

Elektrochemische Messmethode

# Vorhersage der Korrosionsstabilität von Spritzgießwerkzeugen

Beim Spritzgießen ist die Standzeit der Werkzeuge unter anderem von der Oberflächenbeschichtung abhängig. In diesem Beitrag wird eine einfache und schnelle Methode vorgestellt, die Aussagen über die Korrosionsstabilität verschiedenartig beschichteter Werkzeugoberflächen beim Spritzgießen liefert.

Das Spritzgießen gehört zu den wichtigsten Verfahren für die Herstellung von Kunststoffprodukten. Beim Spritzgieß-Prozess wird der Kunststoff, meist ein Thermoplast, zunächst aufgeschmolzen und anschließend unter Druck in eine Form eingespritzt. Beim Abkühlen verfestigt sich das Material und kann als fertiges Kunststoffteil der Form entnommen werden.

Die Produktivität des Spritzgieß-Prozesses wird maßgeblich durch die Standzeit der Werkzeuge bestimmt, aus denen die Form gebildet wird. Die Oberfläche der Werkzeuge wird während des Prozesses sowohl mechanisch als auch chemisch beansprucht. Zudem können die Werkzeugoberflächen bei Transport oder Lagerung korrosionsfördernden Bedingungen ausgesetzt sein. Diese Einflüsse führen im Lauf der Zeit zu Schädigungen und letztendlich zum Ausfall der Werkzeuge.

Zur Verlängerung der Standzeit von Spritzgieß-Werkzeugen steht eine Vielzahl von Methoden zur Oberflächenveredlung zur Verfügung. Neben der Verbesserung der Verschleiß-eigenschaften und der Verringerung

der Entformungskräfte werden auch Oberflächenbeschichtungen genutzt, die speziell die Korrosionsbeständigkeit erhöhen.

Ziel der vorliegenden Arbeit ist die Entwicklung einer einfachen, auf wässrigen Elektrolyten basierenden, elektrochemischen Messmethode, die eine Bewertung der Korrosionsbeständigkeit verschiedener Beschichtungssysteme gegenüber dem unbeschichteten Material erlaubt.

### Experimentelles

Als Basismaterial wurde ein Warmarbeitsstahl der Werkstoffnummer 1.2344 verwendet. Aus geglühtem Stangenmaterial wurden Ronden präpariert, die durch Wärmebehandlung auf etwa 52 HRC gehärtet, bei 520°C angelassen, geschliffen und poliert wurden. Abschließend wurde die jeweilige Schicht appliziert. Eine Übersicht über die beschichteten Proben zeigt Tabelle 1.

Die so hergestellten Probenronden wurden mittels Linear Sweep Voltammetry (LSV) elektrochemisch untersucht. Der relevante Potenzialbereich wurde durch eine vorgeschaltete

Ruhepotenzialmessung bestimmt. Tabelle 2 fasst die wichtigsten Messparameter zusammen.

Die Linear Sweep Voltammetry ist ein Verfahren, bei dem das Potenzial an der Probe sukzessive erhöht und gleichzeitig der währenddessen auftretende Stromfluss gemessen wird. Aus der halblogarithmischen Auftragung (log Stromdichte vs. Potenzial) werden per graphischer Tafel-Auswertung die Korrosionsstromdichte ( $i_{cor}$ ) und das Korrosionspotenzial ( $E_{cor}$ ) ermittelt. Die Oberflächenbeschaffenheit ausgewählter Proben vor und nach den elektrochemischen Untersuchungen wurde mit einem Rasterelektronenmikroskop (Phenom Pro X) charakterisiert.

### Ergebnisse

Die Bilder 1 und 2 stellen die Ergebnisse der Tafel-Auswertung gegenüber. Dargestellt sind die Mittelwerte aus jeweils 3 bis 4 Einzelmessungen. Die gezeigten Fehlerbalken repräsentieren die jeweils ermittelte Standardabweichung.

Alle betrachteten Oberflächenmodifikationen verschieben das Korrosionspotenzial zu positiveren Werten, erhöhen also die Korrosionsbeständig-

| Probe | Schicht        | Verfahren    | Schichtdicke   |
|-------|----------------|--------------|----------------|
| 1     | unbeschichtet  | -            | -              |
| 2     | plasmanitriert | Plasma       | nicht bestimmt |
| 3     | NiP            | nasschemisch | ca. 10 µm      |
| 4     | NiP            | nasschemisch | ca. 30 µm      |
| 5     | CrN            | Lichtbogen   | ca. 4,6 µm     |
| 6     | CrN            | PVD          | nicht bestimmt |
| 7     | TiN            | PVD          | ca. 3,6 µm     |

Tabelle 1: Übersicht der beschichteten Probenronden

|                 |  |
|-----------------|--|
| Elektrolyt      | H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (10%)         |
| Potentiostat    | Meinsberger PS6                              |
| Messanordnung   | 3-Elektroden                                 |
| Gegenelektrode  | Pt (Platin)                                  |
| Bezugselektrode | Hg/Hg <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> (Kalomel) |
| Ruhepotenzial   | 3 min (kein Abbruchkriterium)                |
| Scan-Bereich    | -150 bis +400 mV (bezüglich Ruhepotenzial)   |
| Scan-Rate       | 0,5 mV/s                                     |
| Temperatur      | 22 °C  |

Tabelle 2: Parameter der elektrochemischen Messungen

keit des Basismaterials. Während der Effekt bei den nitridischen Schichten (CrN, TiN) sowie der plasmanitrierten Probe nur gering ist, wirkt sich eine NiP-Beschichtung sehr stark aus und erhöht das Korrosionspotenzial des unbeschichteten Materials um etwa 400 mV. Die Unterschiede zwischen den drei nitridischen Schichten sind relativ klein, deuten tendenziell aber auf eine geringe Korrosionsneigung der CrN- gegenüber TiN-beschichteten Oberflächen hin.

Bild 2 bestätigt den positiven Einfluss der Beschichtungen auf die Korrosionsstabilität. Auch bezüglich der Korrosionsstromdichten erweisen sich NiP-beschichtete Oberflächen gegenüber den anderen Schichten als weniger korrosionsanfällig.

Ausgewählte Proben wurden zusätzlich rasterelektronenmikroskopisch untersucht. Bild 3 stellt die Oberflächen einer unbeschichteten, einer im Lichtbogenofen mit CrN und einer nasschemisch mit 10 µm NiP beschichteten Probe vor und nach der elektrochemischen Messung gegenüber.

Die Morphologie der mit Hilfe des Rasterelektronenmikroskops dargestellten Probenoberflächen korreliert unmittelbar mit den Ergebnissen der elektrochemischen Untersuchungen. Die unbeschichtete Probe (links), die bei den elektrochemischen Messungen die geringste Korrosionsbeständigkeit aufwies, zeigt den stärksten Materialabtrag und eine entsprechend stark zerklüftete Oberfläche. Die CrN-Beschichtung (Mitte) weist einen etwas ungleichmäßigeren, aber insgesamt geringeren Korrosionsangriff auf als die unbeschichtete Probe. Bei der mit NiP beschichteten Probe (rechts) zeigt sich die Oberflächenmorphologie nach der

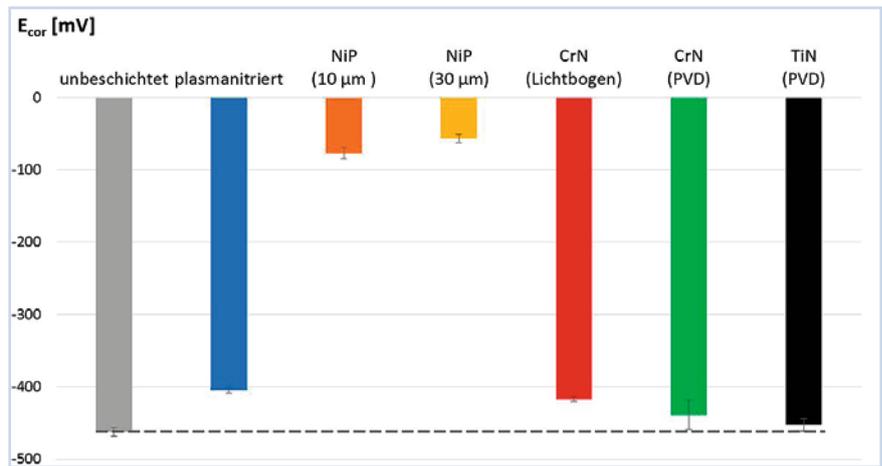


Bild 1: Korrosionspotenziale aus der Tafel-Auswertung

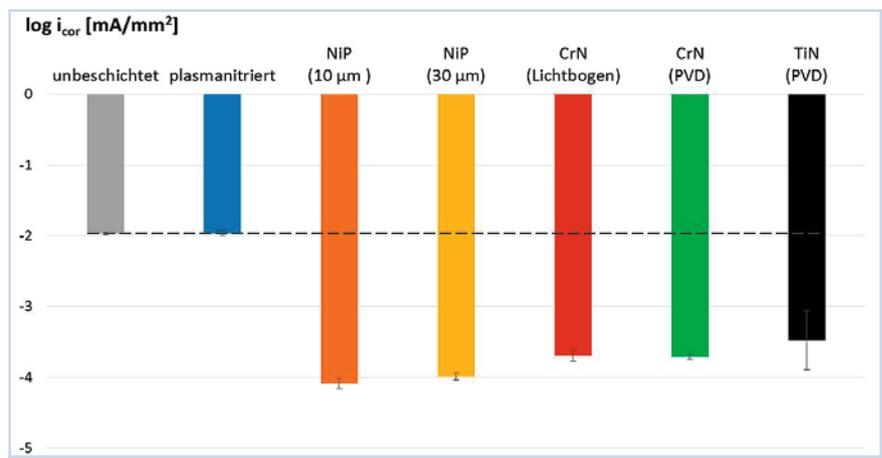


Bild 2: Logarithmierte Korrosionsstromdichten aus der Tafel-Auswertung

elektrochemischen Messung nur wenig verändert, was unmittelbar die geringe Korrosionsneigung dieser Schicht widerspiegelt.

### Diskussion und Ausblick

Um die experimentell erhaltenen Ergebnisse genauer bewerten zu können, ist ein Abgleich mit der Praxis des Spritzgießens erforderlich. Abhän-

gig von der Art des Kunststoffes und des zu fertigenden Teils unterscheiden sich allerdings die Spritzgießparameter und damit die Beanspruchung der Werkzeugoberflächen. Hinzu kommt, dass durch Auslegung beziehungsweise Geometrie der Werkzeugkomponenten die Beanspruchung der Oberflächen auch bei formal gleichen Bedingungen (Temperatur, Druck, Zykluszeit ...)

+++ news +++

**TOP-NEWS aus der Welt des Leichtbaus per E-Mail!**  
Bestellen Sie jetzt!

[www.lightweight-design.de](http://www.lightweight-design.de)

+++ news +++

+++ news +++

**TOP-NEWS aus der Welt der Oberfläche per E-Mail!**  
Bestellen Sie jetzt!

[www.jot-oberflaeche.de](http://www.jot-oberflaeche.de)

+++ news +++

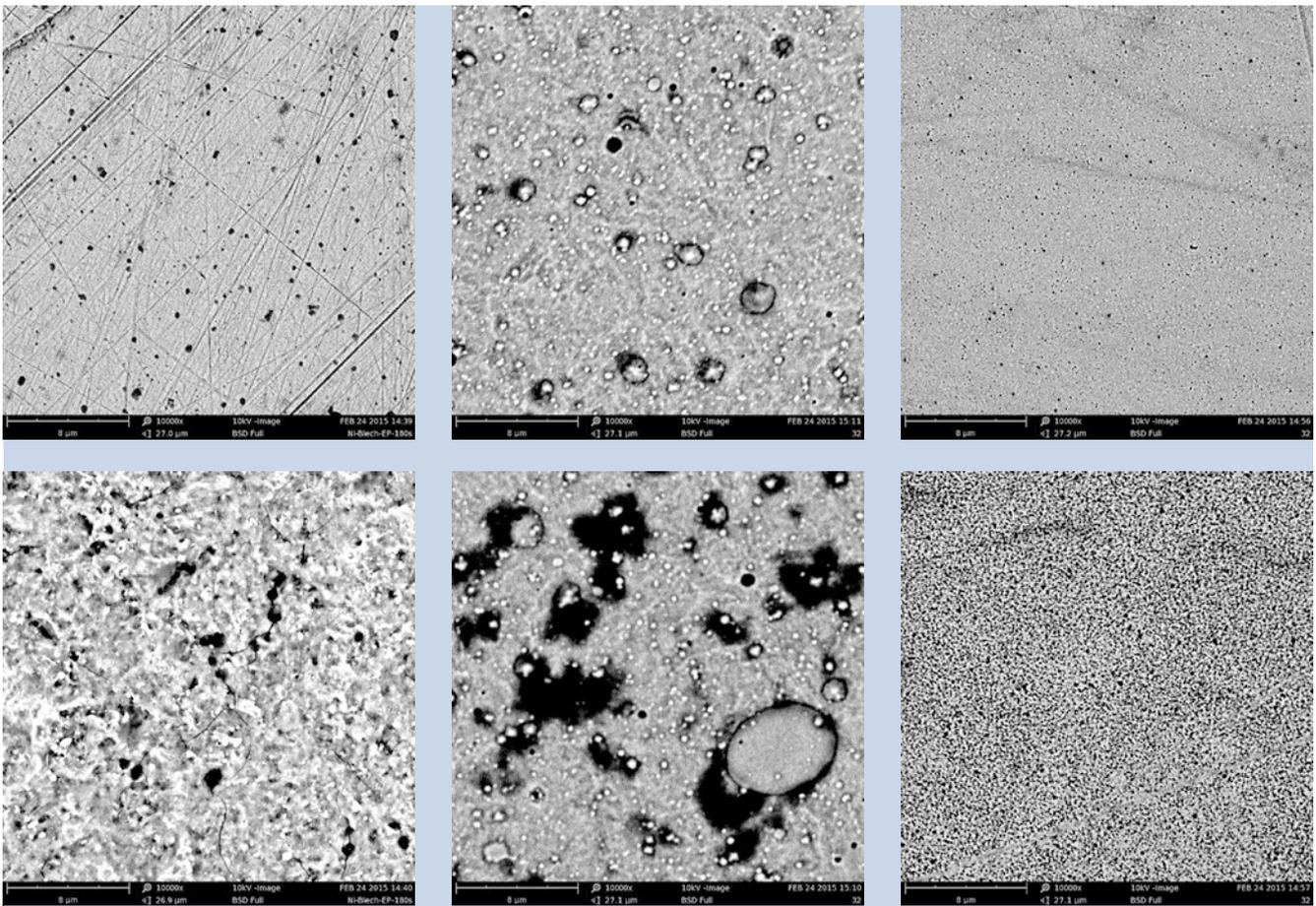


Bild 3: REM-Aufnahmen von 1.2344-Probenoberflächen vor (oben) und nach (unten) den elektrochemischen Messungen. Links: unbeschichtet, Mitte: CrN (Lichtbogen), rechts: NiP (10 µm).

sehr unterschiedlich ausfallen kann. So kann zum Beispiel ungenügende Entlüftung lokal zu einem drastischen Druck- und Temperaturanstieg und zu Heißgaskorrosion führen.

Da systematische Untersuchungen der betrachteten Schichtmaterialien bezüglich ihrer Korrosionsstabilität in Spritzgieß-Prozessen bislang nicht vorliegen, müssen an dieser Stelle Erfahrungswerte qualitativer Natur aus der Praxis herangezogen werden. Diese decken sich weitgehend mit den elektrochemisch erhaltenen Daten. Insbesondere die deutliche Steigerung der Korrosionsbeständigkeit durch Beschichtung mit NiP entspricht der Erfahrung. Eine zuverlässige Unterscheidung zwischen den nitridischen Systemen, insbesondere den mit unterschiedlichen Methoden aufgetragenen CrN-Schichten, war bislang nicht möglich. Erfahrungsgemäß sollte eine per Lichtbogen applizierte Schicht poröser

und folglich korrosionsanfälliger sein als eine PVD-Schicht. Dies konnte im Rahmen dieser Untersuchungen nicht zweifelsfrei nachgewiesen werden.

Die hier vorgestellte elektrochemische Messmethode liefert Ergebnisse bezüglich des Korrosionsverhaltens verschiedener Schichtsysteme, die sich weitgehend mit den qualitativen Erfahrungen aus der Praxis decken. Perspektivisch soll hieraus ein Screening-Werkzeug entwickelt werden, das die Korrosionsstabilität einer Material/Schicht-Kombination unter Spritzgieß-Bedingungen vorhersagt, ohne dass aufwendige Untersuchungen mit echten Werkzeugen notwendig sind. Dazu muss die Methode weiter optimiert werden. Vergleichende Experimente unter Spritzgieß-Bedingungen sollen eine möglichst unmittelbare Korrelation der elektrochemischen Daten mit dem Verhalten im realen Prozess ermöglichen. ■

*Die hier vorgestellten Ergebnisse entstanden im Rahmen des Verbundprojekts „Betriebs sicheres Werkzeug 3“, initiiert vom Kunststoffinstitut Lüdenschied. Ein besonderer Dank gilt Martin Kampfert von der Mechanischen Werkstatt der FH Dortmund für die Präparation der Probenrunden.*

*Die Fachhochschule Dortmund ist Partner des Kompetenznetzwerk für Oberflächentechnik e.V., das sich zum Ziel gesetzt hat, ein Netzwerk im Bereich der Oberflächentechnik aufzubauen, um Beschäftigung, Standort und Wettbewerb zu sichern.*

*[www.netzwerk-surface.net](http://www.netzwerk-surface.net)*

**Prof. Dr. Tamara Appel, Johannes Etzkorn**

Fachhochschule Dortmund, Fachbereich Maschinenbau, Dortmund, Tel. 0231 9112-683, [johannes.etzkorn@fh-dortmund.de](mailto:johannes.etzkorn@fh-dortmund.de), [www.fh-dortmund.de](http://www.fh-dortmund.de)

**Dipl.-Ing. Frank Mumme**

Kunststoffinstitut Lüdenschied, Lüdenschied, Tel. 02351 10 64-139, [mumme@kunststoff-institut.de](mailto:mumme@kunststoff-institut.de), [www.kunststoff-institut.de](http://www.kunststoff-institut.de)