

Saskia Biehl, Eike Meyer-Kornblum, Nancy Paetsch, Günter Bräuer

# Sensormodule für die optimierte Herstellung von naturfaserverstärkten Kunststoffen im Spritzguss

## Zusammenfassung:

Die Verarbeitung von naturfaserverstärkten Kunststoffen birgt neue Herausforderungen für die Spritzgusstechnologie. Der Verschleiß im Extruder und Werkzeugbereich erhöht sich durch die Integration von Naturfasern in der Kunststoffschmelze und die Findung optimaler Verarbeitungsparameter ist ebenfalls eine Herausforderung. Beide Ziele sollen mit der Integration von multifunktionalen Schichtsystemen direkt in das Spritzgusswerkzeug erfüllt werden [1]. Diese Entwicklung hat ein großes Zukunftspotenzial, da neue Werkstoffverbunde z.B. für den Leichtbau sehr wichtig sind und aus ökologischer Sicht der Anteil an Kunststoff besonders bei Einwegprodukten des täglichen Lebens reduziert werden muss.

Das Schichtsystem beginnt mit der Abscheidung einer thermoresistiven 6 µm dünnen Kohlenwasserstoffschicht in der plasmaunterstützten chemischen Gasphasenabscheidung (PACVD). Darauf werden Elektrodenstrukturen gefertigt, indem eine Chromschicht in einer physikalischen Gasphasenabscheidung (PVD) in einer Dicke von 200 nm abgeschieden und mittels Fotolithografie und nasschemischer Ätzung strukturiert wird. Es folgt eine elektrisch isolierende Zwischenschicht in einer Dicke von 1 µm. Diese kann eine mit Silizium und Sauerstoff modifizierte Kohlenwasserstoffschicht sein oder auch eine Aluminiumoxidschicht. Temperatursensorstrukturen werden aus Chrom (d=200 nm) in einem Vierleiter-Design gefertigt ebenfalls unter Anwendung von Fotolithografie und nasschemischer Ätzung. Diese Strukturen werden vor Verschleiß mit einer der zuvor genannten elektrischen Isolationsschichten in einer Dicke von 3 µm geschützt.

Mit dem neuartigen verschleißbeständigen sensorischen Schichtsystem wird die Temperaturverteilung und die Fließdynamik der modifizierten Kunststoffschmelze mit Hilfe von beschichteten Stahleinsätzen in Echtzeit während des Spritzgussprozesses gemessen. Dabei tritt das Schichtsystem in direkten Kontakt mit der Schmelze. Die Sensormodule werden direkt an der Spritzgussdüse eingebaut, so dass bestmöglich das Fließverhalten der Schmelze und die Temperaturverteilung in der Form gemessen werden können. Es ist ebenso möglich die gesamte Spritzgussform mit dem multifunktionalen Schichtsystem zu beschichten, um orts aufgelöst die Sensorstrukturen zu integrieren und in Kombination eine vollflächige Verschleißbeständigkeit zu gewährleisten.

**Schlüsselwörter:** Dünnschichtsensorik, Sensormodul, Kunststoffspritzguss

## 1 Einleitung

Nachhaltigkeit ist ein wichtiger Anspruch unserer Zeit. Es findet ein Umdenken statt, weg von der Wegwerfgesellschaft hin zur nachhaltigen Nutzung, ob es Einkaufstaschen, Kleidung, Werkzeuge oder Produktionsanlagen sind [2]. Das Thema ist besonders vorherrschend, wenn es um den Plastikverbrauch geht. Daher ist es wichtig neue Plastikverbundmaterialien zu entwickeln, die mit natürlichen Rohstoffen wie z.B. Naturfasern modifiziert sind und so eine höhere Recyclingfähigkeit aufweisen. Außerdem entstehen dadurch Werkstoffverbunde mit neuen Eigenschaften, in Hinblick auf z.B. Haptik, Härte, Elastizität, Gewicht, so dass sie z.B. im Leichtbau oder im Automobil in Zukunft Einsatz finden können. Um diese neuen Werkstoffverbunde nachhaltig zu entwickeln, werden vor Verschleiß schützende Schichtsysteme für die Bereiche Werkzeug und Extruder im Kunststoffspritzguss entwickelt. Diese Schichtsysteme weisen außerdem eine Intelligenz auf, das bedeutet, sie können in direktem Kontakt mit der Schmelze die Temperaturverteilung und die Bewegung der Fließfront während des Spritzgussprozesses messen und damit bereits innerhalb der ersten Sekunde aufzeigen, ob ein Gutteil gefertigt wird oder nicht. Diese multifunktionalen Schichtsysteme bilden die Basis für ein neues Fertigungsverständnis und ermöglichen in schnellster Zeit neue Materialverbunde optimal im Spritzguss zu verarbeiten.

## 2 Verschleißbeständiges Dünnschichtsensormodul

Die Sensormodule werden auf ihrer polierten Oberfläche in einem ersten Beschichtungsprozess mit einer amorphen Kohlenwasserstoffschicht a-C:H in einer Dicke von  $6\ \mu\text{m}$  in einem PACVD Prozess beschichtet. Diese Halbleitergrundschicht weist eine Härte im Bereich von 24 GPa auf. Daher dient sie zum einen als Verschleißschutz für die Oberfläche und zum anderen als Sensorschicht, da ihr thermoresistives Verhalten der Temperaturmessung dient. Um diese ortsaufgelöst durchzuführen zu können, werden einzelne Elektrodenstrukturen aus einer 200 nm dünnen Chromschicht in einer Reihe angeordnet darauf appliziert. Dies geschieht, indem im PVD Prozess das Chrom direkt auf die C:H-Schicht abgeschieden und in einem nachfolgenden Kombinationsprozess aus Fotolithografie und nasschemischer Ätzung strukturiert wird. Im Anschluss wird eine elektrisch isolierende mit Silizium und Sauerstoff modifizierte Kohlenwasserstoffschicht a-C:H:Si:O (SiCON<sup>®</sup> [3]) im PACVD Prozess in einer Dicke von ungefähr  $1\ \mu\text{m}$  abgeschieden. Alternativ kann auch eine Aluminiumoxidschicht ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) Anwendung finden. In diesen Isolationsschichten werden kleine Vias strukturiert, welche eine elektrische Leitung von den kreisförmigen Elektrodenstrukturen zu den nachfolgend gefertigten Leiterbahnen aus Chrom ermöglichen. Dabei handelt es sich um kleine Kanäle, durch die eine nachfolgende Chrombeschichtung eine Leitung herstellt, wie in Abbildung 1 schematisch gezeigt wird. Diese Leiterbahnen aus 200 nm dünnem Chrom werden durch eine zweite elektrisch isolierende und vor Verschleiß schützende SiCON<sup>®</sup>-Schicht in einer Dicke von  $3\ \mu\text{m}$  geschützt.

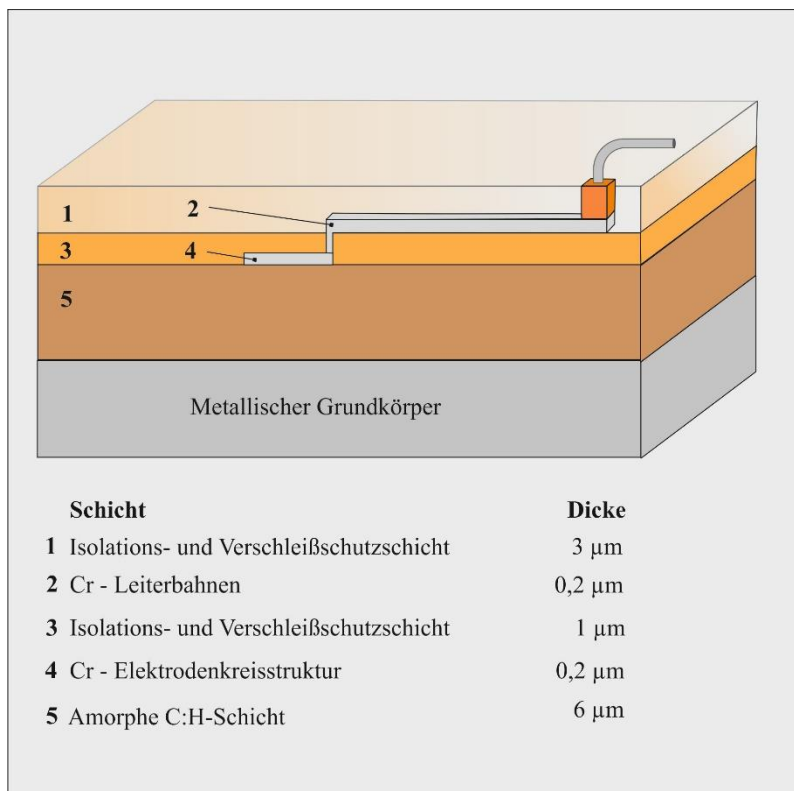


Abb. 1: Schematische Darstellung des sensorischen Dünnschichtsystems.

In Abbildung 2 ist eine Rasterelektronenmikroskopaufnahme dieses Schichtsystems dargestellt, in der die Einzelschichten sehr gut zu erkennen sind. Gemessen wurde hier die Dicke der zweiten Chromschicht, die  $200\ \text{nm}$  beträgt. Ein Sensormodul mit diesem Schichtsystem beinhaltet Abbildung 3. Dort ist zu sehen, dass 16 Elektrodenstrukturen mit einem Durchmesser von  $1,5\ \text{mm}$  in einer Reihe angeordnet sind. Der Abstand von Mittelpunkt zu Mittelpunkt der Strukturen beträgt  $2,5\ \text{mm}$ , wie aus der Mikroskopaufnahme der Abbildung 3 nachzuvollziehen ist. Um jede Struktur wird ein elektrisch isolierender Graben mit einer Breite von  $200\ \text{nm}$  nasschemisch eingätzt, so dass die Strukturen getrennt voneinander einzelne Messstellen bilden.

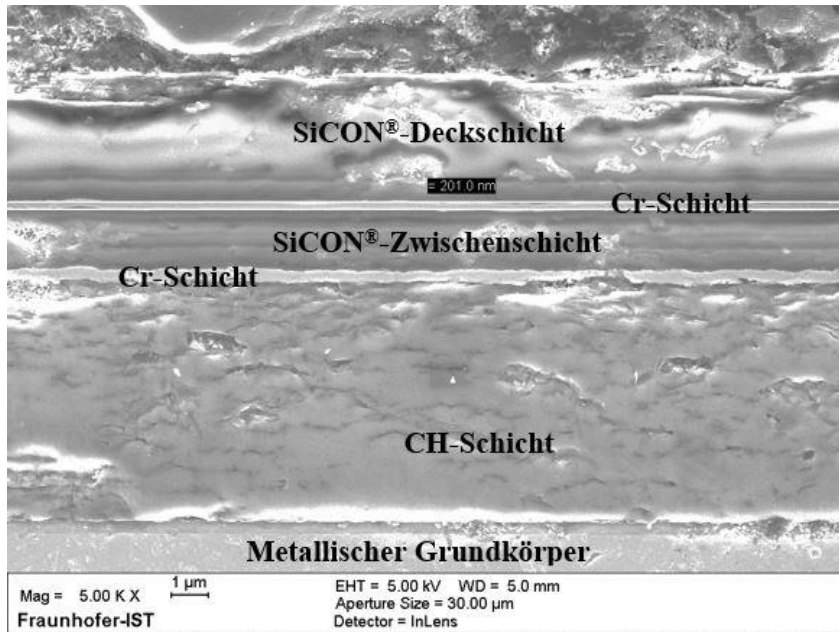


Abb. 2: Rasterelektronenmikroskopaufnahme des Schichtsystems.

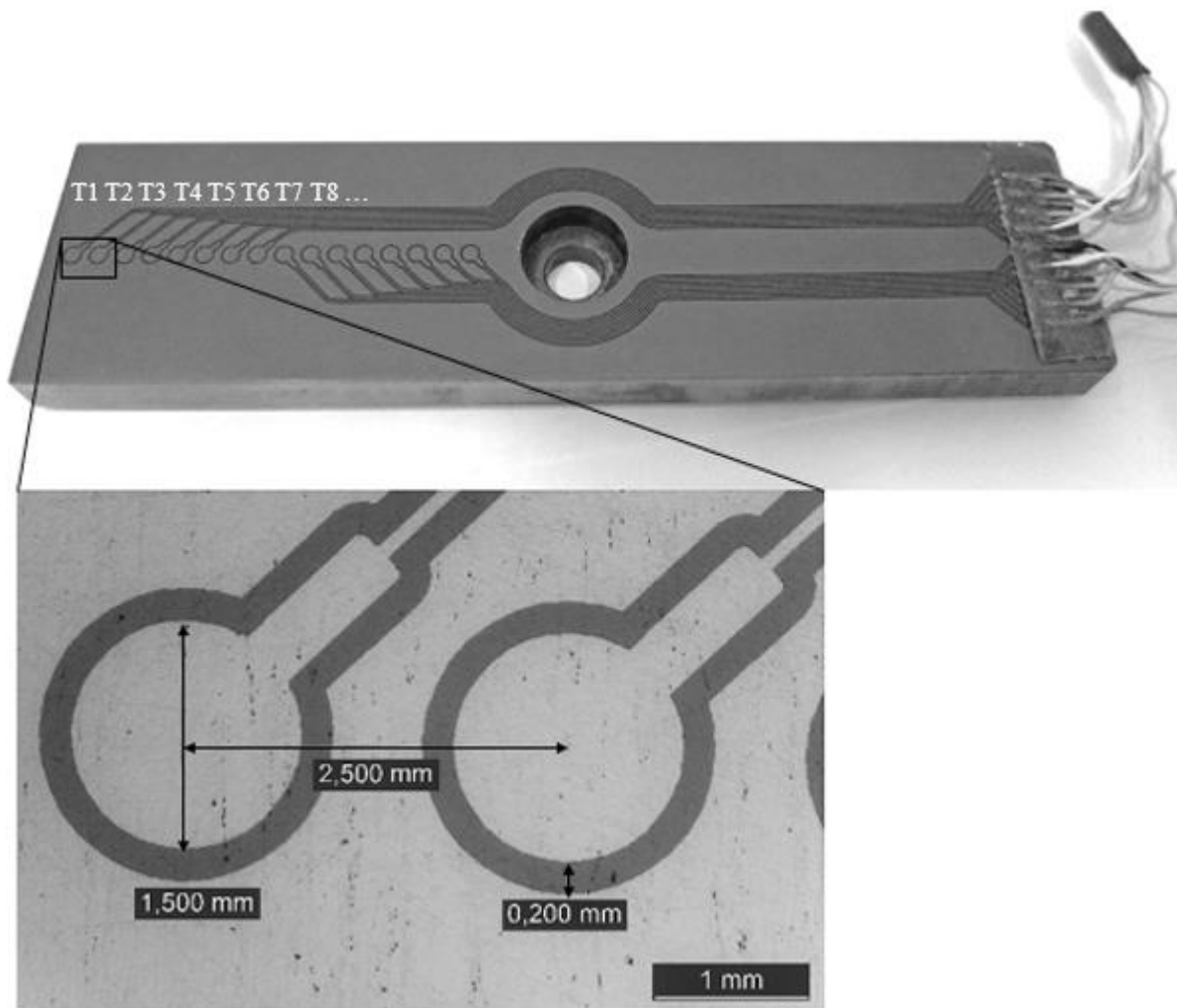
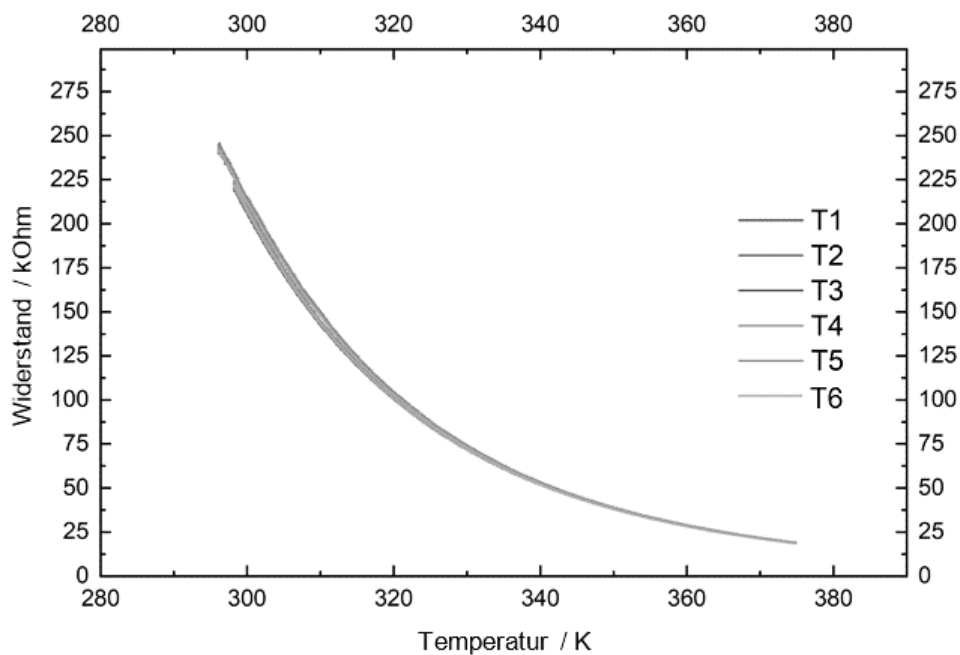


Abb. 3: Sensormodul mit vollständigem verschleißbeständigem Sensorschichtsystem und Mikroskopaufnahme von zwei benachbarten Sensorstrukturen.

### 3 Ergebnisse

#### 3.1 Vorcharakterisierung der einzelnen Sensorstrukturen

Die charakteristischen elektrischen Widerstandsverläufe in Abhängigkeit von der Temperatur wurden von jeder Sensorstruktur bestimmt. Dafür wurden die Proben in einem Ofen erwärmt. Über einen Pt100-Referenztempertursensor, der mit Wärmeleitpaste auf dem sensorischen Schichtsystem appliziert wurde, fand die Messung der Oberflächentemperatur statt und simultan wurden über eine Reihenschaltung die Spannungsverläufe jedes einzelnen Sensors einer Probe aufgezeichnet. Dafür wird ein Referenzwiderstand mit einer Sensorstruktur in Reihe geschaltet und eine konstante Spannung von 5 Volt angelegt. Exemplarisch werden die exponentiellen Kennlinienverläufe der ersten Sensorstrukturen eines Sensorsystems in Abbildung 4 dargestellt. Es ist sehr gut zu sehen, dass sie alle die gleiche exponentielle Widerstandsabhängigkeit von der Temperatur aufweisen.



**Abb. 4:** Exponentielle Widerstandsabhängigkeit von der Temperatur der ersten sechs kreisförmigen Sensorstrukturen eines Sensormoduls.

Diese Kennlinienverläufe lassen sich mit der Gleichung (1) mathematisch beschreiben.

$$R = R_0 \cdot e^{B \cdot \left( \frac{1}{T} - \frac{1}{T_0} \right)} \quad (1)$$

Für ein Sensormodul sind für alle Sensorstrukturen die Werte für B und  $R_0$  in Tabelle 1 zusammengefasst.

**Tabelle 1:** Zusammenfassung der charakteristischen Größe B und des Ausgangswiderstandes  $R_o$  für alle Sensorstrukturen T1 bis T16.

	T1	T2	T3	T4	T5	T6	T7	T8
<b>B</b>	3466	3482	3487	3484	3481	3500	3479	3502
<b>R<sub>o</sub> [kOhm]</b>	222,022	224,880	225,101	224,667	223,681	225,431	222,933	223,882

	T9	T10	T11	T12	T13	T14	T15	T16
<b>B</b>	3479	3492	3488	3486	3480	3477	3470	3448
<b>R<sub>o</sub> [kOhm]</b>	223,459	225,501	225,158	224,769	224,283	222,963	221,342	216,465

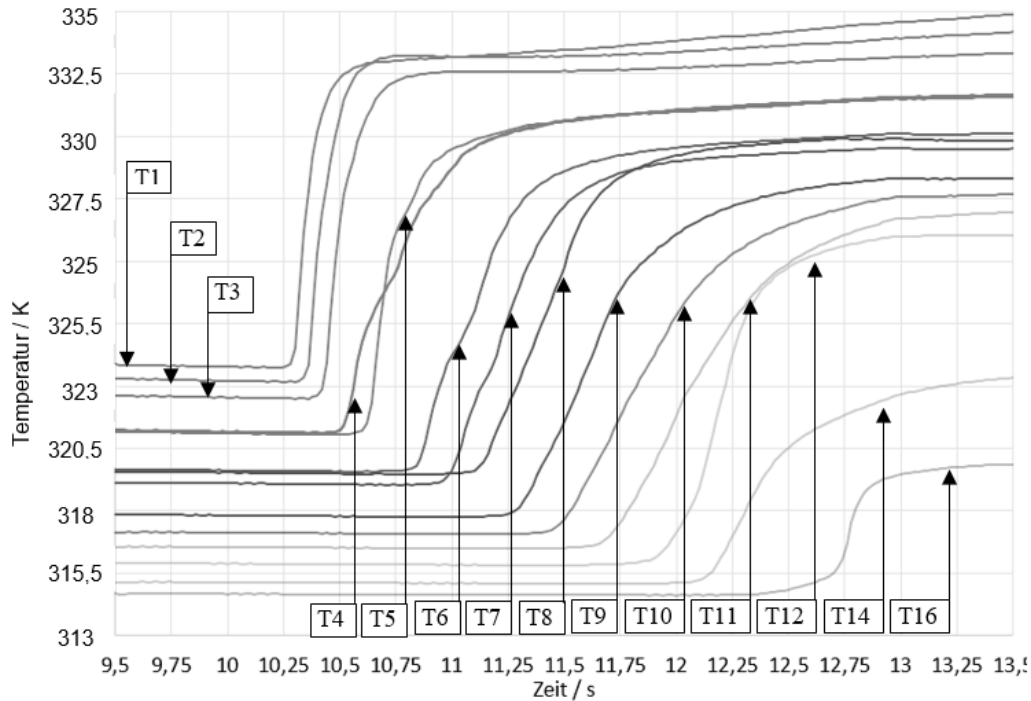
### 3.2 Erfassung von Kenndaten im Kunststoffspritzguss

Das Sensormodul wurde in nächster Nähe zur Düse in das Werkzeug einer Spritzgussanlage der Firma Arburg (Allrounder 470 H) eingebaut, wie in Abbildung 5 gezeigt wird. Durch diese Öffnung spritzt die Kunststoffschmelze in die Spritzgussform und tritt direkt in Kontakt mit den einzelnen Sensorstrukturen. Die Versuche wurden mit unterschiedlichen modifizierten Schmelzen durchgeführt. Hier werden Messergebnisse aus Versuchsreihen mit einer mit Talk modifizierten Polyethylen (PE) Schmelze gezeigt. Dabei beträgt der Talkgehalt 40 % und dementsprechend der PE-Gehalt 60 %.



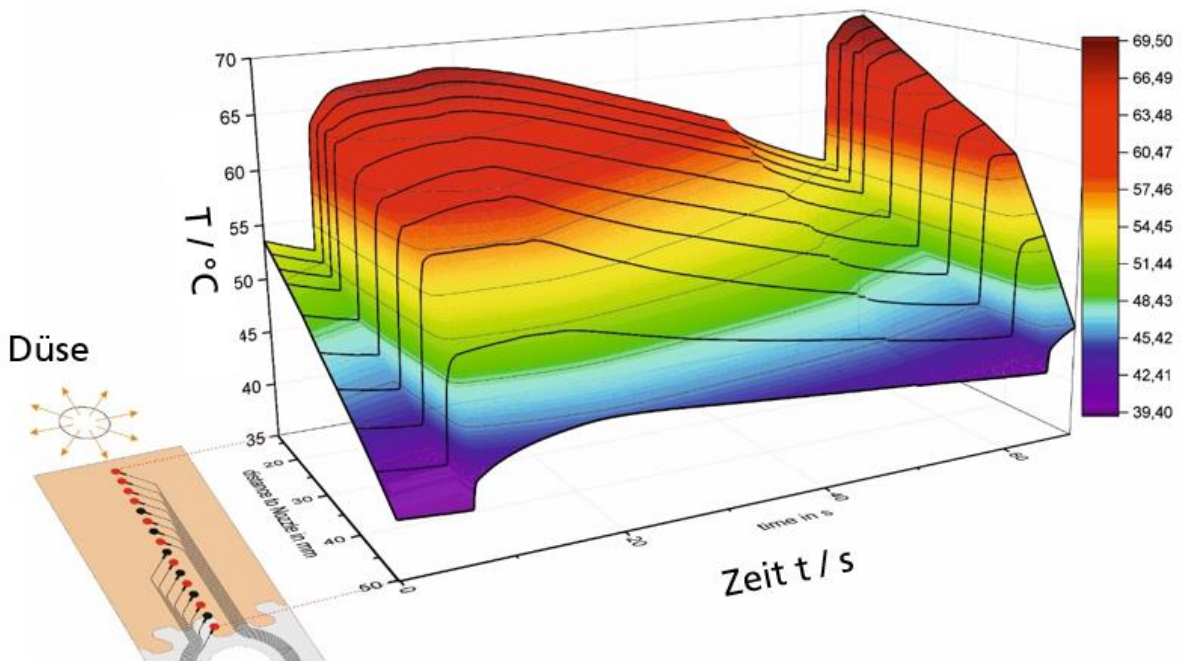
**Abb. 5:** Einbausituation des Sensormoduls mit 16 kreisförmigen Sensorstrukturen in das Spritzgusswerkzeug in nächster Nähe zur Düse.

In Abbildung 6 werden die Temperaturverläufe der einzelnen Sensorstrukturen während der ersten zwei Sekunden eines Spritzgussprozesses in Abhängigkeit von der Zeit dargestellt.



**Abb. 6:** Darstellung der gemessenen Temperaturverläufe der einzelnen Sensorstrukturen in Abhängigkeit von der Zeit.

Als erstes kommt die Sensorstruktur T1 in Kontakt mit der Schmelze, wodurch ein steiler Temperaturanstieg entsteht. Diese Reaktion zeigt auch die Struktur T2 nur 0,1 s danach. Aus den Kennlinienverläufen kann die hohe Dynamik der Messung erkannt werden und die damit verbundene hohe Auflösung in Bezug auf die Temperaturentwicklung in Abhängigkeit von der Zeit. Aus diesen Messungen kann folglich auch die Temperaturverteilung auf der Werkzeugoberfläche resultieren. In der nachfolgenden 3D-Darstellung sind daher die Messergebnisse in Abhängigkeit vom Abstand zu der Düse und in Abhängigkeit von der Zeit dargestellt.



**Abb. 7:** Darstellung der gemessenen Temperaturverläufe der einzelnen Sensorstrukturen in Abhängigkeit von der Zeit und dem Abstand zur Düse.

## 4 Zusammenfassung und Ausblick

Die Ergebnisse zeigen, dass in direktem Kontakt mit modifizierten Kunststoffschmelzen während des Spritzgussprozesses die Temperaturverteilung in Abhängigkeit von Ort und Zeit gemessen werden kann. Damit ist bereits innerhalb der ersten Sekunde eines Prozesses möglich zu entscheiden, ob ein Gutteil gefertigt wird, anhand der Temperatur und des Ausfüllgrades der Form. Dafür werden die Sensorstrukturen entsprechend in der Nähe zur Düse und in den Eckbereichen der Form angeordnet. Diese Sensormodule sind folglich ein sehr gutes Tool, um Prozesse zu optimieren und das Prozessverständnis zu verbessern. Bisher war die Verschleißbeständigkeit der multifunktionalen Schichtsysteme gut, da kein Schichtversagen nach mehreren 100 Zyklen mit unterschiedlichen Schmelzen eingetreten ist. Dies sollte für unterschiedliche Modifikationen von Kunststoffschmelzen und Spritzgussparametern weiter getestet werden.

## 5 Danksagung

Die Autoren möchten sich bei Dennie Herrmann und Jonas Stübing für die Fertigung der Beschichtungen bedanken. Ein großer Dank geht an Elke Bürger, für ihre Unterstützung in den Bereichen Schichtanalytik und Grafik.

## 6 Förderhinweis

"Das IGF-Vorhaben 163 EBG der Forschungsvereinigung Forschungsgesellschaft Kunststoffe e.V. - FGK, Haardtring 100, 64295 Darmstadt 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".

Gefördert durch:



aufgrund eines Beschlusses  
des Deutschen Bundestages

## 7 Literaturverzeichnis

- [1] BIEHL, S., MEYER-KORNBLUM, E., PAETSCH, N., BRÄUER, G.: Novel Sensor Modules for Efficient Manufacturing of Natural Fiber Reinforced Plastics. Manuscript ID: proceedings-402843; doi: 10.3390/proceedings2130918, <http://www.mdpi.com/2504-3900/2/13/918/pdf>, 2018
- [2] STARK, R., SELIGER, G., BONVOISIN, J.: Sustainable Manufacturing Challenges, Solutions and Implementation Perspectives. Springer Open, 2017
- [3] BEWILOGUA, K., BIALUCH, I., RUSKE, H., WEIGEL, K.: Preparation of a-C:H/a-C:H:Si:O and a-C:H/a-C:H:Si multilayer coatings by PACVD, Surface & Coatings Technology 206 (2011) 623–629

## Veröffentlichungshinweis

Die Entwicklungsergebnisse wurden in dem Tagungsband des 4Smarts-Symposiums 22.-23. Mai 2019, Darmstadt auf den Seiten 91-101 veröffentlicht.