

VDI-Technologiezentrum  
Physikalische Technologien  
Graf-Recke-Straße 84  
  
40239 Düsseldorf

**NAME**  
Dr. Sven Vetter  
**DATUM**  
16. Mai 2003  
**TELEFON**  
0421 538 5468  
**TELEFAX**  
0421 538 3081  
**E-MAIL**  
sven.vetter@airbus.dasa.de  
**UNSER ZEICHEN**  
RP0303530  
**IHRE ZEICHEN**

**Schlussbericht** des Verbundprojektes: Erforschung neuer homogener atmosphärischer Plasmen und ausgewählter Anwendungen.

## 1. AUFGABENSTELLUNG

Ziel des Vorhabens „Erforschung neuer homogener atmosphärischer Plasmen und ausgewählter Anwendungen“ ist die Erarbeitung und Bewertung innovativer homogener und „quasi homogener“ Barrierenentladungen bei Atmosphärendruck bezüglich ihrer technischen, ökonomischen und ökologischen Brauchbarkeit im industriellen Einsatz.

Im Vordergrund des Interesses stehen Prüfungen an luftfahrtrelevanten Werkstoffen, in wie weit atmosphärische Plasmaprozesse für die Prozessschritte Reinigen, Materialabtragen bzw. Aktivieren und Auftragen von haftvermittelnden Schichten geeignet sind. Im Verbund mit üblichen Anstrichstoffen wird untersucht, ob Verfahren und Oberflächenmodifikationen den luftfahrtüblichen Anforderungen an den Oberflächenschutz entsprechen.

---

**AN EADS JOINT COMPANY  
WITH BAE SYSTEMS**

**BANKVERBINDUNGEN:**  
DRESDNER BANK AG, HAMBURG  
KONTO NUMMER 915 859 500  
BANKLEITZAHL 200 800 00  
DEUTSCHE BANK AG, HAMBURG  
KONTO NUMMER 024 8500  
BANKLEITZAHL 200 700 00  
VEREINS- UND WESTBANK AG, HAMBURG  
KONTO NUMMER 223 941  
BANKLEITZAHL 200 300 00  
BREMER BANK, BREMEN  
KONTO NUMMER 102 165 500  
BANKLEITZAHL 290 800 10

AIRBUS DEUTSCHLAND GMBH  
SITZ DER GESELLSCHAFT: HAMBURG  
REGISTERGERICHT:  
AMTSGERICHT HAMBURG HRB 43527  
VORSITZENDER DES AUFSICHTSRATES:  
NOËL FORGEARD  
GESCHÄFTSFÜHRUNG:  
GERHARD PUTTFARCKEN, VORSITZENDER  
JÖRG RISCHKE  
DR. ANDREAS SPERL

POSTANSCHRIFT:  
HÜNEFELDSTRASSE 1-5  
28199 BREMEN  
TELEFON +49 (0) 4 21 5 38-0  
TELEFAX +49 (0) 4 21 5 38 33 20  
GESCHÄFTSGEBÄUDE:  
HÜNEFELDSTRASSE 1-5  
28199 BREMEN  
DEUTSCHLAND  
WERK BREMEN

## 2. VORAUSSETZUNGEN, UNTER DENEN DAS VORHABEN DURCHGEFÜHRT WURDE

Langfristig sollen die in der Luftfahrtindustrie üblichen nasschemischen und arbeitsintensiven Verfahren durch weniger Umwelt und Mitarbeiter belastende Verfahren ersetzt werden. Im Rahmen von Sanierung oder Neuerstellung solcher Anlagen muss zur Realisierung von Technologiesprüngen für die vorhandenen Verfahren der Ersatz von Alternativen geprüft werden. Generell besteht daher folgende Erwartungen an ein neues Beschichtungsverfahren im industriellen Einsatz:

Einsatz umweltfreundlicherer Verfahren in der Einzelteilfertigung

- Schonung der Ressourcen : Wasser, Energie
- Ersatz unerwünschter Medien: chromathaltige Chemikalien in Bädern und Anstrichstoffen
- Vermeidung von Anstrichstoffen: Schlämme

Ersatz von mechanischem Schleifen in der Endlackierung zum Aktivieren der Oberfläche

- Gleichmäßiger, minimaler Abtrag zur Aktivierung der Entlackierung: Vermeidung unerwünschter Stäube
- Auftrag von Haftvermittlern bei schwierigen Materialien: Titan
- Vermeidung von Verunreinigungen an kritischen Stellen: Nietköpfe

Aktivierung der Oberflächen neuer Faserverbundwerkstoffe

## 3. PLANUNG UND ABLAUF DES VORHABENS

### 1 Probenherstellung

Zuschnitt von Blechen, Oberflächenbehandlungen (chemisches Fräsen, CAA, Grundanstrich), Setzen von Nietreihen, 3D-Bauteile, Herstellung von Faserverbundproben

### 2 Anlagenanpassung

z.B. Herstellung von Adaptern für Stirnabzugsversuch

### 3 Untersuchungen zu

#### 3a Reinigung

Al-Proben, blank und mit Grundanstrich versehen, werden mit üblichen Schneidölen und Ziehfitzen verunreinigt, von den Projektpartnern im Plasma gereinigt, bei Airbus wird die Haftfestigkeit anschließend aufgetragener Anstriche ohne und nach Medienauslagerung geprüft.

#### 3b Haftvermittlung

Auf verschiedene Werkstoffe (Al, Ti, Nietreihen) werden von den Projektpartnern haftvermittelnde Schichten aufgebracht. Anschließend aufgetragene Anstrichsysteme werden bei Airbus ohne und nach Medienauslagerung überprüft. Versuche zur Aktivierung und Klebung von Faserverbundwerkstoffen.

### 3c Korrosionsschutz

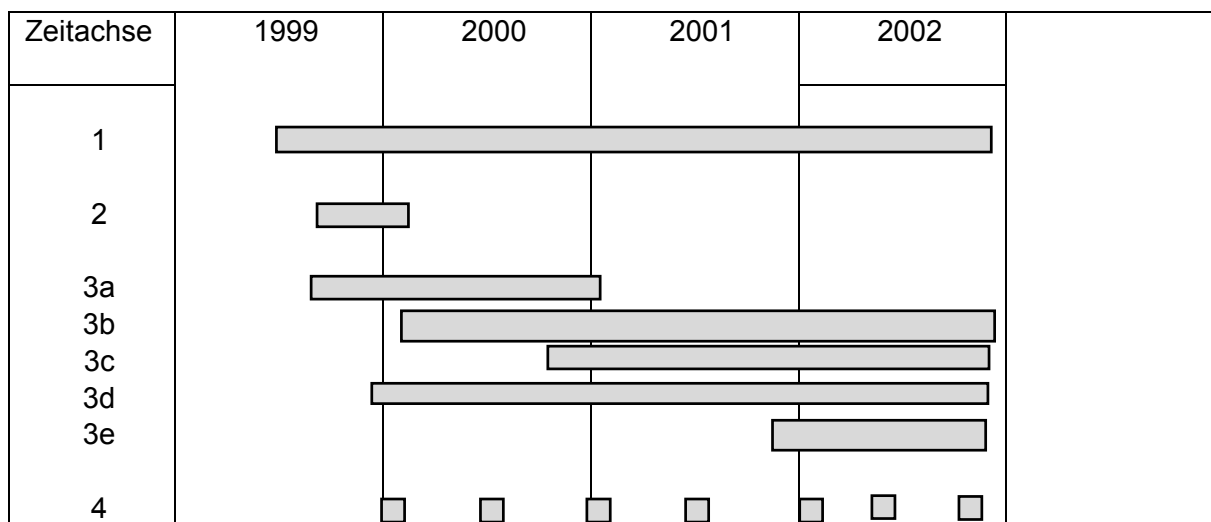
Auf blanken Al-Blechen werden von den Projektpartnern haftvermittelnde Schichten, denen korrosionsinhibierende Stoffe zugesetzt sind aufgebracht. Bei Airbus werden die Proben korrosiven Medien ausgesetzt

### 3d Materialparameter werden bestimmt, Analysen durchgeführt

3e Die geplante Aufstellung einer Leihanlage zur Oberflächenmodifikation mittels Normaldruckverfahren bei DA und Versuche an großflächigen Bauteilen wird aus Kosten- und Personalgründen ersetzt durch Versuche, die bei den Projektpartnern Softal und EADS OTN durchgeführt werden.

### 4 Berichte, Meetings

## Zeitplan



## 4. WISSENSCHAFTLICHER UND TECHNISCHER STAND

Eine kalte atmosphärische Gasentladung - die Barriereentladung – wurde im Jahre 1857 von Siemens entdeckt. Das Prinzip der Barriereentladung wird in Form von Ozongeneratoren weltweit in großtechnischen Anlagen zu Desinfektionszwecken eingesetzt (*Wissensspeicher Plasmatechnik, VEB Fachbuchverlag, Leipzig, 1983*). Ein für das Vorhaben interessanter Einsatzbereich ist die Erhöhung der Benetzbarkeit und Haftung von Klebern und Lacken auf Oberflächen (*Softal-Report Nr. 102*). Im Jahre 1979 wurden erstmals durch Verwendung von schichtbildenden Reaktivgasen in Barriereentladungen Polymerfilme abgeschieden (*T. Tohoyama; M. Kogoma; S. Kanatawa; T. Moriwaki; S. Okazaki, L. Phys. D 23 (1990)374*). In jünger Zeit häufen sich Hinweise, dass Plasmapolymerschichten bzw. plasma-abgeschiedene Siliciumoxidschichten einen merklichen Korrosionswiderstand aufweisen, der z.B. dem verzinkter und anschließend phosphatierter Bleche um Größenordnungen übersteigt (*T.F. Wang, Diss. Abstr. International 57 (2) 1996, 1230-B*). Reinigung und Aktivierung durch Plasmaprozesse bei Niederdruck und auch in speziellen Prozessen bei Normaldruck (Corona-Entladung) sind heute anerkannte und vielseitige wirtschaftlich eingesetzte Verfahren. Niederdruckplasmen werden vereinzelt in der Luftfahrt, z.B. bei Swissair zur

Feinreinigung vor dem Lackieren angewandt. Ebenfalls bekannt sind Prozesse, bei denen Materialabtrag und -deposition im Niederdruckbereich erfolgen. Bezüglich der Reinigung von Oberflächen kann etwa der Stand der Technik bei der Robert Bosch GmbH als typisch betrachtet werden.

## 5. ZUSAMMENARBEIT MIT ANDEREN STELLEN

Im Rahmen des Projektes arbeiteten folgende Firmen zusammen:

- Industriepartner: Airbus SAS, EADS CRC, Robert Bosch GmbH, Henkel KGaA, Softal electronic GmbH, Beiersdorf AG
- Institute: IHTEE TU Braunschweig, EMAU und INP Greifswald, IOPW TU Braunschweig, Fraunhofer-IST, LTI TH Karlsruhe

Durch die europaweite Fusion der nationalen Airbus-Werke zu Airbus SAS waren auch die Airbuswerke in Frankreich, England und Spanien beteiligt.

Durch die gezielte Zusammenstellung der Industriepartner und Institute konnten die notwendigen Kenntnisse zur erfolgreichen Bearbeitung des Vorhabens abgedeckt werden:

- Wissen über Plasmaprozesse
- Wissen der Anlagenhersteller zur Entwicklung von Elektrodensystemen und Komponenten zur Prozesssteuerung,
- Wissen über Simulation und Modellierung relevanter Prozesse.

## 6. ERZIELTE ERGEBNISSE

### 6.1 MATERIALBESCHAFFUNG

Während der Berichtszeit wurden entsprechend des Projektplanes und in Abstimmung mit den Partnern folgende Materialien von Airbus beschafft, bearbeitet, präpariert und den Partnern zugestellt:

- Proben
- Anstrichstoffe
- Reinigungsmittel und für die Produktion typische Verunreinigungen

<b>Substrate</b>	<b>Anzahl</b>
2024: 3 µm Abtrag (Beizen)	1390
2024: 200 µm Abtrag (chemisch fräsen)	565
2024: 500 µm Abtrag (chemisch fräsen)	260
2024: unclad	635
7075	100
7075: 500 µm Abtrag (chemisch fräsen)	240
1024 (Schweißproben)	120
6013 (Schweißproben)	96
2024: Beizen, Anodisieren, Primen	275
Titan: Beizen, Anodisieren	178
Stahl, Cres: beizen, Passivieren	174
Nietproben: Beizen, Anodisieren, Primen	9
Faserverbund: Aktivieren	40
Faserverbund: Trennmittel entfernt	105
<b>Gesamt</b>	<b>4187</b>

#### *Von Airbus hergestellte Proben*

Von den über 4 000 Proben wurde eine Anzahl von über 1 700 bei Airbus Deutschland verschiedensten luftfahrtrelevanten Untersuchungen unterzogen:

- Messung der Oberflächenspannung über die Kontaktwinkel von destilliertem Wasser, Ethylenglykol und Dijodomethan
- Prüfung der Haftfestigkeit mittels Gitterschnitt und Tapetest (ISO 2409)
- Bestimmung der Schichtdicke der Anstrichstoffe (DIN 50984)
- Bestimmung der Abreißkraft im Stirnabzugstest
- Bestimmung der Beständigkeit gegenüber
  - o demineralisiertem Wasser (ISO 2812/1, ISO 2812/2)
  - o Kondenswasser (ISO 6270)
  - o Salzsprühnebel (ISO 7253)
  - o Filiformkorrosion (EN 3665)
  - o Skydrol (ISO 2812/1).
- Die Beurteilung der Oberfläche nach Medienbelastung erfolgt nach ISO 4628.

Die restlichen Proben wurden für Untersuchungen direkt bei den Projektpartnern verwendet und dienten zum Einfahren der Beschichtungsanlagen.

<b>Proben</b>	<b>Anzahl</b>
INP und EMAU	488
Softal	763
CRC	194
FhG-IST	289
<b>Gesamt</b>	<b>1734</b>

*Bei Airbus untersuchte Proben*

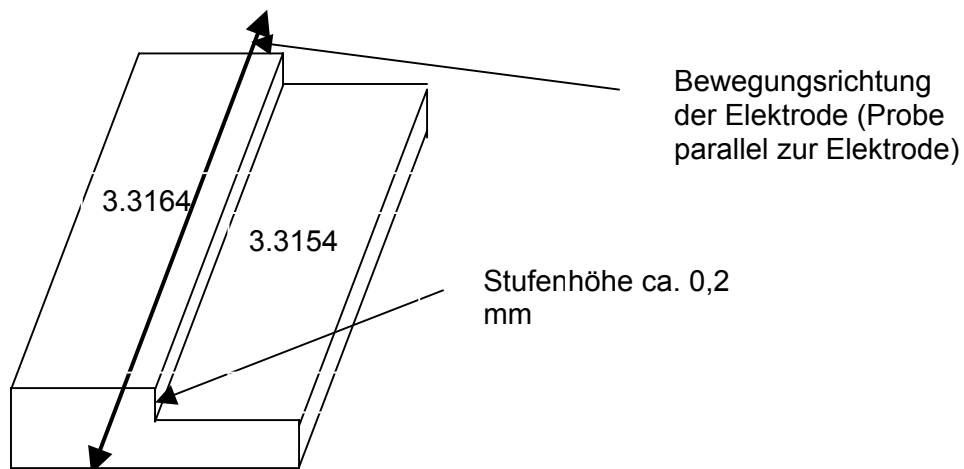
## 6.2 FEINREINIGUNG

Blanke Aluminiumbleche wurden vor der Plasmareinigung wie folgt vorbereitet:

- Reinigung mit organischem Lösemittel (Waschbenzin) im Ultraschallbad für 12 min
- Reinigung in Metaclean (60 °C) mit anschließender Aufhellung in Blacid Al
- keine Vorbehandlung

Bleche aus 3.1364 wurden nach chemischer Vorreinigung mit Metaclean und Blacid Al im Plasma mit einem Gap von 1 mm, einer Primärleistung von 500 W und einer Behandlungszeit von 10 s (8 Behandlungszyklen) behandelt. Danach konnten haftfeste Primerschichten sowohl im Anlieferungszustand als auch nach Wasserlagerung aufgetragen werden. Einmalige und viermalige Behandlungszyklen ergaben im Rahmen der Fehler die gleichen Oberflächenenergien: Disperser Anteil: 26 mN/m, polarer Anteil: 39 mN/m und eine gesamte Oberflächenenergie von 65 mN/m. Insbesondere nach Wasserlagerung nahm die Haftfestigkeit durch Blasen- und Mikroblasenbildung jedoch ab. Ein geringerer Gapabstand führte nur bei deutlicher Verlängerung der Behandlungszeit zu verbesserter Haftung. Im Stirnabzugsversuch ergaben sich ausschließlich Kohäsionsbrüche im Primer bei Abreißfestigkeiten zwischen 2,2 MPa und 3,3 MPa.

Die chemische Vorbehandlung bei Stufenproben mit Plattierschicht und dem Werkstoff 3.1354 an der Oberfläche führte nach 8-facher Plasmabehandlung zu haftfesten Primerschichten. Dabei hat die Ausrichtung der Proben, senkrecht oder parallel zur Bewegungsrichtung der Elektroden keinen Einfluss. Wurden die Stufenproben jedoch nur mit Lösemittel (Waschbenzin) im Ultraschallbad (12 min.) oder durch Abwischen vorgereinigt, ergaben sich zwar im Anlieferungszustand gute (Gt 0), nach Wasserlagerung jedoch nur unzureichend Haftfestigkeiten (Gt 2 – Gt 4). Dabei ist die Gesamtoberflächenenergie der chemisch vorbehandelten Proben mit 66 mN/m nur geringfügig höher als die der mit Lösemittel vorbehandelten Bleche (61 mN/m). Im Stirnabzugsversuch trat bei den nur abgewischten Proben zum Teil Adhäsionsversagen zwischen Primer und Probenoberfläche auf. Tendenziell ist bei den Stufenproben eine bessere Haftfestigkeit auf der plattierten Oberfläche zu beobachten. Diese kann durch den geringeren Abstand zur Elektrode oder durch die unterschiedliche Materialzusammensetzung bedingt sein.



Skizze einer Stufenprobe

Durch die Reinigung der Probeoberfläche mit einer homogenen Barriereentladung kann die Haftfestigkeit des Primers im Anlieferungszustandes verbessert werden. Mit steigender Probestischgeschwindigkeit wurde eine bessere Reinigungswirkung erreicht.

Eine ausreichende Haftfestigkeit (Gt0) ist nur mit einer zusätzlichen Reinigung zu erreichen. Diese beinhaltet die Bearbeitung der Oberfläche mit Scotchbrite und eine anschließende Reinigung mit Waschbenzin.

### 6.3 OBERFLÄCHENTOPOGRAPHIE

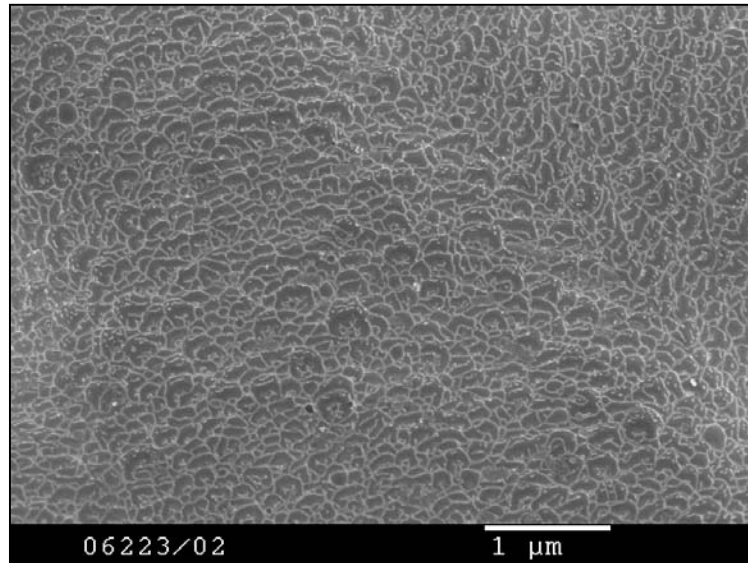
Vor der Beschichtung von Oberflächen mit atmosphärischen Gasentladungen, ist das Wissen über deren Beschaffenheit von grundlegender Bedeutung. Im Flugzeugbau werden die Oberflächen von Aluminiumblechen vorwiegend gebeizt oder chemisch gefräst.

Anlieferungszustand	gebeizt	chemisch gefräst
<p>Geändertes Profil</p> <p>Oberfläche 717 - 1 - R/39a0 25mm/G30LS-Linie Oberfläche 717 - 10 1mm/VenwalungFTS-3D</p> <p>10.07.02 14:46:07 10.07.02 14:45:20</p>	<p>Geändertes Profil</p> <p>Oberfläche 725 - 1 - R/39a0 25mm/G30LS-Linie Oberfläche 725 - 10 1mm/VenwalungFTS-3D</p> <p>10.07.02 15:11:08 10.07.02 15:10:22</p>	<p>Geändertes Profil</p> <p>Oberfläche 715 - 1 - R/39a0 25mm/G30LS-Linie Oberfläche 715 - 10 1mm/VenwalungFTS-3D</p> <p>10.07.02 14:37:51 10.07.02 14:37:02</p>
<p>Geändertes Profil</p> <p>Oberfläche 719 - 1 - R/39a0 25mm/G30LS-Linie Oberfläche 719 - 10 1mm/VenwalungFTS-3D</p> <p>10.07.02 14:49:47 10.07.02 14:48:03</p>	<p>Geändertes Profil</p> <p>Oberfläche 726 - 1 - R/39a0 25mm/G30LS-Linie Oberfläche 726 - 10 1mm/VenwalungFTS-3D</p> <p>10.07.02 15:12:58 10.07.02 15:12:13</p>	<p>Geändertes Profil</p> <p>Oberfläche 716 - 1 - R/39a0 25mm/G30LS-Linie Oberfläche 716 - 10 1mm/VenwalungFTS-3D</p> <p>10.07.02 14:43:29 10.07.02 14:42:40</p>
<p>Längs      quer</p> <p>Ra 0,131µm    0,138µm</p> <p>Rt 1,162µm    1,675µm</p> <p>Rz 0,665µm    0,791µm</p>	<p>Längs      quer</p> <p>Ra 0,096µm    0,101µm</p> <p>Rt 1,503µm    1,784µm</p> <p>Rz 0,505µm    0,590µm</p>	<p>Längs      quer</p> <p>Ra 0,874µm    0,885µm</p> <p>Rt 7,530µm    8,062µm</p> <p>Rz 3,899µm    4,085µm</p>

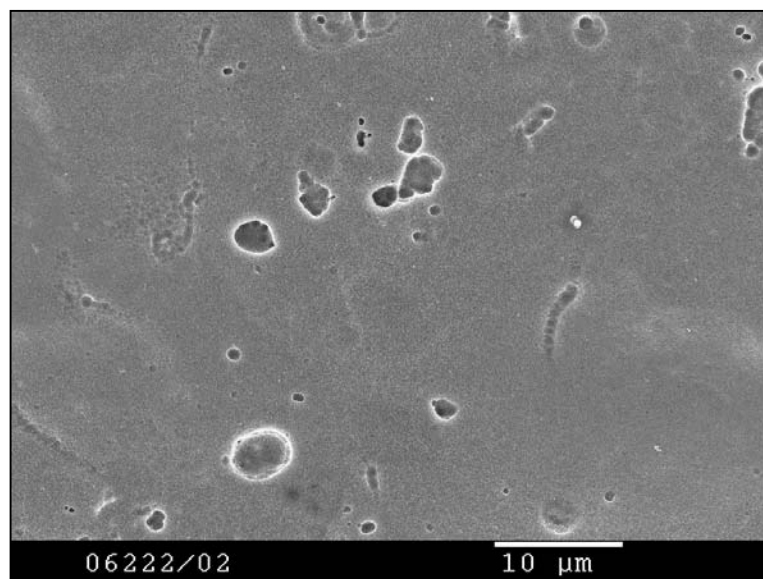
### Oberflächenbeschaffenheit der im Flugzeugbau eingesetzten Bleche

Ein korrosiv extrem belasteter Bereich des Flugzeugs liegt im Inneren und ist der untere Teil des Rumpfes. In diesem Bereich liegen die Hautfelder in chemisch gefrästem Zustand vor. Die Oberfläche ist vergleichsweise rau und stellt daher eine sehr schwierig zu behandelnde Oberfläche dar. Zusätzlich zu den Messungen der Oberflächenrauigkeit wurden zur Visualisierung der Oberflächenbeschaffenheit rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen gemacht. Diese zeigen, dass die Oberfläche nach dem chemischen Abtragen „wellenförmig“ ist. Weiterhin konnten Vertiefungen in der Oberfläche nachgewiesen werden. Diese haben durchschnittlich eine Breite und Tiefe von 3µm. Die Ursache dieser Vertiefungen ist das Herauslösen von Cu-haltigen Phasen während des chemischen Abtragens.





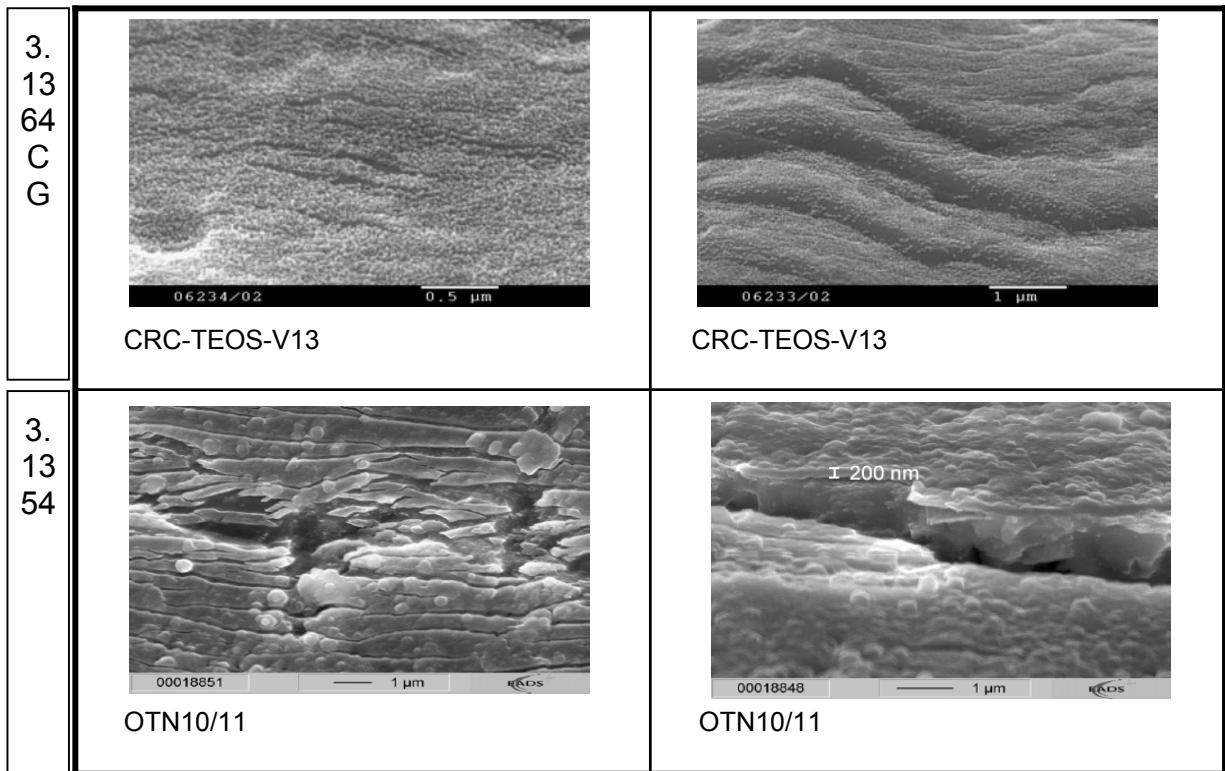
*Oberflächenbeschaffenheit einer chemisch geätzten Oberfläche*



*Vertiefungen in der Oberfläche durch herausgelöste Cu-Phasen*

#### **6.4 EINFLUSS DER OBERFLÄCHENTOPOGRAPHIE AUF PLASMA-SCHICHTEN**

Eine vergleichende Beschichtungsserie hatte zum Ziel, den Einfluss der Oberflächenbeschaffenheit auf die Schichtbildung zu untersuchen. Beispielhaft ist das Ergebnis der visuellen Untersuchungen in folgender Abbildung zu sehen. Es handelt sich hierbei um rasterelektronische Aufnahmen der Schichtoberfläche an Bruchkanten.



*Obere Zeile: Struktur der auf chemisch gefrästen Oberflächen abgeschiedenen Schichten  
 Unter Zeile: Struktur der auf Oberflächen im Anlieferungszustand abgeschiedenen Schichten*

Anhand der Aufnahmen ist die Auswirkung der Oberflächentopographie auf die Beschichtung deutlich zu sehen. Die Aufnahmen in der unteren Zeile zeigen Beschichtungen auf „glatten“ Proben (Anlieferungszustand). Die Schicht ist kompakt aufgebaut und dicht. Die Beschichtung auf rauen Oberflächen (nach chemisch Fräsen) zeigen die beiden oberen Abbildungen. Die Schicht besteht aus einzelnen, dicht zusammenhängenden Partikeln.

Unabhängig von der Oberflächenbeschaffenheit weisen die Schichten Risse in Längsrichtung auf. Diese Risse wurden durch eine Biegebeanspruchung verursacht, die für die Herstellung der Bruchproben notwendig ist. Die Risse sind daher nicht von Bedeutung.

## 6.5 BESCHICHTUNG

Ziel ist das Abscheiden einer Plasmabeschichtung mit guten Korrosionsschutz- und Haftvermittlungseigenschaften. Zur Optimierung der Eigenschaften wurden u.a. folgende Beschichtungsparameter variiert und die Auswirkungen untersucht:

- Precursor
- Variation der Substrattisch-Geschwindigkeit
- Variation der Gastemperatur

Durch gezielte Variation der Beschichtungsparameter wurden die Schichteigenschaften variiert. Hierbei konnten folgende Schlussfolgerungen ermittelt werden.

Die Haftfestigkeit des Lacksystems auf der Plasmabeschichtung kann durch eine Erhöhung des organischen Anteils der Plasmaschicht verbessert werden. Im Gegensatz hierzu kann die Korrosionsbeständigkeit des Beschichtungssystems durch eine Erhöhung des anorganischen Anteils der Plasmaschicht verbessert werden. Diese Beobachtung lässt den Schluss zu, dass eine Kombination der beiden Schichteigenschaften zum Erfolg führen könnte: Abscheidung einer tendenziell anorganischen Schicht (Korrosionsschutz), darauf bzw. übergehend eine Schicht mit tendenziell organischem Charakter (Haftvermittlung).

Werden die Proben nach einer Plasmavorreinigung mit einer Plasmabeschichtung versehen ist die Haftfestigkeit des Primers im Anlieferungszustand akzeptabel. Die Plasmabeschichtung scheint jedoch nicht wasserbeständig zu sein, weshalb nach der Wasserauslagerung die Haftfestigkeit unzureichend wird. Generell weisen Plasmaschichten, die mit dem Precursor TEOS hergestellt wurden bessere Untersuchungsergebnisse auf als Schichten, die mit dem Precursor HMDSO hergestellt wurden. Weiterhin zeigte es sich, dass eine kürzere Beschichtungsdauer respektive eine dünnere Schicht zu besseren Ergebnissen führt. Die Variation des Gaps scheint keinen Einfluss auf die sich abscheidende Plasmaschicht zu haben.

Anhand einer vergleichenden Versuchsreihe wurden chemisch gefräste Proben mittels homogener Barriereentladung vorbehandelt und beschichtet. Eine Messung der Plasma-Schichtdicke mittels Auswiegen ergab eine Schichtdicke von ca. 30nm. Anschließend wurden die Proben mit einem Lacksystem versehen. Nach einer definierten Lagerzeit wurden die Proben den wesentlichsten luftfahrtrelevanten Untersuchungen unterzogen. Als Referenz diente eine Probe mit konventionellem Anodisieren als Vorbehandlung.

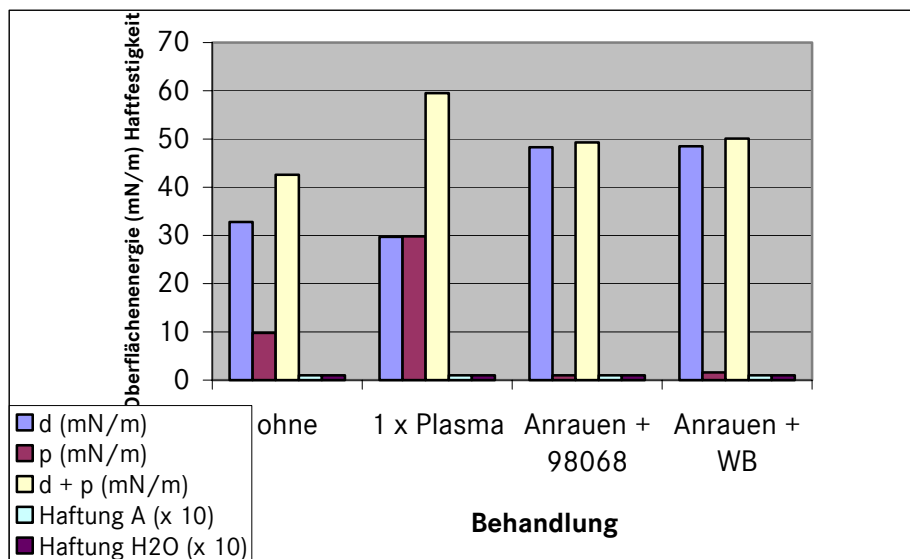
	Referenz	FhG-IST	EMAU	INP	CRC
Haftfestigkeit Anlieferungszustand	Gt 0	Gt 0	Gt 0	Gt 0-1	Gt 0
Haftfestigkeit Wasserauslagerung	Gt 0 m0/g0	Gt 1 m5/g5	Gt 0	Gt 5 m5/g5	Gt 0-2
Salzsprühnebel ohne Primer	1152 h	22 h	17 h	17 h	168 h
Salzsprühnebel mit Primer	960 h	72 h	528 h	50 - 528 h	1 344 h
Filiformkorrosion	620 h	96 h	980 h		950 h

*Ergebnisse wesentlicher Untersuchungen an chemisch gefrästen Proben, mit Plasmabeschichtung und teilweise Lacksystem*

Die Untersuchungsergebnisse zeigen, dass mit der homogenen Barriereentladung Schichten abgeschlossen werden können, die im Vergleich zur Referenz ein sehr gutes Ergebnis aufweisen.

## 6.6 AKTIVIERUNG

Die Aktivierung von Primeroberflächen wurde vergleichend zur üblichen Aktivierungsmethode durchgeführt: Anrauen mit Schleifvlies (Scotch Brite) und Abwischen mit den organischen Lösemitteln Waschbenzin. Bei dem mehrere Wochen unter Normalbedingungen gealterten Primer Seevenax 113-22 liegt die Oberflächenenergie bei 43 mN/m mit einem polaren Anteil von 10 mN/m und einem dispersen Anteil von 33 mN/m. Durch eine einmalige Plasmabehandlung mit Standardparametern wird der polare Anteil auf 30 mN/m angehoben, der disperse sinkt geringfügig auf ebenfalls 30 mN/m. Wie bei CAA-Schichten wird durch die konventionelle Behandlungsmethode mit Lösemitteln der disperse Anteil auf 48 mN/m angehoben, während der polare auf 1 bis 2 mN/m fällt. Nach den unterschiedlichen Behandlungsmethoden wurde eine zusätzliche Primerschicht aufgebracht, die sowohl im Anlieferungszustand als auch nach Wasserlagerung haftfest war.



*Oberflächenenergie des Primers Seevenax 113-22 und Haftfestigkeit des Primers 37076 nach verschiedenen Oberflächenbehandlungen*

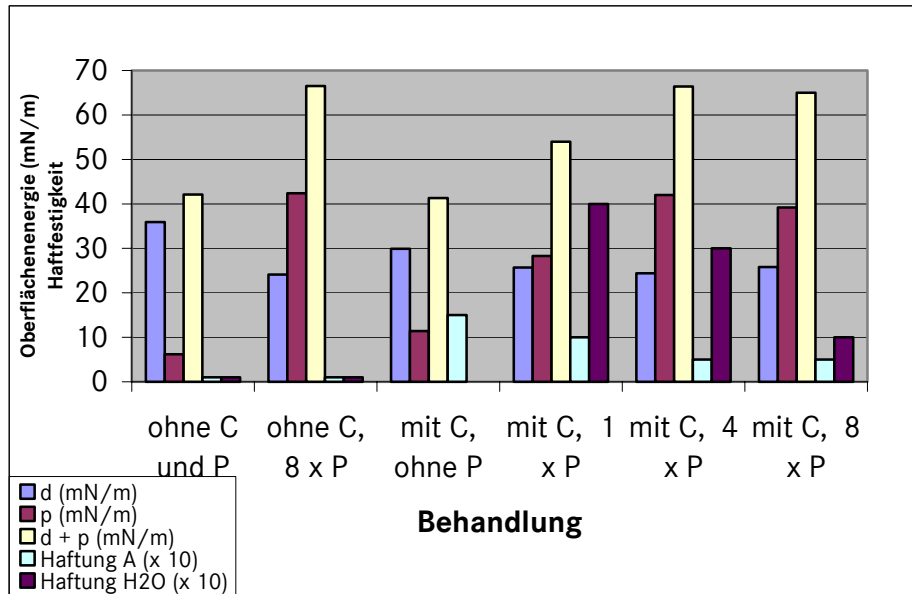
Eine Aktivierung des Primers mit geringerer Primärleistung (500 W) bei kleinerem Gap (0,5 mm) führte bei 1-, 4- und 20-facher Plasmabehandlung zu gleich gut haftenden Schichten. Bei den Stirnabzugsversuchen wurden vorwiegend Kohäsionsbrüche im Basic Primer beobachtet.

Stahl wird als Werkstoff für Nieten in der Außenbehütung eingesetzt, wenn hohe Anforderungen an die Festigkeit gestellt werden. Häufig werden passivierte Stahlnieten eingesetzt. Durch eine einmalige Plasmaaktivierung wurde die Primerhaftung im Anlieferungszustand von Gt 5 auf Gt 1 optimiert. Die Oberflächenenergie stieg durch die Zunahme des polaren Anteils von 15 mN/m auf 45 mN/m. Im Stirnabzugsversuch wurden niedrige Abreißfestigkeiten von < 1,1 MPa mit Kohäsionsbrüchen im Primer und Restschichtdicken von < 10 µm gemessen.

Titan ist bekannt als ein inerte Werkstoff, bei dem es wohl gerade wegen dieser Eigenschaft zu Haftungsproblemen kommt. Die Oberflächenenergie von anodisiertem Titan ist dominiert von dem dispersen Anteil bei geringem polaren Anteil. Durch eine 8-fache Plasmabehandlung sinkt der disperse und steigt der polare Anteil auf eine gesamte Oberflächenenergie von mehr als 65 mN/m.

Die Haftfestigkeit des Primers ist sowohl im Anlieferungszustand als auch nach Wasserauslagerung gut.

Niete aus Titan werden häufig in Außenbehütung von Flugzeugen eingesetzt. Wird das Gleitmittel Cetylalkohol aufgebracht, kommt es zu Haftungsproblemen des Primers. Betrachtet man ca. 3µm dicke Schichten des Cetylalkohols, so steigt durch häufige Plasmabehandlung die Oberflächenenergie in ihren beiden Komponenten und die Haftfestigkeit im Anlieferungszustand sowie nach Wasserauslagerung nimmt zu.



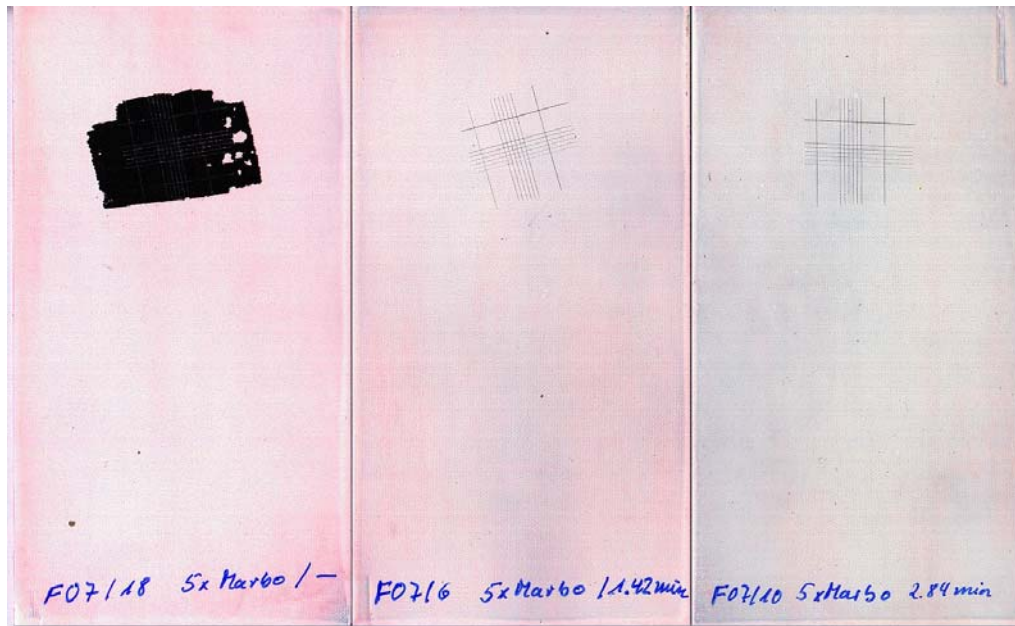
*Oberflächenenergie von anodisiertem und mit Cetylalkohol kontaminiertem Titan und die Haftfestigkeit von Primer 37076 nach Plasmabehandlung*

Im Stirnabzugsversuch ergaben sich ausschließlich Kohäsionsbrüche im Primer. Die Restschichtdicken liegen bei 30 µm für die nicht kontaminierten Proben und bei 20 µm für die kontaminierten Proben. Die Abreißfestigkeiten betragen 1,3 MPa bis 4,8 MPa.

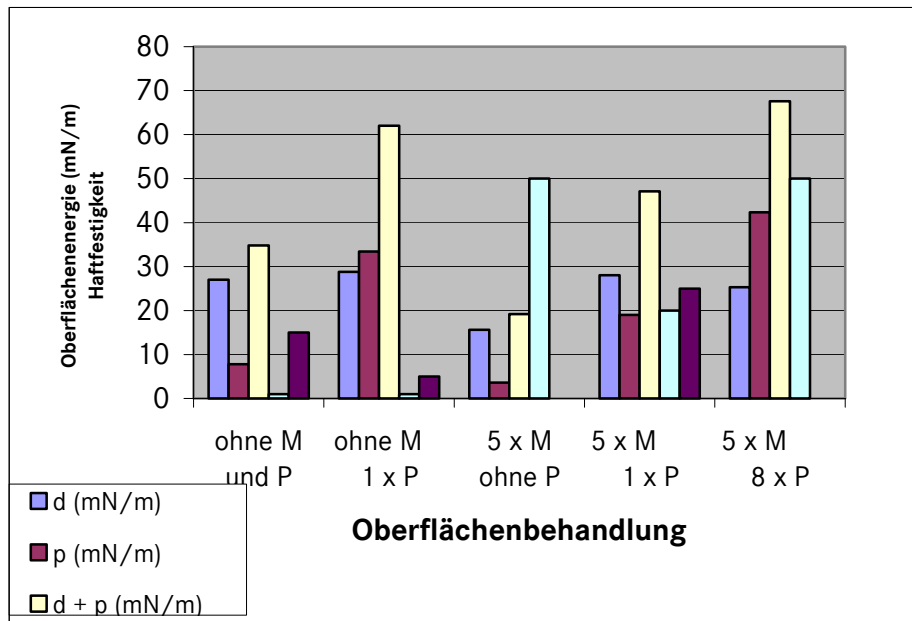
## 6.7 TRENNMITTELENTFERNUNG MITTELS PLASMABEHANDLUNG

Mit seiner geringen spezifischen Dichte finden Kohlefaserverbundwerkstoffe (CFK) ein immer weiteres Einsatzgebiet im Flugzeugbau. Bauteile aus CFK werden im allgemeinen in Formen hergestellt aus denen sie nach dem Aushärten entnommen werden. Um dieses Entformen ohne Oberflächenbeschädigung von Form und Bauteil bewerkstelligen zu können, wird die Form mit einem Trennmittel z.B. Marbocote TRE 45 Eco behandelt, das sich aber auch auf das Bauteil überträgt und eine gute Haftung des Anstrichstoffes verhindert. Nach dem Entformen werden die Bauteile heute zeitaufwändig durch nasses Schleifen von Trennmittelverunreinigungen gereinigt. Eine Plasmabehandlung der Oberfläche könnte eine Alternative darstellen.

Es wurden Proben aus zwei Fertigungsserien untersucht, die schon im Anlieferungszustand große Unterschiede aufwiesen. Ohne jede Vorbehandlung konnte auf Proben, die bei 125 °C ausgehärtete wurden, der Primer haftfest aufgebracht werden. Durch eine Plasmabehandlung wurde nur der polare Anteil der Oberflächenenergie erhöht. Bei Proben, die bei 180 °C ausgehärtet waren, wurde durch eine Plasmabehandlung (8-malig) sowohl in synthetischer Luft als auch in Stickstoff der niedrige polare Anteil der Oberflächenenergie angehoben. Die Haftfestigkeit verbesserte sich unter Luft von Gt 5 im Anlieferungszustand auf Gt 0-1 bzw. Gt 1-2 nach Wasserauslagerung. Unter Stickstoff werden Werte von Gt 1 erreicht. Weiterhin konnte kein negativer Einfluss der Plasmabehandlung auf die CFK-Oberfläche festgestellt werden.



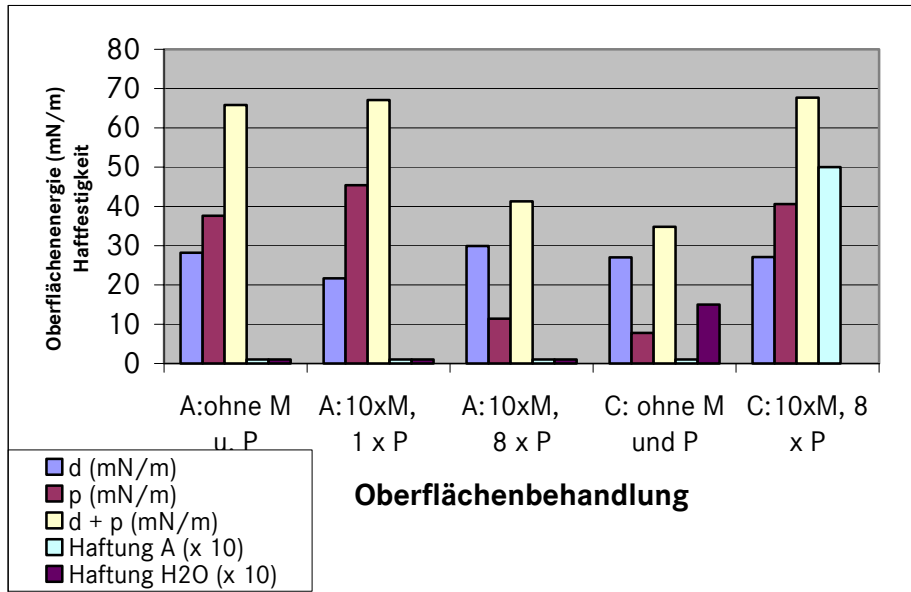
*Haftfestigkeitsuntersuchungen: Mit Marbocote TRE 45 Eco kontaminierte und gepresste CFK Proben ohne Plasmabehandlung (links), nach 1,4 min (Mitte) und 2,8 min (rechts) Behandlungsdauer (Der Primer ist durch das rosa gefärbte Trennmittel eingefärbt.)*



*Oberflächenenergie von mit Marbocote TRE 45 Eco kontaminiertem CFK und die Haftfestigkeit von Primer 37076 nach verschiedenen Oberflächenbehandlungen*

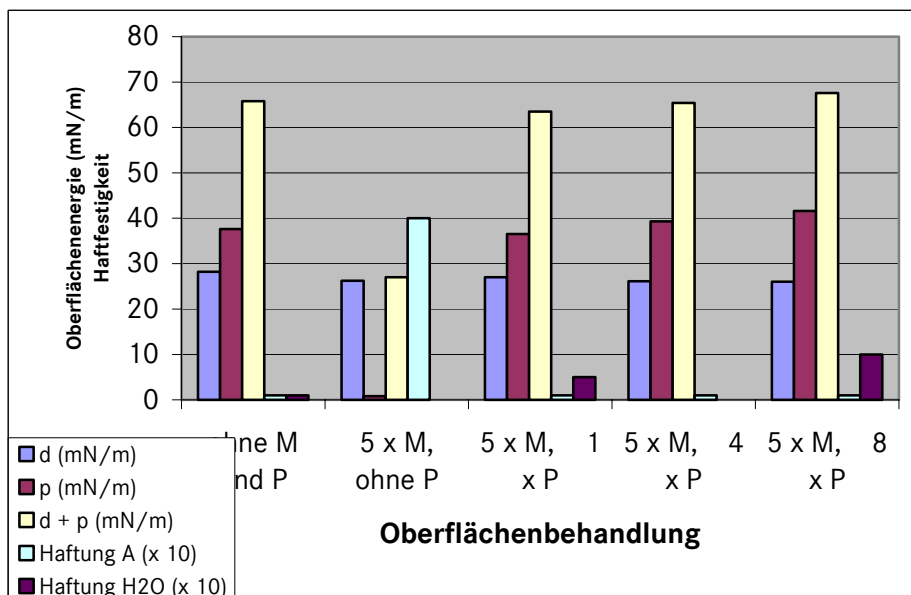
Das Trennmittel Marbocote TRE 45 Eco dient auch dazu, lösbare flächige Verklebungen zu realisieren. Daher ist eine Kontamination von unterschiedlichen Werkstoffen gegeben. Demzufolge wurden Untersuchungen zur Entfernung von Marbocote TRE 45 Eco auch an anodisierten Aluminiumblechen mit Primer durchgeführt.

Auf eine CAA Schicht aufgetragen, senkt Marbocote TRE 45 Eco den polaren Anteil der Oberflächenenergie drastisch von 38 mN/m auf weniger als 5 mN/m, lässt aber den dispersen Anteil konstant (ca. 25 mN/m). Eine Haftfestigkeit des Primers ist nicht mehr gegeben. Schon nach einmaliger Plasmabehandlung mit den Standardparametern wird sowohl bei fünf als auch bei zehnmal aufgewisstem Trennmittel wieder eine gute Haftfestigkeit und die Ausgangswerte der Oberflächenenergie erreicht. Im Stirnabzugsversuch wird ohne Plasmabehandlung nur adhäsives Versagen zwischen Oberfläche und Primer beobachtet. In allen anderen Fällen treten Kohäsionsbrüche im Primer auf. Die Restschichtdicken liegen bei 18 µm. Die Abreißfestigkeit betrug 0,75 MPa bei der unbehandelten und bis zu 2,7 MPa bei den mit Plasma behandelten Proben.



Oberflächenenergie von kontaminiertem Aluminium( anodisiert) und CFK mit Marbocote TRE 45 Eco nach verschiedenen Oberflächenbehandlungen (A: Aluminium, C: CFK)

Ähnlich effektiv ist die Plasmabehandlung auch bei Verwendung eines Stickstoff Argon Gemisches bei 5-maligem Auftrag von Marbocote TRE 45 Eco. Ohne Plasmabehandlung ist die Primerschicht im Anlieferungszustand nicht haftend (Gt 4). Schon nach einmaliger Plasmabehandlung haftet der Primer sowohl im Anlieferungszustand als auch nach Wasserauslagerung.



Oberflächenenergie von kontaminiertem Aluminium( anodisiert) mit Marbocote TRE 45 Eco und



Eine qualitative Auswertung von XPS-Untersuchungen ergab, dass durch eine Behandlung von Marbocote durch das Atmosphärenplasma die Siloxanstruktureinheiten verändert werden. Hierdurch verliert Marbocote seine trennenden Eigenschaften. Diese Veränderung äußert sich u.a. in der Elementzusammensetzung. Einerseits erhöht sich der Sauerstoffgehalt, andererseits verringert sich der Kohlenstoffanteil signifikant.

## 6.8 ENTFERNEN VON SKYDROL

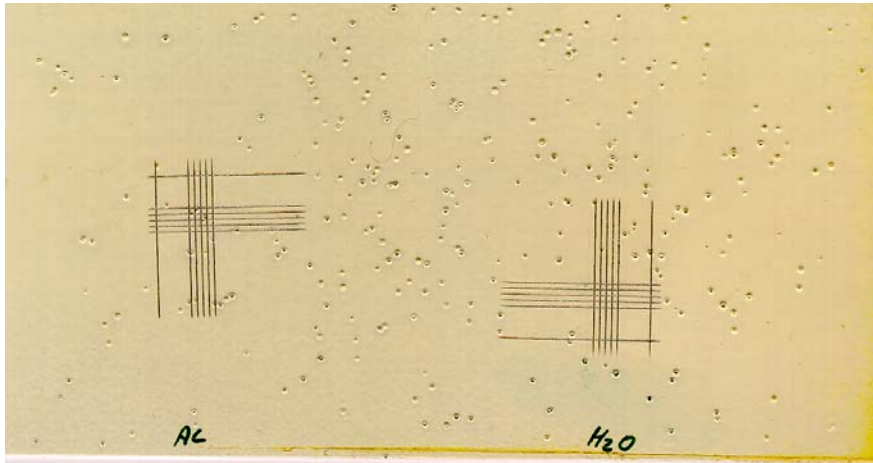
Skydrol ist eine in der zivilen Luftfahrt übliche Hydraulikflüssigkeit. In der Fertigung zu Testzwecken eingesetzt, ergeben sich häufig Kontaminierungen auf später zu lackierenden Oberflächen. Skydrol ist ein Gemisch aus Phosphateestern mit Leistungsadditiven. Belastung mit Skydrol führt zu Quellung und Reduzierung der Ritzhärte von Anstrichstoffen. Die in der Luftfahrt üblichen Anstrichstoffe sind besonders resistent gegenüber Skydrol.

Zur Kontamination von Proben aus geprimtem 3.1364 wurden definierte Mengen von Skydrol aufgetropft ( $4 \times 2 \text{ mm}^3$ ,  $8 \times 2 \text{ mm}^3$ ,  $16 \times 2 \text{ mm}^3$ ) und mit einem Papiertuch verteilt. Durch Wägung wurden die auf der Probe verbleibenden Mengen und Schichtdicken auf  $0,3 \text{ }\mu\text{m}$ ,  $1 \text{ }\mu\text{m}$  und  $1,6 \text{ }\mu\text{m}$  geschätzt. Die Proben wurden ca. 48 h vor der Plasmabehandlung kontaminiert. Schon durch die geringe Kontamination steigt insbesondere der polare Anteil der Oberflächenenergie, die bei weiterer Kontamination nahezu konstant bleibt.

Durch die Plasmabehandlung wird das Skydrol zu einem wasserlöslichen Film modifiziert: Während die Haftfestigkeit im Anlieferungszustand gut ist, tritt ein Verlust der Haftfestigkeit in Wasser und Kondenswasser auf. Bei den geprimten Aluminiumproben schwanken die Abreißfestigkeiten mit und ohne Kontamination zwischen 1 MPa und 2,2 Mpa. Die Ritzhärte wird durch die Kontamination nicht messbar beeinflusst. Bei den geprimten Proben liegen generell kohäsive Brüche vor, die in einer Probe sowohl innerhalb des Basic Primers als auch innerhalb des Primers verlaufen.

## 6.9 EINFLUSS VON VERUNREINIGUNGEN

Zur Simulation von Verunreinigungen auf Aluminiumblechen wurde vor dem Auftragen von Primer Salzkörner auf die CAA-Schicht gestreut. Die Haftfestigkeitsuntersuchungen mittels Gitterschnitttest ergaben, dass die Salzkristalle keinen Einfluss auf die Haftfestigkeit des Primers haben. Dies gilt sowohl für den Anlieferungszustand wie auch für die Untersuchungen nach Wasserauslagerung.



*Sehr gute Haftung des Primers trotz Salzkristallen zwischen Haftschicht und Primer*

## **7. VORAUSSICHTLICHE NUTZUNG / VERWERTBARKEIT**

Die in diesem Vorhaben gewonnenen Erkenntnisse konnten das Potential der atmosphärischen Gasentladungen für luftfahrrelevante Anwendungen aufzeigen. Die Akzeptanz für ein derartiges Beschichtungsverfahren konnte bei Airbus erreicht werden.

Anhand der Untersuchungen und Ergebnisse ist der industrielle Einsatz atmosphärischer Gasentladungen für die Abscheidung von haftvermittelnden und korrosionsschützenden Schichten prinzipiell denkbar. Für die Umsetzung eines solchen Beschichtungsverfahrens ist jedoch noch erheblicher Forschungs- und Entwicklungsaufwand nötig, um beispielsweise dreidimensionaler Bauteile mit Schichten zu versehen, deren Eigenschaften homogen über die Bauteiloberfläche sind.

## **8. FORTSCHRITTE AUF DEM GEBIET DES VORHABENS BEI ANDEREN STELLEN**

Nicht bekannt

## **9. ERFOLGTE ODER GEPLANTE VERÖFFENTLICHUNGEN**

Siehe Schlussbereich Fraunhofer-IST

Dr. Armin Fangmeier

Dr. Sven Vetter