

# 3D-konforme CVD-Beschichtungen von Werkzeugformeinsätzen

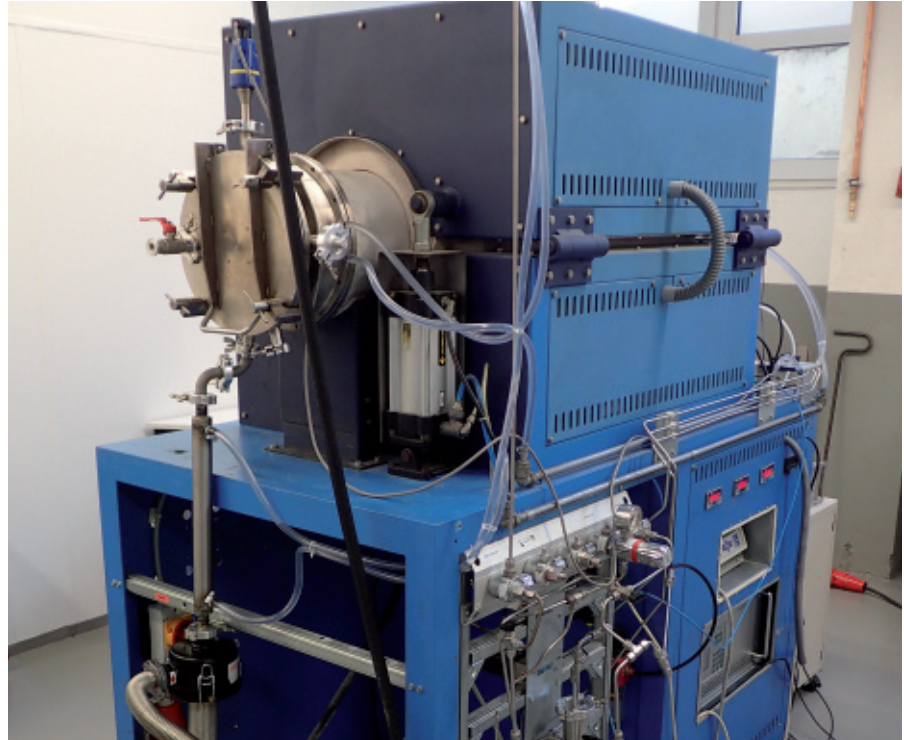


*In der Kunststoff verarbeitenden Industrie, vor allem in der Spritzgießfertigung, sind Oberflächeneigenschaften von Werkzeugformeinsätzen von essentieller Bedeutung für die Güte der späteren Bauteiloberfläche. Zur Fertigung von Werkzeugen genutzte Stähle bieten auf Grund ihrer Wärmeleitfähigkeit, der mechanischen Festigkeit sowie der maschinellen Bearbeitbarkeit unwiderlegbare Argumente gegenüber den meisten anderen Materialien.*



**Autor:**  
Dr. rer. nat.  
Gregor Fornalczyk  
Forschung & Entwicklung  
Beschichtungstechnik  
Gemeinnützige  
KIMW Forschungs-GmbH  
58507 Lüdenscheid  
[www.kunststoff-institut.de](http://www.kunststoff-institut.de)

Betrachtet man jedoch die Stahloberfläche, so sieht man sich mit verschiedenen Problemstellen konfrontiert, die die Nutzbarkeit aus Stahl gefertigter Formeinsätze einschränken und die Lebensdauer deutlich verkürzen können. Vor allem Korrosion und mechanischer Verschleiß sind hier entscheidende Aspekte, welche unter anderem durch Nutzung abrasiver Kunststoffe sowie die bei Spritzgießprozessen herrschenden Temperaturen und Drücke in den Fokus gerückt werden. Daher ist es mittlerweile in vielen Betrieben gängige Praxis, Oberflächen von Formeinsätzen mit einer dünnen Schutzschicht zu überziehen, welche den Stahl vor Korrosion und Verschleiß bewahrt. Als Materialien eignen sich hierfür neben klassischen Hartstoffschichten wie beispielsweise Titan-Nitrid (TiN), Chrom-Nitrid (CrN) oder Diamond-Like-Carbon (DLC) vor allem keramische Werkstoffe, da diese ebenfalls als beständig gegenüber Chemikalien und äußeren mechanischen Einflüssen gelten. Zusätzlich dazu lassen sich die Barriereigenschaften keramischer Werkstoffe beispielsweise zur Senkung des Energieaufwands bei der Werkzeugtemperierung nutzen. Um die entsprechenden Oberflächeneigenschaften durch eine Beschichtung des Formeinsatzes zu realisieren, reicht dabei oftmals eine Schichtdicke von einigen Mikrometern.



**Der CVD-Reaktor der gemeinnützigen KIMW Forschungs-GmbH. Das Projekt »3D CVD« wird vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie im Rahmen des zentralen Innovationsprogramms Mittelstand gefördert ([www.zim-bmwi.de](http://www.zim-bmwi.de)).**  
Bilder: Gemeinnützige KIMW Forschungs-GmbH.

Eine ideale Methode, um derart dünne Schichten auf die Oberflächen von Stahlsubstraten aufzubringen, bietet die chemische Gasphasenabscheidung (CVD), welche bereits seit den 1960er Jahren unter diesem Namen eingesetzt wird. Dabei wird eine flüchtige chemische Verbindung (Vorstufe/Precursor), welche bereits die späteren Schichtkomponenten enthält, in einen Reaktor geleitet, in welchem sich das zu beschichtende Bauteil beziehungsweise Substrat befindet. Der Reaktor wird dabei aufgeheizt, so dass eine thermisch induzierte Zersetzungsreaktion ausgehend vom Precursor zur Bildung vom Schichtmaterial führt, welches sich im Zuge dessen auf der Substratoberfläche gleichmäßig abscheidet. Zur Vermeidung einer Materialbildung in der Gasphase findet dieses Verfahren in der Regel bei stark vermindertem Druck statt. Einen großen Bereich der Schichtmaterialien – welche mittels CVD generiert werden können – nehmen die Keramiken, also Metalloxide, ein, für deren Bildung metallorganische Komplexverbindungen als Precursoren genutzt werden. Verglichen mit kovalenten oder ionischen Verbindungen weisen diese häufig einen höheren Dampfdruck auf, wodurch das Verdampfen der Vorstufe begünstigt wird, und lassen sich zudem bei geringeren Temperaturen zersetzen. Ein sauberer Zersetzungsmechanismus führt dabei zur Minimierung von Verunreinigungen im späteren Material. Die Weiterentwicklung der metallorganischen Chemie in den letzten 20 Jahren hat dafür gesorgt, dass es mittlerweile für na-

hezu alle relevanten Elemente des Periodensystems maßgeschneiderte Verbindungen gibt, deren Zersetzung schon bei deutlich niedrigeren Temperaturen stattfindet, als dies in den Anfangszeiten der CVD-Technik der Fall war. So lassen sich heutzutage Prozesse deutlich unterhalb von 500 Grad Celsius realisieren, wodurch ein Härteabfall beim zu beschichtenden Werkzeugstahl vermieden werden kann. Zudem wird durch die niedrigeren Energiekosten die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens gesteigert, so dass es für eine breitere Masse der Anwender interessant wird.

## **Schützender Keramikfilm für dreidimensionale Oberflächen**

Für die vorliegende Anwendung fiel die Materialwahl auf yttrium-stabilisiertes Zirkoniumdioxid ( $ZrO_2$  mit einem Anteil von acht Molprozent Yttriumoxid [ $Y_2O_3$ ]), welches durch seine mechanischen und antikorrosiven Eigenschaften optimale Voraussetzungen für den Einsatz in der Kunststoffverarbeitung verspricht. Zudem bietet es einen thermischen Ausdehnungskoeffizienten, der sehr ähnlich den Werten gängiger Werkzeugstähle ist. Dies ist vor allem für Anwendungen, bei denen die Werkstoffe hohen Temperaturen und Temperaturschwankungen ausgesetzt sind, von großer Relevanz.

In der gemeinnützigen KIMW Forschungs-GmbH (KIMW-F gGmbH) ist neben den Eigenschaften

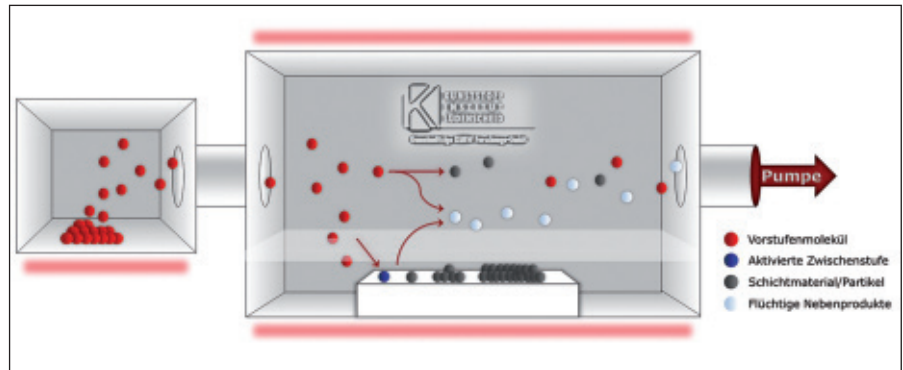
## SPECIAL Oberflächentechnik

des späteren Schichtmaterials vor allem eine möglichst homogene Schichtverteilung auch auf dreidimensionalen Substraten das erklärte Ziel, welches durch die entsprechende Prozessentwicklung erreicht werden kann. Die bestehende Expertise, mittels CVD dünne Keramiksichten auf geometrisch anspruchsvollen Oberflächen abzuscheiden, kann die KIMW-F gGmbH im Projekt »3D CVD« einsetzen, das vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie gefördert wird. Das Projekt hat das Ziel, die Spaltgängigkeit von CVD-Schichtsystemen zu nutzen, um anspruchsvolle, dreidimensionale Oberflächen von Formein-sätzen mit einem schützenden Keramikfilm zu überziehen und dabei gleichzeitig die gegebene Oberflächenbeschaffenheit (Glanzgrad, Strukturierung) beizubehalten. Anderen bisher eingesetzten Beschichtungsverfahren (beispielsweise physikalische Gasphasenabscheidung [PVD]), mit denen es nicht möglich ist, Innenwandungen enger Konturen wie Schlitze oder Löcher sowie Hinterschnitte gleichmäßig zu beschichten, ist die CVD-Technik durch ihre hohe Konformitätsrate überlegen.

Die Kunststoff verarbeitenden Unternehmen unter den Projektpartnern unterstützen die Arbeiten durch das Bereitstellen entsprechender Werkzeugeinsätze, welche eine große Bandbreite komplexer Geometrien abbilden. Um die Konformität der CVD-Schichten nachweisen zu können, wurden diese präpariert, um die Einführung von Probekörpern zu gewährleisten, die später auf ihre Schichtdicke hin untersucht werden können. Eine Parameteroptimierung im Bereich Temperatur, Druck und Gasgeschwindigkeit sorgt zudem dafür, dass die Ziele einer hohen Maßgenauigkeit sowie Spaltgängigkeit der Schichten systematisch erreicht werden können. Weitere Arbeiten des Projektes sind die Beschichtungen von Formein-sätzen, welche später in der Produktion von Kunststoffbauteilen eingesetzt werden. Entsprechende Bemusterungen der Werkzeuge sowie der hergestellten Bauteile sollen schließlich die Anwendbarkeit des Schichtsystems unter Produktionsbedingungen verifizieren.

### Steigerung von Effizienz und Lebensdauer

Zur Durchführung optimierter CVD-Prozesse hat die KIMW-F gGmbH eine CVD-Anlage mit horizontalem Heißwandreaktor in Betrieb genommen. Das heißt, der Reaktorinnenraum wird in seiner Gänze auf die gewünschte Abscheidungstemperatur gebracht, welche an drei Positionen durch programmierbare Temperaturregler eingestellt und gesteuert werden kann. Dies ermöglicht, Bauteile verschiedener Größe und Form zu beschichten sowie einen gleichmäßigen Einfluss der Temperatur auf den Gasstrom zu gewährleisten. Um den Precursor schonend zu vaporisieren, wird dieser zunächst in Lösung vorgelegt und anschließend in einen vorgeschalteten temperierbaren Verdampfer geleitet, der die zugeführten Precursurlösungen in Aerosole umwandelt, bevor diese in den Reaktor gelangen. Dieses Verfahren bietet nicht nur die Möglichkeit, auch schwerflüchtige Feststoffe in die Gasphase zu bringen, sondern erlaubt zudem eine bessere Steuerung der Dichte in der Gasphase während des Prozesses.

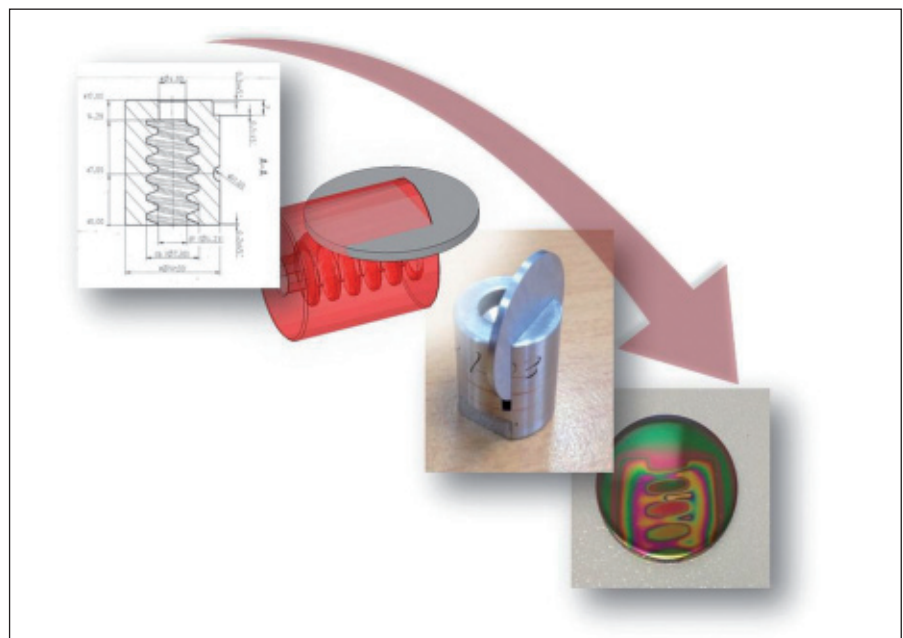


**Schematischer Aufbau eines CVD-Heißwandreaktors, in dem es zur thermisch induzierten Zersetzung der Vorstufenmoleküle sowie zur Bildung des Schichtmaterials auf der Substratoberfläche kommt.**

Um die Qualität derartiger Verfahren in der KIMW-F gGmbH weiter zu steigern, wurde ein besonderes Augenmerk auf die Automatisierung der Beschichtungsprozesse gelegt. Zusätzlich zu dem eigentlichen Zersetzungsprozess erhöhen der Einsatz verschiedener Reaktiv- und Trägergase mit definierter Flussrate sowie die Nutzung unterschiedlicher Precursoren zur Darstellung von Multischichtsystemen die Komplexität dieses Verfahrens. Die hohe Anzahl potenzieller Fallstricke macht daher eine Automatisierung einzelner Prozessschritte unabdingbar. Neben bereits bestehenden Sensor- und Regelsystemen für Druck, Temperatur und Gasfluss kann mittlerweile auch die Dosierung verschiedener Precursurlösungen durch die Nutzung autonomer Regelventile exakt gesteuert werden, um den Durchfluss auf konstantem Niveau zu halten. Die Ventile werden dabei über eine »Logo!-Steuerung™« mit Strom versorgt und können in vorher festgelegten Zeitintervallen angesteuert werden. Dies erlaubt die Programmierung von Beschichtungszyklen mit beliebiger Länge und die Applizierung von Schichtsystemen in unterschiedlicher Zusammensetzung. Durch Vorgabe einer definierten Zyklenzahl können unterschiedliche Materialien mit den gewünschten Schichtdicken alternierend abgeschieden werden, was zur Darstellung von Multischichtsystemen führt. Auch eine automatische

Abschaltung nach Prozessende kann gewährleistet werden, so dass Langzeitversuche durchgeführt werden können, ohne dass ein ständiges Monitoring des Reaktors durch einen Operator notwendig ist. Zudem soll zur Verlängerung der maximalen unterbrechungsfreien Prozesszeit zukünftig eine effizientere Kühlfallenapparatur beitragen, welche die kondensierenden Gase, die den Reaktor verlassen, einfängt und den Wartungsaufwand am Pumpensystem deutlich reduziert.

Weitere Möglichkeiten zur Prozessoptimierung bietet die Simulationssoftware »COMSOL Multiphysics«, die es erlaubt, Gasströme und -geschwindigkeiten im Reaktor unter definierten Bedingungen zu visualisieren, was vor allem bei der Beschichtung komplexer Bauteile von Bedeutung ist. Dadurch ist die KIMW-F gGmbH auf lange Sicht in der Lage, den Forschungsbetrieb durch einen gesteigerten Durchsatz an Prozessen auf hohem Niveau zu halten und repräsentative Ergebnisse für Förderprojekte zu liefern. Des Weiteren spiegelt die verbesserte Reproduzierbarkeit die Verlässlichkeit und die Effizienz des Systems wider, was nicht zuletzt auch Kundenanfragen zu Gute kommt. Hierdurch wird in Kombination mit der Inbetriebnahme eines zweiten CVD-Reaktors neben der Wirtschaftlichkeit auch die Anwendungsflexibilität nachhaltig gesteigert.



**Nachweis der Spaltgängigkeit von CVD-Schichten im Rahmen des Förderprojekts »3D CVD«.**