

» Schnelle Prozesse – Mikrowellen in der Verfahrenstechnik «

Mikrowellen haben schon lange Einzug in unseren Alltag gefunden und erleichtern unauffällig unser Leben. Wir erwärmen schnell eine Tasse Kaffee, telefonieren mit unserem Mobiltelefon oder surfen mittels WiFi kabellos im Internet. All das wird erst durch Mikrowellen ermöglicht. Aber Mikrowellen können noch mehr und werden in vielen thermischen Prozessschritten industriell eingesetzt, ohne dass dies offensichtlich ist. Auch beim Beschichten von Kunststoffen können Mikrowellen in Zukunft eine entscheidende Rolle spielen.

Mikrowellen sind nichtionisierende elektromagnetische Wellen im Frequenzbereich von 300 MHz bis 300 GHz. Die Mikrowellenerwärmung basiert auf verlustbehafteten Polarisationsvorgängen in Materialien, welche durch Wechselwirkung des elektrischen Feldes mit freien oder gebundenen Ladungsträgern entstehen, respektive durch Wechselwirkung des magnetischen Feldes mit freien Ladungsträgern oder magnetischen Dipolen. Die Erwärmung durch Mikrowellen ist abhängig von der Mikrowellenfrequenz, der elektrischen und magnetischen Feldstärke, der elektrischen Permittivität oder magnetischen Permeabilität des Materials, der Dichte sowie der Wärmekapazität.

Werden Mikrowellen in einen Rezipienten eingestrahlt, in dem ein Vakuum herrscht, so ionisiert das elektrische Feld der Mikrowellen das sich im Rezipienten befindliche Gas und ein Plasma zündet. Plasmen eignen sich unter anderem hervorragend zur Veredelung von Oberflächen.

Mikrowellensysteme zur Erwärmung von Materialien oder zur Erzeugung von Plasmen bestehen aus bestimmten Komponenten und Modulen, die bei jeder Mikrowellenanlage zu finden sind. Ein typischer Aufbau besteht aus einem Magnetron, das die Mikrowellen erzeugt, einem Zirkulator, der Mikrowellen nur in eine Richtung transmittiert und damit als Weiche dient, einem Tuningelement und einem Einkoppelsystem, d.h. einem Ofen oder einer Antenne. Das Magnetron hat die größ-

te wirtschaftliche Bedeutung, da es die wirtschaftlichste Strahlungsquelle bei den gebräuchlichen Frequenzen von 2,45 GHz oder 915 MHz ist.

In diesem Artikel werden ausgewählte Beispiele vorgestellt, die den Nutzen und die vielfältigen Anwendungen der Mikrowellen in der Kunststoffverarbeitung aufzeigen.

Kunststoff erwärmung mit Mikrowellen

Kunststoffe werden fast immer mit Wärme und Druck verarbeitet. Die Erwärmung erfolgt üblicherweise über Kontaktheizung oder Infrarot-Strahlung. In beiden Fällen muss die Wärme jedoch von der Oberfläche ins Volumen diffundieren. Da Kunststoffe sehr schlechte Wärmeleiter sind, dauert es lange, bis die Wärme im Innern ankommt. Die schlechte Wärmeleitung ist auch dafür verantwortlich, dass eine Temperaturerhöhung des Heizelementes oder des IR-Strahlers eher zu einer thermischen Schädigung der Materialoberfläche führt und nicht zwangsläufig zu einer kürzeren Erwärmungszeit.

Mikrowellen erwärmen absorbierende Materialien unabhängig von deren Wärmeleitung. Dadurch ist es möglich, insbesondere schlecht Wärme leitende Materialien wie Polymere in kurzer Zeit zu erwärmen. Die Herausforderung der Mikrowellenerwärmung liegt darin das, das Gut reproduzierbar und homogen zu erwärmen. Nur durch die Anpassung des Mi-

krowellensystems an das Material gelingt es, eine ausreichende Homogenität und Reproduzierbarkeit des Prozesses zu erzielen.

Erwärmung von PET-Vorformlingen mit Mikrowellen

Die Herstellung von Kunststoffflaschen aus Polyethylenterephthalat (PET) findet in einem zweistufigen Prozess statt: dickwandige kleine Vorformlinge werden im Spritzgussverfahren hergestellt und zeitlich und räumlich getrennt davon beim Abfüller wieder erwärmt und durch Streckblasenformen in die Flaschenform gebracht. Die Wiedererwärmung der Vorformlinge findet meist mit Infrarot-Strahlern statt. Der Zeitaufwand dafür beträgt rund 30 Sekunden, da Materialschädigungen an der Oberfläche vermieden und der Wärmeleitung genügend Zeit eingeräumt werden muss. Mikrowellen mit ihrer hohen Eindringtiefe in das Material ermöglichen hier eine deutliche Beschleunigung des Erwärmungsvorganges.

Das Einkoppelsystem für die Mikrowellen muss der Tatsache Rechnung tragen, dass das PET zu den Kunststoffen zählt, die nur mäßig Mikrowellen absorbieren. Deshalb werden hier zum Beispiel zylinderförmige Kammern eingesetzt, die die Mikrowellen in ihrem Zentrum konzentrieren und somit ausreichend Feldstärke für eine rasche Erwärmung zur Verfügung stellen. **Abbildung 1** zeigt einen Aufbau mit 5 wassergekühlten industriellen Mikrowellenquellen, die einen Stapel von 5 flachen Kammern in der Mitte versorgen. Der Vorformling wird je nach Größe zum Beispiel für ca. 2,5 Sekunden

» Schnelle Prozesse – Mikrowellen in der Verfahrenstechnik «

Mikrowellen haben schon lange Einzug in unseren Alltag gefunden und erleichtern unauffällig unser Leben. Wir erwärmen schnell eine Tasse Kaffee, telefonieren mit unserem Mobiltelefon oder surfen mittels WiFi kabellos im Internet. All das wird erst durch Mikrowellen ermöglicht. Aber Mikrowellen können noch mehr und werden in vielen thermischen Prozessschritten industriell eingesetzt, ohne dass dies offensichtlich ist. Auch beim Beschichten von Kunststoffen können Mikrowellen in Zukunft eine entscheidende Rolle spielen.

Mikrowellen sind nichtionisierende elektromagnetische Wellen im Frequenzbereich von 300 MHz bis 300 GHz. Die Mikrowellenerwärmung basiert auf verlustbehafteten Polarisationsvorgängen in Materialien, welche durch Wechselwirkung des elektrischen Feldes mit freien oder gebundenen Ladungsträgern entstehen, respektive durch Wechselwirkung des magnetischen Feldes mit freien Ladungsträgern oder magnetischen Dipolen. Die Erwärmung durch Mikrowellen ist abhängig von der Mikrowellenfrequenz, der elektrischen und magnetischen Feldstärke, der elektrischen Permittivität oder magnetischen Permeabilität des Materials, der Dichte sowie der Wärmekapazität.

Werden Mikrowellen in einen Rezipienten eingestrahlt, in dem ein Vakuum herrscht, so ionisiert das elektrische Feld der Mikrowellen das sich im Rezipienten befindliche Gas und ein Plasma zündet. Plasmen eignen sich unter anderem hervorragend zur Veredelung von Oberflächen.

Mikrowellensysteme zur Erwärmung von Materialien oder zur Erzeugung von Plasmen bestehen aus bestimmten Komponenten und Modulen, die bei jeder Mikrowellenanlage zu finden sind. Ein typischer Aufbau besteht aus einem Magnetron, das die Mikrowellen erzeugt, einem Zirkulator, der Mikrowellen nur in eine Richtung transmittiert und damit als Weiche dient, einem Tuningelement und einem Einkoppelsystem, d.h. einem Ofen oder einer Antenne. Das Magnetron hat die größ-

te wirtschaftliche Bedeutung, da es die wirtschaftlichste Strahlungsquelle bei den gebräuchlichen Frequenzen von 2,45 GHz oder 915 MHz ist.

In diesem Artikel werden ausgewählte Beispiele vorgestellt, die den Nutzen und die vielfältigen Anwendungen der Mikrowellen in der Kunststoffverarbeitung aufzeigen.

Kunststofferwärmung mit Mikrowellen

Kunststoffe werden fast immer mit Wärme und Druck verarbeitet. Die Erwärmung erfolgt üblicherweise über Kontaktheizung oder Infrarot-Strahlung. In beiden Fällen muss die Wärme jedoch von der Oberfläche ins Volumen diffundieren. Da Kunststoffe sehr schlechte Wärmeleiter sind, dauert es lange, bis die Wärme im Innern ankommt. Die schlechte Wärmeleitung ist auch dafür verantwortlich, dass eine Temperaturerhöhung des Heizelementes oder des IR-Strahlers eher zu einer thermischen Schädigung der Materialoberfläche führt und nicht zwangsläufig zu einer kürzeren Erwärmungszeit.

Mikrowellen erwärmen absorbierende Materialien unabhängig von deren Wärmeleitung. Dadurch ist es möglich, insbesondere schlecht Wärme leitende Materialien wie Polymere in kurzer Zeit zu erwärmen. Die Herausforderung der Mikrowellenerwärmung liegt darin das, das Gut reproduzierbar und homogen zu erwärmen. Nur durch die Anpassung des Mi-

krowellensystems an das Material gelingt es, eine ausreichende Homogenität und Reproduzierbarkeit des Prozesses zu erzielen.

Erwärmung von PET-Vorformlingen mit Mikrowellen

Die Herstellung von Kunststoffflaschen aus Polyethylenterephthalat (PET) findet in einem zweistufigen Prozess statt: dickwandige kleine Vorformlinge werden im Spritzgussverfahren hergestellt und zeitlich und räumlich getrennt davon beim Abfüller wieder erwärmt und durch Streckblasenformen in die Flaschenform gebracht. Die Wiedererwärmung der Vorformlinge findet meist mit Infrarot-Strahlern statt. Der Zeitaufwand dafür beträgt rund 30 Sekunden, da Materialschädigungen an der Oberfläche vermieden und der Wärmeleitung genügend Zeit eingeräumt werden muss. Mikrowellen mit ihrer hohen Eindringtiefe in das Material ermöglichen hier eine deutliche Beschleunigung des Erwärmungsvorganges.

Das Einkoppelsystem für die Mikrowellen muss der Tatsache Rechnung tragen, dass das PET zu den Kunststoffen zählt, die nur mäßig Mikrowellen absorbieren. Deshalb werden hier zum Beispiel zylinderröhrige Kammern eingesetzt, die die Mikrowellen in ihrem Zentrum konzentrieren und somit ausreichend Feldstärke für eine rasche Erwärmung zur Verfügung stellen. **Abbildung 1** zeigt einen Aufbau mit 5 wassergekühlten industriellen Mikrowellenquellen, die einen Stapel von 5 flachen Kammern in der Mitte versorgen. Der Vorformling wird je nach Größe zum Beispiel für ca. 2,5 Sekunden

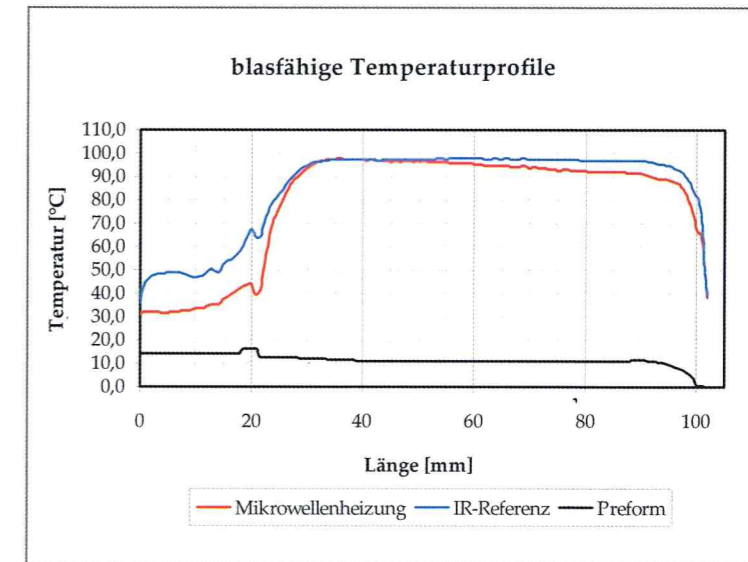
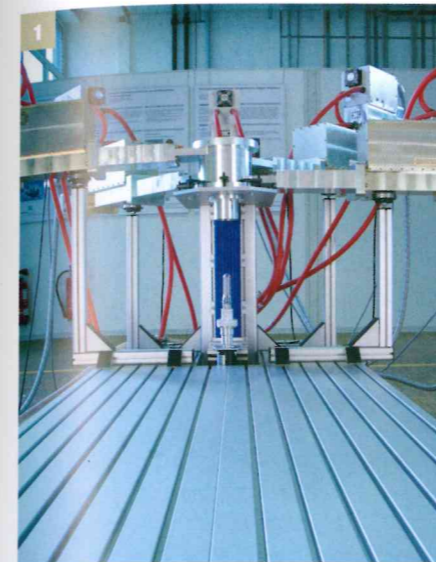


Abb. 1: Aufbau zur Vorwärmung von PET-Preforms und daneben Vergleich der axialen Temperaturprofile hinsichtlich der schärferen Profilierbarkeit.

darin erwärmt. Die Erwärmungszeit je Vorformling kann also um über 90 % reduziert werden. Durch Anpassung der Prozessparameter lassen sich auch Vorformlinge verschiedener Größe, Feuchte und Pigmentierung problemlos erwärmen. Weitere Verfahrenstechnische Vorteile ergeben sich durch die schärfere Profilierbarkeit des Wärmeeintrags im Gegensatz zum Infrarot-Verfahren. So kann etwa die thermische Belastung des Gewindes deutlich reduziert werden (**Abb. 1**).

Beschleunigte Aushärtung von Klebstoffen

In der Fertigung, beispielsweise von Automobilen, werden unterschiedliche Materialien eingesetzt, wodurch den Fügetechnologien eine Schlüsselfunktion zukommt. Eine stoffschlüssige Verbindung der Materialien ist oftmals unmöglich, so dass mechanische oder adhäsive Fügetechniken eingesetzt werden müssen. Die geforderten Zykluszeiten sind jedoch so kurz, dass ein Einsatz von Klebstoffen ohne zusätzliche mechanische Fixierungen nicht möglich ist. Durch die zusätzliche Fixierung mit Hilfe von Schrauben werden aber entscheidende Vorteile der Klebetechniken, wie Ausgleich von Toleranzen, Design- und Montagefreiheit nicht genutzt. Wünschenswert wäre eine Aushärtung oder wenigstens eine Handhabungsfestigkeit des Klebstoffes in so kurzer Zeit zu erzielen, dass der Klebeprozess in den Fertigungstakt integrierbar ist. Dies kann durch Mikrowellen realisiert werden, in dem man Mikrowellen lokal an der Kleberaupe einstrahlt, dort die

Temperatur erhöht und damit die Aushärtezeit reduziert.

In einem Anwendungsbeispiel sollten zwei mit Kohlenstofffasern verstärkte Bauteile mit einem Polyurethanklebstoff verbunden werden. Nachdem der Klebstoff aufgetragen war und die Bauteile gefügt, wurden mit einem Strahler für 15 s Mikrowellen direkt in die Kleberaupe eingestrahlt, wodurch sich der Klebstoff lokal auf 96°C erwärmt (**Abb. 2**). Nach weiteren etwa 30 s, in denen der Klebstoff chemisch vernetzt, wurde eine ausreichende Handhabungsfestigkeit erzielt. Die gesamte Zykluszeit beträgt demnach weniger als 60 s, so dass der Klebeprozess in den Fertigungszyklus integriert werden kann. Fixierungshilfsmittel wie Schrauben sind unnötig geworden. Austretende Leckstrahlung wird durch lokale Abschirmung direkt am Strahler verhindert.

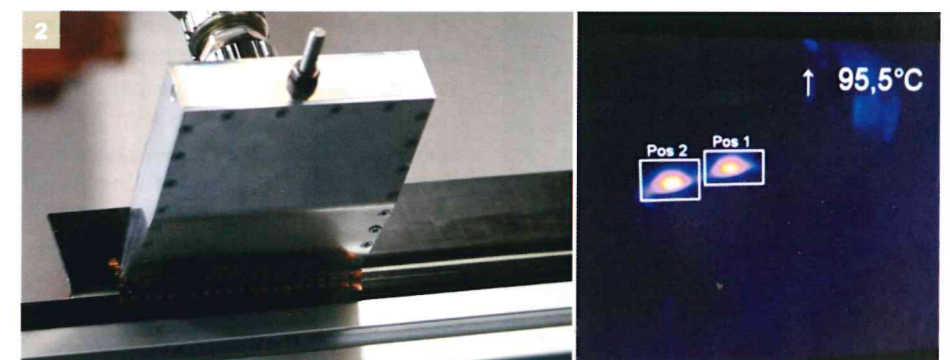
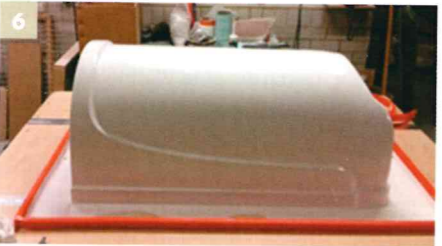


Abb. 2: Strahler direkt an der Kleberaupe und Temperaturentwicklung nach der Bestrahlung

Beschleunigte Aushärtung von duromeren Faserverbundwerkstoffen

Verbundwerkstoffe zeichnen sich aus aufgrund ihres geringen Gewichts, ihren hohen spezifischen Eigenschaften sowie die Möglichkeit die Eigenschaften der Verbundbauteile Maß zu schneiden. Deshalb finden sie Einsatz in unterschiedlichen Branchen wie der Windenergie, dem Apparatebau, in der Automobil- und Luftfahrtindustrie. Bauteile kleiner bis mittlerer Größe, insbesondere bei großen Stückzahlen, werden meist in Metallformen hergestellt. Durch die gute Wärmeleitung des Metalls können kurze Aushärtezeiten erzielt werden, da die Aufheizzeiten für Werkzeug und Bauteil kurz sind. Für sehr große Bauteile oder kleine Serien weicht man oftmals auf kostengünstigere Kunststoffformen aus, die schlecht Wärme leiten, z.B. beim low pressure RTM oder Vacuum Assisted Infusion. Die Aufheizung des Werkzeugs und des Bau-



teils durch Konvektion oder Wärmeleitung dauert lange und ist der größte Teil am RTM-Zyklus. Auch muss die gesamte Masse des Werkzeugs erwärmt werden, was viel Energie kostet.

Für diese beiden Verfahren können Mikrowellenstrahlersysteme verwendet werden, die Aufheizzeiten, und damit die Zykluszeiten, zu reduzieren. Mikrowellenstrahlersysteme bestehen aus Antennen, die Mikrowellen kontrolliert auf eine bestimmte Zone des Bauteils bzw. Materials abstrahlen und diese dort erwärmen. Durch geschickte Formwahl und Anordnung der Antennen des Strahlersystems kann eine homogene Erwärmung erreicht werden.

Beim Vakuuminfusionsverfahren findet die Aushärtung im unbeheizten Werkzeug statt. Das Harz ist aber so inhibiert, dass eine lange Verarbeitungszeit möglich ist, damit ist aber auch eine lange Aushärtezeit verbunden. Zur Verbesserung der Wirtschaftlichkeit der Verfahren müsste dieser Verfahrensschritt verkürzt werden. In **Abbildung 3** ist ein Mikrowellenstrahlersystem dargestellt, um die Aushärtezeiten zu verkürzen. Das System besteht aus zylindrischen Strahlern, die zu einem Linienstrahler kombiniert wurden. Dieser Linienstrahler wurde auf einen Roboter montiert, um damit ein flächiges auch dreidimensionales Bauteil zu erwärmen. Nach der Infusion des Harzes in offene Form, wird das Harz direkt mit Mikrowellen bestrahlt und damit beschleunigt ausgehärtet (**Abb. 3**). Die Aushärtezeit reduziert sich abhängig von den Harzeigenschaften um bis zu 70% gegenüber konventioneller Aushärtung.

Das linienförmige Strahlersystem wurde für den Einsatz im RTM-Verfahren zu einem flächigen System erweitert (**Abb. 5**). Das mikrowellentransparente RTM-Werkzeug (**Abb. 6**) wird über dem flächigen System positioniert und mit Mikrowellen bestrahlt. Die Mikrowellen

Abb. 3: Aufbau des linienförmigen Mikrowellenstrahlersystems

Abb. 4: GFK-Bauteil (Polyester), ausgehärtet mit Mikrowellen (Länge 2 m, Breite 0,7 m)

Abb. 5: Aufbau des flächigen Mikrowellenstrahlersystems

Abb. 6: Mikrowellentransparentes RTM-Werkzeug

Abb. 7: Polyester-Bauteil, hergestellt im RTM-Verfahren mit Mikrowellen ausgehärtet

durchdringen das Kunststoffwerkzeug ungehindert und erwärmen homogen das Harz.

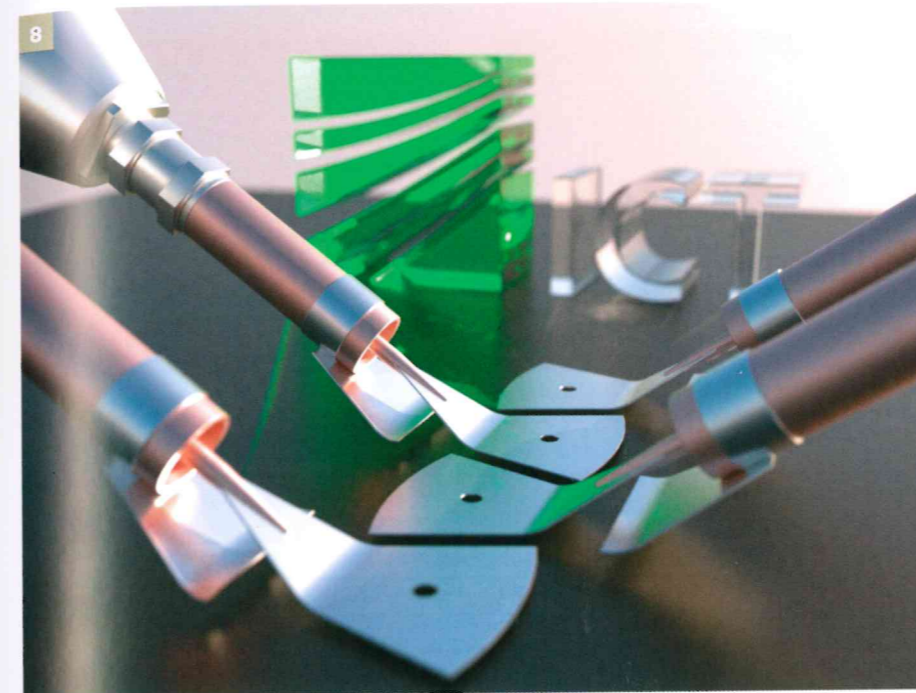
Mit diesem Verfahren wurden Bauteile aus Vinylesterharz und Epoxidharz hergestellt (**Abb. 7**). Die Aushärtezeit verkürzt sich durch Mikrowellen drastisch bei Vinylesterharz um etwa 86% und bei Epoxidharz um etwa 90% bei vergleichbaren Eigenschaften des ausgehärteten Kunststoffs.

Schweißen von Kohlenstofffaser verstärkten thermoplastischen Verbundwerkstoffen

Thermoplastische Verbundwerkstoffe zeichnen sich gegenüber duroplastischen dadurch aus, dass die Matrix durch Wärme wieder aufgeschmolzen werden kann. Deshalb können thermoplastische Verbundwerkstoffe stoffschlüssig verbunden werden. Für die stoffschlüssige Verbindung stehen prinzipiell alle Schweißverfahren für Kunststoffe zur Verfügung. Die Schweißverfahren unterscheiden sich nach der Methode der Wärmebringung in die Fügezone. Es gibt thermische Verfahren, bei denen Wärme durch Wärmeleitung, Wärmeleitung oder Wärmestrahlung in die Fügezone eingebracht wird und Verfahren, bei denen die Wärme direkt in der Fügezone erzeugt wird. Zur direkten Erzeugung der Wärme in der Fügezone kann mechanische Energie oder elektromagnetische Energie Verwendung finden. Das Schweißen mittels Mikrowellen ist ein direktes Verfahren, bei dem elektromagnetische Energie direkt in die Fügezone eingebracht wird. Das Aufschmelzen der Fügezone erfolgt durch die dielektrische Erwärmung. Das Mikrowellenschweißen ist ein Verfahren, das sich in der Entwicklung befindet und sein Potenzial noch zeigen muss.

Bei Kohlenstofffaser verstärkten thermoplastischen Verbundwerkstoffen erschwert der geringe Matrixgehalt an der Oberfläche eine gute Verbindung. Zudem schädigt z.B. die Relativbewegung beim Vibrations-schweißen die oberflächennahen Verstärkungsfasern. Hochfrequenzschweißen ist vollständig ungeeignet zum Erwärmen von Kohlenstofffaser verstärktem Verbundwerkstoff.

Kohlenstofffaser verstärkte Verbundwerkstoffe sind elektrisch leitfähig, reflektieren prinzipiell elektromagnetische Wellen und erwärmen sich deshalb eigentlich nicht in Wellenfeldern. Gelingt es jedoch, die magnetische



Feldkomponente der Mikrowellen mit einer Antennenstruktur so zu applizieren, dass diese in den Verbundwerkstoff eindringt, dann wird in den Kohlenstofffasern ein Wirbelstrom induziert, der zur Erwärmung führt. Die hohe Frequenz der Mikrowellen ermöglicht dann ein schnelles Erwärmen der Fügezone.

Vier Mikrowellenantennen, welche die magnetische Feldkomponente zur Verfügung stellen, sind in **Abbildung 8** linienförmig angeordnet. Die einzelne Antenne besteht aus einer koaxialen Zuführung, deren Innenleiter sich zu einem Kreissegment weitet. Unterhalb dieses Kreissegments wird der Kohlenstofffaser verstärkte Verbundwerkstoff lokal erwärmt. **Abbildung 9** zeigt das Erwärmungsbild dieser Antennenanordnung.

Diese Technik wurde eingesetzt, um im EU-geförderten Projekt Clean Sky 1 eine lokale Verstärkung auf einen Stringer zu schweißen. Beide Bauteile bestanden aus Kohlenstofffaser verstärktem Polyetheretherketon (PEEK), dessen notwendige Schweißtemperatur etwa 400°C beträgt. **Abbildung 11** zeigt den Stringer und die lokale Verstärkung, noch nicht geschweißt. Die lokale Verstärkung wird auf den Stringer gelegt und fixiert. Eine Mikrowellenantenne wird darüber positioniert und die lokale Verstärkung aufgeschweißt (**Abb. 10**). Die lokale Verstärkung ist fehlerfrei aufge-

schweißt, ohne Lunker, Abzeichnung und Materialschädigung (**Abb. 12**).

Plasmatechnologie

Plasma wird oftmals vereinfacht als vierter Aggregatzustand bezeichnet. Führt man einem Feststoff kontinuierlich Energie zu, so wandelt er sich beim Erreichen der Schmelztemperatur zu einer Flüssigkeit und beim Erreichen der Siedetemperatur in ein Gas. Ist schließlich die Ionisierungsenergie der Gaspartikel erreicht, wird aus dem Gas ein Plasma. Plasma besteht somit aus einem Gas oder einer Gasmischung mit einer Vielzahl von neutralen und geladenen Teilchen in unterschiedlichen Anregungszuständen. Die Lebensdauer der geladenen Teilchen im Plasma hängt von der Zahl der Stöße untereinander ab. Deshalb sind für viele Plasmaprozesse Niederdruckbedingungen zur Verringerung der Stoßfrequenz vorteilhaft. Auch herrschen im Niederdruck meist sehr reproduzierbare Bedingungen, welche die Abscheidung qualitativ hochwertiger Schichten erst ermöglichen. Werden Mikrowellen als Energiequelle verwendet, erzeugt man Plasmen mit sehr geringer Ionen- und hoher Elektronenenergie. Solche Plasmen sind kalt und haben eine hohe Reaktivität, was eine hohe Beschichtungsrate von bis zu 20 µm/min ohne Oberflächenschädigung ermöglicht. Somit eignen

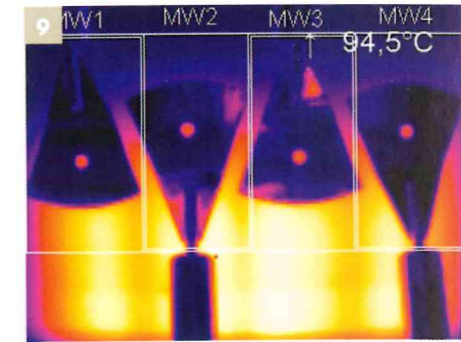


Abb. 8: Linienförmig angeordnete Mikrowellenantennen für CFK-Bauteile

Abb. 9: Erwärmungsbild der linienförmig angeordneten Mikrowellenantennen

Abb. 10: Stringer und lokale Verstärkung, noch nicht geschweißt

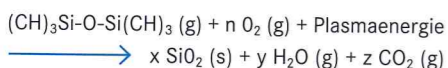
Abb. 11: Versuchsaufbau zum Schweißen der lokalen Verstärkung auf den Stringer

Abb. 12: Stringer mit aufgeschweißter lokaler Verstärkung

sich diese Plasmen hervorragend zur Veredelung von Kunststoffoberflächen.

Plasmanlagen bestehen im Wesentlichen aus einem evakuierten Rezipienten, einer Vakuumpumpe und einem Gaszufluss. Durch die Vakuumpumpe und den Gaszufluss werden der erforderliche Arbeitsdruck und die Gaszusammensetzung eingestellt. Das Plasma wird durch Mikrowellen gezündet und aufrechterhalten. Durch eine koaxiale Führung der Mikrowellen, vergleichbar mit einem Antennenkabel, können lineare Plasmaquellen von mehreren Metern aufgebaut werden, die eine homogene Plasmadichte über ihre gesamte Länge garantieren. Werden mehrere Quellen parallel angeordnet, so erhält man flächige Quellen, die ein homogenes Plasma erzeugen (Abb. 13).

Beim PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition) werden komplexe Moleküle (Prekursoren) z. B. durch Verdampfen gasförmig und Arbeitsgase z. B. Sauerstoff in die Plasmakammer eingebracht. Die Moleküle und Gase werden durch das Plasma angeregt und scheiden sich chemisch reagierend auf einer Substratoberfläche ab. Dadurch entstehen dort chemisch angebundene Gruppen, die weitere chemisch reaktive Moleküle und Gase einbinden und polymerisieren. Die Vielfalt möglicher Schichten soll am Beispiel des Prekursors Hexamethyldisiloxan (HMDSO) und Sauerstoff aufgezeigt werden.



Aus dem Prekursor HMDSO und dem Arbeitsgas Sauerstoff scheidet sich unter Plasma-

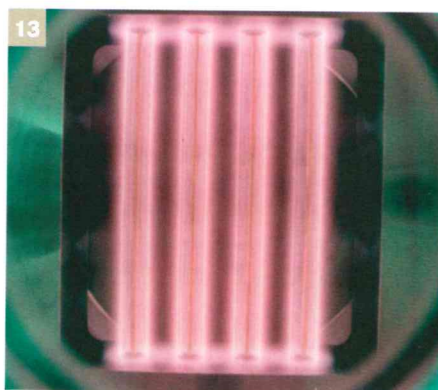


Abb. 13: Flächiges Plasmaarray mit brennendem Plasma

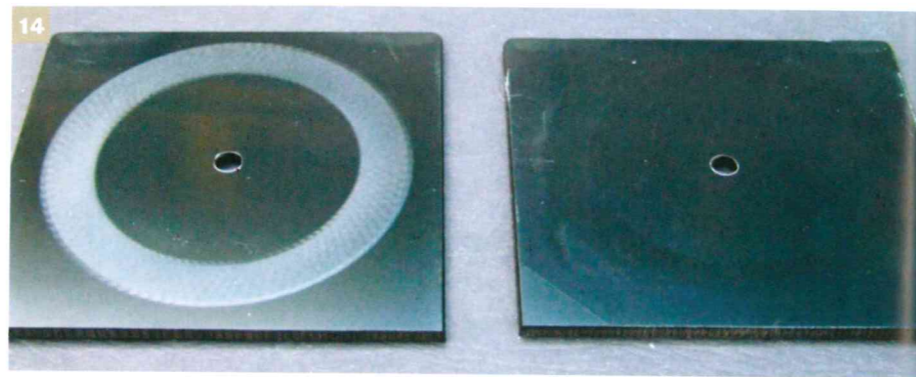


Abb. 14: Nicht beschichtete und beschichtete PC-Probe nach Taber-Abraser-Test

Prüfung	Prüfart		Aluminium Dural	Kupfer	Stahl SS430
Haftung	Klebeband	Gitterschnitt	i.O.	i.O.	i.O.
Klima	SST ohne Ritz, Schärfegrad 1		672 h		
	Hitze 450°C, 12 h			i.O.	
	CASS mit Ritz				480 h
Härte/ Abrieb	Stahlwolle 100 Hübe		i.O.	i.O.	i.O.

Tab. 1: Testergebnisse für Metallbeschichtungen

einwirkung auf der Substratoberfläche eine transparente Glasschicht ab. Wird nur der Prekursor HMDSO einem Plasma ausgesetzt, so polymerisieren die erzeugten Monomere auf dem Substrat zu einer silikonartigen Schicht. Eine Glasschicht oder silikonartige Polymerschicht kann während des laufenden Prozesses durch Variation der Gaszusammensetzung kontinuierlich abgeschieden werden. Durch diese flexible Prozessgestaltung können Schichten mit sehr unterschiedlichen Eigenschaften z.B. hart/weich, hydrophil/hydrophob zu komplexen Schichtsystemen abgeschieden werden. Solche Schichtsysteme sind notwendig, um die Adhäsion zu steigern und unterschiedliche Eigenschaften zwischen Polymersubstrat und Glasschicht anzupassen z. B. thermische Ausdehnungskoeffizienten.

Kratzschuttschichten auf Polycarbonat

Polycarbonat (PC) ist unter anderem aufgrund seiner hervorragenden Transparenz oftmals der Kunststoff der Wahl für optische Anwendungen. Jedoch ist PC ein relativ weicher Kunststoff, dessen Oberfläche leicht durch Kratzer beschädigt wird. Eine Alternative zur Lackierung mit Siloxan-Hartlacken ist das PECVD-Verfahren von transparenten, harten, quarzähnlichen Schichten

Die auf PC abgeschiedenen Schichten sind sehr transparent (>88% Transmission und ca. 0,5% Streulicht) und haften sehr gut. Sie überstehen einen Temperaturwechseltest in Eis- und kochendem Wasser. Der Kratzschutz wurde mit dem standardisierten Taber-Abraser-Test (DIN 52347, 53754) geprüft. Dabei änderte sich der Glanz nach 1000 Umdrehungen (Reibrad CS10F) nur um weniger als 5% (Abb. 14). Die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens hängt im Wesentlichen von der Beschichtungszeit und damit der Beschichtungsrate ab. Eine hohe Rate von mehr als 5 µm/min ist mit einem Mikrowellenplasma leicht zu realisieren. Für eine gute Kratzschutzwirkung auf PC sind Schichtstärken von 3-5 µm ausreichend, so dass die Beschichtungszeit weniger als 1 min beträgt.

Korrosionsschutz

Die Kratzschuttschicht kann auch auf Metalle als Korrosions- oder Anlaufsicht aufgebracht werden. Dabei reicht meist eine Schichtdicke von 1 µm aus. Damit eine sehr gute Haftung zum Metall auch bei hohen Temperaturen von bis zu 500°C gewährleistet ist, muss die Oberfläche vor der Beschichtung einer speziellen Plasmabehandlung unterzogen werden. Verschiedenste Metallsubstrate wurden mit der Schicht versehen und getestet. In Tabelle 1



Abb. 15: Beschichtetes und danach gebogenes Aluminiumblech (Biegeradius 15 mm)

sind wesentliche Testergebnisse für Aluminium, Kupfer und Stahl gelistet. Der Korrosionsschutz der Schichten übertrifft die meisten Standards für den Einsatz in vielen Anwendungen.

Werden dünne Metallbleche z.B. Aluminium mit dem Korrosionsschutz beschichtet, so können die beschichteten Bleche gebogen werden, ohne dass die Schicht ihre schützende Wirkung verliert. Abbildung 15 zeigt ein dünnes Aluminiumblech der Dicke 0,5 mm, das bis auf den Ausschnitt beschichtet wurde und dann gebogen. Das Blech wurde einem Säurebad (10% HCl) ausgesetzt. Die nicht beschichtete Stelle des Blechs korrodiert sehr stark, während der geschützte Rest trotz der mechanischen Belastung durch das Biegen nicht angegriffen wurde, das bedeutet, dass Flachmaterial nach der Beschichtung noch in Form gebracht werden kann, ohne dass die Korrosionsschutzschicht ihre Wirkung verliert.

Der Korrosionsschutz von Metallen spielt bei Multi-Material-Bauteilen, sogenannten Hybrid-

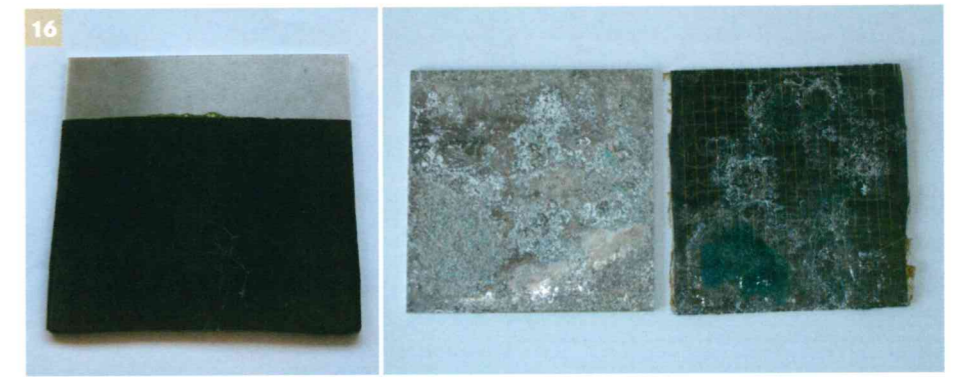


Abb. 16: Alu-CFK-Probe beschichtet (links) und nicht beschichtet (rechts) nach SST

bauteilen, eine entscheidende Rolle. Insbesondere führt die Kombination von leichten, hoch-festen Aluminiumlegierungen mit Kohlenstofffaser verstärkten Kompositen (CFK) in kurzer Zeit zu einer Kontaktkorrosion und damit zum Bauteilversagen. Auf plasmabeschichtete und nicht beschichtete Aluminiumbleche wurde direkt ein CFK aufgebracht und einem Salz-Sprüh-Nebeltest mit einem Schärfegrad 1 ausgesetzt. Dabei wurden vier Zyklen durchgeführt. Ein Zyklus besteht aus zwei Stunden Versprühen von 5 % NaCl mit einem pH-Wert von 6,5 bis 7,2 bei einer Temperatur von 35 °C. Anschließend wurden die Proben 166 Stunden bei einem Klima (T = 40 °C und 93 % Feuchte) gelagert. Insgesamt dauerte die Lagerung der Proben vier Wochen.

Die Ergebnisse sind in Abbildung 16 dargestellt. Es ist deutlich zu erkennen, dass die glasartige Schicht das Aluminium sehr gut gegen Korrosion schützt. Das Kohlenstofffaser verstärkte Komposit haftet nach vier Wochen bzw. 28 Tagen immer noch sehr gut auf dem

beschichteten Aluminium (Abb. 16), während unbeschichtetes Aluminium nach wenigen Tagen korrodiert und der Haftverbund aufgelöst ist. Eine direkte Verbindung zwischen Metall und CFK ist damit möglich.

Nano-poröse Haftschicht

Durch Variation der Plasmaparameter (Arbeitsdruck, Mikrowellenleistung, Gasfluss etc.) kann die glasartige Schicht auch porös abgeschieden werden. Die poröse Struktur bildet sich unabhängig des Substratmaterials aus und haftet sehr gut auf Metall-, Glas-, Keramik- und sehr vielen polymeren Oberflächen. Abbildung 17 zeigt eine Raster-Elektronen-Aufnahme der porösen Schicht. Die poröse Schicht wächst säulenförmig, wobei einzelne Säulen einen Abstand im Nanometerbereich haben. Die einzelnen Säulen sind ebenfalls porös aufgebaut.

Bringt man nun ein flüssiges Polymer z.B. geschmolzenes Thermoplast oder Harz auf die Oberfläche, so dringt das flüssige Polymer in die Poren ein, erstarrt und verhakt sich. Das Verhaken des Polymers in der porösen Struktur erhöht drastisch die Adhäsionskräfte der Verbindung. Eine Glasprobe wurde mit einer nano-porösen Haftschicht versehen und anschließend mit flüssigen Polypropylen infiltriert. Ein anschließender Zugversuch zeigt, dass das Polypropylen kohäsiv bricht (Abb.18).

Diese nano-poröse Schicht eignet sich auch hervorragend zur Verbindung von Kunststoff-Metallbauteilen. In einer weiteren Studie wurde die Adhäsionswirkung der nano-porösen Schicht mit verschiedenen Methoden der Oberflächenbehandlung verglichen. Dazu wurden rotationssymmetrische Stahl-Prüfkörper mit unterschiedlichen Oberflächenvorbehand-

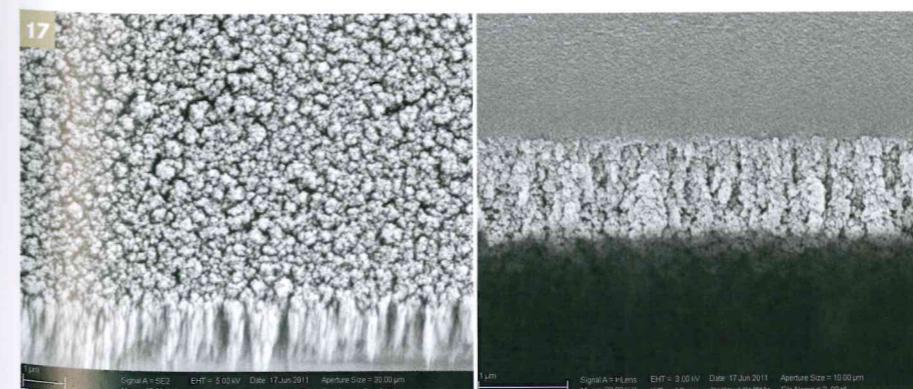


Abb. 17: REM-Aufnahme der Bruchkante von Substrat mit nano-poröser Schicht

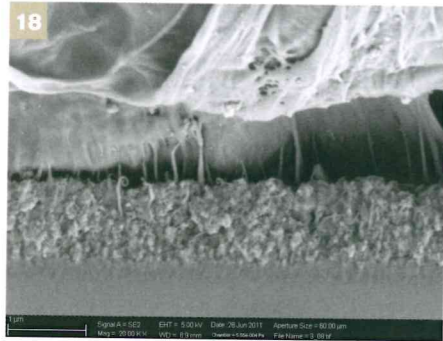


Abb. 18: REM-Aufnahme der Bruchkante von Glassubstrat, nano-poröse Schicht nach Auszug des aufgetragenen PP

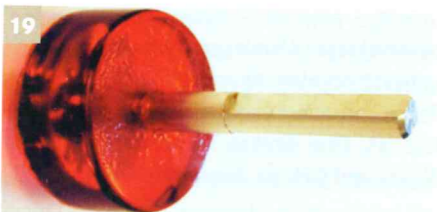


Abb. 19: Prüfkörper Stahlbolzen eingebettet in Epoxidharz

lungen in Kunststoff (Epoxidharz) eingebettet (Abb. 19) und anschließend im Zugversuch ausgezogen (Pull-Out-Versuch). Der Stahlbolzen hat einen Durchmesser von 10 mm und die eingebettete Länge beträgt 20 mm.

In **Abbildung 20** sind die maximalen Scherfestigkeiten für unterschiedliche Oberflächenmodifikationen dargestellt. Die Ergebnisse weisen große Unterschiede der Scherfestigkeit in Abhängigkeit der eingesetzten Oberflächenbehandlung auf. Die maximale Scherfestigkeit von etwa 15 MPa kann durch Kreuzrändeln der Oberfläche erzielt werden, gefolgt von der nano-porösen Schicht mit etwa 14 MPa. Kreuzrändeln ist auf geometrisch einfache Oberflächen beschränkt, das Aufbringen der nano-porösen Schicht nicht. Alle anderen Oberflächenbehandlungen liefern deutlich geringere Scherfestigkeiten.

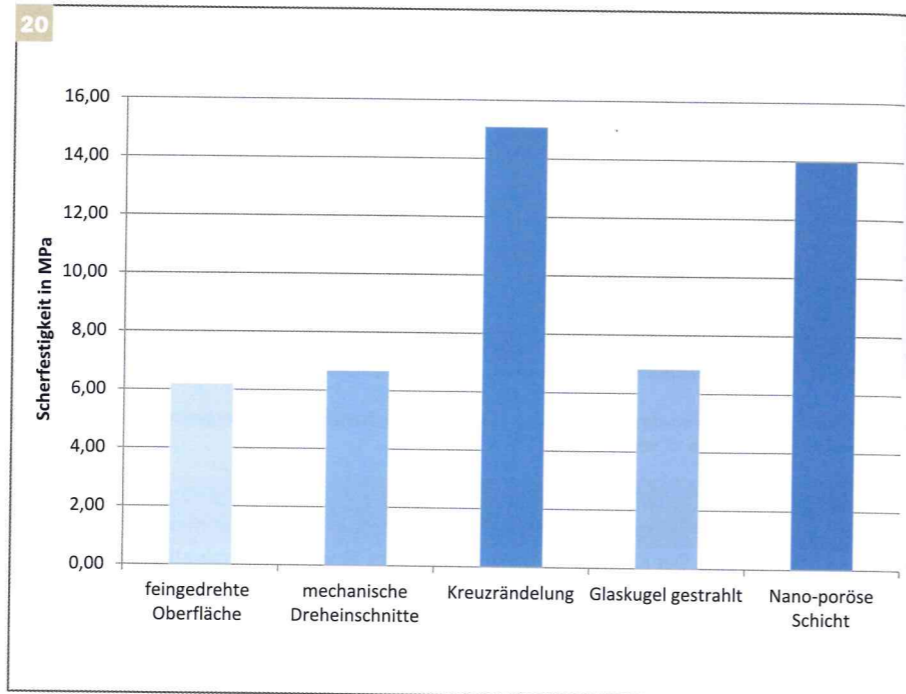


Abb. 20: Maximale Scherfestigkeit der Pull-out Versuche

Zusammenfassung

Mikrowellen können in vielen Anwendungen thermische Prozesse drastisch beschleunigen. Entscheidend hierbei ist, dass das Mikrowellensystem auf die Anwendung und Material angepasst wird. Geschieht keine Anpassung, kann das enorme Einsparpotenzial nicht komplett ausgeschöpft, oder eine homogene und reproduzierbare Erwärmung kann nicht erzielt werden.

Glasartige Schichten, aufgebracht mit dem Mikrowellen generierten PECVD-Prozess, veredeln Oberflächen und verändern deren Eigenschaften. Mit diesen Plasmen lassen sich sehr hohe Beschichtungsraten und damit kurze Beschichtungszeiten von weniger als 1 min realisieren. Da die Wirtschaftlichkeit im Wesentlichen von der Beschichtungszeit

abhängt, bieten diese Verfahren eine wirtschaftliche und umweltfreundliche Alternative zu herkömmlichen Beschichtungsverfahren. Neuartige Haftschichten erlauben die direkte Verbindung von Kunststoffen mit Metallen oder Keramiken mit hohen Festigkeiten.

Autoren: Rudolf Emmerich und Peter Elsner

KONTAKT

Fraunhofer Institut Chemische Technologie
 Ansprechpartner:
 Dr. Rudolf Emmerich
 Joseph-von-Fraunhofer-Straße 7
 76327 Pfinztal
 Tel.: +49 (0)721 4640 460
 rudolf.emmerich@ict.fraunhofer.de
 www.ict.fraunhofer.de

DESMA

“get connected”
 We provide
 internet of things!

REMOTE SUPPORT
 LIVE DATA MONITORING
 DESMA 4.0
 BUSINESS INTELLIGENCE
 PRODUCTION TUNING
 PREDICTIVE MAINTENANCE
 INTERNET OF THINGS

Weitere infos:
www.desma-roadshow.biz

SMART CONNECT 4.0[®]