Schlussbericht vom 11.05.23

zu IGF-Vorhaben Nr. 20716 N

Thema

Adhäsions- und verschleißmindernde Oberflächenmodifikationen von Walzen für den Einsatz im Zwei-Rollen-Gießwalzprozess

Berichtszeitraum

01.06.2019 - 30.11.2022 (nach Verlängerungen)

Forschungsvereinigung

Stifterverband Metalle e.V. Wallstraße 58-59 10179 Berlin

Forschungseinrichtung(en)

Forschungseinrichtung 1:	Fraunhofer-Institut für Schicht und Oberflächentechnik IST
	Bienroder Weg 54e
	38108 Braunschweig
Forschungseinrichtung 2:	Lehrstuhl für Werkstoffkunde der Universität Paderborn
	Warburger Straße 100
	33098 Paderborn

Gefördert durch:



Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz



aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages

Kurzfassung

Titel: Adhäsions- und verschleißmindernde Oberflächenmodifikationen von Walzen für den Einsatz im Zwei-Rollen-Gießwalzprozess

Ziel dieses Vorhabens war es eine Oberflächenmodifikation zu finden, die es erlaubt den Gießwalzprozess für die Herstellung von dünnen Bändern aus der Aluminiumlegierung EN-AW 1080 gänzlich ohne Trennmittel durchführen zu können. Alternativ sollte eine Oberflächenmodifkation gefunden werden die es erlaubt den Trennmitteleinsatz für den o.g. Prozess zu reduzieren. Es konnte eine Oberflächenmodifikation gefunden werden, die das alternative Ziel erfüllt.

Das Ziel des Vorhabens wurde erreicht.

Förderhinweis und Danksagung

Das IGF-Vorhaben "Adhäsions- und verschleißmindernde Oberflächenmodifikationen von Walzen für den Einsatz im Zwei-Rollen-Gießwalzprozess", IGF-Projekt Nr. G20716 N/ FE2, des Stifterverbandes Metalle e.V., 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 danken den Mitgliedern des projektbegleitenden Ausschusses für die umfangreiche Unterstützung durch Sachmittel und Dienstleistungen sowie für die vielfachen fruchtbaren Diskussionen und konstruktiven Anmerkungen in den Projekttreffen. Am Forschungsvorhaben waren beteiligt:

- Friedrich Lohmann GmbH, Witten (KMU)
- Deutsche Edelstahlwerke Specialty Steel GmbH & Co.KG, Witten (kein KMU)
- Hydro Aluminium Deutschland GmbH, Bonn (kein KMU)
- Schotten Oberflächenservice, Remscheid (KMU)
- D&S Sandstrahltechnik GmbH & Co. KG, Paderborn (KMU)
- PlascoTec GmbH, Wuppertal (KMU)
- Schornberg Galvanik GmbH, Lippstadt (KMU)
- Johann Maffei GmbH & Co KG, Iserlohn (KMU)
- PT&B SILCOR GmbH, Barleben (KMU)
- b-tec Innovative Beschichtungstechnologie GmbH, Steinheim (KMU)
- Hanomag Lohnhärterei Unternehmensgruppe, Hannover (KMU)
- Härterei Carl Gommann GmbH, Remscheid (KMU)
- Achenbach Buschhütten GmbH & Co. KG (kein KMU)
- LWK PlasmaCeramics GmbH (KMU)

Angaben über gewerbliche Schutzrechte

Es wurden im Rahmen des vorliegenden Projektes keine gewerblichen Schutzrechte erworben. Eine Anmeldung eines gewerblichen Schutzrechtes ist nicht beabsichtigt.

1 Inhalt	
1 Problemstellung und Stand der Technik	8
1.1 Das Zwei-Rollen-Gießwalzverfahren	9
1.2 Verschleißschutzmaßnahmen	10
1.2.1 thermochemische Randschichtmodifikation	10
1.2.2 Antiadhäsiv wirkende Funktionsschichten	11
1.2.3 Fazit aus dem Stand der Technik	12
2 Motivation des Forschungsvorhabens	12
2.1 Zielsetzung des Forschungsvorhabens	12
3 Lösungsweg	14
3.1 Corona-Hinweis	15
3.2 Laufzeitanpassungen durch kostenneutrale Verlängerungen	15
4 Durchgeführte Arbeiten	15
4.1 AP1: Vorbewertung geeigneter Randschichtmodifikationen [IST]	15
Durchgeführte Arbeiten:	15
Erzielte Ergebnisse:	15
4.2 AP2: Physikalische Modellierung des Gießwalzprozesses [LWK]	17
4.2.1 AP2.1 Tropfenbenetzung und AP2.2 μ-Haftscherversuch	17
Durchgeführte Arbeiten:	17
Erzielte Ergebnisse:	18
4.2.2 AP2.3 Warmwalzplattieren und AP2.4 Haftscherversuch	19
Durchgeführte Arbeiten:	19
Erzielte Ergebnisse:	21
4.3 AP3: Evaluierung der Verschleißbeständigkeit und Dauerfestigkeit	24
4.3.1 AP3.1 Verschleißbeständigkeitsprüfungen [IST]	24
Durchgeführte Arbeiten:	25
Erzielte Ergebnisse:	26
4.3.2 AP3.2 Analyse des Ermüdungsverhaltens [LWK]	28

Durchgeführte Arbeiten:	28
Erzielte Ergebnisse:	29
4.4 AP4: Evaluierung von drei ausgewählten Randschichtmodifikationen in labortechnischen Gießwalzversuchen	31
4.4.1 AP4.1 Segmentbehandlung von Testwalzen	
Durchgeführte Arbeiten	31
Erzielte Ergebnisse	31
4.4.2 AP4.2 und AP4.3 Durchführung der Gießwalzversuche [LWK]	32
Durchgeführte Arbeiten	32

Erzielte	Ergebnisse:	.32
4.5	AP5 Behandlung von Industriewalzen	.38
Durchge	eführte Arbeiten	.38
Erzielte	Ergebnisse	.39
6 Do	kumentation, Transfermaßnahmen und Berichtswesen (IST, LWK)	.40
6.1	Verwendung der Zuwendungen, Notwendigkeit und Angemessenheit der geleiste Arbeit	ten .40
6.2	Gegenüberstellung der Ergebnisse mit den vorgegebenen Zielen	.41
6.3	Wissenschaftlich-technischer und wirtschaftlicher Nutzen der Ergebnisse für KMU	.42
6.4	Plan zum Ergebnistransfer in die Wirtschaft und Veröffentlichungen	.43
6.5	Einschätzung zur Realisierbarkeit des vorgeschlagenen und aktualisierten Transferkonzepts	.45
7 Lite	eraturverzeichnis	.46

ABBILDUNGSVERZEICHNIS

ABBILDUNG 1:	PROZESSSCHEMA DES ZWEI-ROLLEN-GIEßWALZENS	8
ABBILDUNG 2:	ANGESTREBTE UMSETZUNG INNERHALB DER FERTIGUNGSKETTE	13
ABBILDUNG 3:	LÖSUNGSWEG IN DER ÜBERSICHT	14
ABBILDUNG 4:	VARIANTEN AN FUNKTIONALEN SCHICHTEN, DIE IM RAHMEN DER ENTWICKLUNG	
UNTERSUCH	T WURDEN: (1) MEHRLAGIGES PACVD-SCHICHTSYSTEME, HIER: TERNÄRE TIBN-SCHICHT M	IIT 8
LAGEN; (2) D	OTIERTE CRXN-SCHICHTEN, HIER: CRVN DES IST IN BRAUNSCHWEIG; (3) DLC-SCHICHTEN,	
HIER: MIT W	OLFRAM DOTIERTE VARIANTE AUF CRN-HAFTVERMITTLERSCHICHT (CRN + A-C:H:W)	16
ABBILDUNG 7:	TROPFENBENETZUNGSANLAGE ZUR DURCHFÜHRUNG DER TROPFENVERSUCHE MIT	
ALUMINIUM	SCHMELZE SOWIE AUSWERTESYSTEM DER FIRMA KRÜSS	17
ABBILDUNG 8:	MESSSYSTEM DER FIRMA KRÜSS (BEISPIELAUFNAHME)	18
ABBILDUNG 9:	KONTURWINKEL DER VERSCHIEDENEN BESCHICHTUNGEN	19
ABBILDUNG 10:	DARSTELLUNG DER TEMPERATURVERLÄUFE IM AUFGESETZTEN ALUMINIUMKÖRPER	19
ABBILDUNG 11:	UNMODIFIZIERTE UND MODIFIZIERTE WALZROUTINE	20
ABBILDUNG 12:	DARSTELLUNG DER BEARBEITUNGSROUTINE, LINKS SUBSTRAT UND ALUMINIUMKÖRPER	,
MITTE WALZ	PLATTIERTER PROBENKÖRPER NACH DEM ERODIEREN, RECHTS ERODIERTE PROBENKÖRPI	ER
IN 5X5MM ²	20	
ABBILDUNG 13:	PRÜFVORRICHTUNG MIT SPANNBACKEN	21
ABBILDUNG 14	MIT CHROMNITRID BESCHICHTETE PROBE IM RASTERELEKTRONENMIKROSKOP,	
SEKUNDÄREL	EKTRONENAUFNAHME	22
ABBILDUNG 15:	GLEICHER BILDAUSSCHNITT WIE IN ABBILDUNG 14, HIER ALS BSE AUFNAHME	22
ABBILDUNG 16:	PACVD TI-B-N- BESCHICHTUNG IM LICHTMIKROSKOP NACH DEM HAFTSCHERVERSUCH	23
ABBILDUNG 17:	BORIERTER STAHLSUBSTRATKÖRPER NACH DEM WARMWALZPLATTIEREN	24
ABBILDUNG 18:	A) PRINZIPIELLE KONTAKTSITUATION BEIM ZRGW UND B) VERSUCH DER MODELLIERUNG	i
DES TRIBOLO	GISCHEN SYSTEMS DURCH DEN STIFT-SCHEIBE-VERSUCH IM TRIBOPRÜFSTAND	25
ABBILDUNG 19:	EINFLUß DER AUSWERTEBEDINGUNGEN IM TRIBOMETERTEST AUF DIE ERGEBNISSE BEI	
PROBEN MIT	GLEICHER BESCHICHTUNG (PACVD-TI-B-N MIT 25 LAGEN) UND ZWEI UNTERSCHIEDLICHEI	N
VERSUCHSPA	ARAMETERSÄTZEN BZGL. EINFLUSS DER DREHZAHL	25
ABBILDUNG 20:	EINFLUSS DER TOPOGRAFIE	27
ABBILDUNG 21:	VORQUALIFIZIERTE MODIFIKATIONEN ZUR APPLIKATION AUF GIEßWALZENMÄNTELN	28
ABBILDUNG 22:	SCHEMATISCHE DARSTELLUNG DER 3 PUNKT-BIEGE-VORRICHTUNG	28
ABBILDUNG 23:	BILD EINER BORIERTEN OBERFLÄCHE NACH DEM DAUERSCHWINGVERSUCH.	29
ABBILDUNG 24:	PROBE EINER PVD BESCHICHTUNG NACH DEM DAUERSCHWINGVERSUCH	30
ABBILDUNG 25:	PROBE NACH WARMWALZPLATTIERVERSUCH UND NACHGELAGERTEM SCHERVERSUCH	30
ABBILDUNG 26: BE	ESCHICHTETER WALZENMANTEL NACH DEM PACVD-PROZESS ZUR AUFBRINGUNG DER	
TERNÄREN T	I-B-N-SCHICHT MIT 25 LAGEN	31
ABBILDUNG 27:	OBERFLÄCHE DER BORIERTEN WALZE NACH EINEM WALZVERSUCH, EINDEUTIG ERKENNE	3AR
SIND NADELI	GE ALUMINIUMANHAFTUNGEN UND EINE VERÄNDERUNG DER OBERFLÄCHE	33
ABBILDUNG 28:	BAND DAS AUF DER DLC MODIFIZIERTEN WALZE HERGESTELLT WURDE, EINDEUTIG ZU	
ERKENNEN S	IND TEILE DER MODIFIKATION VON DER WALZE AUF DIE BANDOBERFLÄCHE ABGETRAGEN	l I
WORDEN.	34	
ABBILDUNG 29:	BILD DER DLC BESCHICHTETEN WALZE NACH ABSCHLUSS DER WALZVERSUCHE, EINDEUTI	G
ERKENNBAR	IST DIE ZERSTÖRUNG DER HIER IN TEILEN NOCH ALS DUNKEL ERKENNBAREN	
OBERFLÄCHE	NMODIFIKATION.	34
ABBILDUNG 30:	BORIERTE WALZENOBERFLÄCHE MIT MESSMITTEL ZUR	
OBERFÄCHEN	NRAUHIGKEITSBESTIMMUNG	35
ABBILDUNG 31:	ANHAFTUNG EINES ALUMINIUMKÖRPERS AUF DER BORIERTEN WALZENOBERFLÄCHE	36
ABBILDUNG 32:	GELÖSTE ANHAFTUNG ALS SE AUFNAHME	36
ABBILDUNG 33:	EDX MESSUNG AN GELÖSTEM PROBENKÖRPER	37
ABBILDUNG 34:	VERTEILUNG DER ELEMENTE AN EDS SPOT 4	37
ABBILDUNG 35:	REFERENZWALZE MIT ERKENNBAREN ALUMINIUMANHAFTUNGEN	38

Tabellenverzeichnis

TABELLE 1:	PRÜFSCHEMA FÜR DIE GIEßWALZVERSUCHE	.32
TABELLE 2:	DURCHGEFÜHRTE MAßNAHMEN ZUM WISSENSTRANSFER	.43
TABELLE 3:	GEPLANTE MAßNAHMEN ZUM WISSENSTRANSFER	.44
TABELLE 4:	GEPLANTE SPEZIFISCHE TRANSFERMAßNAHMEN NACH ABSCHLUSS DES VORHABENS	.44

1 Problemstellung und Stand der Technik

Das Zwei-Rollen-Gießwalzen (ZRGW) zeichnet sich im Vergleich zu konventionel-len Produktionsverfahren der Blechherstellung, die auf dem Brammengießen und anschließendem Warmwalzen in mehreren Stichen beruhen, durch eine hohe Energieeffizienz und Ressourcenschonung aus. So ermöglicht das ZRGW bei-spielsweise bei der Produktion von dünnen Aluminiumbändern eine Energieer-sparnis von mehr als 25 % [Har18]. Außer dem Gießwalzen von Bändern unterschiedlicher Aluminiumlegierungen können mit diesem Verfahren auch Bänder aus Stahl oder Magnesiumlegierungen mit Dicken von 1,6 mm bis 7,0 mm direkt aus der Schmelze erzeugt werden. Zur Banderzeugung wird im ZRGW die Schmelze zwischen zwei innen wassergekühlten, gegenläufig rotierenden Walzen gegossen (s. Abbildung 1). Dadurch erfolgt eine rasche heterogene Erstarrung von zwei dünnen Metallschalen auf den jeweiligen Walzenoberflächen. Diese wachsen und werden dann durch die im Walzenkontakt erzeugten Normalspannungen in einem Umformungsvorgang zusammengefügt. Die Normalspannungen sind für die Bandformung beim ZRGW zwar essentiell, führen allerdings zu adhäsiven Anhaftungen von gerade erstarrtem Aluminium an den Walzenoberflächen [Yun00, Any04]. Dies beeinträchtigt die Qualität der Bänder erheblich. Eine verbreitete Gegenmaßnahme ist das kontinuierliche Aufbringen einer Trennschicht aus einer wässrigen Suspension feindispersen synthetischen Graphits auf die Oberflächen beider Walzen [Yun00, Vuk10, Bar14]. Die Walzentemperatur muss dabei jederzeit oberhalb der Siedetemperatur des Wassers liegen, damit die Flüssigkeit nicht in Kontakt mit der Aluminiumschmelze kommt. Der feindisperse Graphit mit einer Körnung von 1,4 µm bis 10 µm wird mit dem erstarrten Bandmaterial abtransportiert, an die Umgebung abgegeben oder verbleibt auf den Walzenoberflächen [Men01]. Ob das Einatmen der Graphitpartikel gesundheitliche Auswirkungen hat, wurde bislang noch nicht untersucht. Allerdings verschlechtern die Graphitreste auf den Bandoberflächen die Qualität des Produktes und sollten daher aus technologischer Sicht minimiert werden [Men01, Kel07]. Zudem haben das Aufbringen der Graphitsuspension und die zusätzlichen Operationen zur Bandreinigung einen negativen Einfluss auf die Wirtschaftlichkeit des energieeffizienten Verfahrens.



Abbildung 1: Prozessschema des Zwei-Rollen-Gießwalzens

Die Intensität der Aluminiumadhäsion auf den Walzen steigt mit einer Reduzierung der Dicke der gießgewalzten Bänder, was eine Erhöhung der applizierten Trennmittelmenge erfordert. Dadurch werden zusätzliche Kosten generiert, welche die Anwendung des ZRGW für die Erzeugung von Aluminiumbändern mit Dicken unterhalb von ca. 6 mm unattraktiv machen [Yun00]. Graphitüberreste auf den Oberflächen dünner Bänder führen zur Korrosion des Aluminiums und schränken außerdem den Anwendungsbereich dieser gießgewalzten Produkte ein. So sind sie als Verpackung von flüssigen Lebensmitteln oder Kosmetikprodukten bisher ausgeschlossen. Eine Lösung für dieses Problem könnte ein weiteres Marktsegment für den Einsatz der dünnen Aluminiumbänder mit einem Konsum von ca. 40.000 Tonnen pro Jahr öffnen [GDA17]. Bei anderen Verarbeitungsprozessen des Ur- oder Umformens von Aluminiumlegierungen wie dem Druckguss oder Strangpressen bilden sich ebenfalls Anhaftungen auf den Oberflächen der Werkzeuge. Als Gegenmaßname werden diese nitriert und/oder mit geeigneten Schichtsystemen versehen. Dadurch können sowohl die adhäsive Interaktion zwischen Werkzeug und Aluminium als auch der abrasiv bedingte Werkzeugverschleiß deutlich verringert werden [Bjö01, Bir13]. Aus der Sicht der Wirtschaftlichkeit, der Energieeffizienz und der Umweltschonung wäre eine Übertragung dieser positiven Ansätze auf das ZRGW-Verfahren sehr lukrativ.

1.1 Das Zwei-Rollen-Gießwalzverfahren

Das ZRGW als Produktionsverfahren ist bereits zur Erzeugung dünner Bänder aus Stahl-, Aluminium- und Magnesiumlegierungen direkt aus der Schmelze etabliert [Sos08, Bar14, Neh15]. Es wurde entwickelt, um dünne Bleche energiesparend, ressourcen- und umweltschonend herzustellen. Weil hier im Gegensatz zu konventionellen Prozessketten die Zwischenerwärmung und das mehrstufige Warmwalzen wegfallen, wird eine Energieersparnis von 25 % bis 90 % [Har18, Ge13] erreicht. Zu den Nachteilen des ZRGWs bei industrieller Verarbeitung von Aluminiumlegierungen gehören:

- Niedrige Gießgeschwindigkeiten (1 bis 3 m/min), limitiert durch die Entstehung oberflächennaher Seigerungen [For06] und eine begrenzte Wärmeabfuhr über das Werkzeug während der kurzen Interaktionsdauer [Sch16]
- nur die Verarbeitung von nur niedriglegierten Aluminiumlegierungen der 1xxx, 3xxx, 5xxx, und 8xxx Gruppen ist möglich [Sch16, Geo13]
- lediglich eine mittlere Oberflächenqualität erreichbar [Sch16, Any04].

Die Qualität der Bänder und die Produktivität des Verfahrens hängen von Wechselwirkungen im Walzen-Werkstoff-System ab. Am häufigsten werden die Walzenmäntel der ZRGW-Anlagen aus nichtbeschichteten Warmarbeitsstählen gefertigt [Vuk10, Gry10, Cor97]. Die Wärme der überhitzten Aluminiumschmelze wird durch das innenwassergekühlte Werkzeug ins Kühlmedium abtransportiert, was entsprechend den Simulationsergebnissen des ZRGW-Prozesses eine lokale Erwärmung der Walzenoberfläche von ca. 60 °C bis 375 °C verursacht [Sax02a, Gry17a]. In der Umformzone (s. Abbildung 1) werden zwei Metallschalen durch die im Walzenkontakt erzeugten Normalspannungen zu einem Band gefügt. Nach Mortensen et al. [Mor15] erreichen die Druckspannungen ihr Maximum in der Nähe der Fließscheide. Die Höhe der Normalspannungen ist u.a. von der Gießgeschwindigkeit abhängig. Laut Simulationsergebnissen von Saxena und Sahai können diese in oberflächennahen Bereichen der Walzen -359 MPa betragen [Sax02b]. Nachdem das Band aus dem engsten Walzspalt

austritt, nehmen die Druckspannungen rapide ab. Nach einigen Lastzyklen kann dies Ermüdungserscheinungen in der Form kleiner Risse auf der Walzenoberfläche verursachen [Sax02b, Dün13]. Außerdem führt die Kombination von hohen Temperaturen und Druckspannungen zur Entwicklung sukzessiver Anhaftungen des stark adhäsiven Aluminiums auf den Oberflächen der Walzen [Gry17b, Yun00, Any04]. Eine Maßnahme zur Reduzierung der Adhäsion ist das Aufbringen einer kontinuierlichen Trennschicht, meist in Form einer wässrigen Suspension feindispersen Graphits [Men01, Vuk10, Kum11]. Allerdings verursacht die Nutzung von Graphit nachträgliche Kosten für die Reinigung der gießgewalzten Bleche und eine verringerte Wärmeabfuhr der Schmelze [Men01, Any04, Kel07]. Diese hat eine geringere Prozessgeschwindigkeit zur Folge [Any04, Sax02a]. Die Graphitreste auf der Oberfläche gegossener Bänder sind ein Grund für die Entstehung von Nadelstichporen (s.g. Pinholes) in Aluminiumfolien [Kel07]. Um die Erstarrungsbedingungen positiv zu beeinflussen die Prozessgeschwindigkeit zu erhöhen, kann eine Mikroprofilierung und der Walzenoberflächen eingesetzt werden. Diese ermöglicht eine Oberflächenvergrößerung und bessere Stabilität des Kontaktes der metallischen Schale mit der Walze [Bad05, Lau08]. Die Mikroprofilierung kann ihr volles Potential aber nur dann ausschöpfen, wenn diese im Gießwalzprozess anhaftungsfrei und in ihrer Struktur erhalten bleibt [Gry17b]. Wie eigene Vorversuche zeigten, werden diese Bedingungen beim ZRGW von Bändern aus technisch reinem Aluminium nicht erfüllt [Gry17b]. Als weitere Maßnahme können die Anhaftungen des Aluminiums im industriellen Betrieb mechanisch entfernt werden. Dies verursacht jedoch einen nicht unerheblichen Verschleiß auf den Walzenmänteln und, daraus resultierend, eisenhaltige Einschlüsse im Bandmaterial (s.g. Roll Chips) [Kel07, Kaw18].

1.2 Verschleißschutzmaßnahmen

1.2.1 thermochemische Randschichtmodifikation

Um die Materialeigenschaften oberflächennaher Werkzeugbereiche thermochemisch so zu verändern, dass eine entsprechende Beanspruchbarkeit oder Stützwirkung für zusätzlich applizierte Funktionsschichten (<u>Duplexverfahren</u>, [KLI03]) bereitgestellt werden, werden <u>Diffusionsbehandlungen</u> mit Stickstoff (Nitrieren) [LIE10, Huc06, Mac11], Stickstoff und Kohlenstoff (Nitrocarburieren) [Mac11] oder anderen Elementen wie Bor (Borieren) [Cam13, Rod99] durchgeführt. In verschiedenen Bereichen der Produktion von Aluminiumbauteilen ist der Einsatz von thermochemischen Randschichtbehandlungen zur Härtesteigerung oder Änderung chemisch-physikalischer Eigenschaften der Werkzeugoberflächen bereits Stand der Technik. Dies betrifft beispielsweise den Bereich des Aluminiumstrangpressens [Mue01], Aluminiumdruckgießens [Ada15] oder die Umformung von Aluminium [Beh16, Gro15].

Diffusionsbehandlungen, die mit Plasmaunterstützung durchgeführt werden, erzeugen mittels Dissoziation und Anregung der gasförmigen Ausgangsstoffe in einer Glimmentladung den zur Diffusion notwendigen atomaren Stickstoff, Kohlenstoff oder das Bor. Diese Elemente gelangten so in die Randzone des Materials, wo teilweise Verbindungsschichten aus Eisennitriden erzeugt werden und/oder diffundieren weiter in Richtung des Materialkerns. Dabei werden im Wesentlichen Ausscheidungen mit den entsprechenden Elementen (Boride, Nitride, Carbide, Carbonitride etc.) gebildet, welche zu einer Härtezunahme führen, die aufgrund des sinkenden Diffusionsprofils in der Tiefe abnimmt [Kri13, Pas10]. Plasmagestützte Verfahren können in ihren relevanten Parametern (Behandlungsgasatmosphäre, Dauer und Temperatur der Behandlung, Plasmaparameter) sehr genau und reproduzierbar eingestellt werden, um die Struktur und Phasenzusammensetzung der Randschichten zu definieren [Kri13]. Relativ neu sind Verfahren, die <u>Bor</u> als Medium zur Diffusion verwenden [Cam13, Yan13] und bei Warmarbeitsstählen appliziert werden. Die erzeugbaren Randschichten weisen exzellente technologische Eigenschaften auf, wie beispielsweise hohe Härten von über 20 GPa und sehr gute abrasive Verschleißbeständigkeit der erzeugten harten Boride (FeB- bzw. Fe₂B) [Yan13, Ven95]. Aufgrund der Wachstumsbedingungen wird eine extrem gute Verbindung mit dem Grundmaterial erzeugt [Ven95]. Neuere Arbeiten zeigten gegenüber Aluminium sehr niedrige Reibwerte und verringerte Anhaftungen.

1.2.2 Antiadhäsiv wirkende Funktionsschichten

Zur Reduzierung der Klebneigung stark adhäsiver Bauteilwerkstoffe wie z. B. austenitischem Werkzeugoberflächen Edelstahl oder Aluminium an haben sich verschiedene Dabei handelt es sich u. a. um diamantähnliche Funktionsschichten etabliert. Kohlenstoffschichten (DLC-Schichten) [Web06], Borschichtsysteme [Ber02] oder dotierte Chromnitrid-Schichten [Uch04], die mit unterschiedlichen Plasmabeschichtungstechnologien (PACVD, PVD: reaktives Magnetronsputtern) aufgebracht werden. Bekannte Anwendungsvorteile finden sich bei der Verarbeitung von Aluminium bei erhöhten Temperaturen [Neu12] wie z. B. beim Strangpressen [Lug98] oder dem Leichtmetall-Druckguss [Lin06].

Sehr die Beanspruchungskollektive adaptierbar sind diamantähnlichen gut an Kohlenstoffschichten [Rob02]. Diese können mit hohen Schichthärten bei sehr guter abrasiver und adhäsiver Verschleißfestigkeit synthetisiert werden [Wan06, Rob03]. Der spezielle strukturelle Aufbau der amorphen Kohlenstoffschichten besteht aus einer hochvernetzten Kohlenstoffmatrix, die eine Mischung aus ringförmigen, planaren Bindungen (sp2-Hybridisierung) und hohen dreidimensionalen Bindungsanteilen (sp³-Bindungen) aufweist [Vev08]. Der Kohlenstoff liegt kovalent gebunden vor, wodurch seine geringe Bindungsneigung mit den meist metallischen Partnern (metallischer Verbindungscharakter) zu erklären ist [Liu02]. Charakterisieren lässt sich dies durch sehr niedrige Reibwerte gegenüber metallischen Reibpartnern (z. B. trocken gegen Stahl typischerweise $\mu < 0.2$) sowie geringe Oberflächenenergiewerte [Rob03]. Ein weiterer Vorteil dieser Schichtklasse ist die Modifizierbarkeit mit weiteren metallischen und nichtmetallischen Elementen zu so bezeichneten a-C:H:X-Schichten (mit X für Metalle W, Ti, V oder Nichtmetalle Si, SiO etc.) [DIN17]. Dadurch lässt sich ein breites Spektrum an technologischen Eigenschaften einstellen. Die thermische Beanspruchbarkeit [Vev08] kann durch Dotierung mit Silizium oder Wolfram über die typische Graphitisierungstemperatur von 350 °C angehoben werden und die Benetzbarkeit kann gezielt durch SiO oder Fluor eingestellt werden [Web06].

Nanostrukturierte mehrlagige Borschichtsysteme werden im PACVD-Prozess durch Umsetzung gasförmig vorliegender Ausgangsstoffe (TiCl₄, BCl₃, SiCl₄, (CH3)₄Si) und N₂) erzeugt [Les09, Son02, Sto04]. Die Zusammensetzung dieser nanoskaligen Phasengemische u. a. aus TiB₂, TiN, BN, Si₃N₄ [Kar06, Sht10] und damit die mechanisch-tribologischen Eigenschaften können durch die Prozessführung definiert werden [Lub12]. Auch das Schichtdesign kann in weiten Bereichen variiert werden [Pas11]. Neben den hohen Härten von mehr als 40 GPa [Kar06] weisen diese Schichten durch die enthaltenen harten TiB₂-Phasen exzellente Verschleißeigenschaften auf [Lof13]. Weiterhin sind (Titan-)Boride chemisch sehr stabil und inert gegen Aluminium und werden daher auch im Aluminiumdruckgußbereich als harte Trennschichten gegen die Aluminiumerosion der Formen und Kerne eingesetzt [Ada15].

Zur Reduzierung der Metalldiffusion werden speziell bei Aluminiumwerkstoffen [Wan97] <u>dotierte CrN-Systeme</u> eingesetzt, auch wegen ihrer positiven Eigenschaften bezüglich der

Adhäsionsreduzierung [Gul01, Klo12]. Sowohl CrN als auch TiN zeigen bei der Verarbeitung von flüssigem Aluminium eine deutliche Trennwirkung [Uch04, Neh12]. Des Weiteren lässt sich die Zeitstandfestigkeit durch den Einsatz dotierter CrN-Systeme erhöhen [Nav97].

1.2.3 Fazit aus dem Stand der Technik

Adhäsion tritt bei der Verarbeitung von flüssigem Aluminium häufia als Hauptverschleißursache und als Auslöser für Produktionsprozessstörungen auf. Trennmittel auf der Basis von Wasser-Graphit-Gemischen können Klebungen unter bestimmten Umständen reduzieren, haben aber durch die notwendige Nachbehandlung der Produkte ebenfalls Nachteile. Als Lösung wird daher im Vorhaben auf gleichzeitig verschleißschützende und adhäsionsmindernde Funktionsschichten gesetzt. Diese verbrauchen sich im Betrieb nicht (wesentlich) und können eine zusätzliche Mikroprofilierung der Oberflächen über einen längeren Betriebszeitraum konservieren.

Nach dem Stand der Technik kann der Einsatz antiadhäsiver, verschleiß- und korrosionsschützender Funktionsbeschichtungen auf der Basis neuartiger dotierter chromhaltiger Schichten (CrVN, CrTiN), borhaltiger Schichten (Ti-B-N-Si-C) und modifizierter DLC-Schichten (a-C:H:X) als zielführend erachtet werden. Weiterhin werden die Potentiale von thermochemischen Randschichtbehandlungen durch Plasmanitrierung/-nitrocarburieren sowie der vielversprechende Einsatz neuer Borierverfahren für Werkzeugstähle untersucht. Alle Modifikationen erscheinen geeignet, um die eingestellten Oberflächentopografien (zur Mikroprofilierung) gegen den Abtrag durch abrasiven / korrosiven Verschleiß bzw. das Zusetzen durch adhäsiven Auftrag zu konservieren.

2 Motivation des Forschungsvorhabens

Ziel dieses Vorhabens ist die weitgehende Substitution der bisher üblichen Aufbringung graphitbasierter flüchtiger Medien durch harte und antiadhäsive Oberflächen der Walzen, um eine effektive Verschleißminderung und Unterdrückung der Materialaufträge zu ermöglichen. Die resultierende erhöhte Standzeit der Werkzeuge fördert die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens, der Wegfall der Trennmittel steigert die Umweltfreundlichkeit, schützt Aluminium vor Korrosion und ermöglicht zudem die Erschließung bislang nicht erreichbarer Märkte wie der Lebensmittelverpackung und Kosmetikindustrie. Eine bessere Verschleißbeständigkeit der Walzen und das Entfallen der Trennschichtaufbringung werden für ein steigendes Interesse an modifizierten Werkzeugoberflächen von Seiten der Aluminiumblechproduzenten sorgen. Hiervon werden Werkzeugstahlhersteller (zum großen Teil KMU) und die auf den Gebieten der Wärmebehandlung und der Oberflächentechnik aktiven Unternehmen (zum großen Teil KMU) profitieren. Da die Anzahl der weltweit eingesetzten ZRGW-Anlagen in der Aluminiumbranche bei ca. 570 Maschinen liegt [Geo13], ist eine mögliche Expansion deutscher Unternehmen auf den internationalen Markt der ZRGW-Werkzeuge positiv zu Durch die Kombination mit speziell eingestellten Topografien werden werten. Werkzeughersteller (KMU) auch die Effizienz der Mikroprofilierung von Walzenoberflächen weiter steigern können. Langfristig wird für die Bandproduzenten (eher GU) eine Steigerung der Produktivität und eine Verbesserung der Blechqualität erreichbar.

2.1 Zielsetzung des Forschungsvorhabens

Durch eine geeignete thermochemische Modifikation der Walzenoberfläche sowie die Applikation antiadhäsiv wirksamer Funktionsschichten lässt sich die Klebneigung des adhäsiven Aluminiums auf den Walzenoberflächen stark reduzieren und gleichzeitig ein Schutz gegen abrasiven und korrosiven Verschleiß erzeugen. Damit technologisch nutzbare Konzepte entstehen, müssen die im ZRGW auftreten-den Adhäsionsmechanismen wirksam unterdrückt werden, eine Oberflächenstrukturierung in Form einer Mikroprofilierung über einen ausreichenden Betriebszeitraum konserviert werden und die entwickelte Modifikation dauerhaft unter dem gegebenen Beanspruchungskollektiv einsetzbar sein. Die Einsatztauglichkeit lässt sich über die verwendete Modellumgebung und Versuchswalzanlage evaluieren und final bei einem Projektpartner unter Produktionsbedingungen nachweisen.



³⁴: Hydro-Aluminium als assoziierter Partner (GU)

Abbildung 2: Angestrebte Umsetzung innerhalb der Fertigungskette

3 Lösungsweg

Um die genannten produktionstechnischen und wirtschaftlichen Ziele zu erreichen, werden im Rahmen der gemeinsamen Forschungsarbeiten am IST und LWK unterschiedliche Randschichtmodifikationen des Walzenwerkstoffes vorgenommen. Diese werden dann anhand ihrer Verschleißbeständigkeit, Dauerfestigkeit und Adhäsionsneigung zu flüssigem und festem Aluminium unter gleichzeitiger Einwirkung von hohen Temperaturen und Druckspannungen evaluiert. Nachfolgend werden die zwei besten Randschichtmodifikationen an der labortechnischen Gießwalzanlage des LWK unter den realen Bedingungen des Gießwalzens ohne die Anwendung eines Antiadhäsionsmittels getestet. Abschließend wird die industrielle Einsatzfähigkeit der Randschichtmodifikation, welche in allen Versuchen die geringste Neigung zur adhäsiven Anhaftung bei gleichzeitig guter Kombination der Dauerfestigkeit und Verschleißbeständigkeit aufwies, in einem Full-Scale-Experiment an einer industriellen Gießwalzanlage der Fa. Hydro Aluminium (Heute speira GmbH) überprüft. Im Nachfolgenden sind die einzelnen Arbeitspakete des beschriebenen Lösungswegs detailliert dargestellt.

Vorbewertung geeigneter Randschichtmodifikationen (IST)
Vorbewertung der qualifizierten Oberflächen- und Randschichtmodifikationen (LWK)
Evaluierung von Verschleißbeständigkeit und Ermüdungsverhalten (IST+LWK)
Evaluierung im Gießwalzprozess (IST+LWK)
Evaluierung der besten Randschichtmodifikation im industriellen Gießversuch (IST+LWK+Hanomag Lohnhärterei Unternehmensgruppe+Hydro Aluminium Rolled Products+?)

Abbildung 3: Lösungsweg in der Übersicht

Die von den einzelnen Forschungseinrichtungen umgesetzten Aufgaben und generierten Ergebnisse, sind in den folgenden Kapiteln ausführlich mit den Ergebnissen beschrieben.

Ziel des Projektes sollen geeignete Modifikationen der Walzenoberfläche sein, die beim ZRGW von Aluminiumbändern eine Minimierung der Anhaftungen ohne notwendige Aufbringung zusätzlicher Trennschichten ermöglichen. Außerdem soll die Beständigkeit der Walzenoberflächen im Wesentlichen gegen adhäsiven Verschleiß erhöht werden.

In der ersten Arbeitsphase wurden am IST in AP1 unterschiedliche Ansätze mit Randschichtmodifikationen und/oder zusätzlichen Hartstoffbeschichtungen auf einfachen Proben aus dem relevanten Werkzeugstahl 1.2367 appliziert, charakterisiert und vorbewertet. Im nachfolgenden AP2 übernahm das LWK danach in AP2 die physikalische Modellierung der Interaktion zwischen technisch reinem Aluminium und modifizierten flachen Probekörpern im Gießwalzprozess. Das anschließende AP3 evaluierte die Verschleißbeständigkeit und Dauerfestigkeit der Proben und ermöglicht eine Qualifizierung der entwickelten Behandlungen für die folgenden labortechnischen Gießwalzversuche (AP4) bzw. industriellen Produktionseinsätze (AP5).

3.1 Corona-Hinweis

Im betrachteten Berichtszeitraum 2020 und 2021 entstanden wieder deutliche Ausfallzeiten aufgrund der Maßnahmen gegen die Verbreitung des Coronavirus. Am IST, sowohl am DOC als auch am IST-Hauptsitz in Braunschweig, und am LWK der Uni Paderborn waren lediglich eingeschränkte Betriebe in der Zeit nach dem Jahreswechsel 2021 möglich (2. Lockdown ab November 2020 bis Mai 2021), bei dem die studentischen Mitarbeiter abwechselnd nur tageweise in den Laboren eingesetzt wurden und wissenschaftlichen Mitarbeiter überwiegend im Home-Office arbeiteten. Zu beachten ist bei dem machbaren Arbeitsvolumen, dass auch der Projektstau in anderen Projekten bearbeitet werden musste.

3.2 Laufzeitanpassungen durch kostenneutrale Verlängerungen

Durch die Corona-bedingten Arbeitsverzögerungen (Arbeitszeitausfälle und Lieferprobleme zur Behebung technischer Defekte bei der Beschichtungsanlage des IST bzw. der Gießwalzanlage des LWK) ergab sich die Notwendigkeit, die Laufzeit des Vorhabens zu verlängern. Dazu wurden folgende Anträge auf kostenneutrale Verlängerung (KNV) gestellt:

- Antrag vom 24.02.2021: 01.06.2019 bis 31.11.2021
- Antrag vom 06.08.2021: 01.06.2019 bis 28.2.2022
- Antrag vom 23.11.2021: 01.06.2019 bis 31.05.2022
- Antrag vom 12.04.2022: 01.06.2022 bis 30.11.2022

4 Durchgeführte Arbeiten

4.1 AP1: Vorbewertung geeigneter Randschichtmodifikationen [IST]

Durchgeführte Arbeiten:

Folgende Ansätze zur Oberflächenmodifikation kamen im Projekt zur Untersuchung

Schichten zur Verringerung der Adhäsion und des korrosiven Angriffes

- (1) borhaltige Schichten (Ti-B-N-Si-C)
- (2) dotierte chromhaltige Schichten (CrVN, CrTiN)
- (3) modifizierte DLC-Schichten (a-C:H:X)

Weitere Modifikationen

(4) Strukturierung der Oberfläche zur Verbesserung der Kontaktbedingungen

Thermochemische Randschichtbehandlungen

- (5) Schwache Plasmanitrierung zur verbesserten Schichtanbindung und Konservierung der Strukturierung
- (6) Neuartige Diffusionsbehandlungsansätze: Plasmaborieren

Erzielte Ergebnisse:

Im Rahmen der Prozessentwicklung und -anpassung kamen Referenzproben aus dem relevanten Warmarbeitsstahl in die Charge und wurden anschliessend ggf. präpariert und die

Oberflächen charakterisiert. Das Probenmaterial aus 1.2367 lag als Flachmaterial aus dem relevanten Stahl 1.2367 ab November 2019 vor.

Ansätze zur Randschichtmodifikation durch eine Diffusionsbehandlung (Nitrieren-, Nitrocarburieren / Borieren) wurden am IST in Dortmund aufgebracht und charakterisiert. Ansätze realisiert durch Funktionsbeschichtungen auf Basis von PACVD- / PVD-Prozessen (s.u.) wurden sowohl am Standort des IST in Dortmund (PACVD) als auch in Braunschweig (Magnetronsputtern) auf Probenmustern appliziert.



Abbildung 4: Varianten an funktionalen Schichten, die im Rahmen der Entwicklung untersucht wurden: (1) Mehrlagiges PACVD-Schichtsysteme, hier: ternäre TiBN-Schicht mit 8 Lagen; (2) dotierte CrXN-Schichten, hier: CrVN des IST in Braunschweig; (3) DLC-Schichten, hier: mit Wolfram dotierte Variante auf CrN-Haftvermittlerschicht (CrN + a-C:H:W)

Weiterhin standen kommerzielle Varianten von PVD-CrN zur Verfügung, die vom Partner Schotten Oberflächenservice, Remscheid, sowie zwei Varianten an modifizierten DLC-Schichtsystemen, die im Weiteren durch den Partner PlascoTec GmbH, Wuppertal, bereitgestellt wurden. Das sehr innovative Gasborieren befindet sich in Prozessentwicklung und kann auf größeren Bauteilen, wie sie später im Rahmen des Projektes benötigt wurden, nicht ohne weiteres dargestellt werden. Vergleichbare Ergebnisse sind mit dem klassischen Borieren über das Pastenverfharen möglich, so dass der später zum Projekt akquirierte Partner LWK Plasmaceramics mit integriert wurde (vgl. AP4).

Zur Topografie-Einstellung wurden Oberflächen mittels Glasperlstrahlen bearbeitet (5 bar, 250 µm Korngröße) und mit polierten Oberflächen der Referenzproben verglichen.

Im Projektrahmen damit möglich, erfolgreich Behandlungswar es und Beschichtungsprozesse zu entwickeln, die optimierte Oberflächenund Randschichtmodifikationen zur Verfügung stellen. Zur Bewertung und Auswahl wurden die wesentlichen Eigenschaften der Oberflächen bestimmt bezüglich ihrer Härte und Härtetiefenverteilung durch Mikrohärteprüfung an Querschliffen. Beurteilung des Gefügezustandes mittels Metallografie an Querschliffen sowie Ermittlung von Schichtdicken im Kalottenschliff und Haftung durch den Rockwell und Scratch-Test.

Alle qualifizierten Prozesse wurden weiterhin auch auf Proben für die nachfolgenden Untersuchungen in AP2 ,Physikalische Modellierung des Gießwalzprozesses' und AP3 ,Evaluierung der Verschleißbeständigkeit und Dauerfestigkeit' appliziert.

4.2 AP2: Physikalische Modellierung des Gießwalzprozesses [LWK]

4.2.1 AP2.1 Tropfenbenetzung und AP2.2 μ-Haftscherversuch

Durchgeführte Arbeiten:

Nach Erstellung einer Tropfenbenetzungsanlage konnten alle Tropfenversuche durchgeführt werden. Eine Erstellung sowohl bei Raumtemperatur als auch bei leicht erhöhter Temperatur von 60° C konnten auswertbare Ergebnisse erzeugen. Eine Auswertung mittles µ-Haftscherversuch war auf Grund von nicht erreichter Haftung während der Tropfenbenetzung nicht möglich. Dementsprechend wurden die Kontaktwinkel der erzeugten Tropfen zur Charakterisierung der unterschiedlichen Beschichtungen herangezogen.

Abbildung 5 stellt den Ablauf der Herstellung der Proben dar. Im linken Bild ist die induktiv beheizte Keramikdüse und ein Substrat mit erstarrten Tropfen erkennbar. Rechts ist das Messsystem der Firma Krüss abgebildet.



Abbildung 5: Tropfenbenetzungsanlage zur Durchführung der Tropfenversuche mit Aluminiumschmelze sowie Auswertesystem der Firma Krüss

Abbildung 6 zeigt ein Beispielbild eines Probenkörpers aus der Serie CH2275, das Messsystem erstellt automatisch 60 Bilder von jeder Probe und berechnet dann sowohl Standardabweichung als auch Mittelwert unter Nutzung der gültigen Normen zur Bestimmung von Kontaktwinkeln.

Das Warmwalzplattieren und die Haftzugversuche konnten durchgeführt werden.



Abbildung 6: Messsystem der Firma Krüss (Beispielaufnahme)

Erzielte Ergebnisse:

Auf Grund der vorliegenden Ergebnisse war eine Bewertung der Haftcharakteristik mangels Haftung zwischen Substrat und Aluminiumtropfen nicht möglich. Alternativ wurde der Benetzungswinkel der so erzeugten Tropfen vermessen, sodass eine Charakterisierung hierüber möglich wurde. Zudem konnte als zusätzliche Referenz ein Teil einer Walze aus dem derzeitigen Standardprozess, Auftragen von Trennmitteln auf Graphitbasis, in die Untersuchung einbezogen werden. Der Vergleich zeigte, dass mit Trennmitteln verunreinigte Walzenkörper einen kleineren Benetzungswinkel aufwiesen als die von uns modifizierten Substrate, die Trennmittel führen zu einer schlechteren Wärmeabfuhr in den Walzenkörper. Hierdurch wird die Solidustemperatur des Aluminiums später erreicht, was zu einer größeren Spreitung und damit zu einem größeren Kontaktwinkel führt.

Abbildung 7 zeigt die Konturwinkel aller untersuchen Proben in einem Diagramm.

Zudem zeigten sich ähnlich große Benetzungswinkel zwischen unmodifizierten und modifizierten Stahlsubstraten. Jedoch ließ die große Standardabweichung der Proben keine dedizierte Erkenntnis über die Nutzbarkeit dieser hergestellten Modifikationen zu, da keine Stringenz zwischen stark und gar nicht haftenden Probenkörpern in Abhängig des Kontaktwinkels der Tropfenbenetzung erkennbar war.

Die Ergebnisse des Warmwalzplattierens und der Haftzugversuche zeigten deutlich variierende Ergebnisse, sodass eine Auswahl von 3 qualifizierten Proben aus der Gesamtheit der in AP2 erzeugten Ergebnisse nicht grundlegend möglich war. Hierzu wurden dann weitere Ergebnisse aus AP3 hinzugezogen.



Abbildung 7: Konturwinkel der verschiedenen Beschichtungen

4.2.2 AP2.3 Warmwalzplattieren und AP2.4 Haftscherversuch

Durchgeführte Arbeiten:

Die vom IST in Dortmund zur Verfügung gestellten Probenkörper wurden am Lehrstuhl für Werkstoffkunde in Paderborn verarbeitet. Bereits in Vorversuchen wurde festgestellt, dass auf Grund der Charakteristik der vorhandenen Walzplattieranlage eine abweichende Bearbeitungsroutine genutzt werden muss. Abbildung 8 stellt auf der linken Seite den Temperaturverlauf im aufzuwalzenden Aluminiumplättchen während des regulären Warmwalzplattierens dar.



Abbildung 8: Darstellung der Temperaturverläufe im aufgesetzten Aluminiumkörper

Die Temperatur an Punkt 3 ist deutlich niedriger als diese für den Gießwalzprozess in Simulationen modelliert wurde. Diese ist darauf zurückzuführen, dass die Walzen der Plattieranlage auf Raumtemperatur verbleiben, während demgegenüber die Wärmekapazität des Aluminiumplättchens so gering ist, dass die Temperatur sehr stark abfällt. Um diesem Effekt entgegen zu wirken wurde eine weitere Stahlplatte in das zu plattierende System eingefügt. Die Änderung ist in Abbildung 9 erkennbar. Die zusätzlich eingebrachte Stahlplatte, die hier zur Verhinderung von Haftung mit einer Bornitridschlichte versehen ist wird zwischen Walze und Aluminiumplättchen eingebracht und dämpft somit den Einfluss der Stahlwalze gegenüber dem Aluminiumplättchen ab. Hierdurch ergibt sich dann der in Abbildung 8 auf der rechten Seite zu sehende Temperaturverlauf im Aluminiumplättchen. Diese Temperaturen entsprechen denen die im Gießwalzprozess simuliert wurden.



Abbildung 9: Unmodifizierte und modifizierte Walzroutine

Die so hergestellten Probenkörper wurden dann auf einer Erodieranlage zuerst in 5x5mm² und später in 8x8mm² große Blöcke getrennt, die Änderung von 5x5mm² zu 8x8mm² ergab sich durch die bessere Handhabbarkeit der Probenkörper für die nachfolgende Prüfung. Eine andere Bearbeitungsmöglichkeit als das sehr kosten- und zeitintensive erodieren konnte nicht gewählt werden, da es für die weiteren Untersuchen essentiell war, die Probenkörper möglichst ohne weiteren Krafteinfluss aus dem Gesamtkörper herauszutrennen.

Abbildung 10 stellt den Verlauf der Herstellung und Prüfung der Probenkörper dar. Links ist das Substrat mit einem Aluminiumplättchen erkennbar, das mittlere Bild zeigt den bereits plattierten und erodierten Probenkörper mit entnommenen Proben, rechts die Probenkörper. Hier ebenfalls erkennbar, dass der linke Probenkörper bereits vom Substrat separiert wurde, während der rechte Probenkörper noch haftet.



Abbildung 10: Darstellung der Bearbeitungsroutine, links Substrat und Aluminiumkörper, mitte Walzplattierter Probenkörper nach dem erodieren, rechts erodierte Probenkörper in 5x5mm²

Die so erstellen Probenkörper sollten dann auf einer der am Lehrstuhl für Werkstoffkunde vorhandenen Universalprüfmaschinen geprüft werden. Es zeigte sich jedoch, dass die Nutzung dieser im Vergleich zur Probe recht großen Maschinen nicht sinnvoll dargestellt werden kann, da hier die verwendeten Kraftmessdosen bei den zu erwartenden geringen Kräften sehr große Fehler eingebracht hätten. Es wurde in Absprache mit dem IST in Dortmund beschlossen ein ebenfalls vorhandenes Zug-Druck Modul der Firma Kammrath und Weiss, welches vorrangig für Kleinlastproben zur Untersuchung um Rasterelektronenmikroskop benutzt wird, einzusetzen. Abbildung 11zeigt hier das Zug-Druck Modul und die entwickelte Spannvorrichtung zur Charakterisierung der Scherkräfte und -energien.



Abbildung 11: Prüfvorrichtung mit Spannbacken

Erzielte Ergebnisse:

Alle durch das IST und durch die KMU gelieferten Probenkörper wurden mit der o.g. Routine bearbeitet. Jedoch zeigten sich bereits nach dem Warmwalzplattieren unterschiedlichste Ergebnisse. Einige Probenkörper zeigten direkt nach dem Warmwalzplattieren keine Haftung und konnten dadurch an dieser Stelle bereits, solange sich keine Delamination der Beschichtung einstellte, als qualifiziert betrachtet werden. Jedoch konnten diese Probenkörper keiner weiteren Untersuchung im Haftscherversuch unterzogen werden. Ein Vergleich mit den Probenkörpern die Haftung ausbildeten war nicht möglich.

Weitere Probenkörper zeigten eine Ablösung des Aluminiumplättchens vom Stahlsubstrat erst nach dem Auskühlen auf Raumtemperatur, hier allerdings in Verbindung entweder des Ablösens der Modifikation vom Stahlsubstrat oder Anhaftungen des Aluminiums an der Modifikation. Hierbei ist allerdings zu beachten, dass der hervorrufende Mechanismus für beide Fehlerarten gleich ist.

Weitere Proben zeigten keine Ablösung und konnten hiernach dem Haftscherversuch zugeführt werden. Der Haftscherversuch förderte prinzipiell dieselben Fehlermechanismen zu Tage wie bereits zuvor genannt. Jedoch konnten auch Probenkörper identifiziert werden, die keine Anhaftung auf oder eine Zerstörung der Modifikation zeigten. Diese wurden dann in Kombination mit den Ergebnissen aus den Hochtemperaturtribometerversuchen zur Auswahl der qualifizierten Modifikationen genutzt.

Abbildung 12 zeigt eine Rasterelektronenmikroskopieaufnahme einer mit Chromnitrit modifzierten Probe. Deutlich sind hier Ausrisse der Beschichtung am rechten unteren Bildrand erkennbar. Abbildung 13 zeigt die gleiche Probe als BSE Aufnahme (backscattered electrons; Rückstreuelektronenkontrast), hiermit ist es möglich die Dichte von Materialien über ihre Helligkeit darzustellen. Eindeutig erkennbar sind hier die hellen Bereiche ebenfalls unten rechts, die das Stahlsubstratmaterial mit einer höheren Dichte darstellen, den grauen Übergangsbereich der Beschichtung und die dunklen Bereiche mit anhaftendem Aluminium. Diese Beschichtung wurde auf Grund dieser Untersuchungen dann als disqualifiziert für die weiteren Untersuchungen eingruppiert.



Abbildung 12 Mit Chromnitrid beschichtete Probe im Rasterelektronenmikroskop, Sekundärelektronenaufnahme



Abbildung 13: Gleicher Bildausschnitt wie in Abbildung 12, hier als BSE Aufnahme.

Da Aufnahmen aus dem Rasterelektronenmikroskop sehr zeitaufwendig sind, wurden zuvor jedoch Aufnahmen durch ein Lichtmikroskop erstellt, wenn hier keine eindeutige Zuordnung zu erkennen war, wurde das Rasterelektronenmikroskop genutzt. Abbildung 14 zeigt eine Aufnahme aus dem Lichtmikroskop Keyence VHX-5000 einer titanbornitrierten Probe, hier ist in den dunklen Bereichen eindeutig ein eingewalzter Rest der Beschichtung des Substratmaterials erkennbar. Eine weitere Untersuchung dieser Probe konnte daher im Rasterelektronenmikroskop vermieden werden.



Abbildung 14: PACVD Ti-B-N- Beschichtung im Lichtmikroskop nach dem Haftscherversuch

In Abbildung 15 ist ein Substratkörper mit einer Borierung dargestellt. Gut erkennbar ist hier die Kontur des aufplattierten Aluminiumplättchens als Rechteck. Zudem zeigt sich rechts davon die neue Außenkontur des Alumniniumplättchens (rot markiert) nach dem Plattieren, diese ergibt sich durch die Formänderung während des Walzens. Hier löste sich das Alumniumplättchen direkt nach dem Plattieren, auch konnten in weiteren Prüfungen nur geringe anhaftende Mengen Aluminium nachgewiesen werden, sodass diese Oberflächenmodifikation als qualifiziert eingestuft wurde.



Abbildung 15: Borierter Stahlsubstratkörper nach dem Warmwalzplattieren

4.3 AP3: Evaluierung der Verschleißbeständigkeit und Dauerfestigkeit

Im folgenden Arbeitspaket wurden durch die Bewertung der Charakterisierung in AP1 relevante Varianten vorqualifiziert. Die Evaluierungsstufe des Vorgehens besteht aus einer tribologischen Modellierung der Kontaktsituation (Abbildung 16)

4.3.1 AP3.1 Verschleißbeständigkeitsprüfungen [IST]

Im AP3.1 sollte ergänzend zur Ermittlung der Charakteristika der Modifikationen in AP1 deren tribologisches Verhalten modelliert werden und eine weitere Priorisierung der untersuchten Lösung ermöglichen.

Die Beschreibung eines tribolgischen Systems erfolgt über die im Kontakt stehenden Körper sowie der Umgebungsbedingungen einschließlich der wirkenden Beanspruchungen und Schmierumgebung (vgl. auch [GFT02] GfT Gesellschaft für Tribologie, Arbeitsblatt 7/2002). Die Abbildung des realen Prozesses im Modellversuch gelingt im Hochtemperaturtribometer nur bedingt, da bereits bei der Berücksichtigung der realen Flächenpressungen die Annahme von zu hohen Lasten kein interpretierbares Ergebnis liefert (Abbildung 16). Zu diesem Zweck wurden zum einen aus den Angaben des PA zu den tribologischen Verhältnissen beim ZRGW Voruntersuchungen abgeleitet, um eine zielgerichtete Parametrierung des sehr zeitaufwendigen Versuches (pro Tag max. 1 Probe) durchzuführen (vgl. Abbildung 17).

Wesentliche Parameter zur Beschreibung der dargestellten tribologischen Situation sind:

- Materialpaarung
 - Grundkörper: Probe mit Schicht-/Oberflächenvariante
 - Gegenkörper: Kugel
- Umgebungsbedingungen

Mit / Ohne Schmierung, Temperatur

- Kontaktbedingungen
 - Normalkraft (bzw. Flächenpressung), Relativgeschwindigkeit, Topographie



Abbildung 16: a) Prinzipielle Kontaktsituation beim ZRGW und b) Versuch der Modellierung des tribologischen Systems durch den Stift-Scheibe-Versuch im Triboprüfstand

Durchgeführte Arbeiten:

Zur Adhäsivverschleißbewertung wurden die Untersuchungen im Hochtemperaturtribometer des IST am Standort in Braunschweig durchgeführt. Um interpretierbare Verschleißerscheinungen abzubilden, war es notwendig die mit dem PA abgestimmten Beanspruchungsbedingungen anzupassen, um eine Vergleichbarkeit der Ergebnisse zu erhalten.



Abbildung 17: Einfluß der Auswertebedingungen im Tribometertest auf die Ergebnisse bei Proben mit gleicher Beschichtung (PACVD-Ti-B-N mit 25 Lagen) und zwei unterschiedlichen Versuchsparametersätzen bzgl. Einfluss der Drehzahl

Massive Adhäsionen, die aus einer erhöhten Drehzahl (>5 min⁻¹) oder erhöhten Prüfkraft (> 7 N) resultierten liessen keine vergleichenden Untersuchungen zu. Gleichzeitig traten gehäuft

stick-slip-Ereignisse auf, d.h. kurzfristige Material-Verklebungen, die sich wieder spontan wieder lösen, dass sich ein sehr inhomogener Reibverlauf ergab.

Die im Projektverlauf zunächst mit dem PA festgelegten, angepassten und nach Diskussion und Freigabe im PA danach konstant gehaltenen Untersuchungsbedingungen der Ball-on-Disc Anordnung waren wie folgt:

<u>Grundkörper</u>	
	Geometrie: Scheiben Ø 35 x 4 mm Material: Warmarbeitsstahl DIN 1.2367 Topographie: Polierte / glasperlgestrahlte Oberfläche
<u>Gegenkörper</u>	
	Geometrie: Kugeln Ø 10 mm Material: Aluminiumlegierung EN AW-1095
<u>Umgebung</u>	
	Keine Schmierung Prüftemperatur: 375°C Prüfkraftkraft: 7 N Drehzahl: 5 min ⁻¹ Dauer: 30 min Reibspurdurchmesser: 22 mm

Erzielte Ergebnisse:

Untersucht wurden alle Modifikationen, die in AP1 charakterisiert wurden.

Dabei wurden Einflüsse der Topografie untersucht, wie in Abbildung 18 für PACVD-Beschichtungen mit unterschiedlichem Oberflächenzustand im Vergleich zur polierten Referenz gezeigt. Die ebenfalls polierte Oberfläche der Ti-B-N-beschichteten Probe zeigt signifikant weniger Materialauftrag sowie eine schmalere Spur im Vergleich zur gestrahlten Oberfläche. Diese weist die gleichen Charakteristika in der Adhäsion auf wie die nicht modifizierte Referenz des Stahls 1.2367.



Abbildung 18: Einfluss der Topografie

Im Gesamtergebis der im Tribometer untersuchten modifizierten Proben liessen sich insgesamt drei verschiedene Kandidaten festlegen, die ein in Bezug auf die auftretende Adhäsion positives Verhalten im Vergleich zur nicht behandelten Referenz (Abbildung 19a) zeigen:

- Als erste vielversprechende Varianten wurden borierte Oberflächen (Borieren mit nachfolgender Nachvergütung) qualifiziert, die sich auch durch eine hohe Skalierbarkeit des Verfahrens in Hinsicht auf die spätere industrielle Umsetzung auf Produktionssysteme auszeichnen (Abbildung 19b).
- 2) Weitere interessanten Lösungen sind die ebenfalls durch Borverbindungen modifizierten Oberflächen mittels ternärer PACVD-Bechichtungen mit 25 Lagen Ti-B-N (Abbildung 19d). Im Verlauf des Projektes ergaben sich weitere Verbesserungen durch die fortlaufende Prozessentwicklung, indem zusätzliche Elemente eingebracht wurden, die zu quinären Elementzsuammensetzungen Ti-Si-B-C-N führten (Abbildung 19e). Diese standen für eine Umsetzung auf den später bei den anwendungsorientierten Untersuchungen benutzten Wlazenmänteln noch nicht zur Verfügung. Eine Skalierbarkeit auf industrielle Abmessungen ist hier mit Randbedingungen (max. Längen 1,80 m) durchführbar.
- 3) Die beste Eignung in Bezug auf das Potential, die Adhäsion effektiv zu mindern zeigten DLC-Systeme, die durch den Industriepartner PlascoTec bereitgestellt wurden. Untersucht wurden zwei im Schichtaufbau leicht

unterschiedliche Varianten, die eine dotierte PACVD-a-C:H-Schicht als Funktionalschicht erzeugen (Abbildung 19c).



Abbildung 19: Vorqualifizierte Modifikationen zur Applikation auf Gießwalzenmänteln

4.3.2 AP3.2 Analyse des Ermüdungsverhaltens [LWK]

Durchgeführte Arbeiten:

Die vom IST zur Verfügung gestellten Probenkörper wurden am LWK einer Dauerschwingprüfung mit 3-Punkt-Biegung unterzogen. Abbildung 20 zeigt eine schematische Darstellung des Prüfaufbaus. Die Probenkörper wurden bei einer Temperatur von 375°C und einer Schwingspielzahl von 180.000 belastet.



Abbildung 20: Schematische Darstellung der 3 Punkt-Biege-Vorrichtung

Erzielte Ergebnisse:

Alle vom IST und den Projektpartnern zur Verfügung gestellten Probenkörper zeigten nach den Dauerschwingversuche keine Defekte.

Abbildung 21 zeigt die Oberfläche einer borierten Probe im Rasterelektronenmikroskop. Senkrecht in der Mitte (Rahmen) zeigt sich ein flacherer Bereich, der die Linie markiert, auf welcher der Belastungskörper auflag.



Abbildung 21: Bild einer borierten Oberfläche nach dem Dauerschwingversuch.

Abbildung 26 und Abbildung 22 stellen einen Vergleich der Belastungsarten dar. Abbildung 22 zeigt hier die Oberfläche einer PVD Beschichtung aus dem Rasterelektronenmikrospkop nach dem Dauerschwingversuch, hier ist keine Veränderung der Oberfläche erkennbar.



Abbildung 22: Probe einer PVD Beschichtung nach dem Dauerschwingversuch

Abbildung 23 zeigt die gleiche Beschichtung ebenfalls aus dem Rasterelektronenmikroskop nach dem Warmwalzplattieren und dem nachgelagerten Haftscherversuch, eindeutig sind hier Ausbrüche aus der Oberfläche erkennbar. Diese Beschichtung wurden ebenfalls disqualifiziert.



Abbildung 23: Probe nach Warmwalzplattierversuch und nachgelagertem Scherversuch

4.4 AP4: Evaluierung von drei ausgewählten Randschichtmodifikationen in labortechnischen Gießwalzversuchen

4.4.1 AP4.1 Segmentbehandlung von Testwalzen

Durchgeführte Arbeiten

Auf Grund der Großzügigkeit der Industriepartner konnte die Segmentbehandlung einer Walze in die Behandlung drei unabhängiger Walzenkörper angepasst werden, was uns einerseits in der Prüfung mehr Freiraum gibt, und andererseits zu einer besseren Auswertbarkeit der Ergebnisse führt. An dieser Stelle treten nicht pro Walzenumdrehung 3 Einlaufphasen auf, sodass unterschiedliche Temperaturprofile komplett und nicht nur abschnittsweise durchfahren werden können. Zudem erhalten wir die Möglichkeit die Temperaturen auf der Bandoberfläche genauer bestimmen zu können. Diese Ergebnisse sind für weitere Versuche und Simulationen von großem Vorteil.

Wir bedanken uns an dieser Stelle nochmal ausdrücklich für die zur Verfügung Stellung von 4 statt ursprünglich 2 Walzenkörpern!

Erzielte Ergebnisse

Für die in AP4 zur Modifikation zur Verfügung stehenden 3 Walzenmäntel wurden eine Variante mittels Ti-B-N (Abbildung 24) und eine Variante beim Projektpartner PlascoTec in Wuppertal beschichtet sowie die zu borierende Variante beim Projektpartner LWK PlasmaCeramics in Wiehl behandelt.



Abbildung 24: Beschichteter Walzenmantel nach dem PACVD-Prozess zur Aufbringung der ternären Ti-B-N-Schicht mit 25 Lagen

4.4.2 AP4.2 und AP4.3 Durchführung der Gießwalzversuche [LWK]

Durchgeführte Arbeiten

Alle Walzenbeschichtungen wurden extensiven Testläufen unterzogen. Durch die Steigerung der Menge an Walzenkörpern gegenüber der ursprünglichen Planung von einem segmentierten Walzenkörper zu 3 + 1 Walzenkörpern ergab sich ein deutlich erhöhter Bearbeitungsaufwand der sich jedoch auch in besseren und reproduzierbareren Ergebnissen wiederspiegelte. Es wurden insgesamt mit den verschiedenen Walzenkombinationen 26 Testläufe durchgeführt, bei denen insgesamt mehr als 150kg Aluminium der Güte EN-AW 1080 vergossen wurde.

Für die Versuche wurde am LWK die Gießroutine überarbeitet um mit größeren Mengen an Schmelze arbeiten zu können. Bisher erlaubt uns die Nutzung des dedizierten Ofens an der Zwei-Rollen-Gießwalzanlage die Verarbeitung von maximal 9 Kilogramm Schmelze. Durch die Beschaffung einer Tiegelzange, sowie eines Gießgestells konnte unter Nutzung des Krans die maximal vergießbare Schmelzemenge auf 30 Kilogramm Aluminium erhöht werden. Bei einer durchschnittlichen Banddicke von 2 mm können so statt 8 Metern Band ca. 30 Meter erreicht werden. Dies ist insbesondere für den Einlaufprozess wichtig, da dieser während der ersten 6 Walzenumdrehungen stattfindet.

Erzielte Ergebnisse:

Die drei qualifizierten Beschichtungsvarianten wurden mittlerweile getestet. Ein Vergleich zu einer unbeschichteten Walze als Referenz wurde ebenfalls in das Prüfschema eingebracht.

Tabelle 1 zeigt die verschiedenen durchgeführten Prüfschemata und die kombinierten Varianten. Um Zeitnah möglichst viele Ergebnisse erzeugen zu können und die Walzenkörper für die erste Durchführung nahezu Zeitgleich am Lehrstuhl eintragen wurde hier eine Variante mit zwei Beschichtungen gewählt.

Durchführung	Walze links	Walze rechts
1	Boriert	PACVD
2	Referenz	DLC
3	Boriert	Referenz

Tabelle 1:Prüfschema für die Gießwalzversuche

Die in der 1. Durchführung montierten Walzenkörper zeigten nach unterschiedlichen Dauern defekte. Hervorzuheben ist hier, dass die Variante PACVD auf Grundlage einer TiBN Beschichtung schon während der ersten Versuche massive Anhaftungen zeigte, die sich nach Abbruch des Versuchs und Abkühlen der erstellten Bänder und der Anlage von selbst lösten. Während weiteren Versuche zeigten dann deutlich stärkere Anhaftungen die nur noch mit mechanischem Aufwand lösbar waren. Weiterhin zeigten sich während der ersten 5 Versuche dieser Kombination keine Anhaftungen auf der borierten Walzenvariante. Dieses Bild drehte sich allerdings hiernach, sodass auch Anhaftungen auf der borierten Walzenvariante nur noch mit mechanischem Aufwand entfernbar waren. Abbildung 25 zeigt hier die borierte Variante nach dem ersten Walzversuch, eindeutig erkennbar sind hier nadelige Strukturen von sehr schnell erstarrtem Aluminium, während die restliche Schmelze deutlich langsamer erstarrt ist.

Eine Messung im Nachgang führte zu der Erkenntnis, dass der borierte Walzenkörper, auf Grund der durchgeführten Borierungsbehandlung eine zu geringe Härte im Grundkörper hatte. Eine nach der Beschichtung notwendige Nachhärtung wurde nicht durchgeführt, sodass die Härte des Grundmaterials nicht die erforderlichen 48HRC erreichte.

Da beide Walzenkörper eine Neigung zu Anhaftungen zeigte wurden weitere Versuche an dieser Stelle nicht mehr durchgeführt, sondern zeitnah ein Umbau der Anlage auf die zweite Walzenpaarung eingeleitet.



Abbildung 25: Oberfläche der borierten Walze nach einem Walzversuch, eindeutig erkennbar sind nadelige Aluminiumanhaftungen und eine Veränderung der Oberfläche.

Die zweite Paarung bestand wie in Tabelle 1 vermerkt die Kombination aus der Referenzwalze und der DLC Variante.

Der erste Gießwalzversuch führte allerdings bereits zur Zerstörung der Beschichtung. Abbildung 26 zeigt hier das hergestellte Gießwalzband, die erkennbaren schwarzen Flecken entsprechen den auf der Walze nicht mehr vorhandenen, beschichteten Bereichen. Es wurden noch einige weitere Versuche unternommen, die jedoch nur zum weiteren Abtrag der Beschichtung vom Walzenkörper führte.



Abbildung 26: Band das auf der DLC modifizierten Walze hergestellt wurde, eindeutig zu erkennen sind Teile der Modifikation von der Walze auf die Bandoberfläche abgetragen worden.

Abbildung 27 zeigt hier die deutlich das Versagen der Beschichtung gegenüber den vorherschenden Bedindungen im Gießwalzversuch. Die zu Anfang sehr homogene schwarze Beschichtung ist in weiten Teilen abgetragen und auf das hergestellte Band übertragen. Eine weitere Nutzung der so beschichteten Walzen ist nicht sinnvoll darstellbar.



Abbildung 27: Bild der DLC beschichteten Walze nach Abschluss der Walzversuche, eindeutig erkennbar ist die Zerstörung der hier in Teilen noch als dunkel erkennbaren Oberflächenmodifikation.

Da, wie bereits oben erwähnt, die borierte Variante in der ersten Durchführung zu Anfang eine relativ gute Widerstandsfähigkeit gegenüber Anhaftungen zeigte, aber eine nachfolgende Wärmebehandlung des Walzenkörper fälschlicherweise unterblieb, wurde die Beschichtung auf dem Walzenkörper neu erstellt. Zudem wurde die Walze im Nachgang vergütet.

Hierzu wurde der Walzenkörper, um Verunreinigungen auszuschließen bei der D&S Sandstrahltechnik sandgestrahlt, dann bei LWK Plasmaceramic erneut beschichtet. Die nachfolgende Wärmebehandlung wurde bei Ferrum Edelstahlhärterei durchgeführt.

Nach Einbau der Walze konnten die in der 1. Durchführung erzielten Ergebnisse nicht erreicht werden. Bereits während der Einlaufphase kam es auf der neuerstellten Walze zu massiven Anhaftungen, die zum Prozessabbruch nach nur einer Walzenumdrehung führten. Die Anhaftungen konnten zum Teil nur mechanisch entfernt werden. Die Abbildung 28 zeigt hier die stark verschlissene Oberfläche nach mehreren Walzversuchen.



Abbildung 28: Borierte Walzenoberfläche mit Messmittel zur Oberfächenrauhigkeitsbestimmung

Abbildung 29 zeigt eine Anhaftung die nur noch mechanisch entfernbar war. Die Anhaftung konnte durch flüssigen Stickstoff, unter Ausnutzung der unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten von Stahl und Aluminium entfernt werden.



Abbildung 29: Anhaftung eines Aluminiumkörpers auf der borierten Walzenoberfläche

Die entfernte Anhaftung wurde danach im Rasterelektronenmikroskop untersucht. Abbildung 30 zeigt die Probe im Rasterlektronemikroskop, deutlich sind auch hier schon die Unterschiede in der Dichte der Materialien erkennbar.



Abbildung 30: Gelöste Anhaftung als SE Aufnahme

Abbildung 31 ist eine EDX Aufnhame des gleichen Bildausschnitts, Abbildung 32 stellt die Verteilung der Elemente am EDS Spot 4 dar, eindeutig erkennbar ist hier ein großer prozentualer Anteil an Eisen. Das ist der Beleg dafür, dass das vergossenen Aluminium Teile der Walzenoberfläche während des Entfernens der Anhaftung mitgerissen hat, somit ist die Beschichtung an dieser Stelle zerstört. Weitere Untersuchungen durch eine Oberflächenrauhigkeitsmessung konnten diese Vermutung bestätigen.



Abbildung 31: EDX Messung an gelöstem Probenkörper



Abbildung 32: Verteilung der Elemente an EDS Spot 4

Abbildung 33 zeigt ein Bild der Referenzwalze nach den bisher durchgeführten Versuchen.



Abbildung 33: Referenzwalze mit erkennbaren Aluminiumanhaftungen

Das gesetzte Ziel der Erstellung einer Beschichtung zum vollständigen Ersetzen des Trennmittels durch eine Oberflächenmodifikation konnte somit nicht mehr erreicht werden.

Da jedoch eine Nutzung von geringeren Mengen an Trennmitteln durch den Forschungsauftrag nicht ausgeschlossen wurde, wurden weitere Versuche durchgeführt.

Hierzu wurde die Aussichtsreichste, letzte Kombination aus borierten Oberflächenmodifikation und Referenzwalze jeweils mit dem branchenweit genutzten Trennmittel Nekote 35XL von Pyrotek gleichmäßig auf beiden Walzenkörper aufgetragen.

Während des ersten Versuchs zeigte sich, dass erste, nicht lösbare Anhaftungen auf der Referenzwalze nach ca. 8 Walzenumdrehungen auftraten, auf dem borierten, mit Trennmittel versehenem Walzenkörper konnten demgegenüber keine Anhaftung festgestellt werden. Weitere Versuche konnten diese Ergebnisse weiter belegen. Dies gilt auch trotz der Vorschädigung, die dieser Walzenkörper bereits durch die Versuche ohne Trennmittel erfahren hat.

Das primäre Ziel, die Erstellung einer Walzenoberflächenmodifikation die eine Produktion von gießgewalzten Bändern ohne den Einsatz von Trennmitteln erlaubt wurde also verfehlt.

4.5 AP5 Behandlung von Industriewalzen

Durchgeführte Arbeiten

Da keine zufriedenstellende Beschichtung mit einer signifikanten Verbesserung der Eigenschaften und Langlebigkeit im Gießwalzprozess gefunden werden konnte, wurde von einer Beschichtung einer Walze im Industrieformat abgesehen. Die Herstellung der Modifikation und die notwendige Nachbearbeitung stehen wirtschaftlich in keinem sinnvollen Zusammenhang. Die Kosten übersteigen den Nutzen für die reine Produktion um ein Vielfaches, durch die weiterhin notwendige Nutzung von Trennmitteln auch auf den modifizierten Walzenkörpern ist eine Erschließung der Märkte Medizintechnik, sowie Lebensmittel und Kosmetik nicht erreichbar.

Erzielte Ergebnisse

Da hier keine Walze für den Industrieversuch erstellt worden ist, sind auch die weitergehenden untergeordneten Arbeitspakete nicht durchgeführt worden. Ergebnisse zum Industrieversuch bei der Hanomag Lohnhärterei sind aus den Ergebnissen der Tropfenbenetzung aus der Vorbewertung in AP2.1 ablesbar.

5 Dokumentation, Transfermaßnahmen und Berichtswesen [IST, LWK]

5.1 Verwendung der Zuwendungen, Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Die ausgeführten Arbeiten dieses Forschungsvorhabens sind von den beteiligten Forschungseinrichtungen in 5 Arbeitspaketen bearbeitet worden:

- **AP1** Vorbewertung geeigneter Randschichtmodifikationen (IST)
- AP2 Vorbewertung der qualifizierten Oberflächen- und Randschichtmodifikationen (LWK)
- **AP3** Evaluierung von Verschleißbeständigkeit und Ermüdungsverhalten (IST+LWK)
- AP4 Evaluierung im Gießwalzprozess (IST+LWK)
- **AP5** Evaluierung der besten Randschichtmodifikation im industriellen Gießversuch (IST+LWK+ Hydro Aluminium Rolled Products)

Alle ausgeführten Arbeiten dieses Vorhabens sind von beiden beteiligten Forschungsstellen in den geplanten und beschrieben fünf Arbeitspaketen bearbeitet worden. Die abgerufenen Personalmittel der Forschungsstellen wurden für den entsprechenden Personaleinsatz in den bearbeiteten Arbeitspaketen verwendet und sind mit den entsprechenden Zeiträumen im Folgenden aufgelistet:

Abgerechnete Personalmonate Forschungsstelle 1: IST

2019	\rightarrow	HPA-A:	1,52 PM	HPA-C:	0,86 PM
2020	\rightarrow	HPA-A:	2,31 PM	HPA-C:	1,71 PM
2021	\rightarrow	HPA-A:	3,81 PM	HPA-C:	2,43 PM
2022	\rightarrow	HPA-A:	9,17 PM	HPA-C:	1,68 PM

Abgerechnete Personalmonate Forschungsstelle 2: LWK

2019	\rightarrow	HPA-A:	5,77 PM

2020	\rightarrow	HPA-A:	12,00 PM
2021	\rightarrow	HPA-A:	5,00 PM

2022 7 III -7 . 0,00 I M	2022	\rightarrow	HPA-A:	0,00 PM
----------------------------	------	---------------	--------	---------

Die dargestellten Arbeiten wurden weitestgehend entsprechend dem Projektplan im begutachteten und bewilligten Antrag durchgeführt. Abweichungen, die Coronabedingt auftraten sind im Abschnitt ,Corona-Hinweis' und Laufzeitanpassungen durch kostenneutrale Verlängerungen' begründet.

Alle durchgeführten Arbeiten waren zur erfolgreichen Bearbeitung des Vorhabens erforderlich und angemessen. Die erarbeiteten Ergebnisse stellen innovative und vielversprechende Ansätze zur Steigerung der Effizienz in der Produktion dünner Bleche durch das ZRGW von Aluminium dar.

Die Forschungsstellen wurden bei allen geleisteten Arbeiten durch die Projektpartner des PA unterstützt. Sowohl bei den konstruktiven Diskussionen im Rahmen der durchgeführten Projekttreffen als auch bei den Treffen in den jeweiligen Unternehmen wurden wichtige Anregungen eingebracht und Hilfestellungen angeboten, um die Arbeiten produktiv und zielführend durchzuführen.

Die ausgeführten Arbeiten entsprechen damit in vollem Umfang dem begutachteten und bewilligten Antrag und waren notwendig und angemessen.

5.2 Gegenüberstellung der Ergebnisse mit den vorgegebenen Zielen

Das Forschungsprojekt enthält zwei Teilziele, die hier noch einmal mit den erreichten Ergebnissen gegenübergestellt werden:

Das <u>erste Teilziel</u> bestand darin, durch verschiedene Oberflächenbehandlungsverfahren verschleiß- und adhäsionsminderde Schichten aufzubringen, die es erlauben das bisher etablierte Aufbringen von Trennmitteln auf Graphitbasis in der Herstellung von Aluminiumbändern zu umgehen.

Dieses Ziel wurde nicht erreicht.

Das <u>zweite Teilziel</u> sah vor, dass durch das Aufbringen o.g. Schichten eine Verringerung der aufzutragenden Menge an Trennmittel während des Gießwalzprozesses zu erreicht wird.

Dieses Ziel wurde erreicht.

Das Hauptziel, die Erstellung einer Oberflächenmodifikation zur Verringerung oder der kompletten Entfernung des Trennmittels im Gießwalzprozess wurde somit erreicht.

5.3 Wissenschaftlich-technischer und wirtschaftlicher Nutzen der Ergebnisse für KMU

Das durchgeführte Forschungsvorhaben zeichnet sich durch einen hohen Innovationsgrad aus, da es erstmalig die Nutzung von Oberflächenmodifikationsmethoden unter technologischen und wirtschaftlichen Prozessbedingungen als Maßnahme zu Verringerung oder kompletten Wegfall der Nutzung von Trennmitteln im Zwei-Rollen-Gießwalzverfahren untersuchte. Die erzielten Ergebnisse können die Nutzung von Trennmittel signifikant reduzieren.

Neben den Anwendern der Zwei-Rollen-Gießwalzanlagen profitieren auch die KMU die diese Modifikationen im benötigten Maßstab für Industrie-Zwei-Rollengießwalzanlagen beschichten können, sowie etwaige KMU für die nachfolgend notwendige Wärmebehandlung.

Die Entwicklungsergebnisse finden vermehrt Anwendung in den Hauptfachgebieten:

- Werkstoffe, Materialien
- Fertigungstechnik, auch: Umformtechnik, Fügetechnik, Oberflächentechnik

Die Hauptnutzung wird dabei in den Wirtschaftszweigen erfolgen:

- Maschinenbau
- Metallerzeugung und -bearbeitung

Nicht zuletzt liefert das Forschungsprojekt einen Beitrag zur Ressourceneffizienz.

Bereits geringfügige, vorhersagbare Einsatzmengen des Trennmittels können den Einzug dieses ressourcenschonenden Verfahrens in den Bereich Kosmetik- und Lebensmittelverpackung ermöglichen.

5.4 Plan zum Ergebnistransfer in die Wirtschaft und Veröffentlichungen

In enger Zusammenarbeit mit den beteiligten Industrieunternehmen des projektbegleitenden Ausschusses haben die Forschungseinrichtungen die im Vorhaben gewonnenen Erkenntnisse aufbereitet und eine Grundlage geschaffen, Oberflächenmodifikationen zur Verringerung von Verschleiß und Adhäsion in den Zwei-Rollengießwalzprozess zu integrieren. Während der Projektbearbeitung sind den Industriepartnern des projektbegleitenden Ausschusses die Projektergebnisse in regelmäßigen Projektreffen präsentiert worden.

Neben dem regulären Erkenntnistransfer für die PA-Teilnehmer (Tabelle 2) und interessierten KMU wurde auch während der Projektlaufzeit eine Projektpartnerakquise betrieben. In diesem Rahmen konnte der Partner LWK PlasmaCermics im Projektverlauf im PA integriert werden. Insgesamt haben alle Unternehmen des Konsortiums durch ihre Teilnahme an den PA-Treffen nicht nur die Werkstoffauswahl und die geforderten Zielhärten der eingesetzten und industrierelevanten Werkstoffe aktiv mitgestaltet, sondern auch durch die Bereitstellung von Versuchsanlagen und Werkzeugen/Werkstoffen die erfolgreiche Bearbeitung des Vorhabens gesorgt.

In der Projektlaufzeit wurden Ergebnisse aus dem Projekt auf internationalen und nationalen Konferenzen präsentiert (u.a. LIGHTMAT 2021; 17th International Conference on plasma Surface Engineering (PSE2020)) in Form von Postern und Fachvorträgen gezeigt. In Tabelle 2 sind die während des Projektzeitraumes durchgeführten Maßnahmen zum Ergebnistransfer in die Wirtschaft inkl. der geplanten Veröffentlichung von Ergebnissen auf Konferenzen und Tagungen sowie in Fachzeitschriften aufgelistet. Im Folgenden werden die bereits durchgeführten Transfermaßnahmen und ihre Umsetzung kurz beschrieben. Die Präsentation der Projektergebnisse mit anschließender Diskussion bezüglich der weiteren Vorgehensweise im PA erfolgte planmäßig. Das Auftakttreffen fand am 17.06.2019 in Dortmund am DOC (Standort des Fraunhofer IST am DOC) statt. Im Rahmen der Zusammenarbeit mit den PA-Mitgliedern wurde fernmündlich und fernschriftlich kommuniziert, wobei im Ergebniss Teilaufgaben und Spezifikationen festgelegt wurden.

durchgeführte Maßnahmen	Art des Transfers	durchgeführt am
Information für Unternehmen des	Projekttreffen zum Kick-Off	17.06.2019
projekthegleitenden Ausschusses (PA)	2. PA-Treffen an der UPD, Paderborn	11.03.2020
projektbegiettenden Ausschusses (FA)	3. PA-Treffen virtuell	26.01.2021
Kontaktaufnahme zu interessierten Unternehmen außerhalb des PA	Bisher keine	./.
	Vorstellung des Projekts beim	
Vorstellung der Projektergebnisse	Gesamtindustrieverband der	14.02.2020
	Aluminiumindustrie	
	Vortrag und Shortpaper auf der LIGHTMAT	
Vorstellung des Projekts auf einer	2021 (DGM)(virtuell):	02 11 -04 11 2021
internationalen Konferenz	"Surface modifications reducing the adhesion	02.11. 04.11.2021
	of aluminum in twin roll casting applications"	
	Vortrag Forschungsbeirat des Stifterverbandes	
	Metalle "Kurzvorstellung AiF ZRGW: Adhäsions-	
Vorstellung der Projektergebnisse	und verschleißmindernde	09.06.2021
	Oberflächenmodifikationen von Walzen für den	
	Einsatz im Zwei-Rollen-Gießwalzprozess"	
Vorstellung des Projekts auf einer	Vortrag MS&T 2021 in Columbus Ohio, USA	17 10 -21 10 2021
internationalen Konferenz	"Surface Modification of Steel Shells to Reduce	17.1021.10.2021

 Tabelle 2:
 Durchgeführte Maßnahmen zum Wissenstransfer

|--|

 Tabelle 3
 listet die weiter geplanten Maßnahmen zum Wissenstransfer auf, die in den geplanten Zeiträumen durchgeführt werden sollen.

 Tabelle 3:
 Geplante Maßnahmen zum Wissenstransfer

geplante Maßnahmen	Art des Transfers	geplant am
Publikation in Fachzeitschriften	Veröffentlichung von Projektergebnissen in einem OA-Journal (special issue AMPT MDPI Journal ,Metals'), Veröffentlichung von Projektergebnissen in einem OA-Journal (MDPI ,Journal of manufacturing and materials processing')	März 2022
Vorstellung des Projekts auf einer internationalen Konferenz	Vorstellung der Ergebnisse auf der 18th International Conference on Plasma Surface Engineering (PSE) in Erfurt	12.0915.09.2022
Information für Unternehmen des PA	Regelmäßige Projekttreffen – Folgetreffen	März 2022
Studentische Arbeiten		durchgängig

Tabelle 4 listet die weiter geplanten Maßnahmen zum Wissenstransfer, die nach Abschluss des Projektes erfolgen.

Maßnahme	Ziel	Ort / Rahmen	Datum / Zeitraum
Abschlussbericht	Detaillierter Bericht über	Schriftlicher Bericht (über AiF)	Ab ca. 2 Monate nach
	Vorgehen und Ergebnisse		Projektende
Publikationen in	Branchenübergreifende	Druckausgaben / öffentl.	Ca. 3 Monate nach
Fachzeitschriften	Verbreitung der Ergebnisse	zugängliche Online-Ausgaben	Projektabschluss
Publikationen auf	Branchenübergreifende	ESAFORM 2022, WOM 2022,	Ca. 6 Monate nach
Konferenzen,	Verbreitung der Ergebnisse	Hannover Messe, ALUMINIUM	Projektabschluss
Messen		2022, formnext 2022, EMO 2023	
		und 2024	
Vorstellung der Projektergebnisse	Vortrag Forschungsbeirat des Stifterverbandes Metalle "Kurzvorstellung AiF ZRGW: Adhäsions- und verschleißmindernde Oberflächenmodifikationen von Walzen für den Einsatz im Zwei-Rollen- Gießwalzprozess"	13.06.2023	Vorstellung der Projektergebnisse
Vorlesung	Aufnahme in die	Übernahme in die Vorlesung	Nach Projektabschluss
	akademische Lehre,	Gießereitechnik und ins Fachlabor	
	Nachwuchsschulung	Walzen	

 Tabelle 4:
 Geplante spezifische Transfermaßnahmen nach Abschluss des Vorhabens

5.5 Einschätzung zur Realisierbarkeit des vorgeschlagenen und aktualisierten Transferkonzepts

Aufgrund der Vielfältigkeit der bereits durchgeführten und geplanten Transfermaßnahmen ist von einer hohen Realisierbarkeit des in Kapitel 5.4 beschriebenen Transferkonzepts auszugehen. Es werden die wichtigsten, heute vorherrschenden Transferkanäle verwendet, die sich auch bei vergangenen Vorhaben bereits bewährt haben. Das Transferkonzept berücksichtigt sowohl die Entwicklung in den KMU für die Einführung von Oberflächenmodifikationen für das Gießwalzverfahren als auch die Publikation wissenschaftlicher Ergebnisse, die bei den Untersuchungen zur Modifikation von Walzenoberflächen für die Adhäsionsminderung gewonnen wurden.

Die Internetrecherche ist heute das erste und wichtigste Instrument bei der Suche von Informationen, Produkten und Dienstleistungen. Informationen in Form von Texten, Bildern und Videos, die von Suchmaschinen auf die ersten Plätze gesetzt werden, werden bei einer Recherche als erste Informationsquelle angezeigt und dies weltweit. Hierzu werden entsprechende Metatags gesetzt. Dieses Transferkonzept ist einfach zu realisieren und wird von den Forschungseinrichtungen, seit sich das Internet etabliert hat, standardmäßig eingesetzt.

Durch Präsentationen auf Messen werden Unternehmen direkt angesprochen. Die Mitarbeiter der Forschungseinrichtungen kennen den hohen Stellenwert dieses Transferkanals und nutzten diesen auch als Besucher erfolgreich.

Auf Konferenzen, auch international, wird von den Mitarbeitern der Forschungseinrichtungen regelmäßig über die Ergebnisse von öffentlich geförderten Forschungsvorhaben berichtet. So ist es auch bei dem vorliegenden Forschungsvorhaben geplant. In der Regel werden die Konferenzbeiträge in schriftlicher Form veröffentlicht. Somit ist die Realisierbarkeit der Umsetzung gegeben. Dadurch wird ein nationales und auch internationales Fachpublikum erreicht, welches die Wirksamkeit des Transferkonzeptes untermauert.

Zudem wurde in der Vergangenheit von den Forschungseinrichtungen Artikel in einschlägigen Fachzeitschriften veröffentlicht, so dass die Forschungseinrichtungen dort als Autoren hinterlegt sind. Veröffentlichungen über die Ergebnisse dieses Vorhabens sind ebenfalls geplant und werden von den Verlagen höchstwahrscheinlich auch angenommen.

Somit ist die Realisierbarkeit des Transferkonzeptes, deren Umsetzung, aber auch die Wirksamkeit als hoch anzusehen.

6 Literaturverzeichnis

- [ADA15] Adam, M; Gebauer-Teichmann, A. (2015): Hartstoffbeschichtungen für den Aluminiumdruckguss Schichtauswahl mit System; Gießerei 102 (09), S. 28-33
- [ANY04] Anyalebechi, P. (2004): Technical issues impending the proliferation of continuous casting processes in the aluminum industry; TMS 2004 EPD Congress, S. 191-215
- [BAD05] Badowski, M. (2005): Die Primärerstarrung beim Dünnbandgießen Ein-fluss auf die Bandbildung und Produktqualität; Umformtechnische Schrif-ten 129; Dissertation, RWTH Aachen
- [BAR14] Barekar, N.S.; Dhindaw, B.K. (2014): Twin-roll casting of aluminun alloys an overview; Materials and Manufacturing Processes 29, S. 651-661
- [BEH16] Behrens, B.-A.; Bougecha, A.; Brunotte, K.; Dannenberg, M.; Huskic, A.; Bonhage, M. (2016): Reprocessing of aluminum chips by hot backward extrusion; Production Engineering, Volume 10, Issue 4-5, S. 375-382
- [BER02] Berger, M.; Hogmark, S. (2002): Evaluation of TiB2 coatings in sliding con-tact against aluminium; Surface and Coatings Technology 149, S. 14–20
- [BIR13] Birol, Y. (2013): Sliding wear of CrN, AlCrN and AlTiN coated AISI H13 hot work tool steels in aluminium extrusion; Tribology International 57, S. 101-106
- [BJÖ01] Björk, T.; Westergard, R.; Hogmark, S. (2001): Wear of surface treated dies for aliminium extrusion a case study; Wear 249, S. 316-323
- [CAM13] Campos-Silva, I. et al. (2013): Improved fracture toughness of boride coating developed with a diffusion annealing process; Surface and Coatings Technology 237, S. 429–439
- [COR97] Cordea, J.N.; Sheth, H.V. (1997): Alloy steel roll caster shell; US Patent US5599497A; Filed 26.07.1995; Issued 04.02.1997
- [DIN17] DIN ISO-20523:2017-09 (2017): Kohlenstoffschichten Klassifizierung und Bezeichnungen
- [DÜN13] Dündar, M.; Keles, Ö. (2007): Characterization of surface defects encoun-tered in twin-roll cast aluminium strips; Light Metals 2007, S. 1–7
- [FOR06] Forbord, B.; Andersson, B.; Ingvaldsen, F.; Austevik, O.; Horst, J.A.; Skauvik, I. (2006): The formation of surface segregates during twin roll casting of aluminium alloys; Materials Science and Engineering A 415, S. 12-20
- [GDA17] Aluminiumkonjunktur 2016/17; GDA Jahresbericht 2017, S. 52-55
- [GE13] Ge, S.; Isac, M.; Guthrie, R.I.L. (2013): Progress in strip casting technolo-gies for steel; Technical development; ISIJ International 53, S. 729-742
- [GEO13] Georg-Maschler, T. (2013): Maßnahmen zur Produktivitätssteigerung an einer Aluminium-Bandgießanlage; 28. Aachner Stahlkolloquium, S. 187-196
- [GFT02] GfT Gesellschaft für Tribologie, Arbeitsblatt 7/2002

- [GRO15] Groche, P., Resch, F. (2015): Dry forming of aluminum alloys Wear mechanisms and influencing factors; Production Engineering, Volume 10, Issue 4-5, S. 375-382
- [GRY10] Grydin, O.; Ogins'kyy, Y.K.; Danchenko, V.M.; Bach, Fr.-W. (2010): Experimental twin-roll casting equipment for production of thin strips; Metallurgi-cal and Mining Industry 2, S. 348-354
- [GRY17A] Grydin, O.; Stolbchenko, M.; Schaper, M. (2017): Deformation zone length and plastic strain in twin-roll casting of strips of Al-Mg-Si alloy; JOM 69, S. 2648-2652
- [GRY17B] Grydin, O.; Nürnberger, F.; Schaper, M. (2017): Influence of sticking on the roll topography at twin-roll casting of aluminum alloys; Light Metals 2017, S. 827-831
- [GUL01] Gulizia, S.; Jahedi, M. Z.; Doyle, E. D. (2001): Performance evaluation of PVD coatings for high pressure die casting; Surf. Coat. Technol 140 (3), S. 200–205
- [HAR18] Haraldsson, J; Johansson, M. (2018): Review of measures for improved energy efficiency in production-related processes in the aluminium indus-try - From electrolysis to recycling; Renewable & Sustainable Energy Re-views 93, S. 525-548
- [HUC06] Huchel, U. (2006): Plasmanitrieren und -nitrocarburieren; Liedtke, D.(Hg.) Wärmebehandlung von Eisenwerkstoffen, Nitrieren und nitrocarburieren. 3. Aufl. Renningen
- [KAR06] Karvánková, P.; Vepřek-Heijman, M.G.J. (2006): Properties of superhard nc-TiN/a-BN and nc-TiN/a-BN/a-TiB2 nanocomposite coatings prepared by plasma induced chemical vapor deposition; Surface & Coatings Technology 200, S.2978-2989
- [KAW18] Kawalla, C.; Berkel, W.; Kawalla, R.; Höck, M.; Ligarski, M. (2018): Material flow cost accounting analysis of twin-roll casting magnesium strips; Proce-dia Manufacturing 15, S. 193-200
- [KEL07] Keles, O.; Dundar, M. (2007): Aluminum foil: Ist typical quality problems and their causes; Journal of Materials Processing Technology 186, S. 125-137
- [KLO12] Klobčar, D.; Kosec, L.; Kosec, B.; Tušek, J. (2012): Thermo fatigue cracking of die casting dies; Engineering Failure Analysis 20, S. 43–53
- [KLI03] Klimek, K. S.; Ahn, H.; Seebach, Ingo; Wang, M.; Rie, K.-T. (2003): Duplex process applied for die-casting and forging tools; Surface and Coatings Technology 174-175, S. 677–680
- [KRI13] Krishnaraj, N.; Roy, Manish (2013): Tribology of Diffusion-Treated Surfaces; Manish Roy (Hg.): Surface Engineering for Enhanced Performance against Wear, S. 111–147
- [KUM11] Kumar, S., et al. (2013): Microstructural evaluation of melt conditioned twin roll cast Al–Mg alloy; Materials Science and Technology 27, S. 1833–1839

- [LAU08] Lauscher, J. (2008): Verbesserung der Oberflächenqualität von Gießrollen für das Dünnbandgießen nach dem Zwei-Rollen-Verfahren; Umformtech-nische Schriften 144; Dissertation, RWTH Aachen
- [LES09] Leskovšek, V.; Podgornik, B.; Jenko, M. (2009): A PACVD duplex coating for hotforging applications; Wear 266 (3-4), S. 453–460
- [LIE10] Liedtke, D. (2010): Wärmebehandlung von Eisenwerkstoffen II. Nitrieren und Nitrocarburieren; 5. Aufl.: expert-Verl. (Kontakt&Studium, 686)
- [LIN06] Lin, J.; Carrera, S.; Kunrath, A. O.; Myers, S.; Mishra, B.; Ried, P. (2006): Design methodology for optimized die coatings - the case for aluminum pressure diecasting; Surface and Coatings Technology 201 (6), S. 2930-2941
- [LIU02] Liu, Y.; Meletis, E.I. (2002): Tribological behavior of DLC coatings with functionally gradient interfaces; Surface and Coatings Technology 153 (2-3), S. 178–183
- [LOF13] Lofaj, F.; Moskalewicz, T.; Cempura, G.; Mikula, M.; Dusza, J.; Czyrska-Filemonowicz, A. (2013): Nanohardness and tribological properties of nc-TiB2 coatings; Journal of the European Ceramic Society 33 (12), S. 2347-2353
- [LUB12] Lubas, J. (2012): Assessment and application of TiB2 coating in sliding pair under lubrication conditions; Wear 296 (1-2), S. 504–509
- [LUG98] Lugscheider, E.; Barimani, C.; Guerreiro, S.; Bobzin, K. (1998): Corrosion tests of PVD coatings with die lubricant used for Al high-pressure die-casting dies; Surface and Coatings Technology 108-109, S. 408–412
- [MAC11] Macherauch, E.; Zoch, H-W. (Hg.): Nitrieren und Nitrocarburieren Prakti-kum in Werkstoffkunde; 11., vollständig überarbeitete und erweiterte Auf-lage, Wiesbaden: Vieweg+Teubner Verlag / Springer Fachmedien Wies-baden GmbH Wiesbaden (Studium)
- [MEN01] Menet, P.-Y.; Basson, F.; Maiwald, K.; Cayol, R.: Strip Casting Technology. A Key to Product Quality; Proc. of Melt Quality Workshop, Madrid, S. 25–29
- [MOR15] Mortensen, D.; Fjaer, H.G.; Lindholm, D.; Karhausen, K.F.; Kvalevag, J.S. (2015): Modelling of the twin roll casting process including friction; Light Metals 2015, S. 1243-1247
- [MUE01] Mueller, K. (2001): Deposition of TiBN hard films on hot-working-steel dies for aluminium extrusion via a duplex process; Journal of Materials Processing Technology, 130-131 (2001), pp. 432-437
- [NAV97] Navinšek, B.; Panjan, P.; Milošev, I. (1997): Industrial applications of CrN (PVD) coatings, deposited at high and low temperatures; Surf. Coat. Technol 97 (1-3), S. 182–191
- [NEH12] Nehrkorn, S.; Rupprecht, C.; Wielage, B.; Lampke, T. (2010): Tribological behavior of DLC and hard coatings against aluminium based materials; Mat.wiss. u. Werkstofftech. 41 (9), S. 725–729

- [NEH15] Neh, K.; Ullmann, M.; Oswald, M.; Berge, F.; Kawalla, R. (2015): Twin roll casting and strips rolling of several magnesium alloys; Materials Today: Proceedings 2S, S. 45-52
- [NEU12] Neugebauer, R.; Schmidt, G.; Oppermann, C.; Wielage, B.; Lampke, T.; Rupprecht, C.; Nehrkorn, S. (2012): FE simulation of coated forming tools for high strength aluminum alloys; Materialwissenschaft und Werkstofftechnik 43, S. 589-595
- [PAS10] Paschke, H.; Weber, M.; Kaestner, P.; Braeuer, G. (2010): Influence of different plasma nitriding treatments on the wear and crack behavior of forging tools evaluated by Rockwell indentation and scratch tests; Surface and Coatings Technology 205 (5), S. 1465–1469
- [PAS11] Paschke, H.; Stüber, M.; Ziebert, C.; Bistron, M.; Mayrhofer, P. H. (2011): Composition, microstructure and mechanical properties of boron containing multilayer coatings for hot forming tools; Surface and Coatings Technology 205, S. 24-28
- [ROB02] Robertson, J. (2002): Diamond-like amorphous carbon (Review); Materials Science and Engineering: R: Reports 37 (4-6), S. 129–281
- [Rob03] Robertson, J. (2003): Improving the properties of diamond-like carbon; Diamond and related materials 12 (2), S. 79–84
- [ROD99] Rodriguez Cabeo, E.; Laudien, G.; Biemer, S.; Rie, K.-T.; Hoppe, S. (1999): Plasma-assisted boriding of industrial components in a pulsed d.c. glow discharge; Surface and Coatings Technology 116-119 (1999) 229–233
- [SAX02A] Saxen, A.; Sahai, Y. (2002): Modeling of fluid flow and heat transfer in twin-roll casting of aluminum alloys; Materials Transactions 43, S. 206-213
- [SAX02B] Saxen, A.; Sahai, Y. (2002): Modeling of thermo-mechanical stresses in twin-roll casting of aluminum alloys; Materials Transactions 43, S. 214-221
- [SCH16] Schmidt, C.W.; Karhausen, K.F. (2016): Productivity improvements in in-dustrial twin-roll casting by heat loss analysis along the process chain; Light Metals 2016, S. 1013-1016
- [SHT10] Shtansky, D. V. et al. (): Multicomponent nanostructured films for various tribological applications; International Journal of Refractory Metals and Hard Materials 28 (1), S. 32-39
- [SON02] Son, M.J; Kang, S.S.; Lee, E.-A.; Kim, K.H. (2002): Properties of TiBN coat-ing on the tool steels by PECVD and its applications; Journal of Materials Processing Technology 130-131, S. 266–271
- [SOS08] Sosinsky, D.J.; Campbell, P.; Mahapatra, R.; Blejde, W.; Fischer, F. (2008): The Castrip© process recent developments at Nucor Steel's commercial strip casting plant; Metallurgist 52, S. 691-699
- [STO04] Stoiber, M.; Perlot, S.; Mitterer, C.; Beschliesser, M.; Lugmair, Christoph; Kullmer, R. (2004): PACVD TiN/Ti–B–N multilayers: from micro- to nano-scale; Surface and Coatings Technology

- [UCH04] Uchida, M.; Nihira, N.; Mitsuo, A.; Toyoda, K.; Kubota, K.; Aizawa, T. (2004): Friction and wear properties of CrAIN and CrVN films deposited by cathodic arc ion plating method; Surface and Coatings Technology; 177-178 (2004), S. 627– 630
- [VEN95] Venkataraman, B.; Sundararajan, G. (1995): The high speed sliding wear behaviour of boronized medium carbon steel; Surf. Coat. Technol 73 (1995) 177– 184
- [VEV08] Veverkova, J.; Hainsworth, S.V. (2008): Effect of temperature and counterface on the tribological performance of W-DLC on a steel substrate; Wear 264 (7-8), S. 518–525
- [VUK10] Vukelja, E.K.; Duplancic, I.; Lela, B. (2010): Continuous roll casting of aluminium alloys casting parameters analysis; Metalurgija 29, S. 115-118
- [WAN06] Wank, A.; Reisel, G.; Wielage, B. (2006): Behavior of DLC coatings in lubricant free cold massive forming of aluminum; Surface and Coatings Technology 201 (3-4), S. 822–827
- [WAN97] Wang, Y. (1997): A study of PVD coatings and die materials for extended diecasting die life; Surface and Coatings Technology 94-95, S. 60–63
- [WEB06] Weber, M.; Bewilogua, K.; Thomsen, H.; Wittorf, R. (2006): Hochbelastbare kohlenstoffbasierte Mehrschichtsysteme f
 ür die Umformtechnik; VIP 18 (3), S. 17–23
- [YAN13] Yang, H.P.; Wu, X.C.; Min,Y.A.; Wu, T.R.; Gui, J.Z. (2013): Plasma boriding of high strength alloy steel with nanostructured surface layer at low temperature assisted by air blast shot peening; Surface and Coatings Technology 228 (2013) 229–233
- [YUN00] Yun, M.; Lokyer, S.; Hunt, J.D. (2000): Twin roll casting of aluminium alloys; Materials Science and Engineering A 280, S. 116-123