbrücken

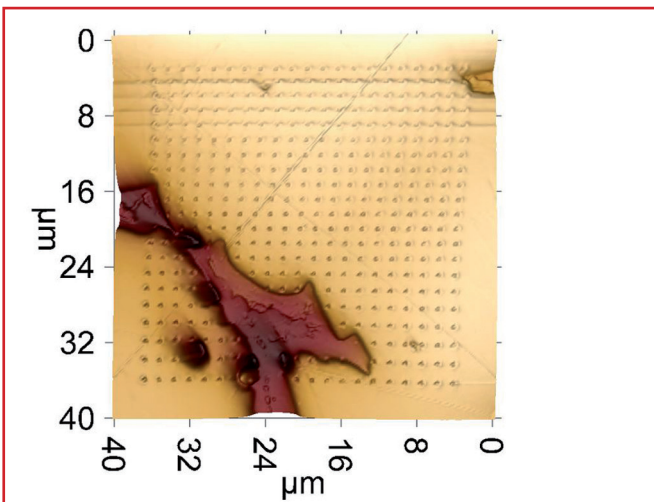


Bild 30: SPM-Image des α+δ-Eutektikums in der Matrix

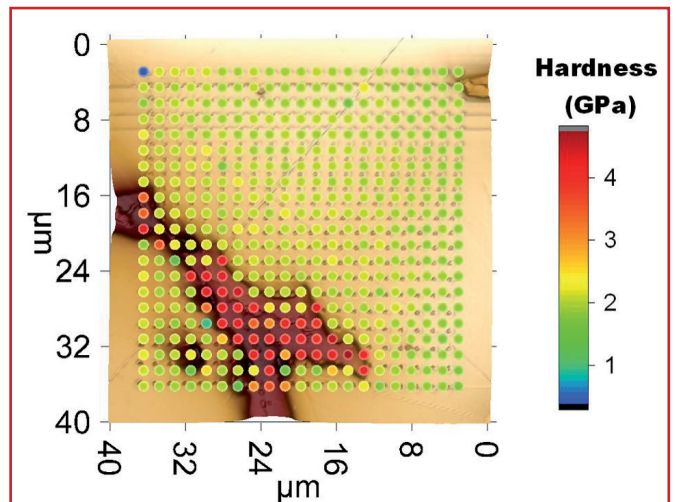


Bild 31: Härtemapping des α+δ-Eutektikums

Additive Fertigung metallischer Microteile

Heitzmann, K. (1)

Die Nachfrage nach kleinsten metallischen Bauteilen in sämtlichen Industriebranchen steigt. Dies erfordert Fertigungsverfahren, die Wirtschaftlichkeit und Präzision vereinen. Als urformendes Verfahren ist hier das Feingussverfahren besonders geeignet. Es zeichnet sich durch hohe Maßgenauigkeit, erstklassige Oberflächengüte und geringe Herstellungskosten aus.

Durch kontinuierliche Weiterentwicklung dieses bekannten Verfahrens wurde bei Nonnenmacher der Microguss entwickelt. Während beim klassischen Feinguss mit Wachsteilen aus Soft-Tools gearbeitet wird, finden beim Microgussverfahren Stahlwerkzeuge und Kunststoffteile ihren Einsatz. Diese dienen in der Fertigung als verlorene Modelle. Sie werden in eine Keramikmasse eingebettet und ausgeschmolzen. Durch diesen Brennvorgang entsteht aus der Keramikmasse die negative Gussform, in welche die Metallschmelze gegossen wird. Anschließend wird die Keramikform zerstört und die Metallteile können entnommen werden.

Bei der additiven Fertigung metallischer Microteile (generativer Microguss) treten Wachsmodele an Stelle der für die Groß-

serienfertigung dienenden Kunststoffteile. Diese werden über ein 3D-Druckverfahren hergestellt. Dabei garantieren feinste Auflösungen im μm -Bereich eine hohe Oberflächengüte und enge Toleranzen. Die gedruckten Wachsteile müssen nicht nachbearbeitet werden und dienen im weiteren Fertigungsprozess als Modell zur Erstellung der Keramikform.

Durch die additive Herstellung der Wachsmodele sind besonders geometrisch komplexe Teile schnell zu fertigen. Wandstärken ab 0,10 mm, Hinterschnidungen oder Strukturen, welche ansonsten nicht herstellbar wären, können so abgebildet werden. Da bei diesem Herstellungsprozess der Microteile ausschließlich das Modell additiv gefertigt wird, kann beim anschließenden Gießprozess die originale Metalllegierung verarbeitet werden. Durch die Verwendung aushärtbarer

Legierungen können Feder-, Clip- und Crimpfunktionen dargestellt werden.

Teile im Gewichtsbereich von 0,01 bis ca. 30 Gramm können gegossen werden. Zum Einsatz kommen Cu-basierte Legierungen wie auch (Edel-)Stähle, Aluminium- oder Zink-Legierungen.

Der generative Microguss eignet sich zum einen in der Entwicklungs- und Prototypenphase eines Produktes. Unterschiedliche Geometrie- oder Designvarianten eines Produktes können in einer Fertigungscharge gefertigt werden. Somit werden langwierige Iterationsschleifen und Anpassungsprozesse vermieden. Es können auch unterschiedliche Metalllegierungen für ein Produkt getestet werden, um die optimalen Eigenschaften für das gewünschte Teil herzustellen.

In Bezug auf die Ausbringungsmenge ist der generative Microguss jedoch nicht auf die reine Prototypenfertigung beschränkt. Auch komplexe Serienteile, deren kleine bis mittlere Stückzahlen eine konventionelle Produktion durch ein Werkzeug unwirtschaftlich machen, können so hergestellt werden.

Die Einsatzgebiete von Microguss-Teilen sind vielfältig. Sie finden Verwendung in der Schließ- und Sicherheitstechnik, Automotive, Feinwerktechnik, Medizintechnik, Elektrotechnik, Aerospace und anderen Bereichen.

Einige Vorteile im Überblick:

- Wandstärken ab 0,10 mm
- Hinterschnitte, Feder- und Clip- und Crimpfunktionen abbildbar
- Kombination mehrerer Bauteile einer Baugruppe zu einem einzigen Gussteil (Baugruppensubstitution)
- Funktionsintegration im Bauteil
- Prototypenteile in unterschiedlichen Geometrien und verschiedenen metallischen Werkstoffen in einer Produktionscharge
- Serienfertigung bis zu mittleren Stückzahlen mit gedruckten Modellen wirtschaftlich möglich
- Schnelle Reaktions- und Anpassungszeiten bei Geometrieänderungen
- Einsatz sämtlicher schmelzbarer Metalllegierungen
- Kein aufwändiges Pulverhandling und Nachbearbeitung notwendig im Vergleich zu gängigen Metalldruckverfahren wie SLS oder SLM



Beispiele der hergestellten Bauteile

(1) Knut Heitzmann, Nonnenmacher GmbH, Bertha-Benz-Straße 5, 75248 Oelbronn-Duerrn

Lasergestützte Additive Fertigung reiner Kupferbauteile unter Einsatz von Laserstrahlung im NIR-Spektralbereich

Kohl, H. (1); Schade, L. (1); Matthäus, G. (1); Ullsperger, T. (1); Yürekli, B. (1); Seyfarth, B. (1, 2); Nolte, S. (1, 2)

Die Verknüpfung der hohen elektrischen und thermischen Leitfähigkeit von reinem Kupfer mit der Geometriefreiheit der lasergestützten additiven Fertigung im Pulverbett-Verfahren (L-PBF) birgt ein weites Anwendungsgebiet in Industrie und Forschung. Jedoch zeigt Kupfer, im Vergleich zu etablierten Materialien für die additive Fertigung, ein sehr hohes Reflexionsvermögen im Spektralbereich um 1 μm . In Kombination mit der hohen Wärmeleitfähigkeit erweist sich die Identifikation geeigneter Prozessparameter als schwierig. Hier demonstrieren wir erfolgreich den L-PBF Prozess von reinem Kupfer unter Einsatz von Laserstrahlung bei einer Wellenlänge von 1.070 nm.

Die überwiegende Mehrzahl von Maschinen für die pulverbettbasierte additive Fertigung (engl. laser based powder bed fusion, L-PBF) von Metallwerkstoffen setzt auf kostengünstige Ytterbium-basierte Faserlaser, welche bei einer Wellenlänge von 1070 nm arbeiten. Im Vergleich zu bisher etablierten AM (engl. additive manufacturing) - Materialien zeigt reines Kupfer in diesem Wellenlängenbereich aller-

dings ein sehr hohes Reflexionsvermögen von etwa 95 %. In Kombination mit einer hohen Wärmeleitfähigkeit von $390 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ [1] erweist es sich als schwierig, lokal genügend Wärme einzubringen, um das Material aufzuschmelzen. Darüber hinaus zeigt sich bei Kupfer eine sprunghafte Änderung in der Wärmeleitfähigkeit und dem Absorptionsverhalten beim Phasenübergang von fest zu flüssig [2], dies führt im Allgemeinen zur Destabilisierung des Schmelzprozesses.

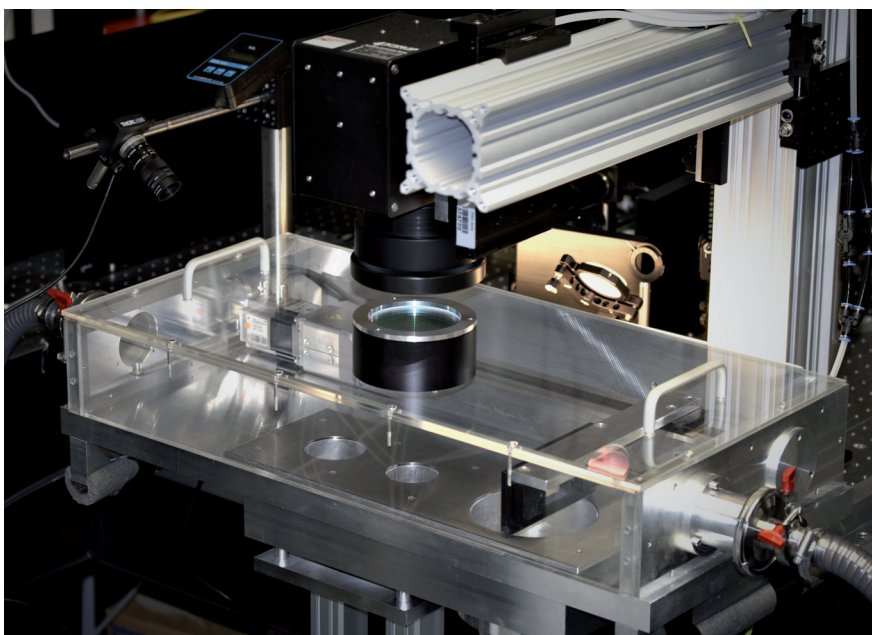


Bild 1: Bauraum und Scannersystem der eigens entwickelten L-PBF Vorrichtung

Im Folgenden wird gezeigt, wie es dennoch gelingt hochdichte Kupferbauteile unter Verwendung kostengünstiger Faserlasersysteme herzustellen. Die Identifizierung geeigneter Prozessparameter wurde durch eine umfangreiche experimentelle Parameterstudie im Zusammenspiel mit einer numerischen Simulation des hydrodynamischen Flusses im Schmelzpool [3] erreicht.

Experimentelles Setup

Zur experimentellen Umsetzung wurde eine eigens entwickelte L-PBF Vorrichtung verwendet, deren offene Bauweise einen flexiblen Wechsel zwischen verschiedenen Laserquellen und Scannersystemen ermöglicht. Bild 1 zeigt die Baukammer und das Scannersystem der Vorrichtung. Zur Verarbeitung von reinem Kupfer kam ein SPI redPOWER 500W Dauerstrich-Faserlaser bei einer Wellenlänge von 1.070 nm zum Einsatz. Die Steuerung des Laserstrahls übernimmt ein hurrySCAN 14 Galvano-Scanner der Firma Scanlab. Mit einem 163 mm F-theta Objektiv wird ein Spotdurchmesser von $30 \mu\text{m}$ auf der Pulveroberfläche erzielt. Um Oxidationsprozesse zu unterbinden ist die Prozesskammer während des Probenaufbaus mit einem Inertgas geflutet und der Restsauerstoffanteil wird auf unter 0,5 % gehalten. Über ein Umwälzsystem mit Partikelfilter wird entstehender Prozessrauch aus der Baukammer entfernt.

Pulvercharakteristik

Verwendete Prozessparameter sowie die Qualität der finalen Probekörper hängen maßgeblich von den Eigenschaften des verwendeten Pulvers ab. Zur besseren Reproduzierbarkeit wird deshalb das verwendete Pulver hinsichtlich seines mittleren Reflexionsvermögens, seiner Wärmeleitfähigkeit und der erreichbaren Schüttdichte charakterisiert. Für die hier gezeigten Bauteile kam ein von der TLS Technik GmbH hergestelltes Kupferpulver mit einer Reinheit von 99,7 % zum Einsatz. Die Größenverteilung der sphärischen Pulverpartikel ergibt sich zu $D_{10} = 4,75 \mu\text{m}$, $D_{50} = 13,57 \mu\text{m}$, $D_{90} = 23,26 \mu\text{m}$ und $D_{\text{max}} = 35 \mu\text{m}$. Für dieses Pulver wurde bei einer Schüttdichte von 56 % eine Wärmeleitfähigkeit von $0,19 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ und ein Reflexionsvermögen von 56 % gemessen [3, 4]. Die stark reduzierte Wärmeleitfähigkeit im Pulver von

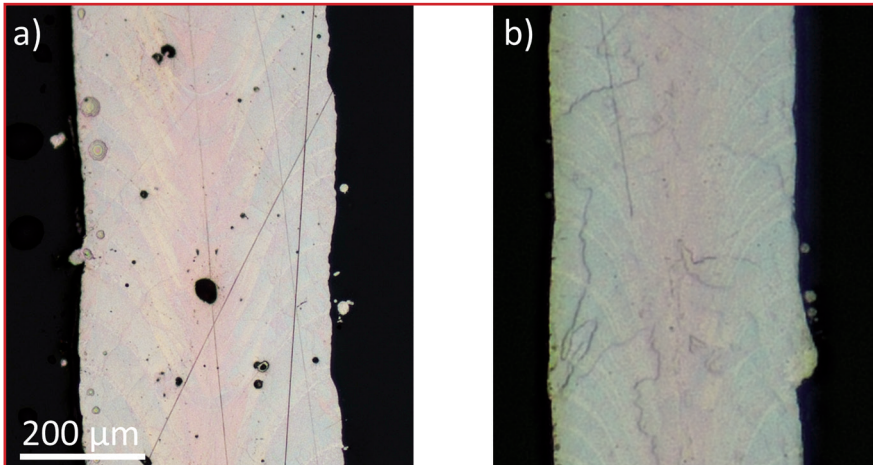


Bild 2: Querschnitt von Dünwandstrukturen bestehend aus Einzelspuren gefertigt bei einer Laserleistung von 220 W, einer Laservorschubgeschwindigkeit von 250 mm s⁻¹ und bei einer Schichthöhe von a) 50 µm und b) 25 µm.

weniger als 1 % verglichen zum Vollmaterial verdeutlicht die Schwierigkeit, prozessiertes Vollmaterial und das Pulvermaterial gleichzeitig aufzuschmelzen und die Ausbildung eines stabilen Schmelzpool zu erreichen.

Numerisches Modell

Um einen besseren Einblick in die experimentell schwer zugänglichen Prozesse im Schmelzpool zu erhalten, wurde ein numerisches Modell implementiert [3, 4]. In einem ersten Schritt wird mittels Diskrete-Elemente-Methode das Pulverbett simuliert. Anschließend wird basierend auf dieser Pulververteilung der Laserschmelzprozess abgebildet.

Diskussion der Ergebnisse

Ausgehend von den Simulationen lassen sich Anforderungen für die Prozessierung von reinem Kupfer formulieren. So lässt sich bei der richtigen Wahl der Prozessparameter erreichen, dass unter Ausnutzung der Wärmediffusion der Laser nach einem kurzzeitigen Einschwingprozess hauptsächlich mit bereits aufgeschmolzenem Material interagiert und damit die sprunghafte Änderung des Reflexionsvermögens für den eigentlichen Schmelzprozess vermieden wird [4].

Experimentell lässt sich an einfachen Dünwandstrukturen bestehend aus übereinander aufgebauten Einzelspuren der Einfluss einzelner Parameter besonders gut untersuchen. In Bild 2 ist exemplarisch der Querschliff solcher Dünwandstrukturen, gefertigt bei 220 W Laserleistung und einer Laservorschubgeschwindigkeit

von 250 mm s⁻¹, gezeigt. Hier lässt sich deutlich erkennen, dass sich durch eine Reduktion der Pulverschichtdicke von 50 µm zu 25 µm eine erhebliche Reduktion der Fehlstellen erreichen lässt.

Bild 3 a) zeigt die Linienbreite in Abhängigkeit der Laserleistung für verschiedene Laservorschubgeschwindigkeiten. Dabei gibt der Fehlerbalken die Schwankung der Linienbreite über 24 Schichten an. Exemplarisch wird in Bild 3 b) eine Dünwandstruktur homogener Breite und in c) eine Dünwandstruktur inhomogener Breite gezeigt. Es zeigt sich, dass nach erstmaligem Erreichen der Schwelle die Homogenität für höhere Laserleistungen im untersuchten Leistungsbereich bestehen bleibt. Dabei liegt die Schwelle bei den Laservor-

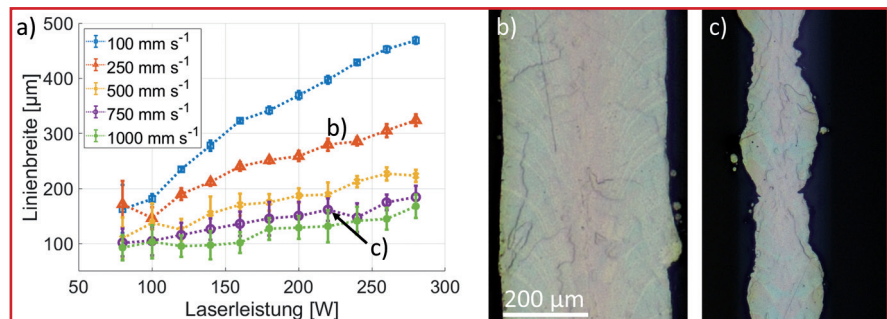


Bild 3: a) Linienbreite in Abhängigkeit der Laserleistung für Laservorschubgeschwindigkeiten von 100 mm s⁻¹ bis 1000 mm s⁻¹. Bild b) zeigt exemplarisch den Querschliff einer Dünwandstruktur (entlang der Aufbaurichtung), die bei einer Laservorschubgeschwindigkeit von 250 mm s⁻¹ eine homogene Breite aufweist und c) den Querschliff einer Dünwandstruktur inhomogener Breite bei 750 mm s⁻¹ Laservorschubgeschwindigkeit.

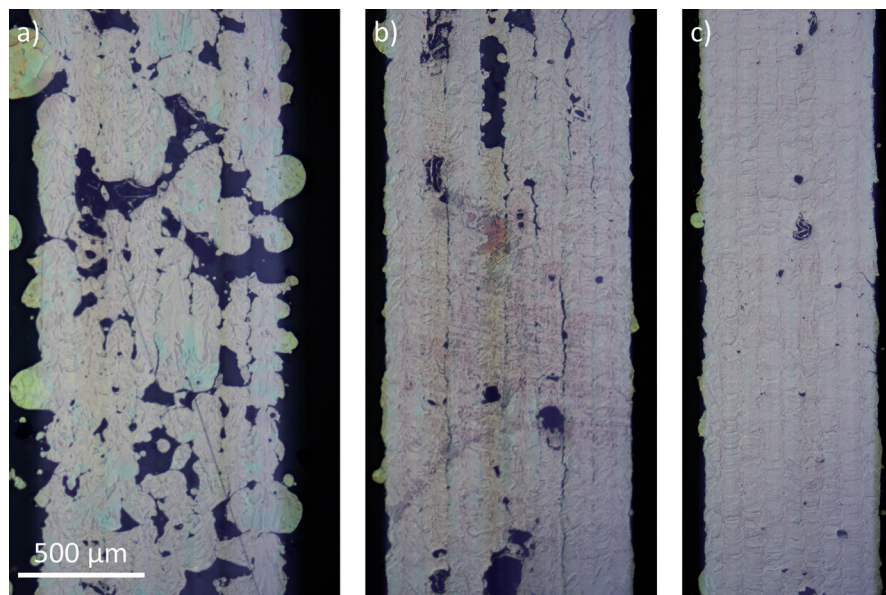


Bild 4: Querschliff von Volumenkörpern aus reinem Kupfer zur Identifikation geeigneter Prozessparameter. Die Prozessparameter waren neben einer Laservorschubgeschwindigkeit von 500 mm s⁻¹, a) Laserleistung 200 W, Hatchabstand 120 µm, Pulverschichtdicke 50 µm; b) Laserleistung 200 W, Hatchabstand 120 µm, Pulverschichtdicke 25 µm; c) Laserleistung 200 W, Hatchabstand 80 µm, Pulverschichtdicke 25 µm.

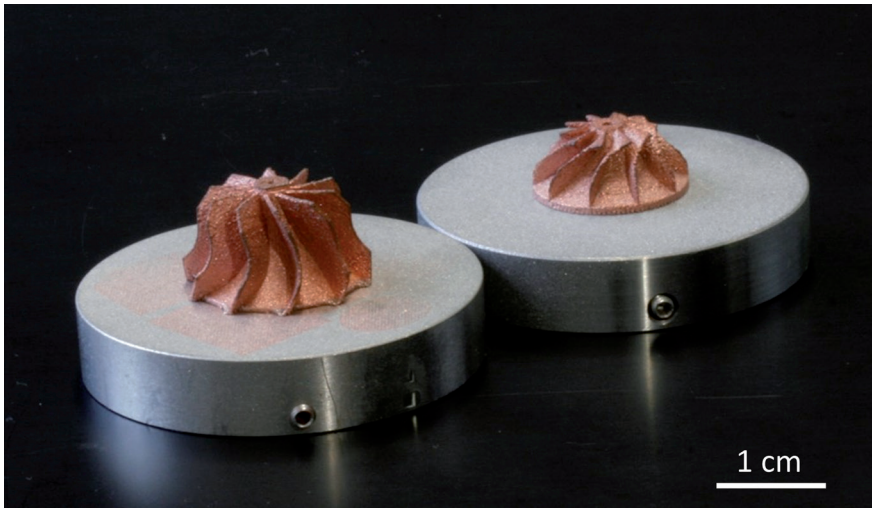


Bild 5: Demonstratoren mit komplexer Geometrie angefertigt mittels L-PBF.

schubgeschwindigkeiten von 100 mm s^{-1} , 250 mm s^{-1} und 500 mm s^{-1} bei etwa 100 W . Für höhere Laservorschubgeschwindigkeiten konnte im untersuchten Leistungsbereich kein homogenes Schmelzverhalten erzielt werden.

Beim Übergang zu Volumenstrukturen lassen sich die gleichen Abhängigkeiten erkennen. So lässt sich durch die Reduktion der Schichtdicke ein homogeneres Aufschmelzen erreichen (vgl. Bild 4 a) mit $50 \mu\text{m}$ Schichtdicke zu Bild 4 b) mit $25 \mu\text{m}$ Schichtdicke). Dadurch wird der Schmelzpool stabilisiert und die Störstellen reduziert. Um die Bindefehler zwischen den Einzelspuren, welche durch die stark unterschiedlichen Wärmeleitfähigkeiten im Pulver und dem bereits prozessierten Vollmaterial entstehen, zu unterbinden, ist eine Optimierung von Laserleistung und Hatchabstand notwendig.

Für die Prozessparameter von 200 W Laserleistung, 500 mm s^{-1} Laservorschub-

geschwindigkeit, $80 \mu\text{m}$ Hatchabstand und $25 \mu\text{m}$ Schichtdicke konnten Proben mit einer relativen Dichte von 99% ohne Bindefehler erzeugt werden. Die beiden Schaufelräder in Bild 5 zeigen die erfolgreiche Adaption des Prozesses auf komplexe Strukturen. Bemerkenswert ist, dass trotz des großen Überhangs auf jedwede Supportstruktur verzichtet werden konnte. Neben einer hohen Geometrietreue wurde zudem ein Auflösungsvermögen im μm -Bereich erreicht.

Zusammenfassung

Die hohe Wärmeleitfähigkeit und das im Allgemeinen chaotische Schmelzverhalten während der Laserbearbeitung von reinem Kupfer macht die Identifikation von geeigneten Prozessparametern für die pulverbettbasierte additive Fertigung schwierig. Jedoch konnte gezeigt werden, dass der Prozess auch unter Verwendung der in

der Industrie weitverbreiteten Ytterbium-basierten Faserlaser bei moderaten Leistungen bis 300 W gelingt. Im Experiment konnte gezeigt werden, dass sich relative Dichten von bis zu 99% erreichen lassen. Darüber hinaus konnten komplexere Geometrien mit einer Auflösung bis in den μm -Bereich und hoher Geometrietreue demonstriert werden.

Literatur

- [1] J. G. Hust und A. B. Lankford, „Thermal conductivity of aluminum, copper, iron, and tungsten for temperatures from 1 K to the melting point,“ 1984.
- [2] A. Blom, P. Dunias, P. van Engen, W. Hoving und J. de Kramer, „Process spread reduction of laser microspot welding of thin copper parts using real-time control,“ in Photon Processing in Microelectronics and Photonics II, 2003.
- [3] H. Kohl, L. Schade, G. Matthäus, T. Ullsperger, B. Yürekli, B. Seyfarth und S. Nolte, „Additive Fertigung von reinem Kupfer: Von der numerischen Simulation zur experimentellen Realisierung,“ in Innovative Verfahren der Lasermaterialbearbeitung : Vorträge, Beiträge und Posterbeiträge der 12. Jenaer Lasertagung am 14. und 15. Januar 2021, Düsseldorf, 2021.
- [4] H. Kohl, L. Schade, G. Matthäus, T. Ullsperger, B. Yürekli, B. Seyfarth und S. Nolte, „3D printing of high-density copper parts using common NIR CW laser systems at moderate powers,“ in Proceedings of the Lasers in Manufacturing Conference 2021, 2021.

(1) *Institut für Angewandte Physik, Abbe Center of Photonics, Friedrich-Schiller-Universität Jena, Albert-Einstein-Str. 15, 07745 Jena*

(2) *Fraunhofer-Institut für Angewandte Optik und Feinmechanik IOF, Center of Excellence in Photonics, Albert-Einstein-Str. 7, 07745 Jena*

Adhesive metallization on carbon-fiber-reinforced polymer (CFRP) by cold plasma spraying

Xu, J. (1, 2); Henning, A. (1); Pfuch, A. (1); Schmidt, J. (1); Kretzschmar, B.S.M. (1); Grünler, B. (1); Lampke, T. (2)

Cold plasma spraying as a supplement to atmospheric plasma spraying for surface treatment has been used for around a decade. Due to the relatively low energy, cold plasma spraying is very promising in the area of coating thermal sensitive components. One of the potential applications is the deposition of copper coating on carbon-fiber-reinforced polymer (CFRP) components. In this study, varying the current and the nozzle to substrate distance of the setup used during copper coating deposition are investigated. One advantage of the cold plasma spraying is the lower thermal input on the CFRP and therefore no thermal damage occurred as demonstrated by surface temperature measurements. Copper coatings up to 34 μm thickness have been obtained. Deposition efficiencies were measured by weighing. Scanning electron microscopy, confocal microscopy, electrical resistance measurements and adhesion tests have been carried out to characterize the surface morphology, roughness, conductivity and bond strength of the coatings. Results show that CFRP could be coated by cold plasma spraying with low thermal impact. Copper coatings with adhesion strength up to 5.8 MPa and resistivity up to 8.6 $\mu\Omega\text{-cm}$ can be achieved.

Carbon-fiber-reinforced polymer (CFRP) composites are potential materials in aircrafts and aerospace industries due to their unique property such as low density, corrosion resistance, low thermal expansion and high mechanical performances. However, in comparison to aluminum alloys their poorer electrical and thermal conductivity can constitute a limitation to the application. Thus, lightning strikes could cause thermal induced damage of CFRP structures [1]. To overcome these disadvantages, T. M. Dhanya et al. developed a protection system with a copper mesh layer, which is incorporated on the exterior of the laminates and could conduct the electricity [2]. In order to improve the electrical conductivity, Sergio de Juan et al. deposited a copper thin film on epoxy-based CFRP by electroless plating [3]. Furthermore, thermal spraying could also be an alternative process for metallization of polymer-based structures. Thus, metallic electrically conductive coatings on polymer substrates could be prepared either by atmospheric plasma spraying (APS) [4] or by cold spraying [5]. It is important that the setup of the plasma spraying process has to be carefully adjusted, otherwise the

molten droplets with high temperature tend to deteriorate the polymer matrix. On the other hand, cold spraying offers reduced thermal input on substrates. However, due to their relatively high velocity of the metal droplets, the formation of the coating could also be problematic. The flying particles tend to cause erosion of the matrix, instead of building a coating [5]. Cold plasma spraying as modification of atmospheric plasma spraying for surface treatment could be a promising process for surface treatment of thermal sensitive substrates in the recent years [6]. Due to the low energy impact, metallic coatings can be obtained without destroying of the polymer matrix. In this study, spraying copper directly on epoxy-based CFRPs substrates was investigated. Therefore, fine copper powder was applied as feedstock. Because of the high surface/volume ratio of the particles, the power of the plasma can be kept below 3 kW. As a result, moderate temperatures on the substrate surface have been achieved. Different copper films were obtained by varying the current and nozzle to substrate distance. However, scanning electron microscopy (SEM), deposition efficiency determination, confocal micros-

copy, electrical resistivity measurements and adhesion tests were performed.

Materials and Methods

Spherical copper powder (Eckart, Hartenstein, Germany) with particle sizes D_{50} around 13 μm and a purity of 99.9 % was used as feedstock for depositing the coatings on a composite material made of carbon fibers and epoxy resin with dimension of 50 mm x 50 mm x 1.5 mm (Rocholl GmbH, Eschelbronn, Germany) as substrate. Carbon fiber plies are oriented at 0° and 90° with several numbers of layers. The powder was supplied by an oscillating powder feeder system Flowmotion (MediCoat AG, Mägenwil, Switzerland) using argon as carrier gas. The feeding rate was set at 7 g/min. As shown in figure 1, grit blasting with corundum (130 μm) at 4 bar was applied prior to coating. As a result, surface roughness $R_a = 2.9 \mu\text{m}$ was obtained, in order to improve the adhesion of Cu coatings. After grit blasting, all samples were cleaned in an ultrasonic bath with isopropanol for 5 minutes.

Cu coatings were deposited by cold plasma spraying system IC-3 (Inocon, Attnang-Puchheim, Austria) with three different parameters sets (Table 1) varying current and nozzle to substrate distance. Prior to the coating process itself, every specimen was activated through plasma and then coated with two passes after a cool down phase (approx. 1 minute). The temperature at the front and back side of the substrate were recorded during the whole process (resolution 100 ms) using a data logger (Agilent 34970A, Santa Clara, USA) with extreme thin thermocouple (\varnothing 0.25 mm; type K, TC Direct) attached to the surface with silver paste, in order to study the thermal impact on the epoxy matrix. Argon was used as the working gas.

The morphologies of feedstock powder and coatings were observed by scanning electron microscopy (SUPRA 55VP, Zeiss, Oberkochen, Germany). Each specimen was weighted before and after the spraying process to determine the deposition efficiency (DE) by using a scale with precision of 1 mg. DE is defined as the ratio of the weight of the adhered copper particles to the total weight of sprayed particles towards to the substrate multiplied by 100 %. Layer thickness were measured on base of the crosssectional images (not shown in this paper). Surface roughness were determined by using a confocal

Samples	Parameters					
	Constant				Varied	
	Voltage	Flow rate of Argon	Scan speed	Feeding rate	Current	Nozzle-substrate distance
Cu1	23 V	10 slm	100 mm/s	7 g/min	130 A	70 mm
Cu2					130 A	57 mm
Cu3					100 A	57 mm

Table 1: Cold plasma spraying process parameters

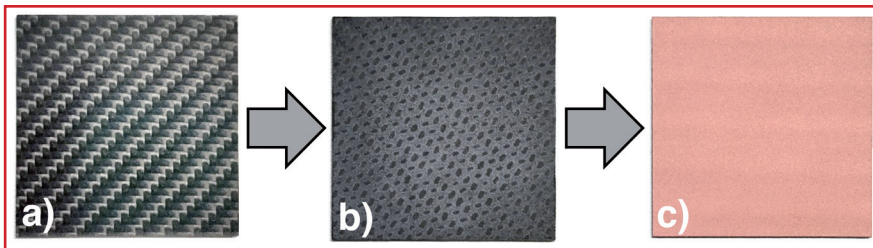


Figure 1: Surface view: a) initial state, b) after grit blasting, c) with Cu coating

microscope (Mahr GmbH, Göttingen, Germany). The electrical resistivity of the coatings were evaluated by four-point-probe method (SD-600 NAGY Messsysteme GmbH, Gäufelden, Germany) at room temperature. Resistivity (ρ) of Cu coatings is calculated by using equation (1):

$$\rho = R \cdot (d \cdot B) / L \quad (1)$$

Where: R is the sheet resistance (Ω), d , B , L are the thickness, the width (50 mm) and the length (50 mm) of coatings, respectively.

Bond strengths measurements were carried out by tear-off tests in accordance with DIN EN ISO 4624 and using a strength test system (Instron GmbH, Germany). In order to perform the pull-off tests, the grit-blasted stainless steel test cylinders (Erichson GmbH, Germany) were first flame treated with Pyrosil® and coated with primer GP15 (SURA Instruments, Jena, Germany). Subsequently, the test cylinder and the specimens (coated and uncoated) were glued together with Scotch-Weld DP460 and cured at 65 °C for three hours. Five specimens were tested for each parameter set.

Results and discussions

During the spraying process with the highest thermal impact (130 A, 57 mm), temperature profiles were recorded (figure 2). In the activation phase, the temperature at the front side very shortly reached 180 °C and the back side reached 95 °C, respectively. In the coating phase, these values increased

up to 225 °C and 117 °C, respectively. Thus, these temperatures are not in the range of the epoxy matrix decomposition temperature (≈ 300 °C, [7, 8]). In addition, no heat damage was observed in the cross-section images (not shown in this paper). These results indicate that cold plasma spraying is suitable for metallization of epoxy-based CFRP substrates.

The morphologies of raw powders and as-sprayed Cu coating (at 130 A and nozzle-substrate distance 57 mm) were investigated by SEM and are depicted in figure 3. Because of the relatively low plasma power, the copper powders melted only

that the plasma power and the nozzle-substrate distance significantly affect the coating's DE. The DE of Cu2 (130 A, 57 mm) with 58.7 % + 3 % has the highest among of all three parameter sets. Either with increasing the nozzle-substrate distance (Cu1, 70 mm) or with decreasing the used current for generating the plasma (Cu3, 100 A), the measured DEs were lower with a value of 38.5 % \pm 3% for Cu1 and 29.5 \pm 2% for Cu3, respectively. A possible explanation could be the decreasing temperature of the molten particles. With longer spraying distance or lower plasma power, the temperatures of deposited copper particles is lower.

The goal of Cu coatings on CFRP is to achieve a high electrical conductivity for aerospace applications. The obtained results indicate that the Cu coatings on Cu2 samples have the lowest resistivity, which is nevertheless about five times higher than bulk copper (1.7 $\mu\Omega$ -cm) [9]. With increasing spraying distance or decreasing plasma power, the resistivity increase. It is known that the electrical resistance of Cu coatings is mainly affected by the porosity and the presence of oxides [10, 11]. The porosity of plasma sprayed Cu coatings is typically 85% [12]. Oxides are considered as responsible for the reduction of resistivity. The Cu coatings with lower resistivity, which is close to the value of pure copper, could be achieved by cold spray in the range given by McCune (2.4 $\mu\Omega$ -cm) [11] and Itoh (2.2

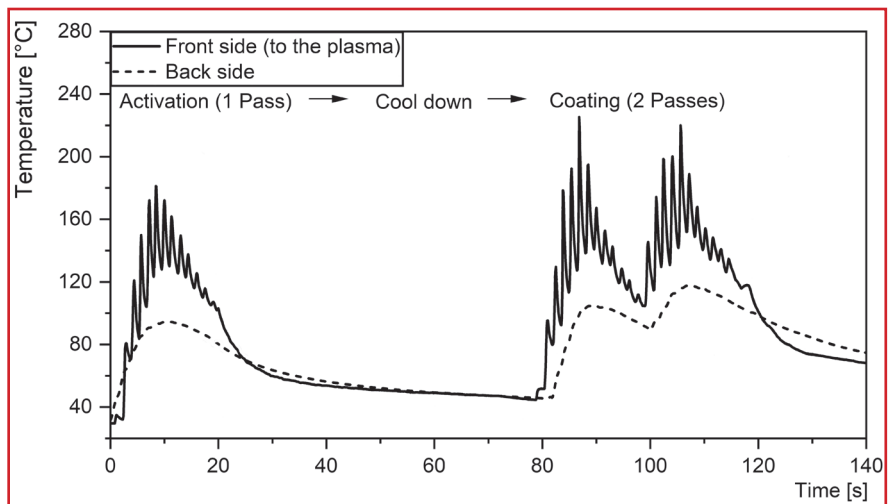


Figure 2: Temperature profile by activation and coating (130 A, 57 mm)

partially and adhered on the surface of the substrates. As a result, cavities between the deposited Cu splats were observed.

Table 2 presents the DE of the three different parameters sets. It has been shown

– 3.2 $\mu\Omega$ -cm) [12]. In addition, Itoh also reported the values of the plasma sprayed Cu coatings in the range of 4.9 – 10 $\mu\Omega$ -cm [16], which are consistent with the values in this paper.

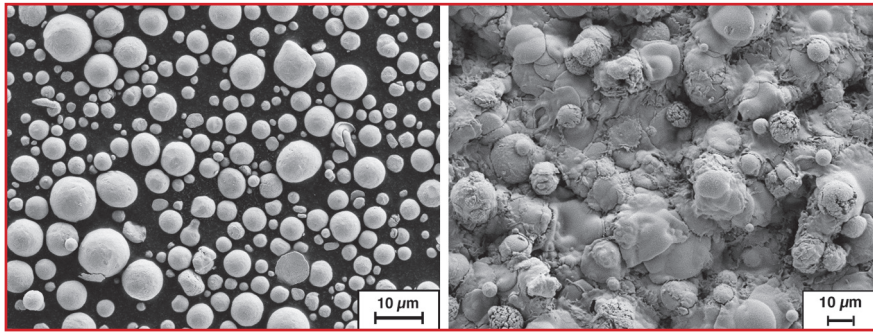


Figure 3: Morphologies of copper powder (left) and surface of Cu coating (Cu2) (right)

To test the adhesion strength of the layers, bond strength measurements of the different samples were performed. The measured bond strengths of the coatings with different parameter sets are in the range of 5.2 – 5.8 MPa. In comparison, the bond strengths of Cu coatings reported by Małachowska and Koivuluoto were 3.6 MPa (by cold spray [10]) and 7.5 MPa (by cold spray [13]), respectively. The frac-

surfaces and the intrinsic strength of CFRP are in the range of 8.7 – 10.4 MPa.

Summary

A new method to produce adhesive Cu coatings on CFRP with cold plasma spraying by using fine copper powder is achievable. As a replacement of cold spraying and atmospheric plasma spraying, this method

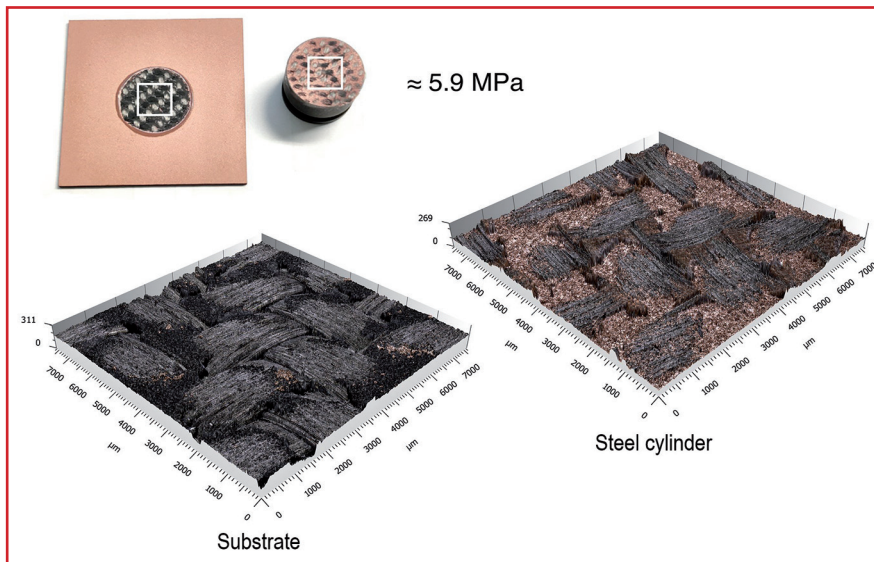


Figure 4: Above: view of sample and dolly after adhesive test (Cu3), below: 3D fracture images by confocal microscope

ture surfaces of adhesive test samples and test cylinders were examined by confocal microscope, in order to analyze the kind of failure. As shown in figure 4, the fracture exhibits a mixed failure type. Copper appears both on the steel cylinders and on the CFRP samples. Additionally, some carbon fibers have also been found on the steel cylinders. This result indicates that there is failure of the substrate itself. One explanation is the high adhesion of Cu coating. In comparison, bond strength measurements of the uncoated specimens (with and without grit blasting) were also performed. Results show similar fracture

is characterized by low erosion and lower thermal impact on the substrates during spraying process. High deposition effi-

ciency up to 58.7 % could be achieved. The tests have shown that the Cu coatings by means of this technique can provide good electrical conductivity levels with bond strength of the coating of over 5 MPa. Due to the lower plasma power, the coatings exhibit a porous structure. Further work will be focused on the quantification of the porosity and of the oxide content of the coatings.

Acknowledgements

Parts of this work were granted by the German BMWi (FKZ 49MF200039).

References

- [1] C. Karch et al., 33rd International Conference on Lightning Protection (ICLP), 2016
- [2] T. M. Dhanya et al., Materials Today Communications 16, 2018, p. 124-134
- [3] Sergio de Juan et al., Vol. 10, Iss. 3, Coatings, 2020
- [4] A. Ganesan et al., Int. ther. spray con. (Busan, Yeongnam), 2013, p. 236-244
- [5] V. Gillet et al., Surf. Coat. Technol. 364, 2019, p. 306-316
- [6] L. M. Wallenhorst, Diss., Georg-August-Universität Göttingen, 2017
- [7] C. Katsoulis et al., Composites: Part A 43, 2012, p. 1389-1399
- [8] A. P. Mouritz et al., Composites: Part A 40, 2009, p. 1800-1814
- [9] R. A. Matula, J. Phys. Chem. Ref. Data, 1979, p. 1147-1297.
- [10] A. Małachowska et al., Surf. & Coat. Technol. 318, 2017, p. 82-89
- [11] R. C. McCune et al., J. Therm. Spray Technol. 9(1), 2000, p. 73-82
- [12] Y. Itoh et al., J. Society of Mater. Sci. 59(2), 2010, p. 143-148
- [13] H. Koivuluoto et al., J. Therm. Spray Technol. 19(5), 2010, p. 1081-1092

(1) INNOVENT e.V. technology development, Prüssingstraße 27B, D-07745 Jena
 (2) Chemnitz University of Technology, Institute of Materials Science and Engineering (IWW), Erfenschlager Strasse 73, D-09125 Chemnitz

	DE [%]	Thickness [µm]	Roughness [µm]	Resistivity [µΩ·cm]	Bond strength [MPa]
Cu1	38.5 ± 3	approx. 25.5	7.3 ± 1.0	15.1 ± 1.6	5.2 ± 0.7
Cu2	58.7 ± 3	approx. 34.5	6.9 ± 0.8	8.6 ± 0.8	5.3 ± 0.8
Cu3	29.5 ± 2	approx. 19.5	7.3 ± 0.9	22.6 ± 1.5	5.8 ± 0.6
CFRP	-	-	-	-	8.7 ± 0.7
CFRP (grit-blasted)	-	-	-	-	10.4 ± 1.3

Table 2: DEs, thicknesses, bond strengths, roughness and resistivity of 3 coatings. The substrates without coating were also tested, as comparison to the coating bond strength.

Werkstoffspezifische Entwicklung der Werkzeuggeometrie für das Tauchfräsen von bleifreien Cu-Zn-Werkstoffen

Baier, S. (1); Schraknepper, D. (1); Bergs, T. (1, 2)

Das Tauchfräsen wird für die Massenfertigung von elektrotechnischen Verbindungselementen, aber auch für die Fertigung von Ventilen, Hydraulikkomponenten und Umformwerkzeugen eingesetzt. Die Prozesskette zur Fertigung von rechteckigen Geometrielementen in elektrotechnischen Klemmbauteilen umfasst einen Bohrprozess, dem sich ein oder mehrere Tauchfrässchnitte anschließen. Die tauchgefräste Kavität dient als Führung für den abschließenden Räumprozess und darf deshalb typischerweise nicht mehr als $\Delta x = 50 \mu\text{m}$ von der Soll-Geometrie abweichen.

Zukünftig müssen aufgrund mehrerer Gesetzesinitiativen [MINI06, EURO11, EURO20] bleifreie CuZn-Werkstoffe für die Fertigung elektrotechnischer Bauteile spanend bearbeitet werden. Dabei tritt im Vergleich zur Bearbeitung bleihaltiger Automatenmessing eine höhere Zerspankraft auf. Das Tauchfräs Werkzeug wird dadurch mehr von seiner Bahn abgelenkt und es besteht die Gefahr, dass die Formtoleranz der Kavität nicht eingehalten wird. Dadurch wird die Prozesssicherheit reduziert. Mangelhafter Spanabtransport reduziert die Prozesssicherheit weiterhin durch eine Verstärkung der Werkzeugabdrängung und kann bei Anwendung großer Spanungsquerschnitte Werkzeugbrüche verursachen [BAIE21]. Ziel der Prozessauslegung ist daher, dass die Zerspankraft zu einem möglichst hohen Anteil axial eingeleitet wird und der Spanabtransport den Prozess nicht beeinflusst.

Deshalb wurde in diesem Beitrag eine eingehende Analyse der Ursache-Wirkzusammenhänge zwischen den Werkstoffeigenschaften und den Prozessstellgrößen auf die Zerspankraftkomponenten beim Tauchfräsen von bleifreien Kupferwerkstoffen durchgeführt.

Versuchsaufbau

Als Versuchswerkstoffe wurden die drei bleifreien Messinglegierungen CuZn-21Si3P (Fa. Wieland), CuZn37 (Fa. Diehl

Metall) und CuZn42 (Fa. Aurubis) in Form von Rundstangen mit einem Durchmesser von $D = 10 \text{ mm}$ verwendet. Der binäre Messingwerkstoff CuZn37 bestand nahezu vollständig aus α -CuZn und hatte eine Härte im Bereich 108 - 112 HB (Tabelle 1). Der Werkstoff CuZn42 hatte wegen des Phasenanteils von $\phi_\beta = 60 \%$ β -CuZn eine höhere Härte im Bereich 152 - 156 HB. Aufgrund des enthaltenen Siliziums wies der Werkstoff CuZn21Si3P neben der α -CuZn-Phase etwa $\phi_\kappa = 35 \%$ und $\phi_\gamma = 5 \%$ der harten intermetallischen κ - und γ -Phasen auf. Die Härte lag im Bereich 159 - 176 HB.

Die Zerspanuntersuchungen wurden auf einem Bearbeitungszentrum vom Typ NHX 5000 von der Firma DMG Mori durchgeführt (Bild 1). Zur Messung der Zerspankraftkomponenten wurde eine

piezoelektrische Kraftmessplattform vom Typ 9119AA2 von der Fa. Kistler mit einer Abtastrate von $f_a = 10 \text{ kHz}$ verwendet. Die Werkzeuge waren in einem Hydrodehnspannfutter per HSK-A 63 gespannt, um eine geringe Rundlaufabweichung und eine hohe Steifigkeit der Werkzeugaufspannung zu erzielen.

Die Versuchsbauteile waren zylindrische Abschnitte der Werkstoffstangen mit einem Durchmesser von $D = 10 \text{ mm}$ und einer Länge von $L = 14 \text{ mm}$. Das Tauchfräsen erfolgte in zwei Kavitäten je Bauteil. Unterhalb einer Durchgangsbohrung wurden jeweils vier Tauchfräshübe mit einer Eintauchtiefe von $L = 14 \text{ mm}$ durchgeführt (Bild 1 b). Der Pitch p bezeichnet den radialen Abstand zwischen den Tauchfrässchnitten und wurde zwischen $p = 0,2 \text{ mm}$ und $p = 0,4 \text{ mm}$ variiert. Die Schnittgeschwindigkeit betrug bei allen Versuchen $v_c = 50 \text{ m/min}$ und der Vorschub je Zahn wurde zu $f_z = 0,01 \text{ mm}$ bzw. $f_z = 0,02 \text{ mm}$ eingestellt. Der wassermischbare Kühlschmierstoff Ecocool Global 1000 von der Fa. FUCHS wurde mit einer Konzentration von 6 % für sämtliche Zerspanuntersuchungen durch Überflutungskühlung zugeführt.

Als Versuchswerkzeuge wurden Schaftfräser mit einem Durchmesser von $D = 2 \text{ mm}$ und einem Spiralwinkel von $\epsilon = 35^\circ$ verwendet, die von der Firma GÜHRING für die Untersuchungen bereitgestellt wurden, Tabelle 2. Ausgehend von einem Referenzwerkzeug wurden die folgenden Werkzeugvarianten untersucht, bei denen jeweils ein Merkmal der Werkzeuggeometrie verändert wurde:

- Größere Breite der Eckenfase b_γ zur Stabilisierung der Schneidenecke
- Größerer Spitzenwinkel σ bzw. Hohl-schliff der Werkzeugspitze zur Optimierung der Krafteinleitungsrichtung

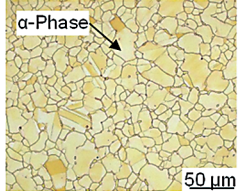
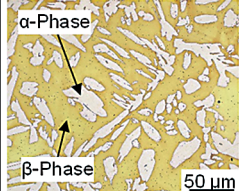
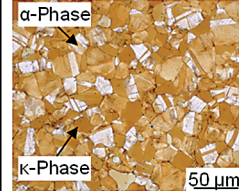
Werkstoff	CuZn37	CuZn42	CuZn21Si3P
Phasenanteile	99 % α -CuZn, 1 % β -CuZn	40 % α -CuZn, 60 % β -CuZn,	60 % α -CuZn, 35 % κ -CuZnSi 5 % γ -CuZnSi
Härte HB 2.5/31.25	108 - 112	152 - 156	159 - 176
Zugfestigkeit R_m /MPa	400	595	674 - 687
Gefüge			

Tabelle 1: Mechanische Eigenschaften, Phasenanteile und metallographische Schlibbilder der Versuchswerkstoffe

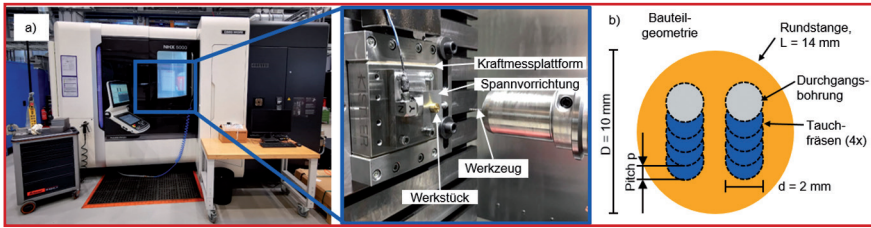


Bild 1: Versuchsaufbau der Zerspanversuche auf dem Bearbeitungszentrum NHX 5000 von DMG MORI (a) und Geometrie der Versuchsbauteile (b)

- Geringere Schneidenzahl z zur Optimierung des Spanabtransports
- Höherer stirnseitiger Spanwinkel γ_s zur Reduktion der Schnittkraft

Das Tauchfräsen ist kinematisch den Bohrverfahren zuzuordnen, da Vorschubrichtung und Rotationsachse des Werkstücks

wurde ein kürzerer Span gebildet. Die Krümmung der Späne war werkstoffabhängig, da sie durch die Geometrie der Spannut der Werkzeuge erzwungen wurde. Unabhängig von Werkstoff, Werkzeug und Schnittparametern wurden häufig gequetschte Späne aufgefunden (Bild 2 d).

Eckengestaltung b_f / mm	F0,08 x 45°	F0,14 x 45°	F0,08 x 45°	F0,08 x 45°	F0,08 x 45°	F0,08 x 45°
Spitzenwinkel $\sigma / ^\circ$	188	188	200	188	188	188
Schneidenanzahl $z / -$	4	4	4	3	2	4
Stirnspanwinkel $\gamma_s / ^\circ$	5	5	5	5	5	10
Schneidkantenradius $r_\beta / \mu\text{m}$	8,3	8,9	8,2	8,7	10,6	7,7
Hersteller	Gühring					
Substrat	VHM (K55SF), unbeschichtet					
Fräserdurchm. d / mm	2					
Umfangsspanw. $\gamma_r / ^\circ$	3					
Stirnfreiwinkel $\alpha_s / ^\circ$	10					
Spiralwinkel $\epsilon / ^\circ$	35°					

Tabelle 2: Charakterisierung der Versuchswerkzeuge

parallel sind [WITT14, KLOC18]. Deshalb ergibt sich beim Tauchfräsen ein Spanungsquerschnitt, der einen Verlauf der Spanungsbreite von null am Eintritt über ein Maximum zu Null am Werkzeugaustritt bei konstanter Spanungsdicke aufweist. Bei konventionellen Fräsprozessen weist die Spanungsdicke einen qualitativ ähnlichen Verlauf auf und die Spanungsbreite ist konstant [KLOC18].

Die beim Tauchfräsen erzeugten Späne weisen werkstoffabhängig Unterschiede hinsichtlich der Spanlänge und der Spankrümmung auf, Bild 2. Bei gleicher Kinematik sind die Späne aus CuZn37 am kürzesten, gefolgt von CuZn42 und CuZn21Si3P. Aufgrund der höheren Duktilität von CuZn37 relativ zu den anderen Werkstoffen fand eine höhere Stauchung des Spans während der Zerspanung statt [NOBE16, KLOC18]. Aufgrund der höheren Spanstauchung

Durch das Verkleben mehrerer Späne in der Spannut kam es zum Spanstau. Dies kann im Extremfall zum Bruch des Werkzeugs führen [KLOC18, BAIE21]. Die vorliegende Häufung von Spanstau stellte eine Beschränkung der erzielbaren Prozesssicherheit dar.

Die Zerspankraftkomponenten wurden anhand des Betrags der radialen Kraft-

komponente F_{radial} ausgewertet. Deren zeitlicher Verlauf über vier Tauchfrässchnitte ist in Bild 3 dargestellt. Bei allen Versuchen waren zwei Bereiche voneinander unterscheidbar: Im ersten Bereich, der etwa das erste Drittel eines jeden Schnitts umfasste, trat eine geringe Schwingungsamplitude bei geringer Radialkraft auf. Die Zerspankraftkomponenten stiegen über den Vorschubweg an, was bei Bohrprozessen auf die höhere Reibung zwischen Werkzeug und Bauteil bei gleichzeitig geringerer Benetzung mit Kühlschmierstoff zurückgeführt wird. Danach traten eine wesentlich höhere Schwingungsamplitude und ein beschleunigter Anstieg der Radialkraft auf. Dies wurde durch Spanstau in den Spannuten des Werkzeugs und den gefrästen Kavitäten verursacht [BAIE21]. Dieser Effekt war beim Tauchfräsen von CuZn37 besonders deutlich ausgeprägt, da dickere, zähere Späne entstanden als bei der Bearbeitung der restlichen Versuchswerkstoffe. Aufgrund der zufälligen Verteilung der Spanklemmer schwankten die Kraftspitzen in diesem Bereich deutlich (CuZn37: $F_{\text{radial,max}} = 95 - 184 \text{ N}$). Tendenziell war der Kraftanstieg mit zunehmender Schnittzahl geringer ausgeprägt, da die gefräste Kavität durch die Schnitte vergrößert wurde und somit mehr Raum für die erzeugten Späne entstand.

Einen Vergleich des Radialkraftverlaufs bei Einsatz von Werkzeugen mit verschiedener Geometrie beim Tauchfräsen von CuZn37 zeigt Bild 4. Ausgehend vom Referenzwerkzeug wurden zwei Optimierungsansätze verfolgt: Eine Vergrößerung des Spanwinkels führt zur Reduktion der Schnittkraft [NOBE13], die beim Tauchfräsen in radialer Richtung am Werkzeug angreift. Deshalb wurde bei einem Versuchswerkzeug der Stirnspanwinkel von $\gamma_s = 5^\circ$ auf $\gamma_s = 10^\circ$ vergrößert. Dieser Effekt konnte in den Untersuchungen nicht nachgewiesen werden, da das Niveau der Radialkraft ähnlich wie bei Einsatz des Referenzwerkzeugs verläuft. Es wurde angenommen, dass der

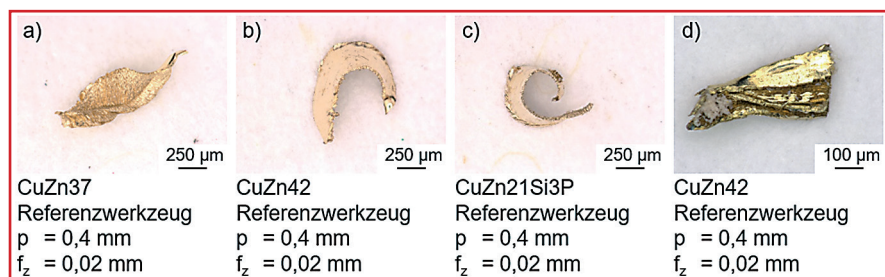


Bild 2: Spanformen beim Tauchfräsen der verschiedenen Versuchswerkstoffe (a, b, c) und in den Spannuten gequetschte Späne (d)

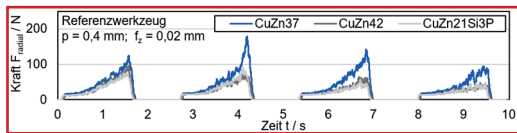


Bild 3: Verlauf der Radialkraft im Vergleich der Versuchswerkstoffe

Effekt des mangelhaften Spanabtransports die Radialkraft stärker beeinflusst als die Schnittkraft.

Der zweite, hier detailliert betrachtete werkzeugseitige Optimierungsansatz war eine Reduktion der Schneidenzahl von $z = 4$ beim Referenzwerkzeug auf $z = 3$, weshalb die Spankammern bei ansonsten unveränderter Werkzeuggeometrie größer ausfielen. Bei Verwendung desselben Vorschubs je Zahn von $f_z = 0,02$ mm sank die Produktivität bei Einsatz dieses Werkzeugs um ein Viertel im Vergleich zum Referenzwerkzeug. Die Radialkraft war aufgrund des besseren Spanabtransports geringer als bei Einsatz der vierschneidigen Werkzeuge. Mithilfe einer Hauptkomponentenanalyse wurden die Einflüsse des Werkstoffs, der Schnittparameter und der Werkzeuggeometrie zusammengefasst (Bild 5). Die Bewertung erfolgte anhand der maximalen Radialkraft $F_{rad,Max}$ die die Bauteil-

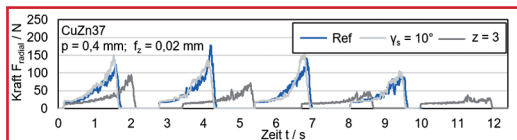


Bild 4: Verlauf der Radialkraft beim Tauchfräsen von CuZn37 mit unterschiedlichen Werkzeuggeometrien

qualität maßgeblich beeinflusst [BAIE21]. Aufgrund der unterschiedlichen Spanbildungsmechanismen und Spanformen hat die Wahl des Werkstoffs maßgeblichen Ein-

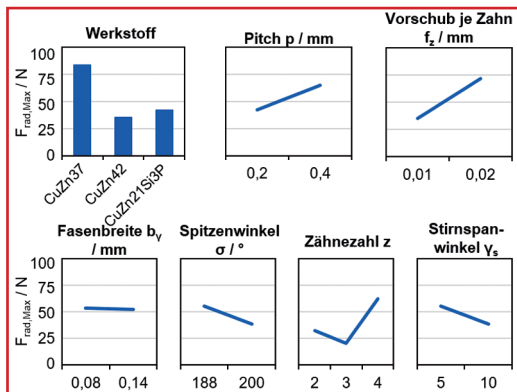


Bild 5: Hauptkomponentenanalyse der Einflussgrößen Werkstoff, Schnittparameter und Werkzeuggeometrie auf die maximale Radialkraft $F_{rad,Max}$ beim Tauchfräsen

fluss auf die maximale Radialkraft $F_{rad,Max}$. Die hohe Duktilität von CuZn37 im Vergleich zu CuZn42 oder CuZn21Si3P führte zu einer hohen Spanstauchung. Diese Späne sind steifer und zäher als bei geringerer Spanstauchung und verursachten daher besonders häufig Spanstau. Eine Verdopplung des Pitches p bewirkte einen geringeren Anstieg in $F_{rad,Max}$ als eine Verdopplung des Vorschubs je Zahn f_z . Durch eine Steigerung des Pitches p wird ein höherer Anteil der Zerspankraft in axialer Richtung in das Werkzeug eingeleitet. Deswegen wird zur Steigerung der Produktivität bei gleichbleibender Bauteilqualität eher eine Erhöhung des Pitches p als des Vorschubs f_z empfohlen [WITT14, ZHUA18].

Hinsichtlich der Werkzeuggeometrie wurden der Einfluss der Fasenbreite b_y , des Spitzenwinkels σ , der Zähnezahl z und des Stirnspanwinkels γ_s auf die maximale Radialkraft $F_{rad,Max}$ untersucht. Die Fasenbreite b_y hatte im untersuchten Parameterbereich nur einen untergeordneten Einfluss auf die Radialkraft. Eine Erhöhung des Spitzenwinkels σ über $\sigma = 180^\circ$ entsprach einem Hohl-schliff der Werkzeugspitze. Dadurch wurde der Einstellwinkel κ im Bereich der Hauptschneide reduziert. Die axial angreifenden Zerspankraftkomponenten wurden deshalb teilweise kompensiert. Durch eine Erhöhung des Spitzenwinkels von $\sigma = 188^\circ$ beim Referenzwerkzeug auf $\sigma = 200^\circ$ sank die mittlere maximale Radialkraft um $\Delta F_{rad,Max} = 17$ N. Eine ähnliche Effektstärke wies auch die Steigerung des Stirnspanwinkels γ_s auf. Eine Reduktion der Zähnezahl ausgehend von $z = 4$ beim Referenzwerkzeug verursachte aufgrund der geringeren Anzahl gleichzeitig im Eingriff befindlicher Schneiden geringere Radialkraftkomponenten $F_{rad,Max}$. Dabei lag das Optimum hinsichtlich einer minimalen Radialkraft bei $z = 3$ Schneiden. Beim Tauchfräsen mit dem zweiseidigen Werkzeug wiesen die gemessenen Kraftkomponenten einen wesentlich höheren dynamischen Anteil auf. Dies wurde auf den zeitparallelen Ein- und Austritt gegenüberliegender Werkzeugschneiden in und aus dem Werkstoff zurückgeführt.

Fazit

Mangelhafter Spanabtransport war die maßgebliche Ursache für hohe radiale Zerspankraftkomponenten und geringe Bauteilqualität beim Tauchfräsen der bleifreien Kupferwerkstoffe CuZn42, CuZn21Si3P und insbesondere CuZn37. Die Späne der Werkstoffe CuZn42 und CuZn21Si3P wur-

den besser aus der Kavität abgeführt als die Späne des Werkstoffs CuZn37. Zur Steigerung der Produktivität ist eine Erhöhung des Pitches aufgrund eines geringeren Anstiegs der Radialkraft besser geeignet als die Anwendung höherer Vorschübe. Hinsichtlich der Schneidenzahl wurde ein Optimum bei $z = 3$ aufgrund ausreichenden Spanabtransports bei akzeptabler Prozessdynamik identifiziert. Darüber hinaus bewirkte eine Erhöhung des Spitzenwinkels auf $\sigma = 200^\circ$ und des Stirnspanwinkels auf $\gamma_s = 10^\circ$ eine Reduktion der Zerspankraftkomponenten gegenüber dem Ausgangszustand.

Literatur

[BAIE21] Baier, S.; Schraknepper, D.; Bergs, T.: Entwicklung angepasster Werkzeuge und Prozesse zur Steigerung der Produktivität und Prozesssicherheit beim Fräsen innovativer bleifreier Kupferwerkstoffe. Schlussbericht zu IGF-Vorhaben Nr. 20029 N. Aachen: RWTH Aachen University, 2021

[EURO11] Richtlinie 2011/65/EU des Europäischen Parlaments und des Rates vom 8. Juni 2011 zur Beschränkung der Verwendung bestimmter gefährlicher Stoffe in Elektro- und Elektronikgeräten. RoHS 2, 01.07.2011

[EURO20] European Chemicals Agency: Liste der für eine Zulassung in Frage kommenden besonders besorgniserregenden Stoffe. Veröffentlicht gemäß Artikel 59 Absatz 10 der REACH-Verordnung. URL: <https://echa.europa.eu/de/candidate-list-table> [Stand: 09.04.2020]

[KLOC18] Klocke, F.: Fertigungsverfahren 1. Zerspänung mit geometrisch bestimmter Schneide. (Reihe: VDI-Buch). 9. Aufl. 2018. Berlin, Heidelberg: Springer Vieweg, 2018

[MINI06] Industrial Standard of the People's Republic of China SJ/T 11365-2006. Testing Methods for Hazardous Substances in Electronic Information Products, 11.06.2006

[NOBE13] Nobel, C.; Klocke, F.: Entwicklung einer Hochleistungserspänung für schwerzerspannbare bleifreie Kupferknet- und -gusslegierungen. Schlussbericht der Forschungsstelle(n) Nr. 1, Werkzeugmaschinenlabor (WZL) der RWTH Aachen zu dem über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung und -entwicklung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages geförderten Vorhabens IGF16867 NReihe: Lehrstuhl für Technologie der Fertigungsverfahren, Bd. IGF-Vorhaben 16867 N. Aachen (2013)

[NOBE16] Nobel, C.: Drehbearbeitung bleiarmer Kupfer-Zink-Legierungen. 1. Auflage. Aachen: Apprimus Verlag, 2016

[WITT14] Witty, M.: Prozessauslegung für das Tauchfräsen tiefer Kavitäten. (Reihe: Prozesstechnologie, 2014,7). Aachen: Apprimus-Verl., 2014

[ZHUA18] Zhuang, K.; Zhu, D.; Ding, H.: An analytical cutting force model for plunge milling of Ti6Al4V considering cutter runout. In: The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 94. Jg., 2018, Bd. 9-12, S. 3841–3852

- (1) *Werkzeugmaschinenlabor WZL der RWTH Aachen University, Lehrstuhl für Technologie der Fertigungsverfahren*
- (2) *Fraunhofer-Institut für Produktionstechnologie IPT*

Laseradditive Fertigung von Kupfer und Kupferlegierungen mit grüner Wellenlänge

Vogt, S. (1); Göbel, M. (1); Hermann, F. (1, 2); Thielmann, M. (1)

Durch einen Laser mit einer Wellenlänge von 515 nm können stark reflektierende Materialien verarbeitet werden. Durch die Verwendung der grünen (515 nm) Wellenlänge kann die Absorption der Laserstrahlung auf ca. 30 % bei Kupfer erhöht werden, im Gegensatz zu ca. 5 % bei infraroter Laserstrahlung. Mit dem Vortrag stellen wir den Fortschritt bei der Herstellung von Kupfer und Kupferlegierung mittels grüner Laserstrahlquellen dar. Dabei werden Erkenntnisse zu unterschiedlichen Prozessparametern, welche für grüne Strahlquellen im Vergleich zu infraroten Strahlquellen bei der Verarbeitung von hochreflektierenden, hochleitfähigen Materialien erforderlich sind. Dabei werden Eigenschaften wie das Gefüge und Dichte untersucht. Diese Vorstellungen werden anhand von zwei additiven Verfahren vorgestellt: pulverbettbasiertes Laserschmelzen (LMF) und dem Laserauftragschweißen (LMD).

Additive Fertigungsverfahren bzw. 3D-Druck werden immer häufiger zur Herstellung und Modifikation von Kunststoffen, aber auch von anspruchsvollen Metallen eingesetzt. Seit kurzen stehen auch Reinkupfer und Kupferlegierungen im Fokus der additiven Technologie aufgrund der hervorragenden Eigenschaften wie die hohe elektrische und thermische Leitfähigkeit. [1, 2]

In den laserbasierten additiven Fertigungsverfahren werden meist Festkörperlaser mit einer Wellenlänge von ca. 1 μm eingesetzt. Die Laserbearbeitung von Kupfer und Kupferlegierungen ist bei dieser Wellenlänge aufgrund des geringen Absorptionsvermögens herausfordernd. In dieser Arbeit wird die Bearbeitung der laseradditiven Fertigung mit einem Scheibenlasers mit grüner Wellenlänge (515 nm) im Vergleich der infraroten Wellenlänge untersucht.

Stand der Technik

Laseradditive Fertigung

Die verbreiteten und bekanntesten laserbasierten additiven Fertigungstechnologien sind das pulverbettbasierte Laserschmelzen (LMF) und das Laserauftragschweißen (LMD). Bei der LMF-Technologie werden Bauteile schichtweise in einer mit Inertgas gefüllten Baukammer gedruckt (Bild 1,

links). Typische Schichtdicken liegen im Bereich von 30 bis 120 μm . Der Laserstrahl wird durch Spiegel schnell über das Pulver geführt, was typische Scangeschwindigkeiten zwischen 500 bis 2.000 mm/s ermöglicht. Die Pulverpartikel verschmelzen beim Auftreffen des Laserstrahls zu Schweißspuren, die mit dem Substrat oder den darunter liegenden Schichten verbunden werden. Je nach Maschinentyp und Anwendung können diese einzelnen Schweißspuren eine Breite von mehreren 10 μm bis zu mehreren 100 μm Breite aufweisen.

Bei der LMD-Technologie wird typischerweise eine koaxiale Pulverdüse verwendet, um Schweißspuren, Schichten oder Volumina auf Freiformflächen aufzuschweißen (Bild 1, rechts) [3, 4, 5]. Im Gegensatz zur LMF-Technologie werden beim LMD typischerweise größere Laserspots, von 200 - 8.000 μm genutzt. Die Vorschubgeschwindigkeit – also die Relativgeschwindigkeit von Optik und Düse zur Werkstückoberfläche – ist mit 8 - 70 mm/s deutlich kleiner

als beim LMF. Beim LMD werden typische Schichtdicken von 300 - 2.000 μm erzielt.

Laseradditive Fertigung von Kupfer und Kupferlegierungen

Die gängigsten Festkörperlaser haben Wellenlängen zwischen 1.030 - 1.080 nm. Bei diesen Wellenlängen beträgt der Absorptionsgrad von Kupfer ca. nur 5 % (Bild 2). Kupferwerkstoffe benötigen eine hohe Leistungsdichte, um die Wärmediffusion zu überwinden [6]. Beide Effekte in Kombination können das vollständige Aufschmelzen eines Zusatzwerkstoffes erschweren und damit die Produktivität und Stabilität von LMD- oder LMF-Prozesses signifikant negativ beeinflussen. Durch die Verwendung der kurzwelligen grünen Laserwellenlänge (515 nm) kann die Absorption des Laserlichts auf ca. 30 % bei reinem Kupfer gesteigert werden; dadurch kann die hohe Wärmediffusion leichter überwunden und Pulverpartikel einfacher aufgeschmolzen werden.

Durch Einsatz eines 515-nm-Kurzwellenlasers konnten auch schon für Kupferwerkstoffe Laserschweißprozesse etabliert werden, die hinsichtlich Produktivität und Stabilität in Stahl vergleichbar sind [7].

Anlagentechnik und Materialien

Die LMD Versuche werden auf einer Roboterzelle (Eigenbau) mit einem Bearbeitungskopf BEO D70 der Firma TRUMPF Laser- und Systemtechnik GmbH durchgeführt. Für den Transport des Pulvermaterials zum Werkstück wird ein Scheibenfördersystem verwendet. Als Trägergas wird He und als Schutzgas Ar verwendet. Das Pulver wird mittels einer Dreistrahl-Düse zugeführt. Für die Versuche mit infraroter Wellenlänge wird ein TruDisk 6001 (TRUMPF Laser- und Systemtechnik GmbH) mit einer Wellenlänge von 1030 nm verwendet. Für Versuche mit grüner Wellenlänge (515 nm) ist zusätzlich ein TruDisk 1020 Scheibenlaser mit einer maximalen Laserleistung von 1 kW angebunden.

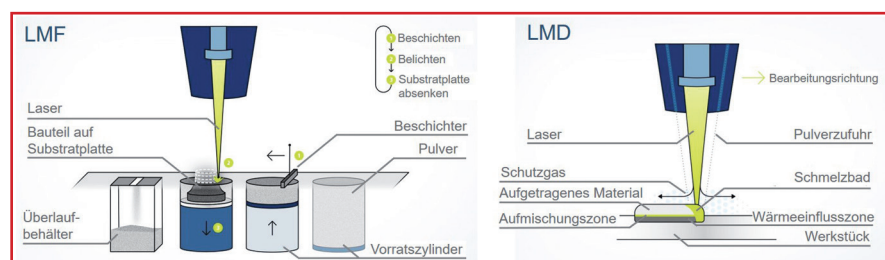


Bild 1: Funktionsprinzip der LMF-Technologie (links) und LMD-Technologie (rechts)

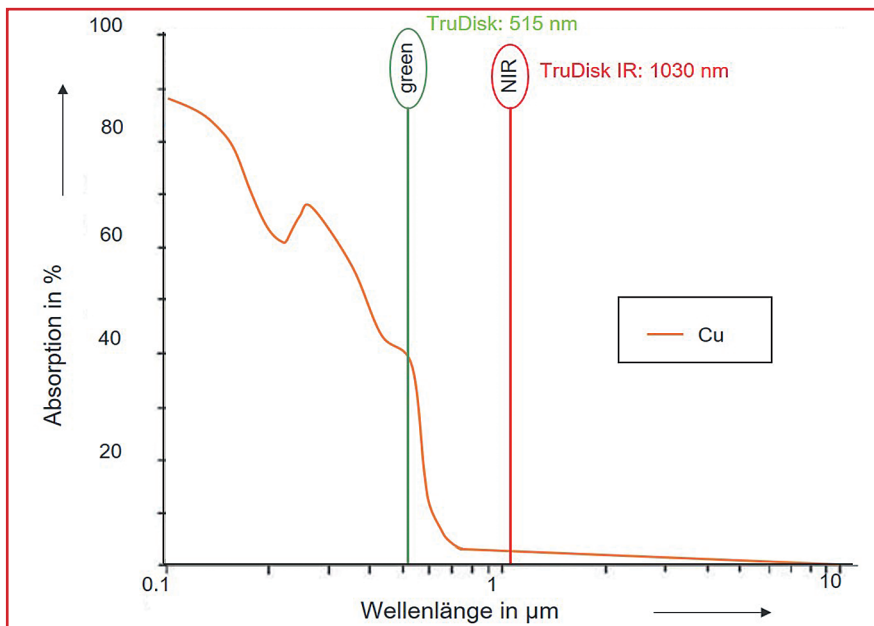


Bild 2: Absorptionskurve von Kupfer über die Wellenlänge

Die LMF Versuche werden auf einer TruPrint 1000 der Firma TRUMPF Laser- und Systemtechnik GmbH durchgeführt. Der Bauzylinder dieser Anlage hat einen Durchmesser von 100 mm und eine Höhe von 100 mm. Die Laserstrahlung wird über eine Lichtleitfaser zur Anlage transportiert; durch ein Scanneroptik und eine f-Theta Linse wird ein Laserspot von ca. 200 µm Durchmesser mit Top-Hat Intensitätsverteilung auf der Bearbeitungsebene erzeugt. Für Versuche mit grüner Wellenlänge (515 nm) ist ein TruDisk 1020 Scheibenlaser mit einer maximalen Laserleistung von 1 kW angebunden. Für beide Verfahren wird die Kupferlegierung CuCr1Zr gewählt. Die Untersuchungen mittels des LMF-Verfahrens wird zudem für reines Kupfer durchgeführt. Beim LMD ist noch kein reines Kupfer bearbeitet. Neben der Prozessentwicklung steht für die ersten Untersuchungen der

Vergleich der Verarbeitbarkeit von Kupferwerkstoffen mittels grüner und infraroter Laserstrahlung im Mittelpunkt.

Hierzu wird die generelle Machbarkeit und der Leistungsbedarf im Vergleich zur Auftragsrate bzw. Prozesseffizienz durchgeführt. Dazu werden zunächst Laserleistungen von maximal 1 kW verwendet.

Ergebnisse

Laserauftragschweißen (LMD)

Bei den LMD Untersuchungen mit grüner Wellenlänge können Prozessparameter ermittelt werden, welche eine gute Anbindung zum Stahlsubstrat und eine gute Anbindung zwischen den Lagen, sowie eine geringe Porosität aufweisen. Beim Aufbau der ersten Spur bzw. ersten Lage auf das Stahlsubstrat gibt es kaum Unterschiede zwischen den Wellenlängen 515 nm und 1030 nm. Die Unterschiede hinsichtlich Aufbauraten und Stabilität werden ab der zweiten Lage beim Aufbau von Stegen oder Quadern detektiert. Bei einer Wellenlänge von 1.030 nm konnten beispielsweise signifikant kleinere Aufbauraten von Stegen

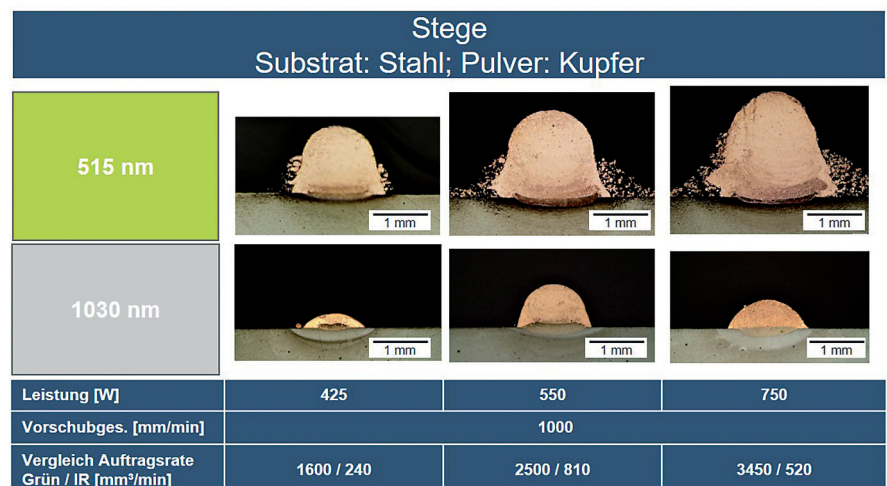


Bild 3: Schliffbilder und die dazugehörigen Prozessparameter von Stegen aus CuCr1Zr auf einen Stahlsubstrat im Vergleich der Wellenlänge 515 nm zu 1.030 nm

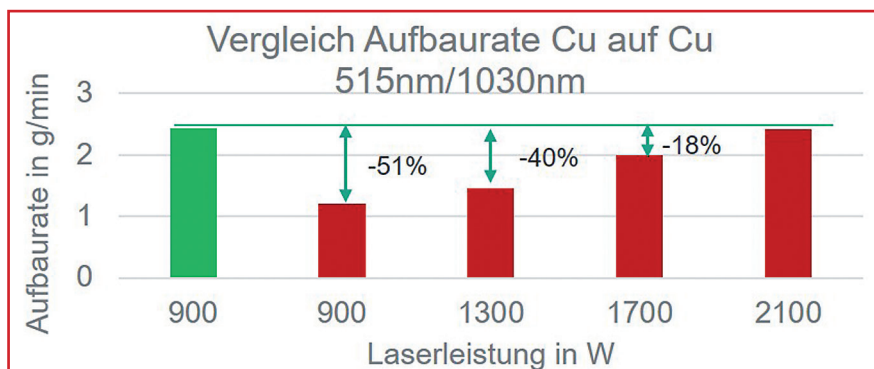


Bild 4: Vergleich Aufbauraten bei einer Laserleistung von 900 W und einer Wellenlänge von 515nm (links) zu Laserleistungen zwischen 900 - 2100 W bei einer Wellenlänge von 1030nm (rechts) beim LMD von Quadern. Zusatzwerkstoff: CuCr1Zr

im Vergleich zu einer Wellenlänge mit 515 nm und gleicher Laserleistung ermittelt werden (Bild 3).

Mit einer Wellenlänge von 515 nm können für dieses Anwendungsbeispiel durchschnittlich fünfmal größere Aufbauraten im Vergleich zu 1030 nm erzielt werden (Bild 3; untere Zeile). In einer weiteren Versuchsreihe ist der erforderliche Laserleistungsunterschied von grüner zu infraroter Laserstrahlung ermittelt worden. Dabei wurde die Laserleistung für infrarote Laserstrahlquellen sukzessive vergrößert, bis eine vergleichbare Aufbauraten erzielt werden konnte. In dieser Versuchsreihe

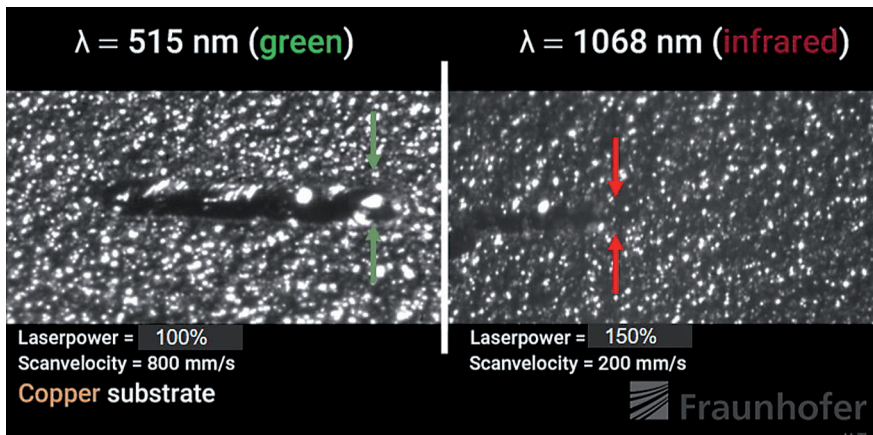


Bild 5: Vergleich von Einzelvektoren im Kupfer-Pulverbett für zwei Wellenlängen beim LMF-Verfahren. Die Pfeile markieren die aktuelle Position der Schmelzlinse [Aufnahmen durch Fraunhofer Institut für Lasertechnik ILT durchgeführt und zur Verfügung gestellt.]

wurde ca. die 2,3-fache Laserleistung bei einer 1030 nm Wellenlänge im Vergleich zu einer grünen 515 nm Wellenlänge benötigt (Bild 4).

Pulverbettbasiertes Laserschmelzen (LMF)

Bei dem LMF-Verfahren wird der Unterschied zwischen den Wellenlängen 515 nm und 1068 nm mittels Aufnahmen einzelner Scannvektoren und dem Aufbau von Musterteilen untersucht. Durch Aufnahmen mittels einer Hochgeschwindigkeitskamera werden einzelne Scannvektoren in einem Pulverbett eines Kupferwerkstoffes aufgenommen. In dieser Versuchsreihe werden erforderliche Laserleistung und Scanngeschwindigkeit ermittelt, ab der sich eine Schmelzlinse ausbilden. In Bild 5 ist ein Ausschnitt aus diesem Video dargestellt. Dabei wird ca. 50 % mehr Laserleistung bei einer vierfach kleineren Scanngeschwindigkeit benötigt, um Kupferpartikel aufzuschmelzen. Damit wird eine sechsfach höhere Streckenenergie für infrarote im Vergleich zu 515 nm-Laserstrahlung benötigt

In weiteren Versuchen werden mit der grünen Wellenlänge sowie der Kupferlegierung CuCr1Zr Parametersätze ermittelt, welche eine relative Dichte von 99,9% bei Aufbauraten von 17 cm³/h aufweisen (Bild 6, links). Bei Reinkupfer können Parametersätze identifiziert werden, wo man eine Dichte >99,5 % bei Aufbauraten von 8 cm³/h - 16 cm³/h erreicht. Die elektrische Leitfähigkeit nimmt dabei von 100% IACS (8 cm³/h) auf ca. 95 % IACS (16 cm³/h) leicht ab. Bei einer Schichtdicke von 30 µm kann eine Oberflächenrauheit circa Ra=14 µm in vertikaler Ausrichtung erzielt werden (Bild 6, rechts).

Zusammenfassung

Durch den Einsatz der grünen Laserstrahlquelle für die laserbasierten additiven Fertigungsverfahren LMF und LMD, kann eine verbesserte Bearbeitung von Kupferwerkstoffen aufgezeigt werden. Die höhere Absorption bei der kürzeren Wellenlänge von 515 nm gegenüber 1030 bzw. 1.068 nm verbessert die Energieeinkopplung deutlich. Je nach Verfahren und für die hier durchgeführten Untersuchungen

beträgt, ist der Laserleistungsbedarf für infrarote Wellenlängen im Vergleich zu 515 nm Laserstrahlung eines TruDisk 1020 um den Faktor 5-6 größer.

Literatur

- [1] Andersen, O. et. al.: Neue Entwicklungen auf dem Gebiet der nichtstrahlbasierten additiven Fertigungsverfahren – New Developments in the Field of Non-beam Based Methods of Additive Manufacturing. Pulvermetallurgie in Wissenschaft und Praxis, Band 34, Heimdall Verlag Hagen, 2018, pp. 255-280
- [2] Becker, S.: Selektives Laserschmelzen von Kupfer und Kupferlegierungen. Apprimus Wissenschaftsverlag, Aachen, 2014
- [3] Meiners, W.: Direktes selektives Laser Sintern einkomponentiger metallischer Werkstoffe. Dissertation. Shaker, Aachen 1999
- [4] Zhang, D.: Entwicklung des Selective Laser Melting (SLM) für Aluminiumwerkstoffe. Dissertation. Shaker, Aachen 2004
- [5] Bremen, S.; Meiners, W.; Diatlov, A.: Selective Laser Melting. Laser Technik Journal; Volume 9, Issue 2, 2012
- [6] Amorosi et al., "Reliable microspot welding of copper", Proc. SPIE 5063, (2003)
- [7] Dold et al., „High-performance welding of copper with green multi-kW continuous-wave disk lasers“, Proc. SPIE 10911 (2019)

- (1) TRUMPF Laser- und Systemtechnik GmbH, Johann-Maus-Straße 2, 71254 Ditzingen
- (2) Graduate School of Excellence advanced Manufacturing Engineering, University of Stuttgart

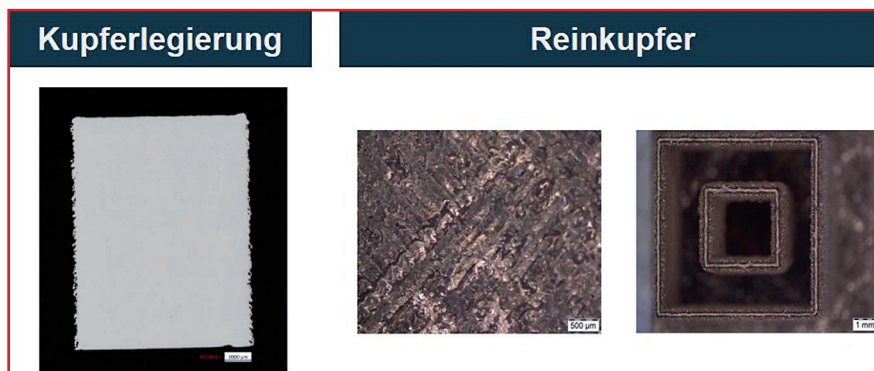


Bild 6: Schliffbild von Kupferlegierung (links), Mikroskopbilder Reinkupfer (rechts)

Einfluss der Temperatur auf das Verhalten des Leiterwerkstoffes und der Vorspannkraft bei Schraubenverbindungen mit beschichteten Leitern aus Kupfer und kleinem Querschnitt

Djuimeni Podeu, F. S. (1); Beilner, M. (1); Schlegel, S. (2)

Schraubenverbindungen mit Kupferleitern werden in Elektrofahrzeugen für die Stromübertragung innerhalb elektrischer Komponenten wie der Batterie bevorzugt eingesetzt. Die Langzeitstabilität dieser Verbindungen hängt unter anderem vom Leiter- und Beschichtungswerkstoff, der Umgebungsbelastung sowie von Konstruktions- und Montageparametern ab. Bereits während bzw. direkt nach der Montage können Reibung und Setzvorgänge dazu führen, dass die gewünschte Montagevorspannkraft nicht erreicht wird. Des Weiteren führen höhere Temperaturen zu einem stärkeren Vorspannkraftabbau. Aktuell wird zur Auslegung von Schraubenverbindungen mit Kupferleitern die in der VDI 2230-1 angegebenen Richtwerte für Reibwerte und Setzbeträge, welche jedoch nur für Stahl gelten, verwendet. In diesem Beitrag werden die Reibwerte und das Setzverhalten von Kupferleitern ermittelt und mit den Richtwerten von VDI 2230-1 verglichen. Zudem wird das Vorspannkraft- und Langzeitverhalten von Schraubenverbindungen mit Kupferleitern abhängig von der Leitertemperatur untersucht.

Für die Langzeitstabilität von stromführenden Schraubenverbindungen muss direkt nach der Montage und während der Lebensdauer eine ausreichende Flächenpressung in der Verbindung vorhanden

sein. Ist dies nicht der Fall, kann es insbesondere beim Auftreten von wechselnden Belastungen zum Aufbrechen der a-Spots und damit zu einer Erhöhung des Kontaktwiderstandes kommen. Bei einer niedrigen Flächenpressung sind die

a-Spots direkt nach der Montage meist nur elastisch verformt und damit empfindlicher gegenüber äußeren Einflüssen. Da die Flächenpressung von der Vorspannkraft abhängig ist, ist die Vorspannkraft einer der wichtigsten Parameter, welcher das Kontakt- und Langzeitverhalten von stromführenden Schraubenverbindungen beeinflusst. Das Vorspannkraftverhalten ist jedoch unter anderem von Reibwerten, Setzvorgängen sowie den thermisch bedingten Fließ-, Kriech- und Relaxationsvorgängen abhängig [1], [2]. Die Reibwerte und die Setzvorgänge bestimmen die Montagevorspannkraft und sind unter anderem von Oberflächeneigenschaften wie der Härte und der Rauheit abhängig [1]. Bei stromführenden Schraubenverbindungen sind die Leiter in der Regel mit Zinn, Silber oder Nickel beschichtet, die unterschiedliche Eigenschaften aufweisen. Spannungsrelaxation, Fließ- und Kriechvorgänge bestimmen das Vorspannkraftverhalten und sind von den Leiterwerkstoffen, der Montagevorspannkraft und der Leitertemperatur abhängig.

Im Folgenden werden die Einflüsse der Beschichtungswerkstoffe auf die Reibung und das Setzverhalten von Kupferleitern untersucht. Des Weiteren werden die Einflüsse der Leitertemperatur auf das Vorspannkraft- und Langzeitverhalten von stromführenden Schraubenverbindungen untersucht.

Experimentelle Untersuchungen

Versuchsvorbereitung und -durchführung

Für die Untersuchungen zum Bestimmen der Reibwerte und der Setzbeträge abhängig vom Beschichtungswerkstoff und von der Montagevorspannkraft wurden verzinnete (Sn), versilberte (Ag) und vernickelte Cu-ETP-Leiter verwendet. Als Referenz wurden auch nicht beschichtete Cu-ETP-Leiter betrachtet (Tabelle 1). Es wurde eine außenträgende M8 Sechskantflanschschraube nach MBN 10105 und Anzugsmomente ($8 \pm 0,8$ Nm bzw. $16 \pm 1,6$ Nm) betrachtet. Damit lagen die erreichten Montagevorspannkraften F_M im Bereich (4,61 ... 6,09) kN bzw. (8,75 ... 11,01) kN. Die Referenzmutter nach DIN EN ISO 4032 wurde verwendet. Die Versuche wurden mit dem Reibwertprüfstand und dem EC-Schrauber durchgeführt (Bild

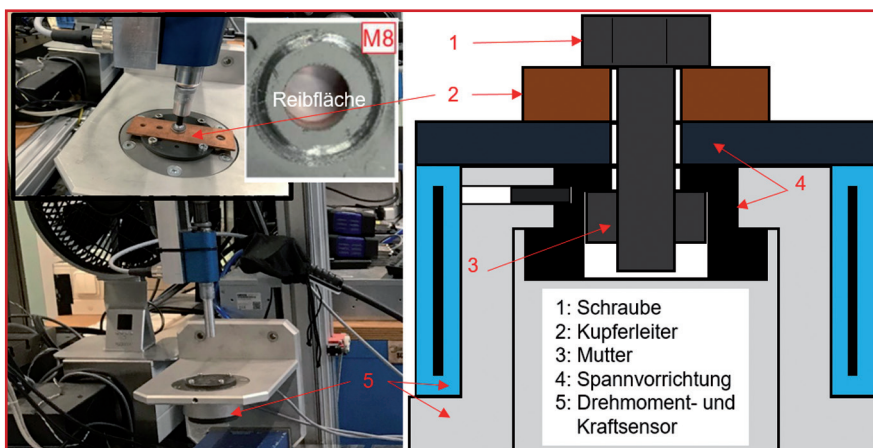


Bild 1: Versuchsaufbau

Leiter- und Beschichtungswerkstoffe	k bei 20°C in $m/(\Omega \cdot mm^2)$	R_{P02} in N/mm^2	R_m in N/mm^2	H in HV	Schichtdicke in μm	R_z -Wert in μm
Cu-ETP R240	> 57	196	269	81	-	-
Cu-HCP R240	> 58	196	286	82	-	-
Sn	9	-	-	16	6,4	4
Ag	62	-	-	135	5,4	2,76
NiP*	3,3 - 5	-	-	595	3,6	5,8

Tabelle 1: Eigenschaften der Leiter- und Beschichtungswerkstoffe [4], [5], [6]

1). Mit dem EC-Schrauber wurde das Anzugsmoment M_A eingeleitet. Mittels eines Mehrkomponenten-Reibwertmesskopfs wurden das Gewindemoment und die Vorspannkraft F_V während der Verschraubung kontinuierlich gemessen. Nach Erreichen des Zielmomentes und eine Haltezeit von ca. 60 s wurde die Vorspannkraft $F_{V,60s}$ bestimmt. Die Auswertung der Reibwertuntersuchung erfolgte nach DIN EN ISO 16047 und VDI 2230-1. Die Setzbeträge wurden nach Gleichung 1 in Anlehnung an der VDI 2230-1 bestimmt.

$$f_z = (F_M - F_{V,60s}) \cdot (\delta_S + \delta_{p,Stahl} + \delta_{p,Cu}) \quad (1)$$

δ_S , $\delta_{p,Stahl}$ und $\delta_{p,Cu}$ sind jeweils die Nachgiebigkeit der Schraube, der mitverspannten Stahlplatte und der Kupferleiter.

Die Eigenschaften der Beschichtungs- und Leiterwerkstoffe sind in der Tabelle 1 dargestellt. Die Verbindungen wurden nach der Montage zeitparallel in verschiedenen drei Wärmekammern gelagert und jeweils bei 140 °C, 160 °C und 180 °C thermisch belastet. Nach festgelegten Zeiten wurden die Verbindungen auf Raumtemperatur abgekühlt und die

momentane Länge der Schraube gemessen. Aus dieser wurde die Längendifferenz bezogen auf die Länge der Schraube im unbelasteten Zustand berechnet und nach VDI 2230-1 in Vorspannkraft umgerechnet. Gleichzeitig wurden die Verbindungswiderstände gemessen und in die Gütefaktoren k_u nach [3] umgerechnet.

Ergebnisse und Diskussion

Die Unterkopffreibwerte liegen zwischen 0,11 und 0,15. Cu(Sn) hat den höchsten durchschnittlichen Unterkopffreibwert von ca. 0,14 und das blanke Cu-ETP hat mit ca. 0,12 den geringsten durchschnittlichen Unterkopffreibwert bei einer Vorspannkraft von 10 kN. Bei den untersuchten Varianten ist kaum ein Einfluss der Vorspannkraft auf die Unterkopffreibung zu sehen (Bild 2-links). Die Montagevorspannkraft hat jedoch einen signifikanten Einfluss auf den Setzbetrag. Durch die Verdoppelung der Montagevorspannkraft vervielfacht sich der Setzbetrag im Schnitt um ca. 1,5. Cu(Sn) zeigt die höchsten Setzbeträge und Cu(NiP*) die geringsten Setzbeträge (Bild 2-rechts).

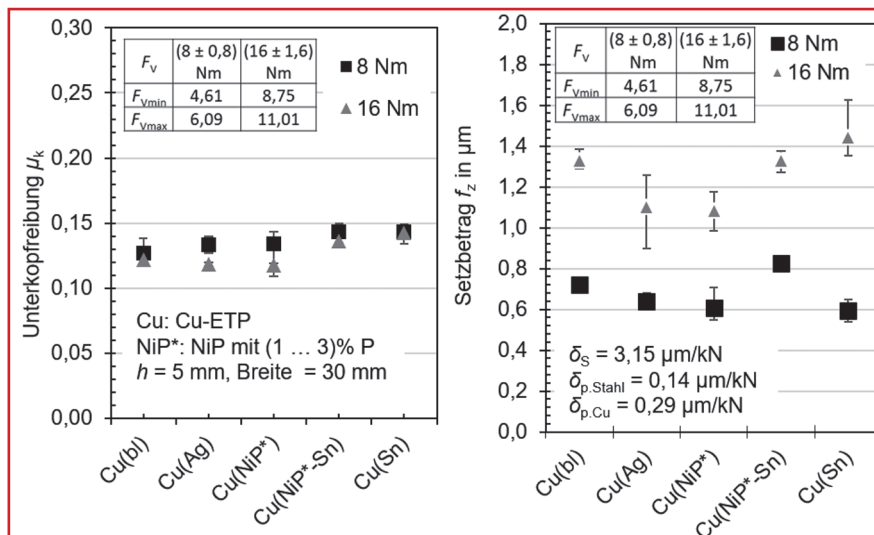


Bild 2: Unterkopffreibung und Setzbeträge

Die meisten Unterkopffreiwerte liegen in dem nach VDI 2230-1 geforderte Streubereich von 0,08 ... 0,14 für Stahl-Stahl-Paarungen. Wie bereits in [7] beobachtet, ist auch hier kein proportionaler Zusammenhang zwischen der Härte und der Reibung zu sehen. Sehr weiche (z. B. Sn) bzw. sehr harte (z. B. NiP*) Schichten haben die höchsten Reibwerte. Bei sehr weichen Schichten entsteht zwar aufgrund der geringeren Härte ein geringerer Reibwiderstand, aber dadurch entsteht eine größere Reibfläche. Bei härteren Schichten hingegen ist die Reibfläche geringer, aber der Reibwiderstand ist aufgrund von mechanischen Verklammerungen höher. Die ermittelten Setzbeträge im Bereich < 1,7 μm sind deutlich niedriger als die in der VDI 2230-1 für Stahl-Stahl-Paarungen angegeben Richtwerte. Diese geringeren Werte entsprechen einem maximalen Vorspannkraftverlust von 6 % und müssen während der Festlegung der Montageparameter berücksichtigt werden. In [8] wurde ein proportionaler Zusammenhang zwischen der Flächenpressung und dem Setzbetrag für Stahl-Stahl- und Aluminium-Aluminium-Verbindungen beobachtet. Es ist daher anzunehmen, dass die geringeren Rz-Werte bzw. erreichten Flächenpressungen (max. 25 % der Grenzflächenpressung von Cu-ETP [9]) für diese niedrigeren Setzbeträge verantwortlich sind.

Temperatureinfluss auf das Langzeitverhalten der Vorspannkraft und der Verbindung

Das Vorspannkraft- und Langzeitverhalten der Verbindungen ist in Bild 3 grafisch dargestellt. Es ist ein beschleunigter Vorspannkraftabbau in den ersten 50 h bei 140 °C, 160 °C und 180 °C zu sehen. Nach 50 h beträgt der Vorspannkraftverlust ca. 35 % der Montagevorspannkraft. Danach verläuft der Vorspannkraftabbau stark verlangsamt ab. Dabei ist die Abbaugeschwindigkeit mit höherer Temperatur deutlich größer. Nach 1000 h betragen die Restvorspannkraft ca. (44 ... 57) % der Montagevorspannkraft. Für Verbindungen mit Cu-HCP(Sn) ist keine Änderung des Gütefaktors festzustellen. Über die gesamte Versuchszeit liegen die Gütefaktoren für alle Temperaturen bei ca. 0,9. Für Verbindungen mit blankem Cu-ETP sind die Anfangsgütefaktoren mit ca. 2,8 ... 3,2 sehr hoch. Sie

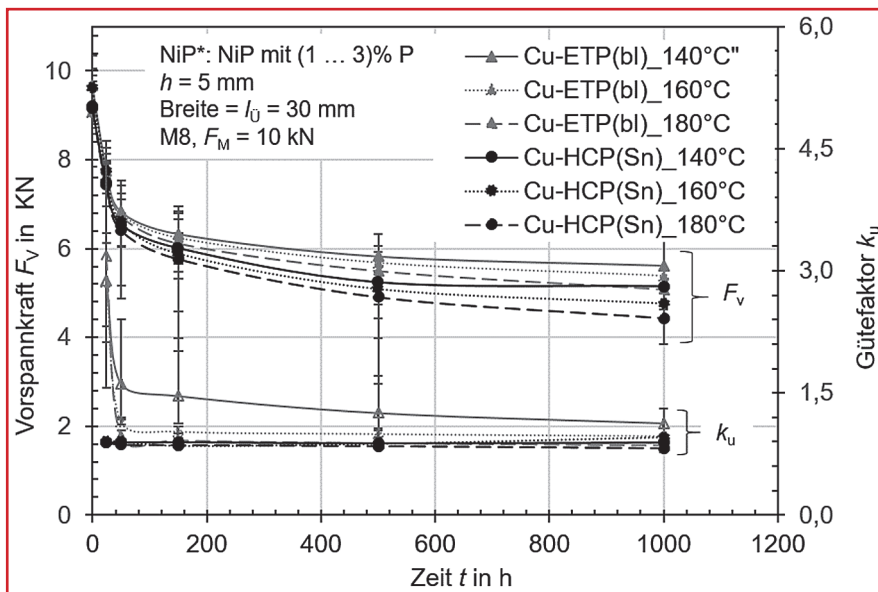


Bild 3: Vorspannkraft- und Langzeitverhalten von Schraubenverbindungen

verringern sich infolge erhöhter Setzvorgänge insbesondere bei 160 °C und 180 °C in den ersten 50 h auf Gütefaktoren unterhalb von 1,5 und verlaufen über die restliche Versuchszeit nahezu konstant. Bei 140 °C ist dieser Wert erst nach 150 h unterschritten und verringert sich während der gesamten Versuchszeit kontinuierlich. Nach 1.000 h liegen die Gütefaktoren für alle Temperaturen bei 0,97 bis 1,13. Dies deutet darauf hin, dass die Flächenpressung zwischen den Leitern bei allen Verbindungen noch ausreichend war, sodass die Langzeitstabilität der a-Spots gewährleistet wurde.

Der beschleunigte Vorspannkraftabbau in den ersten Belastungsstunden resultiert aus der Überlagerung verschiedener Mechanismen. Durch die Temperatur entsteht aufgrund des unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten der Kupferleiter und der Stahlschraube eine Zusatzkraft. Diese führt in Kombination mit dem Herabsetzen des thermischen Fließspannungsanteils zu erhöhten plastischen Verformungen. Diese Phänomene werden von der dynamischen Erholung des Leiterwerkstoffs und von der Spannungsrelaxation überlagert. Die Dauer diese Phase ist stark von den Oberflächeneigenschaften, dem Leiter- und Beschichtungswerkstoff, der mechanischen Spannung und der Temperatur abhängig. Der anschließend nahezu lineare Verlauf wird nur noch von der dynamischen Erholung des Leiterwerkstoffes dominiert, da für die betrachteten Leiterwerkstoffe keine Entfestigung

selbst bei 180 °C beobachtet wurde. [2], [10], [9], [11]

Zusammenfassung

Die Montage- und die Restvorspannkraft sind für die Langzeitstabilität von stromführenden Schraubenverbindungen entscheidend. Wird aufgrund höherer Reibungen und Setzbeträge die Mindestflächenpressung nicht erreicht bzw. erhalten, kann es zu einer starken Erhöhung des Gütefaktors und damit der Verbindungstemperatur kommen. Das wäre auch der Fall, wenn die Mindestrestflächenpressung aufgrund von beschleunigtem Vorspannkraftabbau während der Nutzungsdauer unterschritten wird. In diesem Beitrag wurden die Reibwerte und die Setzbeträge sowie die Einflüsse der Temperatur auf das Vorspannkraft- und Langzeitverhalten untersucht. Die Ergebnisse können wie folgt zusammengefasst werden.

1. Die Unterkopffreibwerte von beschichteten und blanken Leitern aus Cu-ETP R240 liegen im Bereich 0,11 bis 0,15.
2. Die Setzbeträge liegen unterhalb von 1,7 μm für eine maximale Flächenpressung von 25 % der Grenzflächenpressung von Cu-ETP R240 [7]. Diese entspricht einem maximalen Vorspannkraftverlust von 6 %.
3. Bei thermisch belasteten Schraubenverbindungen oberhalb von 140 °C wird die Vorspannkraft innerhalb von 50 h um ca. 35 % reduziert. Nach

1.000 h reduziert sie sich nur noch um weitere ca. 9 bis 22 %.

4. Trotz des starken Vorspannkraftabbaus waren die Gütefaktoren nach 1.000 h niedriger als direkt nach der Montage, was auf eine noch ausreichende Flächenpressung und damit auf eine Langzeitstabilität der a-Spots hindeutet.

Literatur

- [1] K.-H. Kloos und W. Thomala, Schraubenverbindungen: Grundlagen, Berechnung, Eigenschaften, Handhabung, 5. Aufl. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag, 2007.
- [2] S. Schlegel, "Langzeitverhalten von Schraubenverbindungen mit Stromschienen aus Reinkupfer in der Elektroenergietechnik unter besonderer Berücksichtigung der Temperatur", Dissertation, Dresden, 2011.
- [3] H. Böhme, Mittelspannungstechnik: Schaltanlagen berechnen und Entwerfen, Huss-Medien, Verlag Technik, 2005.
- [4] Vinaricky, E., Elektrische Kontakte, Werkstoffe und Anwendungen. Grundlagen, Technologien, Prüfverfahren. 3. Auflage. Berlin, Heidelberg: Springer Vieweg, 2016. ISBN 978-3-642-45426-4.
- [5] N. Kanani, Chemische Vernicklung – Nickel-Phosphor-Schichten, Herstellung, Eigenschaften, Anwendungen. 1. Aufl. Bad Saulgau: Eugen G. Leuze Verlag, 2007. ISBN 978-3-87480-229-1.
- [6] T. Fuhrman, „Kontakt- und Langzeitverhalten von stromführenden Schraubenverbindungen mit vernickelten und versilberten Leitern aus Aluminiumwerkstoffen“, Dissertation, Dresden, 2020.
- [7] Chowdhury M. A. und Helali M., The Effect of Relative Humidity and Roughness on the Friction Coefficient under Horizontal Vibration, The Open Mechanical Engineering Journal, 2008, 2, 128-135.
- [8] M. Duchardt, "Bewertung des Vorspannkraftverlustes in Schraubenverbindungen unter kombinierter mechanischer und thermischer Beanspruchung". Zugl.: Darmstadt, Techn. Univ., Diss., 2013. Aachen: Shaker, 2013.
- [9] F. S. Djuimeni Poudeu, M. Beilner und S. Schlegel, Influence of the aging temperature on the hardness and the temperature-specific compressive yield point of bolted joints with copper and aluminium alloys conductors for vehicle electrical systems, Proceedings of the 30th International Conference on Electrical Contacts, pp.378-384, 2021.
- [10] Schlegel S., S. Großmann, M. Laner und T. Schoenemann, "Investigations on material structural changes on electrical joints at high contact temperature". Proceedings of the 26th International Conference on Electrical Contacts, pp.7-11., 2012.
- [11] R. Bürgel, Handbuch Hochtemperaturwerkstofftechnik: Grundlagen, Werkstoffbeanspruchungen, Hochtemperaturlegierungen und -beschichtungen ; mit 70 Tabellen, 3. Aufl. Wiesbaden: Vieweg, 2006.

(1) Mercedes Benz AG, Stuttgart
 (2) Technische Universität Dresden

Elektrisches Kontaktverhalten geclinchter Leiter aus Kupfer bei Fehlerströmen

Reschke, G. (1); Kiefer, J. (2); Schlegel, S. (2); Hildmann, C. (2); Demmer, F. (3); Kalich, J. (1); Füssel, U. (1)

Die Notwendigkeit, elektrische Leiter stromtragfähig miteinander zu verbinden, verstärkt sich im Zuge der Elektrifizierung des Individualverkehrs und der Energiewende stetig. Der Einsatz von Kupfer als Leiterwerkstoff ist dabei etabliert. Zunehmende Bedeutung haben in diesem Zusammenhang Fügeverbindungen mit unterschiedlichen Werkstoffen, beispielsweise aus Kupfer und Aluminium.

Als umformtechnisches Fügeverfahren bietet das Clinchen unter anderem die Möglichkeit Mischverbindungen herzustellen sowie unterschiedliche Bauteildicken zu fügen. Neben dem Kontaktverhalten im Ausgangszustand wurde bisher das Langzeitverhalten bei maximal zulässiger Grenzeinsatztemperatur betrachtet [Fue, Fuel]. Das Verhalten umformtechnischer Fügeverbindungen im elektrischen Fehlerfall ist noch unzureichend erforscht und Gegenstand aktueller Untersuchungen.

Clinchen

Das Clinchen gehört zu den umformtechnischen Fügeverfahren, bei dem mittels Kaltumformung zwei oder mehr Blech-, Rohr- oder Profileile kraft- und formschlüssig miteinander verbunden werden [AGMF]. Abhängig von den Fügepartnerwerkstoffen, Oberflächenzuständen und der Relativbewegung während des Fügens kann zusätzlich Stoffschluss auftreten, der von [Rie] für einen Al99,5 Werkstoff nachgewiesen wurde. Dieser Stoffschluss stellt sich als metallische Werkstoffbrücke mit sehr guter elektrischer Leitfähigkeit, wie in [Fue] beschrieben, dar.

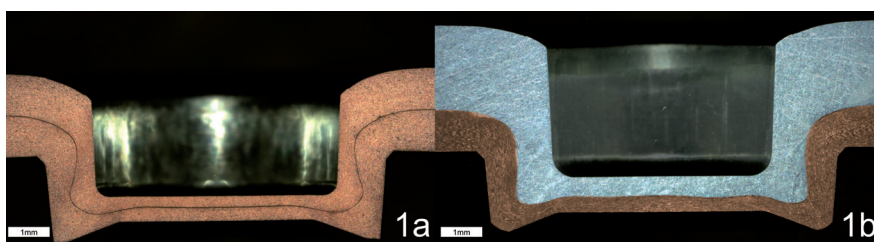


Bild 1: Schliffbilder der untersuchten Kupfer- (1a) und Aluminium-Kupfer-Verbindung (1b)

Weiterhin konnten Gestaltungshinweise zur Bauteilanordnung von Mischverbindungen erarbeitet werden. Der höhere Umformgrad des stempelseitigen Fügepartners bedeutet eine zunehmende Oberflächenvergrößerung. Mit der stempelseitigen Anordnung des Aluminiums wird so ein verbessertes Aufbrechen der Oxidschicht erreicht, wodurch bessere elektrische Eigenschaften erreicht werden können. Im Betrieb wiederum ist die reduzierte Grenzeinsatztemperatur des Aluminiums aufgrund der durch die Umformung herabgesetzten Rekristallisationstemperatur und die unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten zu beachten [Got]. Daher handelt es sich um die kritische Bauteilanordnung und

Werkstoff	s in mm	E in GPa	$R_{p0,2}$ in N/mm ²	R_m in N/mm ²	A in %	κ in MS/m
Cu-ETP R240	1	130	≥ 180	240 - 300	≥ 8	56-59
EN-AW 1050	2	69	≥ 75	105 - 145	≥ 3	34-36

Tabelle 1: Übersicht verwendeter Werkstoffe [DKI], [Wie]

Bei der Auslegung von Clinchverbindungen für elektrotechnische Anwendungen kann derzeit noch nicht auf vorhandene numerische Modelle zurückgegriffen werden. Erste Gestaltungshinweise können für einstufig, mit Rundpunkt ohne Schneidanteil und geschlossener Matrice ausgeführte Clinchpunkte des Nenn-durchmessers 8 mm aus bisherigen Untersuchungen in [Fuel] abgeleitet werden. Im Fokus steht dabei die elektrisch leitfähigen Bereiche (Stoffschluss, metallisch blank, durchtunnelbar) zu maximieren [Hol]. Dafür sind die Effekte Oberflächenvergrößerung und Relativbewegung auszunutzen. Diese führen zum Aufbrechen der Fremdschichten auf den Werkstückoberflächen, wodurch Mikrokontakte gebildet werden. Durch eine zusätzliche Reinigung der Werkstückoberflächen im Kontaktbereich (hier mit Isopropanol) können definierte Zustände eingestellt werden. Dadurch werden die elektrischen Eigenschaften verbessert und die Streuung des Kontaktwiderstands verringert.

wird hier betrachtet. Die Schliffbilder der untersuchten Werkstoffkombinationen sind in Bild 1 dargestellt.

Fügepartner

Die Kontaktierung elektrischer Leiter ist nicht auf eine sortenreine Werkstoffauswahl begrenzt [Kal]. Daher wurden neben der Kupfer-Verbindung auch eine Aluminium-Kupfer-Mischverbindung untersucht. Zur Angleichung der Stromtragfähigkeiten der homogenen Leiter wurde eine Blechdicke des Aluminiums von $s_{Al} = 2$ mm gewählt. Weiterhin wurde der Einfluss eines metallischen Überzugs in die Untersuchungen einbezogen. Dafür wurde der verwendete Kupferwerkstoff galvanisch verzinkt ($s_{Zn} = 10 \pm 2 \mu\text{m}$). Die Werkstoffkennwerte sind in Tabelle 1 zusammengefasst. In den Untersuchungen wurde eine Probengeometrie von 20 mm x 85 mm und eine Überlapplänge von 16 mm verwendet.

Elektrische Prüfung

Um die elektrischen Eigenschaften bewerten zu können, wurde der Verbindungswiderstand R_V über eine Länge von 19 mm (siehe Bild 2) mit der Vierleitermethode ermittelt und daraus der Gütefaktor k_u (Gl. 1) berechnet [Böh]. Dieser wird für einen verfahrensunabhängigen Vergleich der elektrischen Eigenschaften unter-

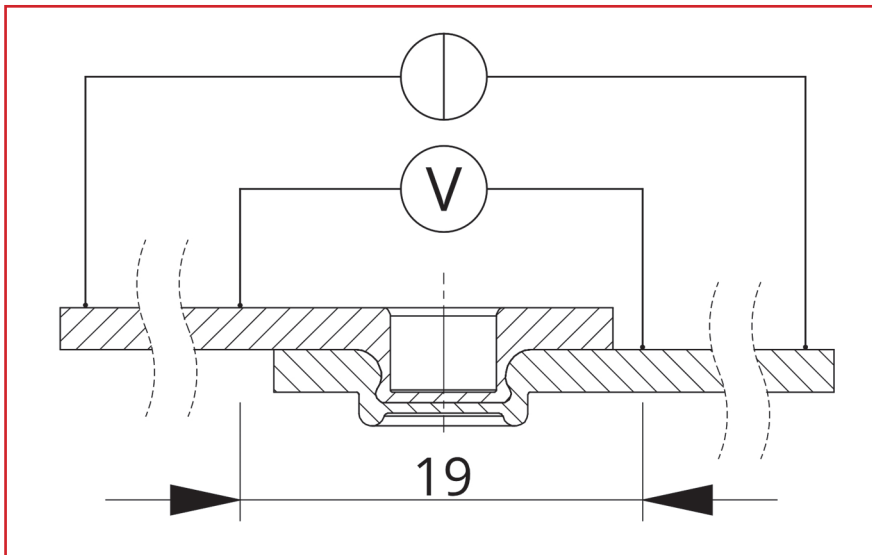


Bild 2: Widerstandsmessung mittels Vierleitermethode am Clinchpunkt

schiedlicher Fügeaufgaben verwendet. Bei einem Gütefaktor von $k_u = 1$ entspricht die Verlustleistung in der Fügeverbindung (P_V) der im homogenen durchflossenen Leiter gleicher Länge (P_M).

$$k_u = \frac{\Delta U_V}{\Delta U_M} = \frac{R_V}{R_M} = \frac{P_V}{P_M}$$

Bisherige Untersuchungen in [Fue, Fue1] zum elektrischen Eigenschaftsprofil geclinchter Verbindungen bezogen sich auf den Normalbetrieb. Die im Fehlerfall auftretenden Kurzzeitströme können abhängig vom Einsatzgebiet um den Faktor 4 bis 15 größer als die Betriebsströme (bei Straßenfahrzeugen bis 500 A) sein und im ms- bis s-Bereich wirken [Gat, ISO]. Die Vorgänge im Kontakt und die Wechselwirkung der verschiedenen Fügepartner unter dem Einfluss einer nahezu adiabatischen Erwärmung der Kontaktpunkte und der Wirkung elektromagnetischer Kräfte durch die Kurzzeitströme sind bisher noch nicht spezifiziert. Die Fügeverbindungen müssen aber bei einem Fehlerfall den elektrischen, thermischen und mechanischen Belastungen standhalten.

Um den Einfluss der Kurzzeitströme prüfen zu können, wurden die Anfangswerte des Verbindungswiderstands gemessen, danach wurden die Verbindungen mit einem rechteckförmigen Pulsstrom belastet und erneut der Verbindungswiderstand gemessen. Der Anfangszustand der Proben wurde direkt nach dem Fügen untersucht. In Bild 3 ist der verwendete Prüfstand dargestellt. Zum Kontaktieren wurden die Proben mittels Kniehebelklemmen mit den Anschlussleitern verbunden und mit

Stromimpulsen ($I = 5 \text{ kA}$, $t_{\text{puls}} = 200 \text{ ms}$) belastet. Die Versuchsdurchführung erfolgte bei Raumtemperatur.

Ergebnisse

Die ermittelten Gütefaktoren der drei Versuchsreihen ($n = 7$) sind in Bild 4 dargestellt. Direkt nach dem Fügen der Proben wurden mittlere Anfangswerte des Gütefaktors von $k_{u0} = 0,97 \dots 1,27$ gemessen. Ausgehend von früheren Forschungsergebnissen [Fue, Fue1] ist damit von einem langzeitstabilen Betrieb unter Berücksichtigung der Grenzeinsatztemperatur auszugehen. Bereits nach der ersten Strombelastung (k_{u1}) ist ein signifikanter Unterschied zwischen den Verbindungen mit Leitern aus Aluminium und Kupfer vergleichbar mit denen sortenreiner Leiter erkennbar. Die Mischverbindungen zeigen einen deutlichen Anstieg des mittleren Gütefaktors und der Standardabweichung. Die Gütefaktoren der sortenreinen Verbindungen mit Leitern aus Kupfer haben sich nach der Belastung nicht verändert (Bild 4).

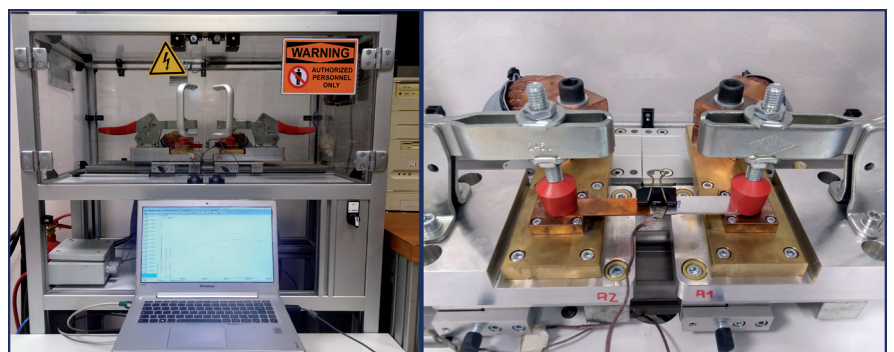


Bild 3: Prüfstand zur Kurzzeitbestromung

Charakteristisch für eine kurzzeitige Strombelastung ist die inhomogene Erwärmung der Verbindung. Das Einschnüren der Stromlinien im Bereich der Mikrokontakte führt zu einer stärkeren Erwärmung dieser. Da der Fehlerstrom nur sehr kurz wirkt, kann von einer nahezu adiabaten Erwärmung der Mikrokontakte ausgegangen werden. Es findet nahezu keine Wärmeleitung in die Anschlussleiter statt, so dass im Bereich der höchsten Verlustleistungsdichte auch die höchste Temperatur entsteht. Nachfolgend findet eine Wärmeleitung in die Anschlussleiter bis zum Erreichen des Gleichgewichtszustands statt.

Nach der Strombelastung ist die mechanische Stabilität der Mischverbindungen nicht mehr gegeben. Das kann über die Ermittlung der Verdrehmomente zwischen den Fügepartnern gezeigt werden. Da das Widerstandsmoment gegen Verdrehen ein Maß für den Kraftschlussanteil einer Clinchverbindung ist [Ewe], kann davon ausgegangen werden, dass bei geringen Verdrehmomenten ein starker Kraftabbau stattgefunden hat. Dieser Abbau ist auf die unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten zurückzuführen. Zunächst führt die Erwärmung der Leiterwerkstoffe zu einer Expansion dieser. Wegen des kleineren Wärmeausdehnungskoeffizienten des matrizeitigen Kupfers kann sich das stempelseitige Aluminium nicht ungehindert ausdehnen und es liegt eine behinderte Wärmedehnung vor. In Abhängigkeit der Anzahl, Größe und Lage der Mikrokontakte ist die elektrische Leitfähigkeit im Kontakt lokal verschieden, was zu einer inhomogenen Temperaturverteilung im Clinchpunkt führt. Infolgedessen ist denkbar, dass lokal die Grenzeinsatztemperatur des Aluminiums überschritten wird. Angesichts der begrenzten Bestromungsdauer ist dieser Einfluss und damit verbundene Gefügeänderungen und -umwandlungen in wei-

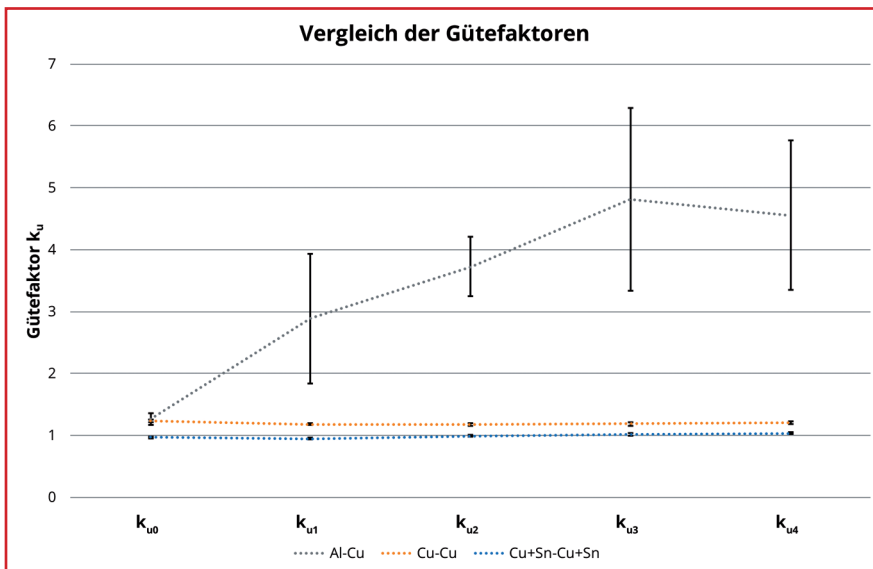


Bild 4: Vergleich der Gütefaktoren vor und nach Kurzzeitbestromung

terführenden Untersuchungen zu charakterisieren. Die Mischverbindungen sind nach einer Belastung mit Kurzschlussstrom nicht mehr einsetzbar und müssten im Einsatzfall ausgetauscht werden.

Bei den sortenreinen Verbindungen konnte kein Anstieg der Gütefaktoren festgestellt werden. Die Fügepartner können sich, angesichts gleicher Wärmeausdehnungskoeffizienten, ungehindert elastisch verformen. Hinsichtlich der gleichbleibend guten elektrischen Eigenschaften dieser Fügeverbindungen wird keine Schädigung der Mikrokontakte vermutet. Ein Versagen dieser Verbindung konnte innerhalb dieser Untersuchungen nicht nachgewiesen werden und muss im Folgenden detaillierter betrachtet werden. Der Vergleich der Gütefaktoren zeigt, dass durch Verzinnen der Leiter ein positiver Einfluss auf die elektrischen Eigenschaften erzielt werden kann. Aufgrund der identischen Fügeparameter ist daher von einer Vergrößerung der wahren Kontaktfläche oder einer qualitativ hochwertigeren gleichgroßen Kontaktfläche auszugehen. Für die untersuchten Parameter waren keine signifikanten Unterschiede der verzinn-ten und unverzinn-ten Leiter im Fehlerfall festzustellen.

Aufgrund des größeren Leiterquerschnitts besitzt der unverformte Aluminiumleiter ($13,9 \mu\Omega$) einen geringeren Widerstand als der unverformte Kupferleiter ($16,8 \mu\Omega$) bei gleicher Messlänge. Dennoch kann bei gleichem Fehlerstrom keine Schädigung der Kupfer-, aber ein Versagen der Mischverbindung festgestellt werden. Die alleinige Kenntnis über die Verbindungswiderstände, Fehlerströme und Bauteilgeomet-

rie erlaubt daher noch keine Aussage zum Verhalten der Verbindung im Fehlerfall. Es bedarf eines tieferen Verständnisses zum Werkstoffverhalten bei lokaler, kurzzeitiger Überschreitung der Grenzeinsatztemperatur. Neben der Temperaturermittlung am Kontakt (experimentell oder numerisch), steht die Bestimmung des zulässigen Energieeintrags im Fokus der Forschung.

Zusammenfassung

Das Kontaktverhalten geclinchter Verbindungen mit Leitern aus Kupfer oder Kupfer und Aluminium ist im Fehlerfall bisher nicht bekannt. Erste Untersuchungen zeigen eine Veränderung des elektrischen Kontaktverhaltens bei kurzzeitiger Belastung mit pulsformigen Strömen, die den Betriebsstrom um ein Vielfaches übersteigen. Die auftretenden Versagensmechanismen unterscheiden sich abhängig von der Fügeaufgabe. Gegenstand kommender Untersuchungen stellen die ganzheitliche Analyse von Versagensmechanismen geclinchter Verbindungen unter Berücksichtigung der Vorschädigungen und variierenden Fehlerströmen dar. Es sollen Grenztemperaturen für die kurzzeitige Belastung ermittelt und der zulässige Energieeintrag für Strom Zeit Kombinationen bestimmt werden.

Förderhinweis

Das IGF-Vorhaben IGF-Nr. 21691BR „Elektrisches Kontaktverhalten umformtechnischer Fügeverbindungen bei Fehlerströmen“ der Europäischen Forschungsgesellschaft für Blechverarbeitung e.V. wurde

über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Literatur

- [AGMF] N.N.: Taschenbuch DVS-Merkblätter und -Richtlinien mechanische Fügen, DVS e.V., Düsseldorf, 2009
- [DKI] Deutsches Kupferinstitut: „DKI Werkstoff-Datenblätter Cu-ETP“, 2005
- [Ewe] Ewenz, L., Kalich, J., Zimmermann, M., Füssel, U.: „Effect of Different Tool Geometries on the Mechanical Properties of Al-Al Clinch Joints“, Key Engineering Materials 883, S. 65-72, 2021
- [Fue] Füssel, U.; Großmann, S.; Kalich, J.; Schlegel, S.; Schmid, J.: „Elektrisches Eigenschaftsprofil umformtechnischer Fügeverbindungen“, EFB-Forschungs-bericht Nr. 389, Hannover 2014
- [Fue] Füssel, U.; Großmann, S.; Kalich, J.; Schlegel, S.; Ramonat, A.: „Optimierung umformtechnischer Fügeverfahren zur Kontaktierung elektrischer Leiter“, EFB-Forschungsbericht Nr. 506, Hannover, 2019
- [Gat] Gatzsche, M.: „Elektrisch-thermisches Betriebs- und Langzeitverhalten hochstromtragfähiger Kontaktelemente“, Dissertation TU Dresden, 2016
- [Got] Gottstein, G.: „Physikalische Grundlagen der Materialkunde“, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2007
- [Hol] Holm R.: „Electric Contacts-Theory and Applications“, Springer-Verlag, 2000
- [ISO] N.N.: ISO 8820-5:2015-03, Straßenfahrzeuge - Sicherungselemente - Teil 5: Sicherungselemente mit axialen Anschlüssen (Streifensicherungen) der Typen SF 30 und SF 51 und deren Prüfhalter, 2015
- [Kal] Kalich, J., Schlegel, St., Füssel, U., Großmann, St.: „Clinchen von Kupferwerkstoffen zur Kontaktierung elektrischer Leiter“, Metall S. 456 - 459, 73. Jahrgang, GDMB Verlag GmbH, 2019
- [Rie] Rieder, W.: „Elektrische Kontakte: Eine Einführung in die Kontaktphysik“, VDE-Verlag, Berlin, 2000
- [Wie] Wieland SMH GmbH: „Werkstoffdatenblatt EN AW 1050A“, 2018

(1) Technische Universität Dresden, Fakultät Maschinenwesen, Institut für Fertigungstechnik, Professur für Fügetechnik und Montage

(2) Technische Universität Dresden, Fakultät Elektrotechnik und Informationstechnik, Institut für elektrische Energieversorgung und Hochspannungstechnik, Professur für Hochspannungs- und Hochstromtechnik

(3) KAPKON GmbH

Bleifreie Werkstoffe auf Basis der Legierungssysteme Cu-Sn und Cu-Sn-Zn zur Substitution von Rotguss und Zinn-Bronzen

Tammen, N. (1); Karabulut, F. (2); Bolz, S. (2); Weiß, S. (2)

Gemäß Art. 58 der REACH-Verordnung ist das Element Blei seit dem 27. Juni 2018 in der Liste besonders besorgniserregender Stoffe (SVHC) aufgeführt. Seit Beginn dieses Jahres besteht daher, bei Überschreitung des Grenzwertes von 0,1 %, eine Informationspflicht gegenüber der Europäischen Chemikalienagentur (ECHA) [1]. Insbesondere Kupferlegierungen profitieren von Blei als Legierungselement, da dessen Zugabe unter anderem die spanabhebende Bearbeitung und die Gleiteigenschaften begünstigt [2]. In Zusammenarbeit mit der BTU Cottbus-Senftenberg untersucht die KS Gleitlager GmbH bleifreie Alternativlegierungen, mit dem Ziel, bleihaltige Legierungen wie Rg7 (CC493K) und Gbz12 (CC483K) zukünftig zu ersetzen, ohne die mechanischen Eigenschaften, die Korrosionsbeständigkeit oder die Wirtschaftlichkeit in der Fertigung zu beeinträchtigen.

Erst die Zugabe von Legierungselementen ermöglichte die Anwendung von Kupferwerkstoffen in vielen Einsatzbereichen. Neben Zinn, Zink und Nickel werden, abhängig vom Herstellungsprozess, gewisse Mengen an Blei, Phosphor und Mangan zugegeben. Seit der Begrenzung und des absehbaren (Teil-)Verbots von Blei in seiner Verwendung, besteht eine hohe Nachfrage nach einer Substitutionsmöglichkeit des Elements. Die Aufgabe, die sich daraus ergibt, ist der Ersatz von Blei durch mindestens ein Element, dessen Wechselwirkung mit Kupfer und anderen Legierungselementen keine schädlichen oder nachteiligen Effekte zur Folge hat.

Um eine vollständige Substitution realisieren zu können, werden primär die Werkstoffkennwerte der bisher verwendeten bleihaltigen Legierungen aufgenommen, um sie mit Kennwerten möglicher Alternativen

vergleichen zu können. Dadurch wird deren Einsatzfähigkeit für verschiedene Anwendungsfälle überprüft und gegebenenfalls durch Änderungen der Legierungsanteile optimiert. Der bisher verwendeten Gussbronze Gbz12 (CC483K) wird neben einer guten Verschleißfestigkeit eine gute Korrosions- und Meerwasserbeständigkeit zugesprochen. Der verwendete Bleigehalt kann bis zu 0,7 Masse-% betragen. Rotgusslegierungen wie beispielsweise Rg7 (CC493K) besitzen gute Gleit- und Notlaufeigenschaften sowie eine hohe Verschleißfestigkeit. Darüber hinaus lässt sich der Werkstoff gut bearbeiten, was, im Vergleich zu Gbz12, auf den höheren Bleigehalt, der von 5,0 bis 8,0 Masse-% reicht, zurückzuführen ist.

Neben den Anwendungsbereichen und den Werkstoffkennwerten der bisherigen Legierungen wird auch ein Fokus auf die Produktion der Legierungen gelegt. In

Gusslegierungen wirkt sich das Legierungselement Blei positiv auf Gießbarkeit und Dichte des Gusses aus. Daher gilt es Substitutionslegierungen bereits im Gussprozess zu bewerten. Erfolgreiche Abgüsse werden anschließend für Untersuchungen des Gefüges sowie der Werkstoffkennwerte präpariert. Innerhalb dieses Findungsprozesses wurden verschiedene Elemente anstelle von Blei verwendet, dabei hat sich das Ersatzelement Schwefel als erfolgversprechend herauskristallisiert.

Gefügeanalyse und Mikrohärtmessung

Die Analyse des Gefüges und der mechanischen Eigenschaften erfolgte an der Panta Rhei gGmbH an der Brandenburgischen Technischen Universität Cottbus-Senftenberg. Hieraus entstanden die EASECAST®-Werkstoffe, mit den Bezeichnungen EC7 und EC12. Eine Übernahme in die DIN EN 1982 wird derzeit angestrebt.

Repräsentative Ausschnitte der Gefüge beider Ausgangslegierungen sind in Bild 1 dargestellt. Eutektische Legierungen werden auf Grund ihres niedrigen Schmelzpunktes bevorzugt für Gusslegierungen verwendet. Durch die Diffusionsträgheit des Zinns steigt der Zinngehalt während des Abkühlungszeitraums im Mischkristall, wodurch die Restschmelze zinnreicher als der Durchschnittsgehalt der Legierung ist. Über den Abkühlungsbereich bildet sich das ausgereifte ($\alpha+\delta$)-Eutektoid.

Die schwefelhaltigen Legierungen weisen alle ein eutektoides Gefüge mit kugelförmigen Ausscheidungen auf. Schwefel bildet im Gegensatz zum unlöslichen Blei eine Verbindung mit Kupfer in Form von Kupfersulfiden. Je nach zugegebener Menge an Zink bilden sich Zinksulfide, die als schwarze Bereiche im Kupfersulfid erkennbar sind. Die Gefüge zeigen alle eine gleichmäßige Verteilung der Phasen. Die Bearbeitbarkeit wird durch die inkohärente und spröde Ausbildung der Sulfide verbessert.

Mittels Mikrohärtmessung wurde die Härte der einzelnen Phasen gemessen und verglichen. Innerhalb der Ausgangslegierungen bildet Blei eine sehr weiche Phase, die bei hoher Reibbeanspruchung Notlaufeigenschaften entwickelt. Innerhalb der schwefelhaltigen Legierungsreihe wurde festgestellt, dass die Bereiche mit Kupfersulfid ebenfalls die eine geringe Härte aufweisen. Die höchsten Härtewerte sind in den ($\alpha+\delta$)-Eutektoidanteilen

Werkstoff	Cu	Sn	Zn	Pb	S	P	Ni
Rg7	81,0 - 85,0	5,4 - 8,0	2,0 - 5,0	5,0 - 8,0	max. 0,10	max. 0,10	max. 2,0
EC7	85,0 - 92,3	5,4 - 8,0	1,0 - 3,5	max. 0,09	0,2 - 0,6	0,03 - 0,06	1,1 - 2,5
Gbz12	85,0 - 89,0	10,5 - 13,0	max. 0,5	max. 0,7	max. 0,05	max. 0,6	max. 2,0
EC12	85,0 - 89,0	10,5 - 13,0	max. 0,5	max. 0,09	0,1 - 0,55	max. 0,60	0,1 - 2,0

Tabelle 1: Legierungszusammensetzung Ausgangs- und Substitutionslegierungen in Masse-%

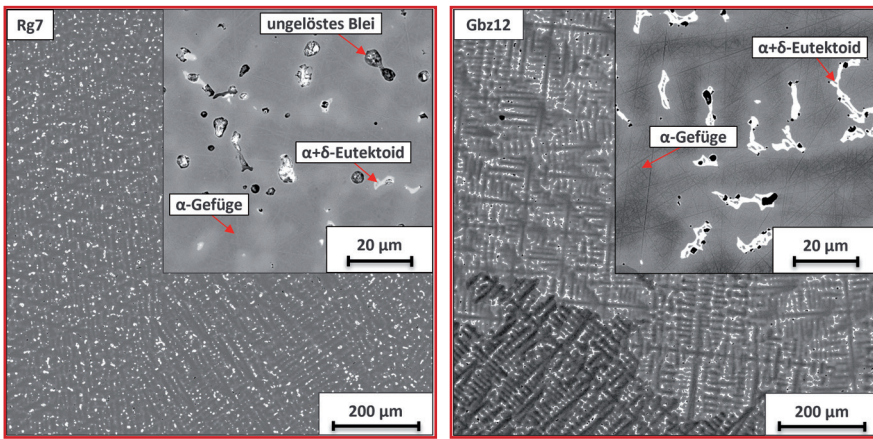


Bild 1: Bildaufnahmen der Ausgangslegierungen am REM im BSE-Kontrast

zu messen, welche neben der α -Phase ebenfalls gute Gleiteigenschaften besitzen. Die Verteilung der Phasen ist sehr homogen und daher vorteilhaft in der Weiterverarbeitung und im Einsatz.

Zug- und Druckversuche

Mittels Zug- und Druckversuchen werden Werkstoffkennwerte ermittelt, die insbesondere für den Einsatz des Werkstoffs und dessen Weiterverarbeitung entscheidend sind. Um das Verhalten dieser Werte bei Variation der Legierungsanteile zu analysieren und durch die bleihaltigen Legierungen definierte

Mindestgrenzen einzuhalten, wurden die gemessenen Werte über dem Anteil an Legierungselement aufgetragen und mit denen der Ausgangslegierung verglichen. Großen Einfluss hat der Zinngehalt, der mit steigendem Anteil sowohl Streckgrenze, als auch Zugfestigkeit, 0,2%-Stauchgrenze und Druckfestigkeit erhöht. Im Gegensatz dazu nimmt die Bruchdehnung stark ab.

Kerbschlagbiegeversuche

Für Anwendungszwecke mit schlagartiger Beanspruchung ist insbesondere die Kerbschlagzähigkeit bei Tieftemperatur

von Bedeutung. Bei tiefen Temperaturen reagieren Legierungen spröde und die Kerbschlagzähigkeit sinkt rapide ab. Durch die kfz-Kristallstruktur der Kupfermatrix ist die Kerbschlagzähigkeit von Kupferlegierungen relativ temperaturunabhängig. Sowohl das Bruchverhalten, als auch die Bruchfläche weisen ein ähnliches Verhalten wie die Ausgangslegierungen auf. Das spröde Bruchverhalten der Ersatzlegierungen wird durch den geringen Anteil an Schwefel verursacht. Legierungen ohne Blei weisen ein stark duktileres Verhalten auf mit einer Kerbschlagzähigkeit über 200 J/cm^2 .

Ersatzlegierungen für Gbz12 wiesen mit steigendem Zinngehalt eine sinkende Kerbschlagarbeit auf. Dadurch lagen die Werte der bleifreien EC7 Ersatzlegierung deutlich höher als die der Gbz12 Ersatzlegierung.

Korrosionsversuche

Anwendungen in anspruchsvollen Umgebungen erfordern einen möglichst korrosionsbeständigen Werkstoff. Hierbei sind besonders Bronze- und Rotgusswerkstoffe bewährte Materialien, die durch ihren hohen Kupferanteil gegen äußere Einflüsse hervorragende Beständigkeit liefern. Zum Vergleich wurde

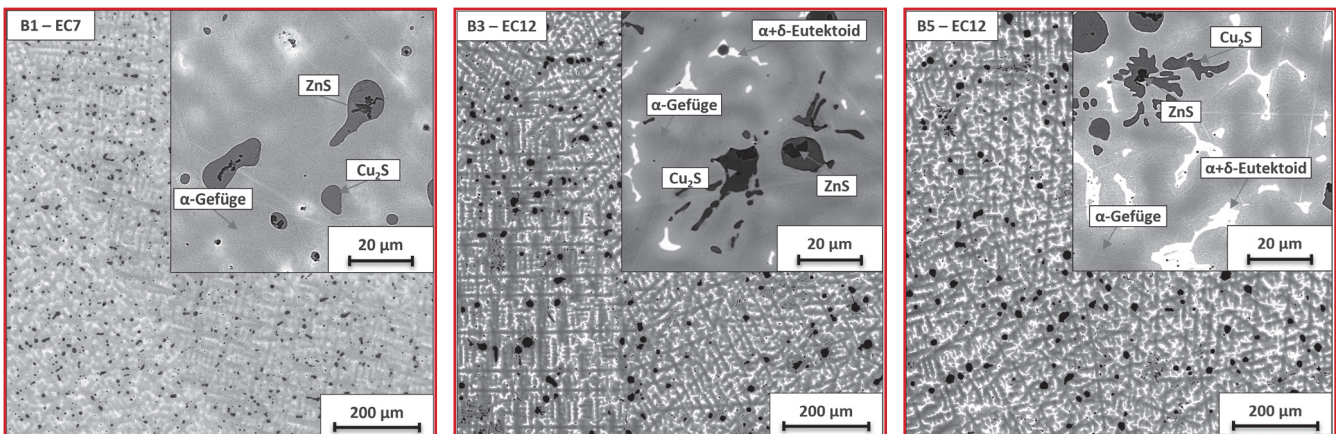


Bild 2: Bildaufnahmen der Ersatzlegierung mit Schwefel am REM im BSE-Kontrast

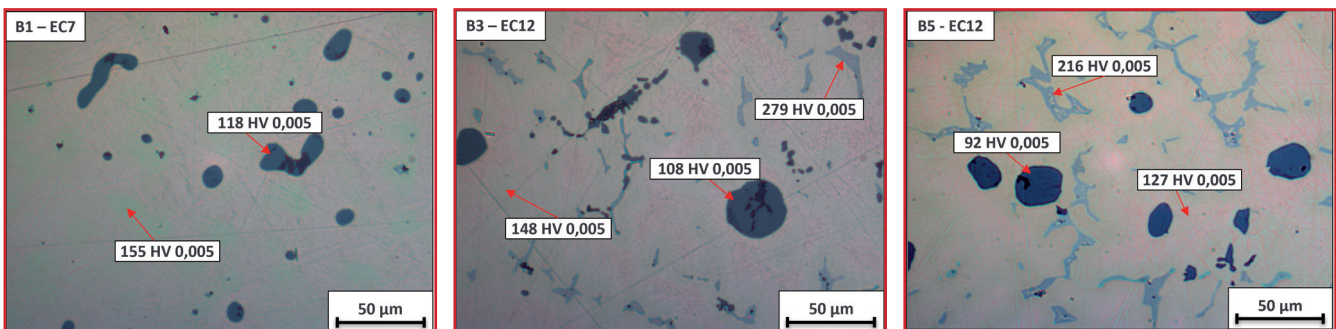


Bild 3: Mikrohärtigkeit einzelner Gefügebereiche der schwefelhaltigen Legierungsreihe

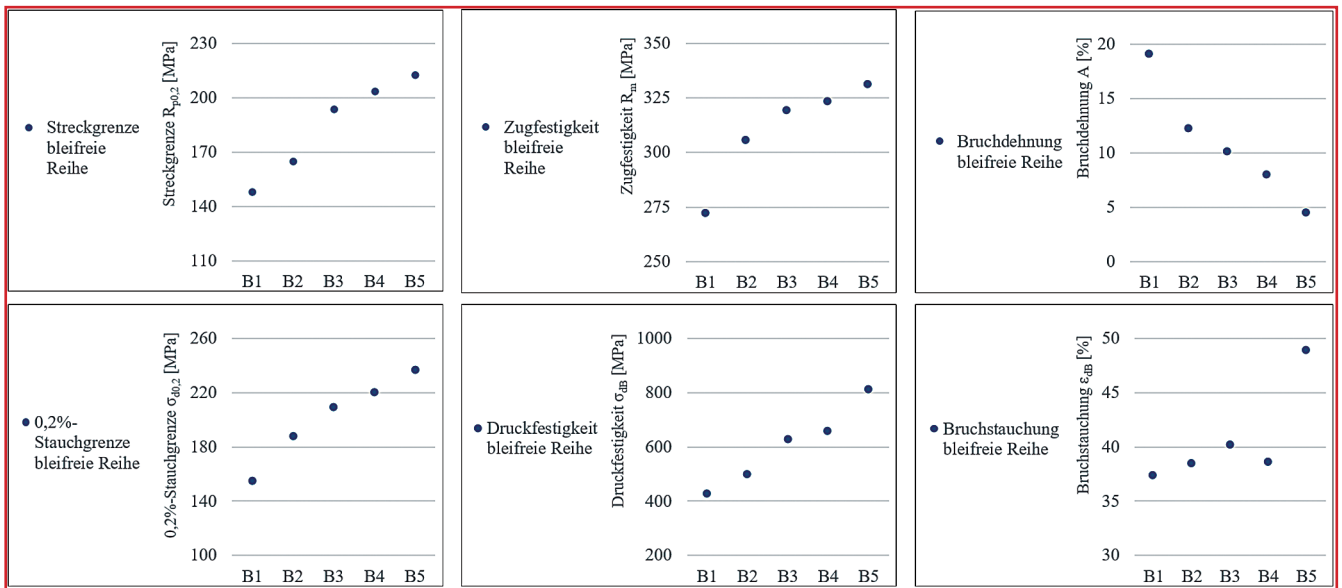


Bild 4: Ergebnisse der Zug- und Druckversuche

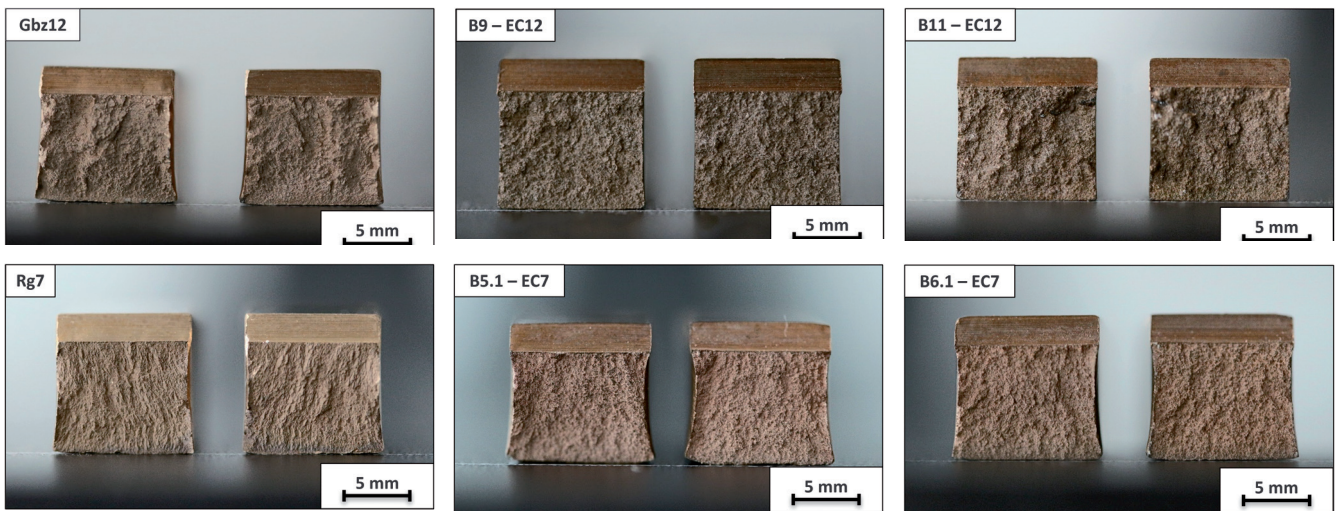


Bild 5: Bruchflächen der Ausgangslegierungen und ausgewählter Ersatzlegierungen

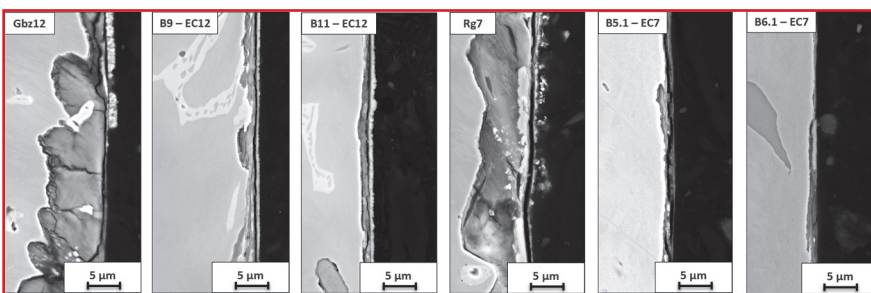


Bild 6: Korrosionsschichten nach 168 h bei Raumtemperatur in Salzwasser

das Korrosionsverhalten innerhalb von zwei Medien, Seewasser und Getriebeöl, getestet. Während nach Kontakt mit Getriebeöl kaum Korrosion sichtbar war, zeigten Auslagerungsversuche in Salzwasser nach 168 h bei Raumtemperatur einen starken Einfluss. Es bildeten sich Korrosionsschichten von ca. 13 µm bei Gbz12 und 8 µm bei Rg7. EASECAST®-Legierungen weisen einen deutlich gerin-

geren Korrosionseffekt mit maximal 2 µm Schichtdicke auf.

Zusammenfassung

Aufgrund der Einstufung von Blei als Gefahrstoff müssen für gängige Werkstoffe wie Rg7 und Gbz12 geeignete Ersatzwerkstoffe entwickelt werden. Mit EASECAST® stehen nun bleifreie Kupferlegierungen zur

zuverlässigen Substitution der bisherigen bleihaltigen Legierungen zur Verfügung. Hierbei konnte Blei durch die Zugabe von Schwefel ersetzt werden. Grundlegende Eigenschaften wie Festigkeit, Härte, Korrosionsbeständigkeit sowie die Ver- und Bearbeitbarkeit der neuen Legierungen sind gewährleistet und erfordern keine Einschränkungen hinsichtlich des Einsatzes und der Produktion.

Literatur

- [1] https://www.kupferinstitut.de/wp-content/uploads/2019/10/Factsheet_Gefahrstoffrechtliche_Einstufung_.pdf
- [2] <https://www.kupferinstitut.de/wp-content/uploads/2019/09/Infodruck-i.-25.pdf>

- (1) Dr. Niklas Tammen, KS Gleitlager GmbH
- (2) F.Karabulut, Dr. S.Bolz, Prof. Dr. S.Weiß, BTU Cottbus-Senftenberg

Korrosionsschutz und Funktionalisierung von Oberflächen aus Kupferwerkstoffen mit komplexer Geometrie

Fritzsche, R.; Werner, R. (1)

Kupferwerkstoffe sind unverzichtbar Teil unseres alltäglichen Lebens, deutlich sichtbar in Form des Kupferrohres in der Hausinstallation, der Münze im Geldbeutel und häufiger noch weniger augenscheinlich z.B. als Bestandteil von Wärmepumpen, Shunt-Widerständen für Elektroautos, Steckverbinder und vielfach als Komponente in Elektronikbauteilen. Die Vielseitigkeit der Anwendungen führt zu einer Vielseitigkeit der Anforderungen.

Solange es Werkstoffe gibt, werden diese permanent optimiert, um Eigenschaften und Funktionalität zu erweitern. Auf physischer Ebene lassen neue Fertigungsverfahren die Herstellung immer komplexerer Bauteile zu, während sich materialseitig durch Hochleistungslegierungen neue Anwendungsfelder erschließen lassen. Kupferwerkstoffe abseits ihrer intrinsischen Eigenschaftsausrichtung bezüglich Duktilität, Zerspanbarkeit oder Leitfähigkeit zusätzlich an der Oberfläche mit Funktionen zu versehen, die einen Mehrwert generieren, stellt dabei eine besondere Herausforderung dar. Bekannte nasschemische Verfahren und moderne physikalische Verfahren wie die Laserstrukturierung bieten zahlreiche Möglichkeiten, Eigenschaften wie z.B. die Benetzbarkeit zu verändern und damit den Wärmeübergang zu verbessern. Hierbei sind oftmals neben erwünschten auch weniger erwünschte Nebeneffekte vorhanden, z.B. mit Auswirkungen auf die Korrosionsbeständigkeit oder die Maßhaltigkeit fertiger Bauteile. Viele Verfahren der Oberflächentechnik hängen auch schlicht und einfach an der technischen Zugänglichkeit der Oberflächen, was bei immer komplexeren Strukturen, die neue Fertigungsverfahren bieten, auch neue Fragestellungen aufwirft. Dünne CVD-Beschichtungen (CVD – Chemical Vapor Deposition) sind bestens dafür geeignet, um den hohen Anforderungen an Bauteile aus Kupferwerkstoffen bezüglich Erhöhung der Beständigkeit

über die bekannten Bereiche hinaus, Minimierung der Metallmigration in aggressive flüssige Medien, Verbesserung der Benetzung für höheren Wärmeübergang, Erhöhung der Anhaftung von adhäsiven Substanzen oder gar Inertisierung zum Schutz vor reaktiven Gasen gerecht zu werden – und dies auch bei sehr komplexen Geometrien.

Das von der Wieland Wicoatec GmbH entwickelte Verfahren zur Abscheidung von Nanometer dünnen Schichten erfolgt bei Atmosphärendruck (AP) in einem Temperaturbereich von 200 – 300 °C (LT – low temperature). Der Prozess benötigt

kein Plasma. Die metallorganischen, flüssigen Präkursoren (MO) werden dabei in die Gasphase überführt und umströmen als heiße Reaktionsgase komplexe Außen- wie Innenstrukturen und diffundieren auch in sehr kleine Poren, um dort zu reagieren. Im Zuge dieses Prozesses scheidet sich eine auf Siliciumdioxid basierende, dünne organo-keramische Schicht auf der gesamten dem Reaktionsgas zugänglichen Bauteiloberfläche ab. Diese organo-keramischen Siliciumdioxidschichten mit typischen Dicken von 80 bis 800 nm zeichnen sich durch eine hohe Kontur-treue und eine exzellente Anhaftung aus, selbst scharfe Kanten werden sicher beschichtet. Die dünnen Schichten bieten den Vorteil, keinen messbaren Einfluss auf die Wärmeleitung auszuüben, der Einfluss auf übliche Bauteiltoleranzen kann vernachlässigt werden. Durch die geringe „Dicke“ bleiben sie flexibel und durch die kovalente Anbindung an das Substrat ist ein Unterwandern der Schicht selbst unter Extrembedingungen nicht zu beobachten. Zusätzlich lassen sich die Eigenschaften der dünnen Schichten durch Dotierung mit organischen Molekülen gezielt beeinflussen, um z.B. definierte funktionale Gruppen auf der Oberfläche bereitzustellen.

Korrosionsschutz

Die Ansprüche an den Korrosionsschutz von Kupferwerkstoffen sind vielfältiger Natur und herausfordernd. Im Folgenden werden drei konkrete Anwendungsbe-

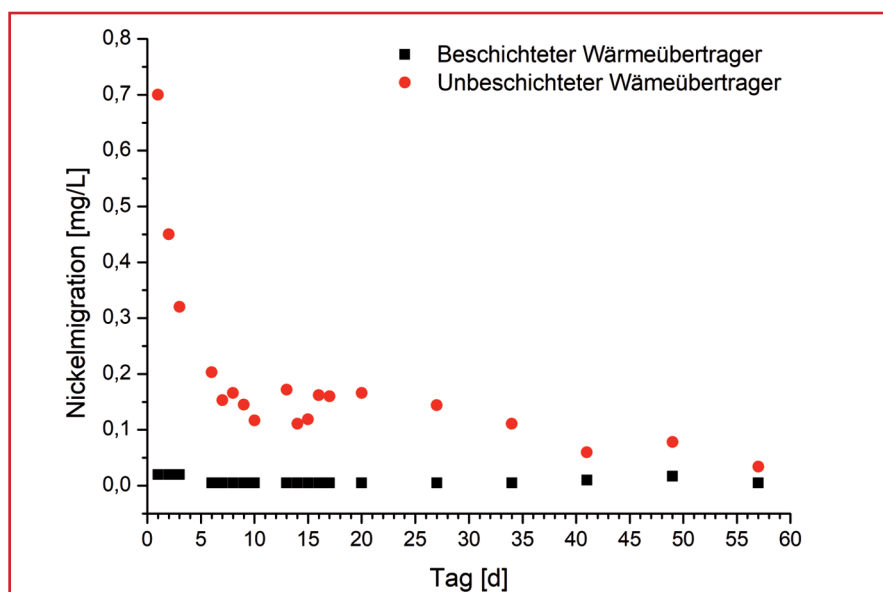


Bild 1: Nickelmigration beschichteter und unbeschichteter gelöteter PWÜT aus Chromnickelstahl in Trinkwasser im Stagnationsversuch

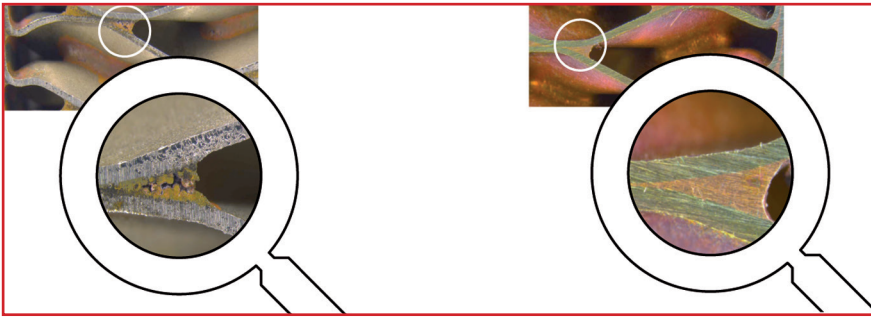


Bild 2: Vergleich der Lötstellen eines Plattenwärmeübertragers im Laborversuch mit 4% NaCl-Lösung bei 50°C - links unbeschichtet, rechts beschichtet

spiele aufgeführt, wie Wicoatec-Schichten zuverlässig die Korrosionsbeständigkeit von Kupfer und Kupferwerkstoffen weiter erhöhen.

Plattenwärmeübertrager (PWÜT) mit ihren komplexen Innengeometrien und hohen spezifischen Wärmeübertragungsleistungen werden über einen Vakuumlötprozess hergestellt, indem strukturierte Bleche aus hochlegiertem Chromnickelstahl, meist 1.4401 oder 1.4404, durch ein als Folie aufgebrachtes Lot aus Reinkupfer Cu-DHP / CW024A verbunden werden. Die thermische Beanspruchung hat hierbei Einfluss auf die Korrosionsbeständigkeit der eingesetzten Stahlwerkstoffe. Durch den Vakuumprozess werden die kompletten Oberflächen mit dem Lot bedeckt, allerdings in unterschiedlicher Dicke: An den Kontaktstellen bilden sich durch den Kapillareffekt massive Lotstellen aus, während auf den Platten lediglich ein nur wenige Mikrometer dünner Film verbleibt. Diese auch für Trinkwasser eingesetzten Wärmeübertrager zeigen während der Inbetriebnahmephase eine erhöhte Nickelmigrati-

on in das Trinkwasser. Diffusionsdichte Wicoatec-Schichten, die nach Fertigstellung der PWÜT aufgebracht werden, führen während dieser kritischen Inbetriebnahmephase zu einer Reduktion der

Nickelmigration aus dem hochlegierten Stahl auf nahezu Null (Bild 1).

Weiterhin sind spezielle Wässer bekannt, aufgrund deren extremer Beschaffenheit ein korrosiver Angriff auf die Kupferlötlstellen stattfindet, was in Ausnahmefällen zu einem Ausfall des Wärmeübertragers führen kann. Eine Beschichtung erhöht die Beständigkeit des Lotes und verlängert damit die Gebrauchsdauer der Wärmeübertrager in diesen speziellen, korrosiven Wässern (Bild 2).

PWÜT werden neben den oben erwähnten Wasseranwendungen auch im Bereich der Ölkühlung eingesetzt. In den durchgeführten Versuchen wurde Mineralöl vom Typ SAE-W30 für 2 Monate bei 120 °C in einem PWÜT gealtert. Die Öl-

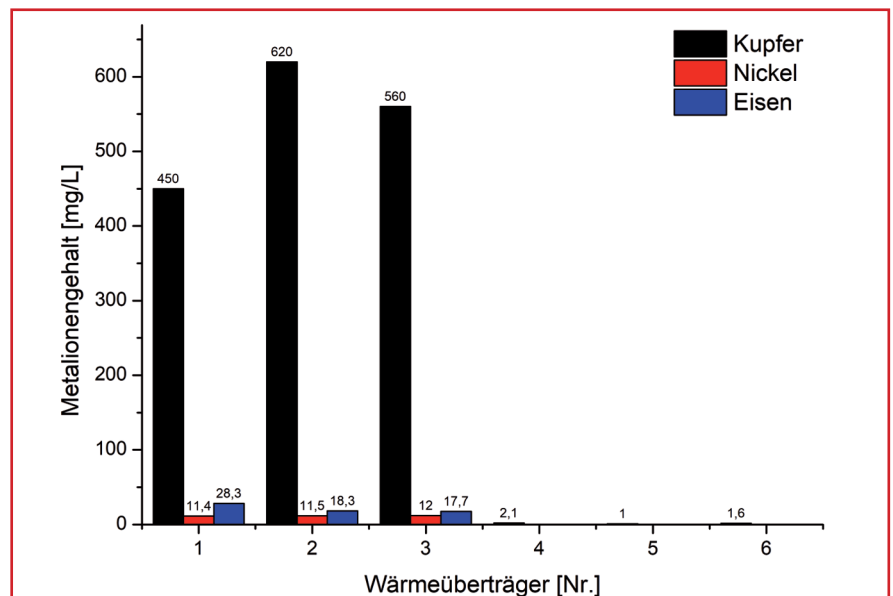


Bild 3: Konzentration von Metallionen im Öl nach der Stagnation in unbeschichteten (Nr. 1 - 3) und beschichteten (Nr. 4 - 6) Wärmeübertragern

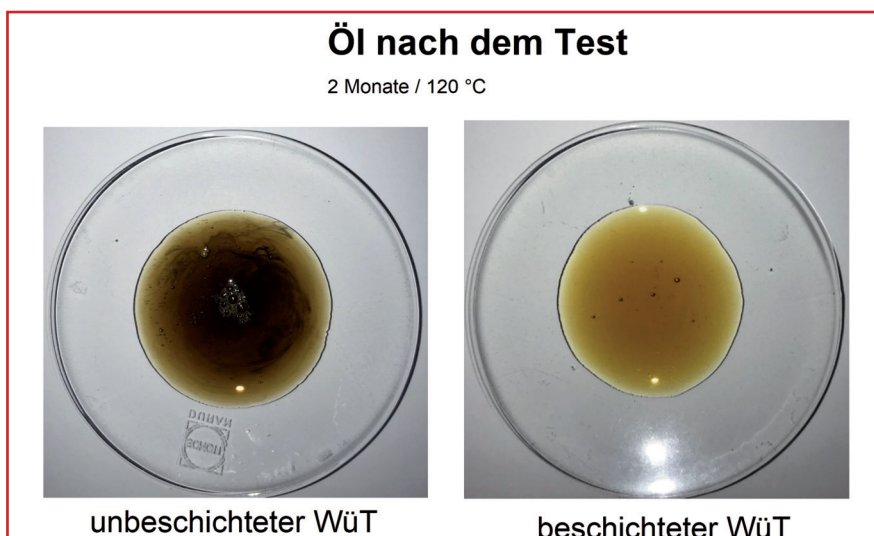


Bild 4: Öl nach 2 Monaten bei 120 °C im Wärmeübertrager - Ölprobe aus unbeschichtetem (links) und aus beschichtetem (rechts) Wärmeübertrager

terung wird hierbei durch die katalytische Wirkung des eingesetzten, auf allen Oberflächen vorhandenen Lotwerkstoffes beschleunigt. Kupfer reichert sich dabei mit 450 – 620 mg/L im Öl an, es kommt zu einer katalytischen Zersetzung der eingesetzten Mineralöle. Eine Wicoatec-Beschichtung minimiert die Kupfermigration in das Öl auf nahezu Null, die katalytisch bedingte Zersetzung wird unterbunden. (Bild 3). Im Versuch kann keine Veränderung des Öls beobachtet werden. (Bild 4). Somit führt eine derartige Beschichtung zu einer signifikanten Verlängerung der Wartungszyklen, ohne messbaren Einfluss auf die wärmetechnische Performance, das Strömungsverhalten oder die Dimensionierung der Wärmeübertrager.

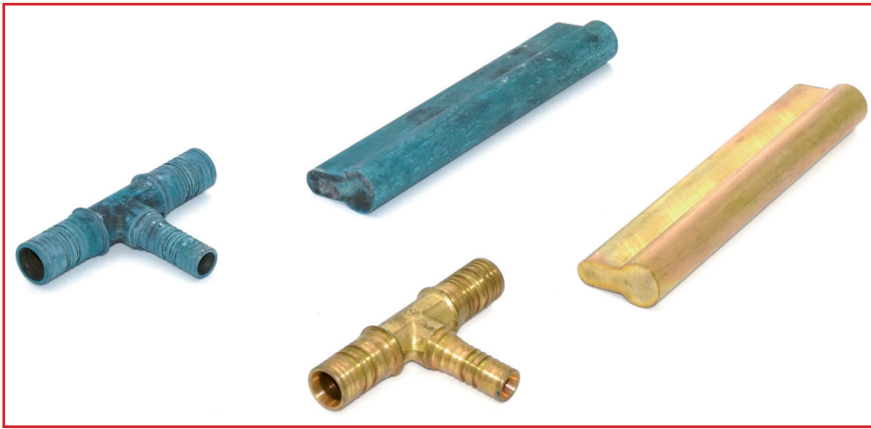


Bild 5: Messingbauteile im Spannungsrisskorrosionstest unmittelbar nach der Exposition im Exsikkator: blau-grüne Bauteile, unbeschichtet (links) sowie ursprüngliche Oberflächenfärbung, SiO₂-oberflächenversiegelt (rechts)

Um die Diffusionsdichtheit der Beschichtung und deren Schutzwirkung selbst vor aggressiven Gasen zu überprüfen, bietet es sich an, unbeschichtete und beschichtete Bauteile aus einer dafür geeigneten Messinglegierung und in einer Bauteilausführung mit gezielt aufgebrachtene Eigenspannungen im Test auf Spannungsrisskorrosion (SRK) zu untersuchen, z.B. nach den bewährten Prüfvorgaben aus ISO 6957, Ausgabe 10:1988 [1] oder DIN EN 14977, Ausgabe 09:2006 [2] oder auch unter modifizierten Testbedingungen mit 12,5%iger Ammoniakatmosphäre über 24 h bei Raumtemperatur.

In Bild 5 sind unbeschichtete und beschichtete Bauteile aus CuZn39Pb3 im Zustand direkt nach der Entnahme aus dem Exsikkator zu sehen, noch vor dem Ablösen von Korrosionsprodukten, was notwendig ist, um die darunterliegende Oberfläche auf Unversehrtheit oder Rissbildung zu untersuchen. Deutlich zu sehen sind die grün-blauen Korrosionsprodukte auf den unbeschichteten Bauteilen, darunter finden sich zahlreiche Mikrorisse an den Proben mit den aufgebrachtene Eigenspannungen. Die gleichen Bauteile, auch diejenigen mit Eigenspannungen, zeigen weder Korrosionsprodukte noch Mikrorisse, wenn sie mit der Wicoatec-

Schicht behandelt wurden. Diese Bauteile überstehen auch die modifizierten Testbedingungen vollkommen unbeschädigt, und dies rundum, also auch an Kanten, in Hohlräumen oder in Vertiefungen.

Heute stehen glücklicherweise gut zerspannbare Messingwerkstoffe wie CW724R / CuZn21Si3P zur Verfügung, die als sehr beständige Alternative bereits breit zum Einsatz kommen, wenn auf die ansonsten bei Standardwerkstoffen von Fall zu Fall zur Anwendung kommende Spannungsarmglühung zur Vermeidung von SRK verzichtet werden soll. Da die Wicoatec-Schichten bereits ab 200 °C Reaktionstemperatur aufgebracht werden, stellen sie eine weitere Option dar, wenn einerseits weniger beständige CuZn-Werkstoffe zum Einsatz kommen sollen und andererseits z.B. Festigkeitsanforderungen die thermische Behandlung begrenzen und die Temperaturen für eine vollständige Spannungsarmglühung nicht zulassen.

Oberflächenfunktionalisierung

Möglichkeiten der chemischen Oberflächenfunktionalisierung sind vielfältig und schon Jahrzehnte bekannt. Die Aktivierungen mit Plasma oder Silanen sind übliche Verfahren, um die Reaktivität der

Oberfläche zu erhöhen und die Anbindung von z.B. Lacken zu ermöglichen. Meist muss diese Behandlung aber speziell auf das Substrat abgestimmt werden und lässt substratspezifisch nur wenig Variation zu. Wicoatec-Schichten bieten den Vorteil, dass die Oberflächenfunktionalisierungen unabhängig vom Substrat sind, das heißt sowohl auf Kupfer, Aluminium oder hochlegiertem Stahl lassen sich die gleichen Oberflächeneigenschaften erzielen. Die Funktionalitäten reichen dabei von superhydrophilen Oberflächen für besonders gute Benetzung, über Oberflächen mit funktionellen Gruppen zur Anbindung von Klebstoffen hin zu hydrophoben Oberflächen oder inertisierten Oberflächen für analytische Anwendungen.

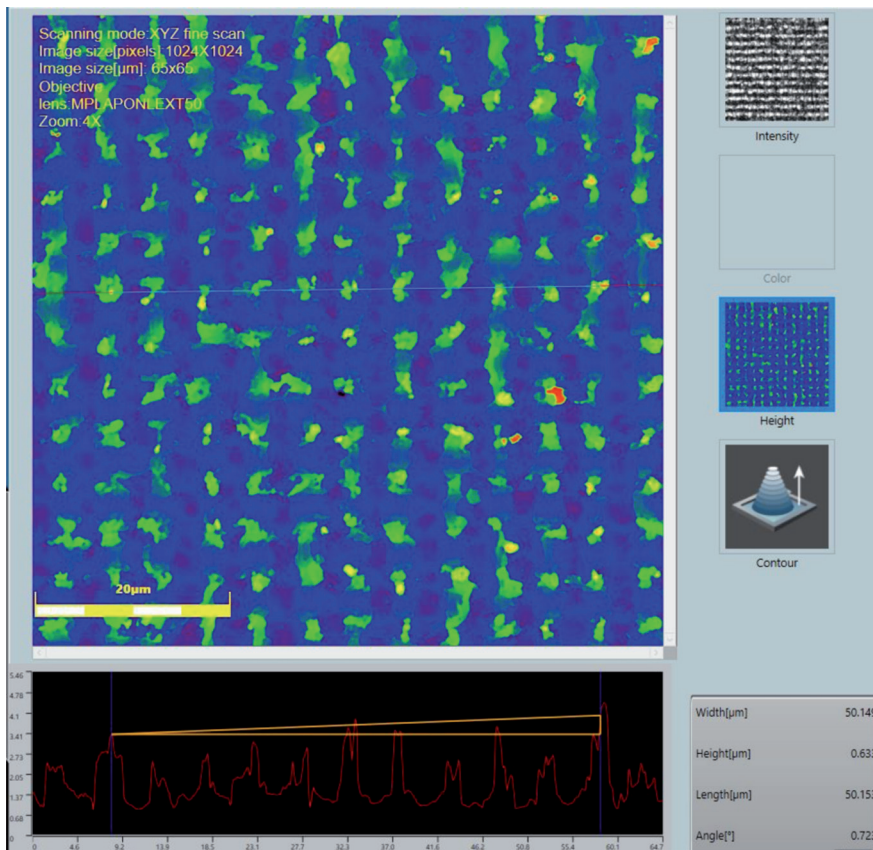
Beispielhaft ist hier der Mehrwert der Wicoatec-Schichten im Bereich der Haftvermittlung beschrieben. Die Verklebung von Kupferwerkstoffen ist herausfordernd, da es im Laufe der Zeit durch Umwelteinflüsse zu einer langsamen Unterwanderung von Vergussmassen und Klebeverbindungen kommt, die die Adhäsion schwächt und auch zu Korrosionseffekten führen kann. SiO₂-basierte Oberflächenfilme bieten hier einen doppelten Vorteil: Zum einen wird die atmosphärische Korrosion an Kupferwerkstoffen verhindert und zum anderen bieten die funktionalisierten Oberflächen reaktive Gruppen, um eine kovalente Verbindung mit dem Kleber einzugehen und dadurch sowohl zwischen Substrat und Beschichtung als auch zwischen Beschichtung und Kleber starke Adhäsion zu erzielen. Um die Beständigkeit einer solchen Verbindung zu demonstrieren, wurden Aluminium-Kegel auf unbeschichtete und beschichtete Kupfer-Coupons geklebt und einem Klimawechseltest (Dauer 7 d, zyklische Temperaturwechsel von -30 bis +160 °C, 30 – 95 % rel. Luftfeuchte) unterzogen. In Bild 6 sind beschichtete und unbeschichtete Prüfkörper nach dem Klimawechseltest abgebildet. Fast alle Aluminiumkegel haben sich selbstständig von den unbeschichteten Kupfersubstraten gelöst, während umgekehrt nahezu alle Klebeverbindungen mit den beschichteten Kupfersubstraten noch hielten.



Bild 6: Klebeverbindung nach dem Klimawechseltest - links unbeschichtete Kupfersubstrate - rechts beschichtete Kupfersubstrate

Ausblick Laserstrukturierung und SiO₂-Oberflächenversiegelung

In aktuellen Untersuchungen [3] der Universität des Saarlandes, dem Material Engineering Center Saarland (MECS)



Höhendarstellung einer mittels Nanosekundenlaser aufgetragten Kreuzstruktur auf einem Plättchen aus Cu-DHP

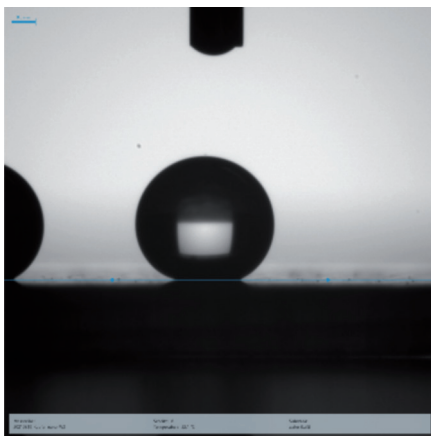


Bild 7b: Kontaktwinkel der unbeschichteten Nano-Kreuzstruktur

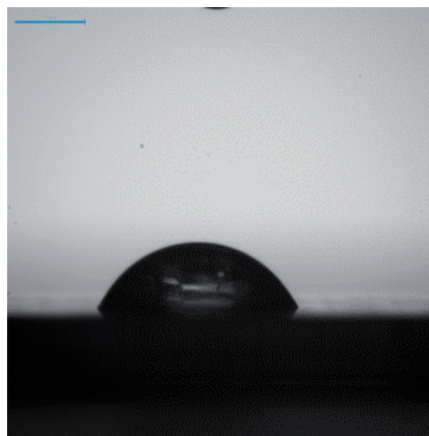


Bild 7c: Kontaktwinkel der Nano-Kreuzstruktur nach einer hydrophil funktionalisierten SiO₂-Versiegelung

und der Wieland Wicoatec GmbH werden die Eigenschaften von laserstrukturierten Kupferplättchen in Verbindung mit dünnen SiO₂-Oberflächenfilmen untersucht. Hierbei sollen Wechselwirkungen geklärt werden, wobei erste Untersuchungsergebnisse bereits vorliegen.. So können über die Laserstrukturierung z.B. gleichmäßige, homogene Kreuzstrukturen mit einer 5 µm Periode und sogar gleichmäßige, homogene Wabenstrukturen mit einer Periodizität von 3 µm auf der Kupferoberfläche erzielt werden. Diese Strukturen weisen im Vergleich zur nicht laserstrukturierten Kupferoberfläche (Kontaktwinkel 89 °) beispielsweise einen stark hydrophoben Charakter (Kontaktwinkel 147 – 149 °) auf. Mit einer anschließenden, ca. 80- 100 nm dünnen hydrophil funktionalisierten SiO₂-Schicht lassen sich diese Kontaktwinkel wiederum auf etwa 65 - 70 ° reduzieren. Weitere Untersuchungen bezüglich Verdampfungs- und Kondensationsverhalten mit unterschiedlich funktionalisierten SiO₂-Schichten und Tests hinsichtlich der Auswirkungen auf das Korrosionsverhalten und die Säurebeständigkeit der strukturierten Oberfläche sind in Gange.

Literatur

- [1] [1] ISO 6957, Kupfer und Kupferlegierungen - Auffinden von Zugspannungen - 5 %-Ammoniakprüfung, Beuth Verlag, Ausgabe 10 1988
- [2] DIN EN 14977, Kupfer und Kupferlegierungen - Auffinden von Zugspannungen - 5 %-Ammoniakprüfung; Deutsche Fassung EN 14977:2006, Beuth Verlag, Ausgabe 09 2006
- [3] Thome, Adrian, Löslein Sarah, Müller, Daniel, Britz, Dominik; Kontaktwinkelmessungen an laserstrukturierten Proben, unveröffentlichter Untersuchungsbericht, Material Engineering Center Saarland (MECS), 10 2021

(1) Wieland Wicoatec GmbH, Wielandstraße 26, 89269 Vöhringen