

## Schlussbericht

Zuwendungsempfänger:	Fraunhofer-Institut für Fertigungstechnik und angewandte Materialforschung IFAM, Bremen
Förderkennzeichen:	13N9166
Vorhabensbezeichnung:	Nanoskalierte Funktionsoberflächen auf komplexen Bauteilen für Automobile auf Basis plasmagestützter Verfahren (NanoTex)
Laufzeit des Vorhabens:	01.01.2007 – 31.12.2010
Berichtszeitraum:	01.01.2007 – 31.03.2009 wegen Auszahlungsstopp

## 1. Aufgabenstellung

Der Einsatz textiler Flächen und Bauteile mit funktionalisierten Oberflächen bietet viele innovative Ansätze in der Automobilindustrie. Die Vorteile textiler Konstruktionen, insbesondere komplexer dreidimensional geformter Bauelemente konnten hier nur sehr begrenzt eingesetzt werden. Geeignete funktionelle Oberflächen, die schnell, kostengünstig und insbesondere betriebssicher zu erzeugen sind, fehlen. Zur Lösung bieten sich Plasmaverfahren an, die bisher bei einzelnen technischen Anwendungen bereits hervorragende Oberflächenveredelungen gezeigt haben.

Obwohl im Bereich der Niederdruck-Plasma-Technologie etablierte Prozesse existieren, um eine funktionalisierte, nanoskalierte Ausrüstung von Oberflächen auf ebenen und komplexen, 3-dimensional geformten Bauteilen zu erzeugen, konnten die Verfahrenstechnologie und die z.T. realisierten Schichteigenschaften bisher noch keinen breiten Eingang in die Automobilindustrie finden. Es werden hohe Anforderungen im Hinblick auf die Eigenschaften der Schichten, die Reproduzierbarkeit der Prozesse, der Größe der Bauteile, des Durchsatzes und des Preises gestellt, die in der vollen Breite bisher nur in Ausnahmefällen erzielt werden konnten.

Der Schwerpunkt der Projektarbeiten lag daher auf der Erforschung und Entwicklung robuster Produktionstechnologien auf der Basis von Niederdruck-Plasma-Verfahren. Im Rahmen der Projektarbeiten sollten dazu sowohl Bahnware als auch komplex geformte 3-dimensionale Fahrzeuginnen- und -außenteile, mit einer nanoskalierten Ausrüstung versehen werden. Auf der Basis von Grundlagenentwicklungen sollten Prozesse mit nanoskaligen Funktionsschichten für die Automobilindustrie entwickelt werden.

Die Anwendungsschwerpunkte waren textile Oberflächen und, flexible Kunststoffoberflächen für den Fahrzeuginnen- und -außenraum. Die Funktionalisierung der Oberflächen orientierte sich dabei an den Anforderungen von Seiten der Automobilhersteller und -zulieferer, um so kraftstoffbeständigere, widerstandsfähigere, leichter zu reinigende und gering anschmutzende nanoskalige Beschichtungen der Oberflächen zu erzeugen:

- Schmutzunempfindliche und Abriebbeständige Cabrio-Verdeckstoffe mit leicht zu reinigenden Oberflächen
- Schmutzunempfindliche und Abriebbeständige textile Innenraumteile mit leicht zu reinigenden Oberflächen
- Langzeitbeständige Cabrio-Verdecke in hellen Farben beziehungsweise in der Wagenfarbe herzustellen

Hierfür werden Textilien benötigt, die durch nanoskalierte Oberflächenschichten oder Interfaces ein deutlich vermindertes Anschmutzverhalten zeigen und gerade bei hellen Farben eine verbesserte Lichtbeständigkeit aufweisen.

Ein wesentliches Ziel des Projektes war auch die Beschichtung kompletter Baugruppen (z.B. Cabrio-Verdeck) in einem Prozess. Hierdurch können neue Herstellprozesse für textile Baugruppen umgesetzt werden, da die Funktionalisierung der Oberfläche unabhängig vom Bearbeitungszustand erfolgen kann. Ein Cabrio-Verdeck muss dann nicht aus einzelnen Textilbahnen zugeschnitten und genäht werden, sondern könnte mit modernen Strick/Web-Verfahren

sozusagen in einem Stück hergestellt werden und danach mit den benötigten Oberflächeneigenschaften versehen werden.

Ausgehend von den als Gesamtziel definierten Anforderungen an die textilen Bauteile im Innen- und Außenbereich, wurden folgende Anforderungen definiert:

- Resistenz gegen Kraftstoffe aller Art
- Beständigkeit gegen Waschmittel und Reinigungsmittel
- Resistenz gegen abrasiven Verschleiß (abriebfest : z. B. Schoppertest 1000 Umdr. nach DIN 53863 Gewebe gegen Schleifpapier, 50.000 Umdr. Gewebe gegen Gewebe)
- Stabilität gegenüber (UV)-Bestrahlung
- Klimawechselbelastungen im Temperaturbereich zwischen  $-40\text{ °C}$  und  $+75\text{ °C}$
- Höhere Oberflächenhärte als die verwendeten Fasermaterialien oder Kunststoffe
- Hohe Flexibilität der Schichten, um auch bei Faltenbildung im Textil Schichtablösungen oder Risse auf der Faseroberfläche zu verhindern (Dauerknickbeständigkeit nach DIN 53359)
- Gute Haftung der Schicht durch intensive Vernetzung der abgeschiedenen Monomere auf dem Textil, so dass auch die Biegebeanspruchung z. B. bei einem Verdeck zu keiner Schichtablösung führt. Dies ist insbesondere für die Farbechtheit heller Cabrio-Verdecke wichtig, da ein Abrieb der Schicht (Crockmetertest) zu Farbverschiebungen führt.
- Erzeugung „glatter“ nanostrukturierter Schichten mit niedriger Oberflächenenergie ( $< 20\text{ mN/m}$ ), um das Anhaften von Schmutzteilchen zu reduzieren.

Aufgabe des IFAM war es, die oben genannten Anforderungen auf Basis von plasmapolymerten siliziumorganischen Schichten (Plasmaanregung über Radiofrequenz 13,56 MHz) auf Textilien aus Polyacrylnitril (PAN) für den Außenbereich und Polyethylenterephthalat (PET, Polyester) für den Innenbereich zu realisieren.

In der zweiten Projektstufe sollte untersucht werden, wie sich die neuen Nanoschichten bzw. die Prozesse von einfachen ebenen Strukturen bei den „Rolle-zu-Rolle“-Verfahren auch auf komplex geformte 3-D Bauteile übertragen lassen. Im Projekt sollte dazu ein vollständiges Cabrio-Verdeck beschichtet werden.

Plasmapolymersationsprozesse sind in einigen Anwendungsbereichen etabliert, abscheidende Plasmaverfahren fanden jedoch bisher in der Modifikation von Textilien, insbesondere für den Automotive-Bereich, keinen Einsatz. Hierfür sind insbesondere das mangelhafte Eindringverhalten in die textile Struktur, die Stabilität und Haftfestigkeit sowie leistungsfähige, stabile Prozesse auf produktionsgerechten Anlagen verantwortlich. Eine zentrale Aufgabe bestand daher in der Entwicklung stabiler Prozesse.

Ein weiterer Arbeitsschwerpunkt war es, sich mit Verfahren zu befassen, um die Eindringtiefe der Funktionsbeschichtung in die textile Oberflächenstruktur zu verbessern.

## 2. Voraussetzungen unter denen das Vorhaben ausgeführt wurde

Die Durchführung erfolgte in enger Kooperation mit dem Projektkonsortium aus den folgenden Partnern:

**Visiotex GmbH (Federführer):** Die Firma Visiotex ist ein innovatives Unternehmen der Textilindustrie. Die Kernkompetenzen des Unternehmens liegen in der Entwicklung, der Fertigung und dem Vertrieb innovativer, textiler Gebilde. Die Anwendung reicht dabei von Textilien für die Bürostuhlindustrie bis hin zu funktionellen technischen Textilien.

**Deutsches Wollforschungsinstitut DWI:** Das DWI ist seit vielen Jahren sehr aktiv in der Plasmabehandlung zur Oberflächenaktivierung sowie zur direkten Beschichtung von textilen Substraten in unterschiedlicher Aufmachung für unterschiedliche Anwendungen. Ferner verfügt das DWI über umfangreiche Erfahrungen im Bereich Plasmabehandlung von Textilien, dem analytischen Know-How in den Bereichen Oberflächen-, Polymer- und Textilanalytik.

**Wilhelm Karmann GmbH:** Als Spezialist für innovative Dachsysteme hat die Firma Wilhelm Karmann GmbH die Entwicklung vielfältiger Verdeck- und Dachkonzepte immer wieder aufs Neue forciert. Der Leistungsumfang reicht von der Entwicklung und Integration über das Manufacturing Engineering bis zur Produktion von Automobildächern. Karmann konzipiert und produziert Soft Tops, Retractable Hard Tops, Hard Tops und andere innovative Systeme wie das Dual Top.

**Diener electronic GmbH (KMU):** Die Firma Diener ist als Hersteller kompletter Plasmaanlagen auch mit der Entwicklung von Plasmaprozessen und deren Umsetzung auf geeignete Plasmaanlagen befasst. Das Unternehmen konzentriert sich neben den klassischen Anwendungen wie der Oberflächenaktivierung von Kunststoffen insbesondere auf typische Beschichtungen für textile Strukturen auf der Basis von Fluorcarbonschichten. Im Allgemeinen werden hierbei einfache Monomere eingesetzt (z. B.  $C_2F_6$ ).

**Spinnweberei Uhingen GmbH (KMU):** Die Spinnweberei Uhingen stellt Garne und Zwirne in ihrer Ringspinnerei als auch hochpräzise Gewebe in eigener Weberei her. Den Schwerpunkt bilden technische Trägergewebe. Dabei können die unterschiedlichsten textilen Strukturen hergestellt und dabei vielfältige Materialien verarbeitet werden. Hierdurch ist die Herstellung und Weiterentwicklung von Verdeckgeweben gegeben.

**FhG IFAM:** Das Fraunhofer Institut für Fertigungstechnik und Angewandte Materialforschung (IFAM) mit seinen Arbeitsschwerpunkten Klebtechnik und Oberflächentechnik beschäftigt sich bereits seit 20 Jahren erfolgreich mit der Entwicklung von plasmapolymere Funktions-schichten, der Verfahrensentwicklung, der Aufskalierung und der Industrialisierung der Plasma-verfahren. Ein Arbeitsschwerpunkt bildet dabei die Bahnwarenbeschichtung.

## 3. Planung und Ablauf des Vorhabens

Rückblickend war die Planung des Vorhabens aus Sicht der Schicht- und Verfahrensentwicklung zielführend. Die Beschreibung der wesentlichen Arbeitspakete des IFAM orientiert sich an den für das Verbundprojekt definierten Arbeitsabschnitten.

## **Arbeitsabschnitt TP 1:**

### **Robuste Prozesse zur Erzeugung nanoskaliger Ausrüstungen auf siliziumorganischer Basis für Oberflächen**

Verwendung vorhandener Prozesse auf typische textilen Materialien, zur Beantwortung der folgende Fragen:

Sind die Materialien vakuumtauglich?

Wie ist der Textilaufbau, wie ist die räumliche Struktur?

Wie ist das Eindringverhalten der Beschichtung in die textile Struktur?

Die letzte Fragestellung greift einen wesentlichen Arbeitspunkt auf der darauf abzielt das Eindringen der siliziumorganischen Beschichtung in die textile Struktur zu verbessern. Dieser Punkt ist wesentlich für das Easy-to-clean-/Anschmutzverhalten, da hier das Eindringverhalten der Schicht einfach sichtbar gemacht werden kann. Es hat aber auch Bedeutung für die chemische + mechanische Stabilität, die Schichthftung, die Zeitstabilität der Eigenschaften, die Stabilität gegen abrasiven Verschleiß und die Stabilität gegen Knicken.

Durch den Vergleich unterschiedlicher Textilstrukturen (Bindungen) ist es die Aufgabe zu erarbeiten welche Struktur, welche Bindung sich besonders gut, weniger gut für die Beschichtung mit dem Plasmapolymersationsverfahren eignet. Darüber hinaus soll herausgearbeitet werden, welcher plasmatechnische Lösungsweg die größten Erfolgchancen für ein optimiertes Eindringen der Beschichtung in das Textil verspricht.

Parallel bestand die Aufgabe eine Prozessoptimierung im Hinblick auf die Anforderungsspektren vorzunehmen.

**Meilenstein 1:** Nachweis der Prozessparameter zur reproduzierbaren Erzeugung nanoskalierter Oberflächenschichten mit gezielten Eigenschaften. Nachweis, dass es gelungen ist, textile Strukturen in ihrem Inneren zu beschichten. Erfüllt.

## **Arbeitsabschnitt TP 2:**

### **Darstellung von Funktionsoberflächen in produktionsrelevantem Maßstab**

Übertragung der optimierten Prozesse aus TP 1 auf die IFAM – Bahnwarenplasma-beschichtungsanlage mit den Arbeitspunkten:

Prozessübertragung

Ermittlung und Bewertung des Beschichtungszustandes nach der Prozessübertragung

Ermittlung und Optimierung der Abscheiderate bzw. -homogenität

Dabei war es die Aufgabe zunächst Beschichtungsparameter zu finden, die zu gleichartigen Schichten führen und darüber hinaus war zu ermitteln, ob durch die Verwendung der

Bahnwarenanlage das Durchdringungsvermögen der Beschichtung für die ausgewählten Textilien verändert wird.

Zur Entwicklung einer robusten Prozesstechnik für Bahnwarenbeschichtungen gehörte es zu den Aufgaben des IFAM zu vergleichen, ob sich Schichteigenschaften zwischen Prozessstart – Prozessende bzw. von run to run verändern.

Weiterhin bestand die Aufgabe die Übertragung und Optimierung der Prozesse auf großvolumige Anlagen (Si-org.) vorzunehmen um später vollständige Cabrioverdecke bearbeiten zu können. Hierzu gehören die Einzelarbeitspunkte:

Prozessübertragung

Füllgradermittlung mit Beurteilung der Beschichtungshomogenität

Auch beim Übergang zu einer großvolumigen Anlage (Aufskalierung) waren neue Prozessparameter aufzusuchen, um gleichartige Schichten herstellen zu können. Die Übertragung wurde dann gelungen bezeichnet, wenn analytisch gleichartige Schichten erzeugt werden können.

### **Arbeitsabschnitt TP 3:**

#### **Schichtcharakterisierung nanoskaliger Oberflächenschichten und Prozessprobung (in Zusammenarbeit mit dem DWI)**

Im Projekt wurde unterschieden zwischen der Charakterisierung von beschichtetem Textil und den plasmapolymerten Schichten an sich, die auf für die Analytik geeigneten Trägern aufgebracht sind. Daher hatte das IFAM die Aufgabe im Zuge der Schichtentwicklung die Beschichtungen an sich geeignet zu charakterisieren.

### **Arbeitsabschnitt TP 4: Strukturierung und Formgebung textiler Flächen für verbesserte Plasmabeschichtungen**

Untersuchung der Plasmaprozesse bei variablen Maschenbildungen

Hier wurden die Arbeiten aus TP1 weitergeführt. Unter anderem wurde die Wechselwirkung der Maschenbildung auf das Eindringverhalten der neuartigen Plasmaprozesse in die textile Struktur untersucht. Hierbei wurde differenziert in Bezug auf:

- räumliche Struktur des Textils und Eindringverhalten der Beschichtung
- Easy-to-clean Eigenschaft/Anschmutzverhalten
- Chemische + mechanische Stabilität
- Schichthaftung
- Zeitstabilität der Eigenschaften
- Stabilität gegen abrasiven Verschleiß
- Stabilität gegen Knicken etc.

## **Arbeitsabschnitt TP 6:**

### **Integration des Plasmaprozesses in den Fertigungsablauf und Demonstration der Funktion**

Für die Integration der Plasmaprozesse in den Fertigungsablauf der Textilerstellung bestand die Aufgabe Konzepte für die Prozessintegration (Bahnware, Batchbetrieb bei Großbauteilen) unter Berücksichtigung der produktionstechnischen und plasmatechnischen Anforderungen zu entwickeln.

Im Vordergrund der Arbeiten stand, in Zusammenarbeit mit den Endanwendern unter konkreten technischen und produktionstechnischen Randbedingungen, ein Konzept zur Umsetzung der Prozessentwicklung in den Fertigungsablauf zu entwickeln. Weiterhin waren Wirtschaftlichkeitsberechnungen durchzuführen und die Demonstration der Beschichtungstechnik unter industriellen Bedingungen.

Der Ablauf des Vorhabens war gekennzeichnet durch eine zeitverzögerte Bereitstellung von Materialien, so dass die ersten Schichtentwicklungen hiervon unabhängig erfolgten. Dies war ein sinnvolles Vorgehen, da insbesondere die für eine Schichtentwicklung notwendige Analytik auf speziellen Substraten erfolgen musste.

Ferner war das Vorhaben durch die Insolvenz des Partners Karman im Zuge der Weltwirtschaftskrise gekennzeichnet. Hierdurch verursacht wurde das Vorhaben vorzeitig beendet. Nicht alle geplanten Arbeiten konnten durchgeführt werden.

## **4. Stand der Technik**

Die Plasmabeschichtungstechnologie hat sich für größere Flächen oder Stückzahlen von textilen Materialien zu Projektbeginn noch nicht etablieren können, z.T. weil die Prozesstechnologien hierfür noch nicht ausgelegt sind oder einzelne Anforderungen der Anwender noch nicht erfüllt werden können. Im Wesentlichen ermöglicht ein „Rolle zu Rolle“ – Verfahren eine produktionsgeeignete Bearbeitung von Textilien. Komplexe 3D-geformte Bauteile sind für derartige Werkstoffe bisher nicht üblich.

Bei der Kombination verschiedener Anforderung wie die mechanische Schichtstabilität, die Langzeitstabilität der hydrophoben Wirkung und die Resistenz gegen chemische und mechanische Beanspruchung waren die Herausforderungen für die Schichtentwicklung. Zudem muss der Plasmaprozess selbst robust sein und das Plasma stabil erzeugt werden können.

Während sich der Einsatz von Atmosphärendruckplasmen (AD) zum Reinigen und Aktivieren in einigen Bereichen bereits zu etablieren beginnt, sind Anwendungen zum gezielten Aufbau von Funktionsausrüstungen deutlich weniger fortgeschritten. Dies ist darauf zurückzuführen, dass derartige Beschichtungen im Vergleich zur Oberflächenoxidation im Luftplasma andere Reaktionsgase benötigen. Zusätzlich stellt der plasmagestützte Aufbau von Funktionsausrüstungen besondere Anforderungen an die Homogenität des Prozesses. Im Vergleich zum Atmosphärendruck- bietet das Niederdruckplasma (ND) die besseren ökonomischen und ökologischen Voraussetzungen (größere Modifizierungstiefe, deutlich geringerer Gasverbrauch).

Projektrelevante Arbeiten, die sich mit der plasmagestützten Hydro-/Oleophobierung von textilen Oberflächen befassen, beschreiben sowohl die Beschichtung technischer Textilien im AD- als auch im ND-Plasma. So ist es u.a. möglich, im DBD-Plasma (Dielektrisch behinderte Entladung bei Atmosphärendruck) mit  $C_4F_8$  als Reaktionsgas einen Oleophobierungsgrad zu erreichen, der mit Ölabweisungsnoten zwischen 6 und 7 annähernd den Ausrüstungsgrad einer nasschemischen Fluorcarbon-Applikation erreicht. Allerdings ist dieses Ausrüstungsergebnis eng an einen extrem geringen Warenvorschub (0,1 m/min) gekoppelt und erfordert zur Vermeidung von Kontaminationen des Reaktionsgases mit Luftsauerstoff und der Umgebungsluft mit dem Reaktionsgas bzw. dessen gasförmigen Reaktionsprodukten eine aufwändige Schleusen- und Spültechnik, was hohe Prozesskosten verursacht. Auch das BMBF hat ein Forschungsvorhaben zur „Plasmabehandlung von technischen Textilien“ bei Atmosphärendruck gefördert, wo Grundlagen zum Einsatz von DBD-Plasmen erarbeitet wurden.

Im Gegensatz zur Plasmabehandlung im Atmosphärendruckbereich zeichnet sich die Niederdruckplasmabehandlung durch eine größere mittlere freie Weglänge der Plasmateilchen und damit durch eine größere Eindringtiefe in die dreidimensionale Textilstruktur und damit einer größeren Modifizierungstiefe aus. Darüber hinaus konnte gezeigt werden, dass sich mit Hilfe der Niederdruckplasmatechnologie strukturierte Plasmapolymere geringer Oberflächenspannung auf polymeren Trägern und Textilfasern abscheiden lassen.

Die Möglichkeiten einer plasmagestützten Hydrophobierung mit fluorhaltigen Monomeren wurden in der Vergangenheit vielfach beschrieben. Eingehend untersucht wurden u.a. die Trägergase Tetrafluormethan und Perfluorethan, die neben einem Ätzabtrag von der Faseroberfläche ein Pfropfen der polymeren Substratoberfläche mit Fluorcarbonen und damit eine Hydrophobierung bewirken. Ungesättigte organische Fluorverbindungen, z.B.  $C_2F_4$  oder  $C_3F_6$ , aber auch gesättigte fluorierte Verbindungen wie  $CHF_3$  bzw. cyclische fluorierte Kohlenwasserstoffe ( $C_4F_8$ ) lassen sich im Plasma zur Polymerisation anregen. Die dabei auf ebenen Trägern aus Glas, PE, PP, PS und PMMA abgeschiedenen Schichten zeichnen sich grundsätzlich durch eine dem PTFE analoge stark ausgeprägte Hydrophobie aus.

Abgesehen von der Art des verwendeten Gases bzw. Gasgemisches sind dabei die Behandlungsparameter von entscheidendem Einfluss. Dies gilt insbesondere auch für die eingespeiste Leistung, die das Schichtenwachstum hauptsächlich bestimmt, das sich aus dem Verhältnis von Polymerabscheidung zu Ätzabtrag ergibt. Dabei spielt die Art der Plasmaanregung (gepulst, Dauerstrich) im Hinblick auf die chemische Struktur der abgeschiedenen Polymerfilme ebenfalls eine bedeutende Rolle. So konnte u.a. nachgewiesen werden, dass der Vernetzungsgrad der fluorhaltigen Plasmapolymere mit abnehmender Pulsfrequenz sinkt.

Neben den Arbeitsparametern, durch die sich die auf der Polymeroberfläche ablaufenden Reaktionen weitgehend steuern lassen, kann durch geeignete Wahl des Arbeitsgases die Plasmapolymersation gegenüber der Plasmapfropfung begünstigt werden. Dabei ist grundsätzlich davon auszugehen, dass die Polymerisation immer dann bevorzugt ist, wenn das Verhältnis von F/C im Arbeitsgas möglichst gering ist bzw. ungesättigte fluorierte Monomere verwendet werden. Dies wurde auch im Rahmen eines BMBF – Projektes für dünne Fluor-Kohlenstoff-Schichten nachgewiesen.



Darüber hinaus ist auch durch Einsatz von Gasmischungen aus ungesättigten nichtfluorierten Kohlenwasserstoffen und organischen Fluorverbindungen eine Schichtabscheidung und damit permanente Oberflächenmodifizierung möglich. So konnten Inagaki et al. durch Verwendung von Mischungen aus Alkanen, Alkenen oder Alkinen mit Hexafluoracetone fluorierte Polymerschichten auf Polyethylenfolien abscheiden, die sich durch eine ausgeprägte Hydrophobie sowie Permanenz gegenüber äußeren Einflüssen auszeichneten. Dies gilt in gleichem Maße für Plasmapolymere aus  $C_2H_4/C_2F_6$ , für die Labruier erstmals eine ausgeprägte Oberflächenrauigkeit und deren positiven Einfluss auf die flüssigkeitsabweisenden Eigenschaften nachweisen konnte. Darüber hinaus wurden auch zweistufige Verfahren erprobt, und ungesättigte nichtfluorierte Kohlenwasserstoffe und organische Fluorverbindungen nacheinander im Prozess verwendet. Die Beständigkeit der Schichten ist aber noch nicht ausreichend, da einfaches Waschen zu einer deutlichen Verschlechterung der hydrophoben / oleophoben Eigenschaften der Schicht führt.

Aber auch andere Reaktionsgase sind für die Herstellung superabweisender textiler Oberflächen in Betracht zu ziehen, z.B. im Plasma polymerisierbare siliziumorganische Verbindungen (1,1,3,3-Tetramethyldisiloxan, Hexamethyldisiloxan oder 1,3-Divinyl-1,1,3,3-tetramethyldisiloxan), die Polymerschichten mit PTFE-ähnlichen Eigenschaften liefern.

Beispielsweise sind kürzlich mit Hilfe von Hexamethyldisiloxan erstmals PDMS-ähnliche Plasmapolymere hergestellt worden, welche sich durch ihre niedrige Oberflächenenergie, ihre hervorragenden abweisenden Eigenschaften und ihre Flexibilität auszeichnen. Flexible, dehnfähige plasmapolymere Schichten sind insbesondere für Textilien interessant, um der Beweglichkeit solcher Werkstoffe gerecht werden zu können. Ferner sind solche Schichten unter UV-Einwirkung beständig, da sie in hohem Maße bis in den UV-Bereich transparent sind.

Sofern solche Schichten als geschlossene Schicht abgeschieden werden können, stellen sie zudem eine Schutzschicht dar, da sie nicht nur hydrolysebeständig sind, sondern auch hohe Beständigkeiten gegenüber Temperatur, Säuren und Laugen aufweisen.

Darüber hinaus finden sich industriell vermarktete Beschichtungsprozesse des IFAM unter den Namen Permaclean<sup>PLAS</sup>, NCT<sup>PLAS</sup> und BestSkin<sup>PLAS</sup>. All diese Prozesse bedienen spezielle Anwendungen im Bereich von Antihafbeschichtungen.

Siliziumorganische Prozesse sind ausgesprochen umwelt- und arbeitsplatzfreundlich. In Bezug auf die emittierten Gase müssen keine besonderen Maßnahmen getroffen werden. Die Stoffe sind preisgünstig und einfach zu beschaffen.

Im IFAM wird seit Jahren mit siliziumorganischen Beschichtungen gearbeitet, wobei im Wesentlichen der Precursor HMDSO eingesetzt wird. In Zusammenhang mit  $O_2$ ,  $N_2$  und/oder  $H_2$  lassen sich sehr viele unterschiedliche Schichteigenschaften mit diesem Precursor erzeugen. Dies reicht von quarzglasähnlichen Schichten für Kratzschutzanwendungen, über Korrosionsschutzschichten, über Easy-to-clean – Beschichtungen bzw. Hydrophobausstattungen bis hin zu Dehäsionsbeschichtungen als Trennmittelersatz.

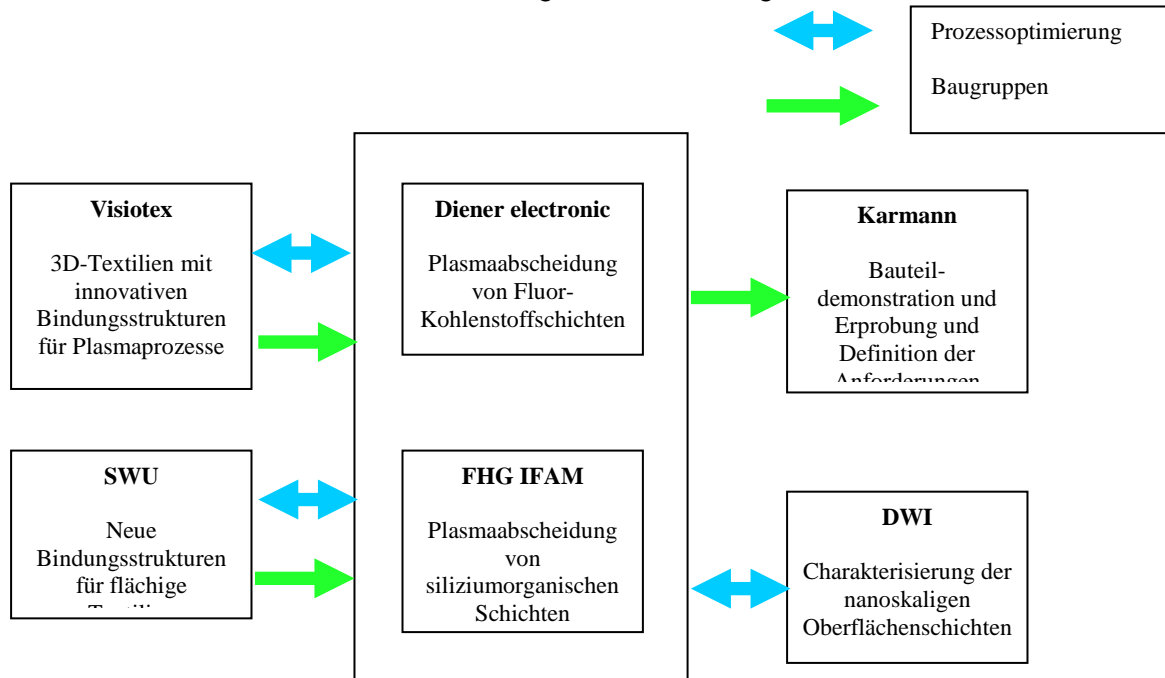
Allen hier genannten Anwendungen ist gemein, dass sie nicht auf textilen Substraten angewendet werden. Im Bereich der Textilveredelung verfügt das IFAM bisher nur über singuläre Erfahrungen. Diese Erfahrungen machen jedoch den Entwicklungsbedarf deutlich. Ein textiles Substrat hat eine besondere dreidimensionale Struktur, die es schwierig macht, diese mit einer plasmapolymere Beschichtung vollständig zu erreichen.

Offenere textile Strukturen erlauben dagegen eine ausreichende plasmapolymere Beschichtung der relevanten Oberflächen. Ein Papiermaschinensieb beispielsweise (als Beispiel für eine einfach zu beschichtende textile Struktur) hat im Einsatz gezeigt, dass eine hydrolysestabile, schmutzabweisende Ausrüstung möglich ist.

Darüber hinaus sind textile Werkstoffe häufig feucht und geben unkontrolliert Wasserdampf oder andere Gase ab, die den gasphasengestützten Plasmabeschichtungsprozess empfindlich stören können. Insofern sind prozessstabile Bedingungen aufzufinden, um gleichbleibende Schichteigenschaften erzeugen zu können. Diese Aussage ist zudem noch auf die Oberflächenbeschaffenheit der Textilie auszudehnen, auf denen sich häufig Schichten oder andere Verarbeitungshilfsmittel befinden.

## 5. Zusammenarbeit mit anderen Stellen

Die folgende Grafik erläutert die Zusammenarbeit der Projektpartner. Wichtig war einerseits die Materialbereitstellung über unterschiedliche Bindungsstrukturen, die Charakterisierung der beschichteten Textilien und die Beschreibung der Anforderungen des Marktes.



Grafik 1: Darstellung der Zusammenarbeit mit anderen Stellen

## 6. Wissenschaftlich-technische Ergebnisse

Die Ausgangsbasis der Schichtentwicklungen waren siliziumorganische plasmapolymere Schichten. Diese weisen bei geeigneter Prozessführung an ihrer Oberfläche einen abweisenden chemischen Charakter auf. Es gelang, Beschichtungen zu entwickeln, die eine hohe chemische Beständigkeit gegen verschiedene Medien aufweisen. Für derartige Schichten konnte eine grundsätzliche Relation der mechanischen Beständigkeit mit den Prozessparametern, der Schichtzusammensetzung und Schichtdicke bestimmt werden.

### Randwinkel & Wischfestigkeit für unterschiedliche Prozesse

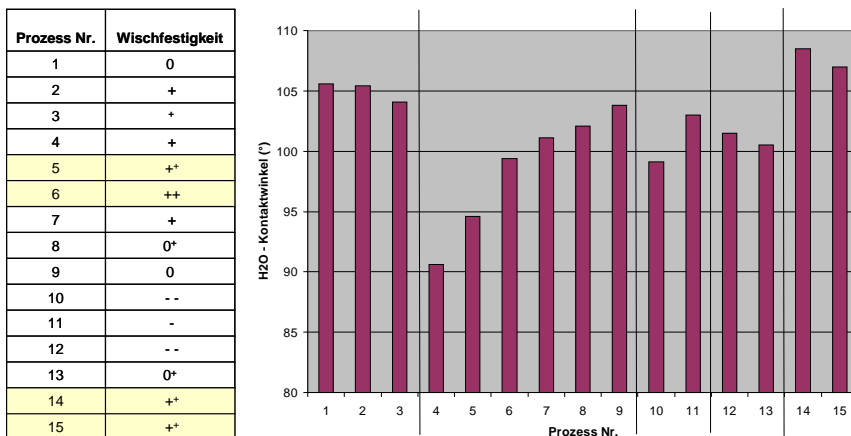


Bild 1: Vergleichende Untersuchung der Wischbeständigkeit unterschiedlicher Easy-to-clean Beschichtungen; Wischtest nach IFAM Vorschrift auf Wafer

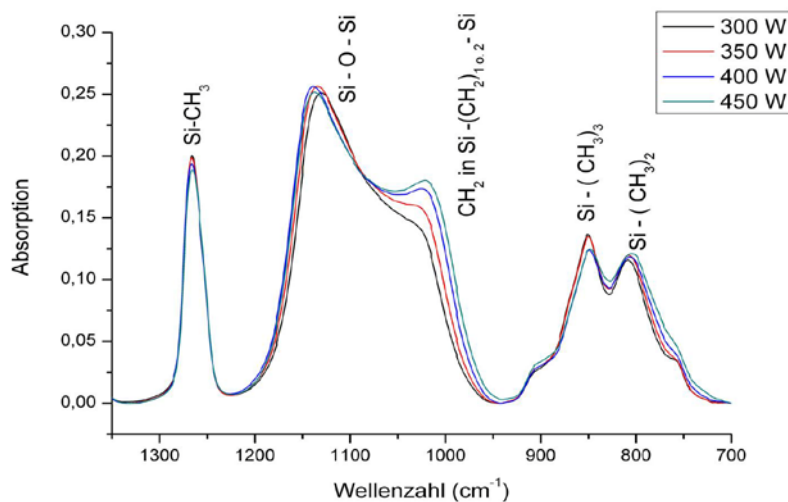


Bild 2: FTIR-Spektrum (Detail) für unterschiedliche Plasmaleistungen

Das Eindringverhalten der Beschichtung in gewebte textile Strukturen wurde mit/ohne BIAS Unterstützung untersucht. Dabei zeigte sich eine deutliche Abhängigkeit von der textilen

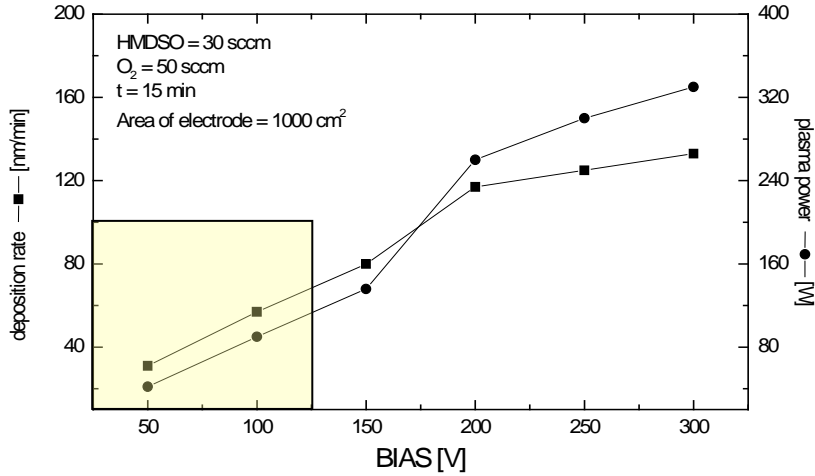


Bild 3: Abscheiderate in Abhängigkeit der BIAS-Spannung (gelb: Arbeitsbereich für Schichten mit organischem Charakter)

Gewebestruktur. Für offene Textilstrukturen, wie z.B. ein Vlies, konnte auch für viellagige Aufbauten ein sehr gutes Eindring- und Durchdringungsverhalten nachgewiesen werden. Die BIAS-Unterstützung war hierfür nicht erforderlich. Zwirne dagegen lassen sich nur an ihrer äußeren Oberfläche beschichten.

Allerdings resultieren aus der BIAS Unterstützung deutlich erhöhte Schichtabscheideraten. Der visuell erkennbare Gelb-Index der Beschichtung konnte durch eine Modifizierung der plasma-chemischen Fragmentierungsprodukte erheblich reduziert werden, so dass lediglich auf dunklen Substraten noch optische Interferenzeffekte auftraten. Ferner konnte gezeigt werden, dass Schichten mit geringem BIAS immer noch einen deutlichen organischen Charakter aufweisen.

Schon in der ersten Projektphase wurde ein verfahrenstechnisches Konzept für den Übergang

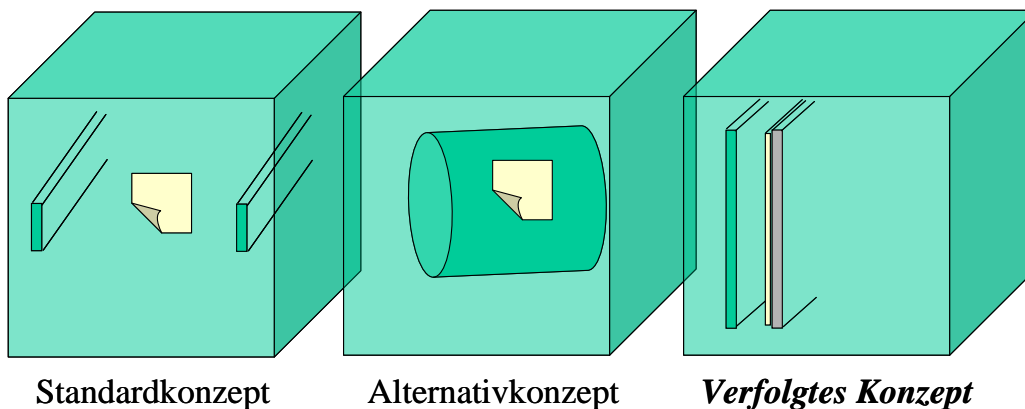


Bild 4: Schematische Darstellung der verglichenen Verfahrenskonzepte

zu hohen Abscheideraten und der Beschichtung von Bahnwarenbeschichtungen entwickelt und festgelegt. Die Schichtentwicklung wurde unter Nutzung dieses Verfahrenskonzeptes in einem Laborreaktor (ca. 360l Volumen) fortgeführt. Als Standardkonzept wurden Stabelektroden verwendet und das Produkt frei floatend angeordnet. Alternativ dazu wurde eine Elektrodenwalze überlegt. Diese ist jedoch für große Flächen nicht aufskalierbar, da die BIAS-Spannung von der Elektrodenfläche abhängt. Daher wurde ein Konzept verfolgt, bei dem die Ware nahe vor der aktiven Elektrode platziert wurde und rückseitig eine geerdete Metallplatte angebracht war.

Als optimaler Arbeitsabstand zwischen Beschichtungsgut und HF-Elektrode wurden 30 – 40 mm ermittelt. Diese Beschichtungen wurden in ihren Abscheidebedingungen (Plasmaleistung, Gas- und Monomerflüsse, Arbeitsdruck etc.) in einem weiten Parameterfeld systematisch auf ihre Resistenz gegen wässrige Medien in einem weiten pH-Wertbereich geprüft. Diese Schichtentwicklung wurde durch IR-spektroskopische Analysen begleitet.

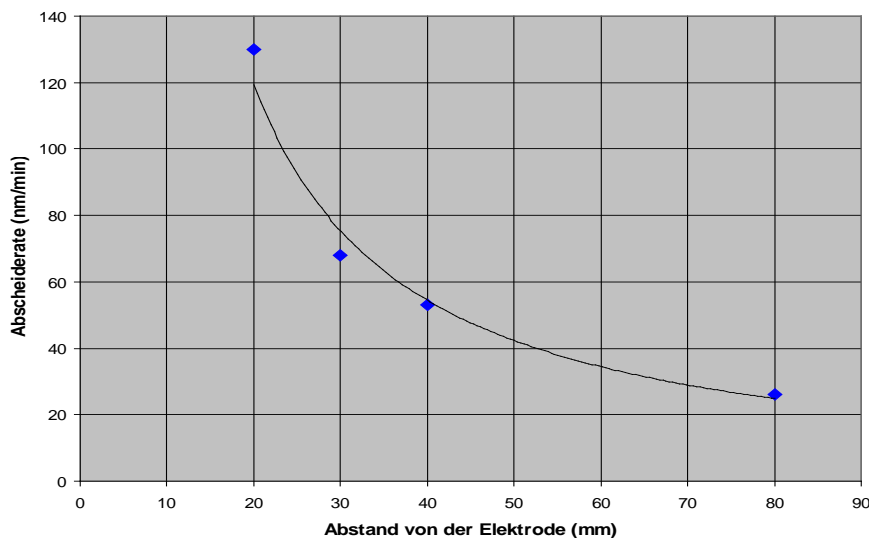


Bild 5: Abscheiderate auf der textilen Ware in Abhängigkeit vom Abstand zur Elektrode (rot: inhomogener Bereich)

Die derart hergestellten Schichten weisen eine hohe optische Transmission im sichtbaren Bereich auf und verhalten sich grundsätzlich optisch neutral, teilweise tritt eine leichte Gelbfärbung auf (Si-H – Peak).

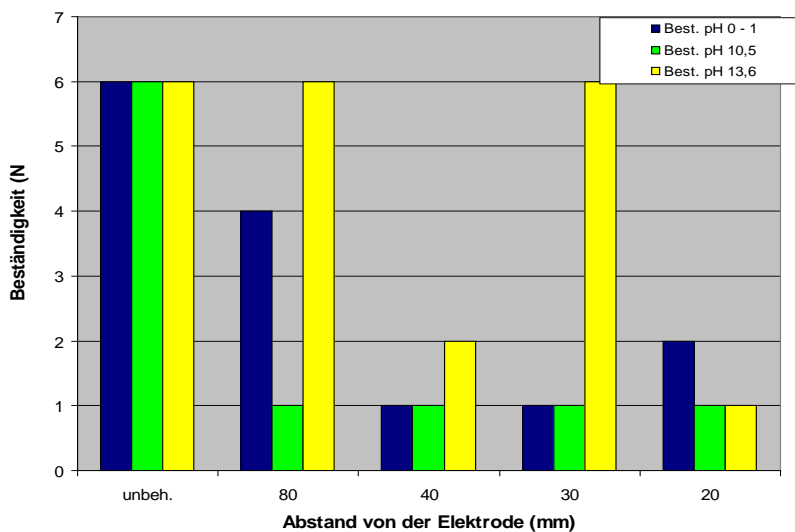


Bild 6: Beständigkeit der Beschichtung bei Belastung mit saurem und basischem Medium bei unterschiedlichem Arbeitsabstand von der Elektrode (Schulnotensystem)

Die mechanische Beständigkeit der bis zu diesem Zeitpunkt entwickelten Schichten wurde zunächst mit eigenen qualitativen Wischttests auf ebenen Substraten bewertet. Danach wurde sie als noch nicht ausreichend bewertet. Die Haptik wurde durch die Beschichtung in keinem Fall negativ beeinflusst. Das wasserabweisende Verhalten war im ausgewählten Arbeitsbereich stets sehr gut, Wassertropfen dringen auch bei längerer Einwirkungszeit nicht in das funktionalisierte Gewebe ein. Auf ebenen Substraten wurden Oberflächenenergien von 20-22 mN/m bestimmt, unabhängig von der Gewebestruktur und dem Fasermaterial.

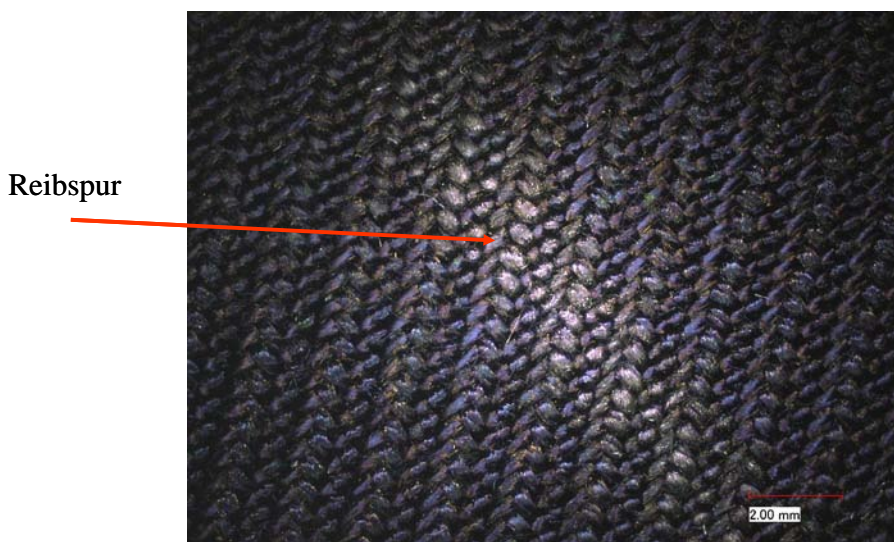


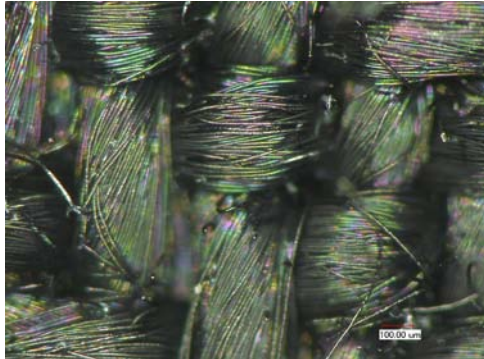
Bild 7: Reibspur auf beschichtetem Gewebe aufgrund unzureichender mechanischer Beständigkeit der Beschichtung

Ausgehend von den bis zu diesem Zeitpunkt durchgeführten Arbeiten, die die grundsätzliche Relation der mechanischen Beständigkeit mit den Prozessparametern, der Schichtzusammen-



Bild 8: Reibmuster für Martindale - Test

setzung und Schichtdicke gezeigt haben, war es das Ziel, hier eine Optimierung vorzunehmen und den Nachweis einer ausreichenden mechanischen Beständigkeit auf textilen Substraten zu



Schicht A – weich  
UPES

Schicht C – hart  
UPES

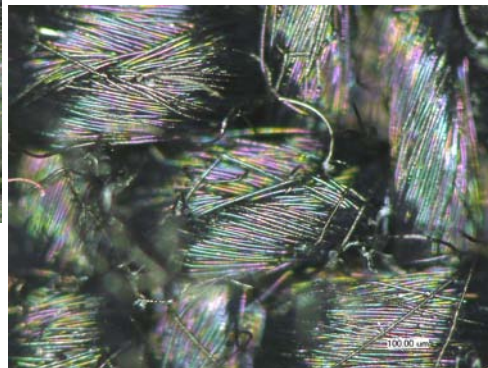


Bild 9: Beschichtetes Gewebe nach dem Martindale Scheuertest im Lichtmikroskop; die Beschichtung ist an den Interferenzfarben erkennbar (links: weiche Schicht stellenweise abgerieben; rechts: Schicht im Scheuertest beständig)

erreichen. Als Nachweismethode wurde der Martindale Scheuertest (mit Arizonastaub) im Zusammenhang mit einem Wasser-Alkohol Abweistest gewählt. Hier zeigte sich für weiter optimierte Beschichtungen eine hohe Konstanz der Wasser-Alkohol Abweisungsnote.

Zusätzlich konnte mikroskopisch nachgewiesen werden, dass die Beschichtung flächig auf der Faser verbleibt.

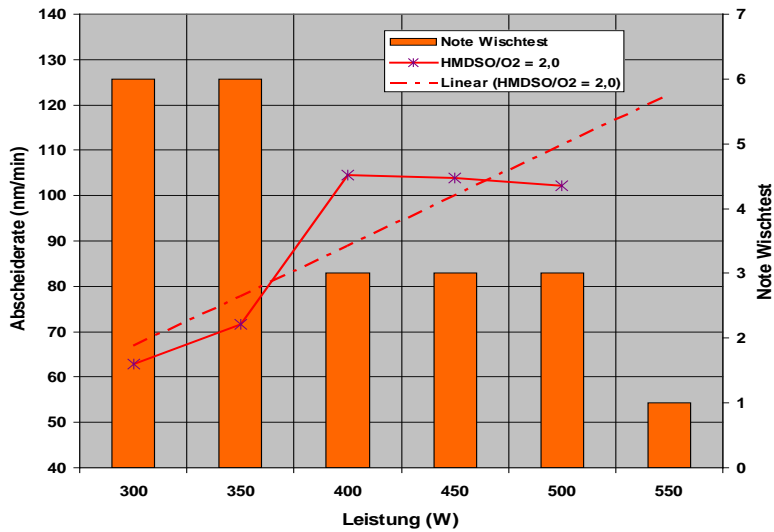


Bild 10: Für das HMDSO/O<sub>2</sub>-Verhältnis von 2:1 wird die Veränderung von Abscheiderate und Wischfestigkeit durch eine Leistungsvariation aufgezeigt

Benetzungspunkte ergeben sich hauptsächlich, wenn durch Faserverschiebungen unbeschichtete Faseroberfläche frei gelegt wird.

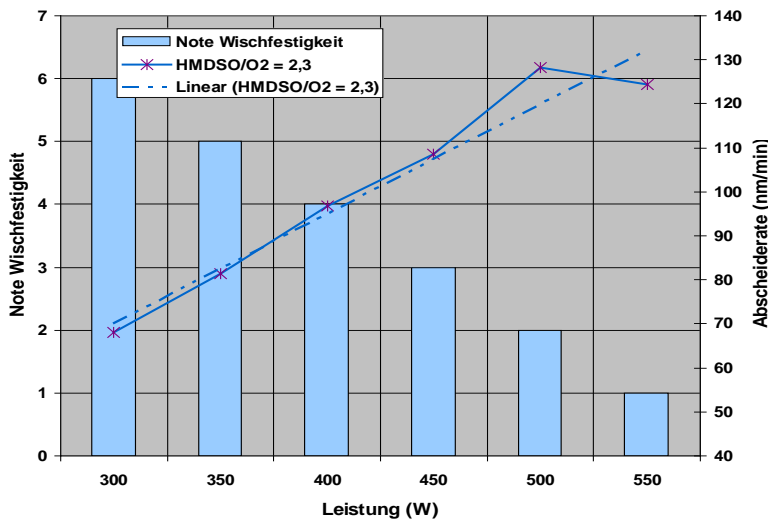


Bild 11: Für das HMDSO/O<sub>2</sub>-Verhältnis von 2,3:1 wird die Veränderung von Abscheiderate und Wischfestigkeit durch eine Leistungsvariation aufgezeigt

Zusammenfassend ergibt sich für die Herstellung von mechanisch stabilen Schichten folgendes Bild: einerseits ist bei einem Gasmischungsverhältnis HMDSO/O<sub>2</sub>, welches die Abscheidung hydrophober Schichten erlaubt (z.B. 2 : 1), die Plasmaleistung derart anzupassen, dass eine so



hohe Vernetzung erreicht wird, dass eine hohe mechanische Festigkeit der Schicht gewährleistet wird. Außerdem ist es notwendig eine Mindestschichtdicke von ca. 400 - 500 nm aufzutragen.

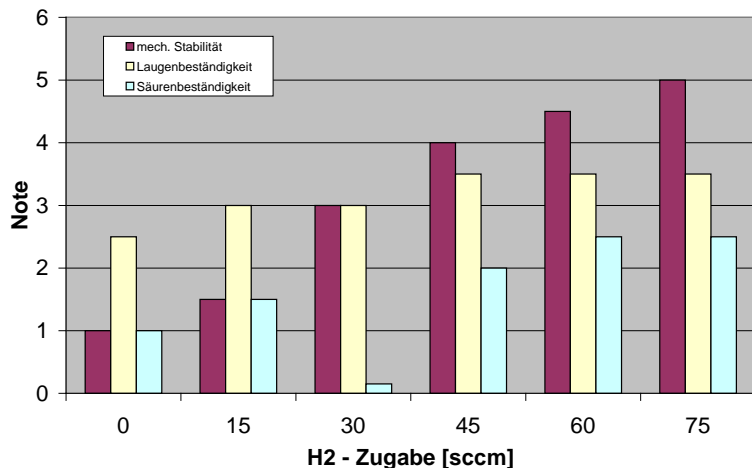


Bild 12: Änderung der chemisch/mechanischen Schichteigenschaften durch H<sub>2</sub>- Zugabe

Nach diesen Optimierungsschritten wurde untersucht, ob das Eindringverhalten der Beschichtung in gewebte textile Strukturen, als auch die chemisch/mechanischen Eigenschaften durch die Zugabe weiterer Arbeitsgase verbessert werden können. Dabei wurde fest

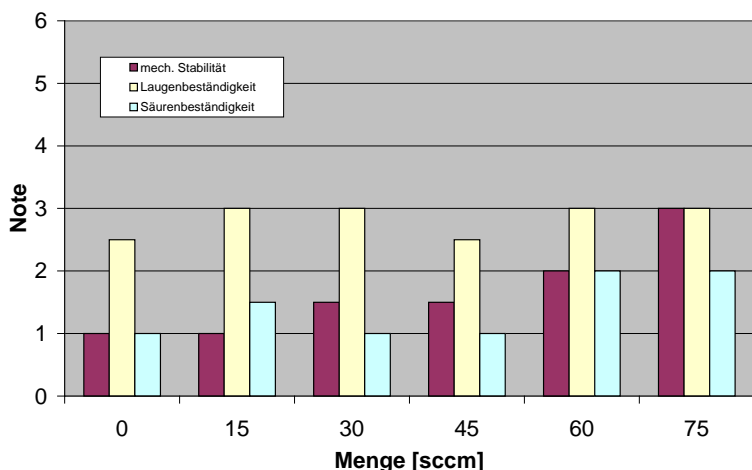


Bild 13: Änderung der chemisch/mechanischen Schichteigenschaften durch C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>- Zugabe

gestellt, dass die Zugabe von Wasserstoff schon bei geringen Mengen zu einer starken Verringerung der mechanischen und chemischen Stabilität führt. Die Zugabe von Ethylengas (C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>) verringert die Abscheiderate und in geringem Maße die Säurebeständigkeit. Nur die

Zugabe von Argon (Ar) mit bis zu 45 sccm verbesserte das Eindringverhalten der Beschichtung in die textile Struktur geringfügig, ohne die chemisch mechanischen Eigenschaften zu verschlechtern. Dabei konnten bei Schichtdicken ab ca. 400 nm mechanisch stabile Schichten hergestellt werden, die eine leicht erhöhte Laugenbeständigkeit und eine leicht reduzierte Säurebeständigkeit aufweisen.

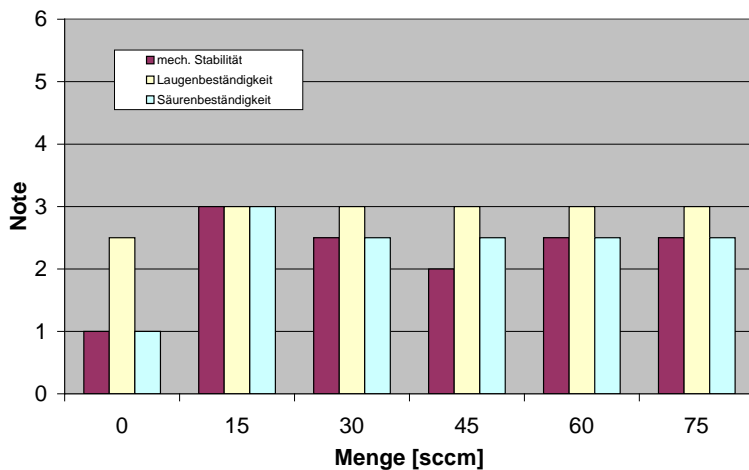


Bild 14: Änderung der chemisch/mechanischen Schichteigenschaften durch Ar- Zugabe

Es wurde ferner untersucht, ob das Eindringverhalten der Beschichtung in gewebte textile Strukturen, als auch die chemisch/mechanischen Eigenschaften durch die vorherige Einwirkung (vor dem aktiven Plasma) eines flüssigen Precursors verbessert werden können. Hierzu wurde das Textil vor dem Plasmaprozess mit einem Aerosol eines flüssigen, kurzkettigen einfachen Silikonöls bedampft und anschließend dem Plasmabeschichtungsprozess ausgesetzt. Bekannt war, dass sich auf diese Weise dünne geschlossene Silikonölfilme auftragen lassen, die sich grundsätzlich mit Hilfe eines Plasmaprozesses vernetzen lassen. Auch wenn bei einigen Textilstrukturen der abweisende Charakter leicht verbessert wurde, so ist festzustellen, dass die Wischstabilität der Schichten bei den erprobten Beschichtungsparametern schon bei geringen Silikonölmengen nicht mehr gegeben war.

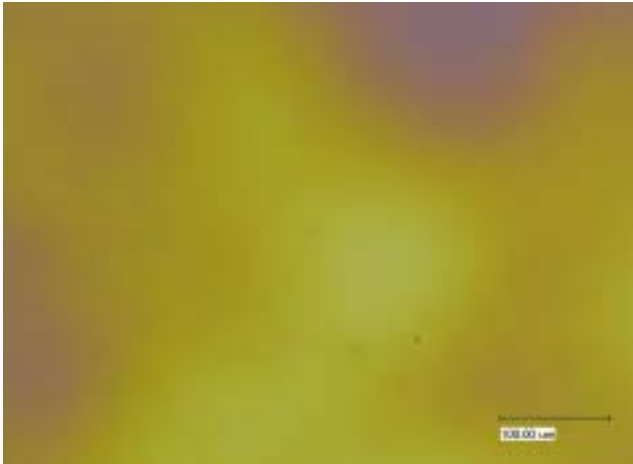
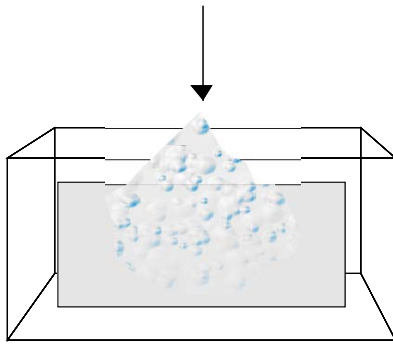


Bild 15: Oben – Schematische Darstellung der Aerosolzugabe über ein Schlauchsystem; Unten – Lichtmikroskopische Darstellung eines dünnen, geschlossenen Silikonölfilms, welcher leichte Schichtdickenschwankungen aufweist, die zu lokal geänderten Interferenzfarben führen

Nachdem die verfahrenstechnischen Voraussetzungen (Plattenelektroden) zur Beschichtung von textiler Bahnware mit Breiten von bis zu 2m nach dem oben dargestellten Konzept

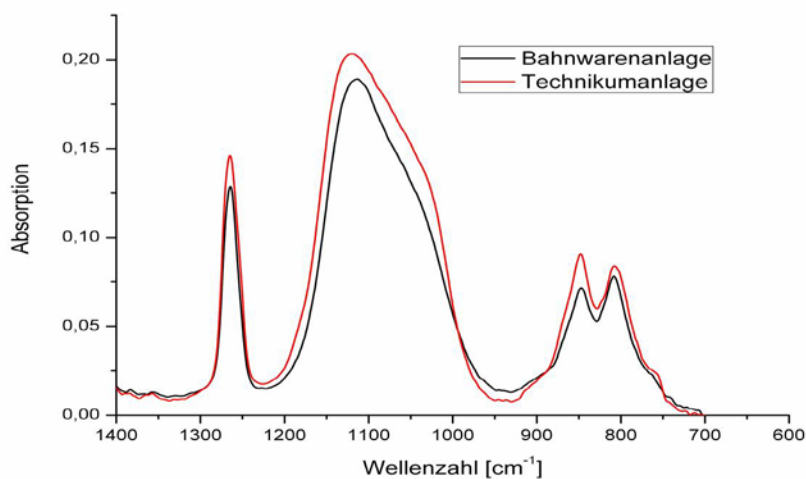


Bild 16: Vergleich der FTIR-Spektren von Schichten aus der Technikums- und Bahnwarenanlage nach Abschluss der Prozessübertragung

geschaffen wurde, konnte mit der Prozessübertragung begonnen werden. Es wurden vergleichbare Zusammenhänge im Hinblick auf die chemische und mechanische Stabilität wie auf der Laboranlage gefunden. Auf der Laboranlage konnten Abscheideraten von ca. 65 nm/min realisiert werden. Nach der Prozessübertragung auf die Bahnwarenanlage ergaben sich Abscheideraten von ca. 60 nm/min. Eine Optimierung hinsichtlich der Abscheiderate wurde an dieser Stelle nicht vorgenommen.

Es zeigte sich, dass das Gasmischungsverhältnis bei der Übertragung auf die Bahnwarenanlage trotz einer erheblichen Änderung in der Reaktorgröße und im Gasesorptionsverhalten der Anlagenkammer beibehalten werden konnte. Ebenso zeigte sich, dass die notwendige minimale Schichtdicke für mechanisch stabile Beschichtungen ca. 400 nm betrug und damit in einer vergleichbaren Größenordnung wie auf der Laboranlage lag.

Mit diesem Ergebnis wurde die Prozessstabilität des Bahnwarenprozesses näher untersucht. Dabei stellte sich heraus, dass sich die Schichteigenschaften mit höherer Prozessdauer leicht verbessern. Dies drückt sich hauptsächlich in einer schlechteren Benetzbarkeit, als auch in einer leicht verbesserten mechanischen Stabilität aus. Es wird angenommen, dass die Restfeuchtigkeit im Textil für dieses Verhalten verantwortlich ist. Diese nimmt während des laufenden Prozesses durch Desorption ab. Für stabile Beschichtungsprozesse, insbesondere wenn eine größere Menge an Material bereitgestellt wird, muss das Material deshalb ausreichend vorgetrocknet werden. Ansonsten wird Wasser durch die Hochfrequenzstrahlung, ähnlich wie in einer Haushaltsmikrowelle, erhitzt und in die Gasphase überführt. Hierdurch wird

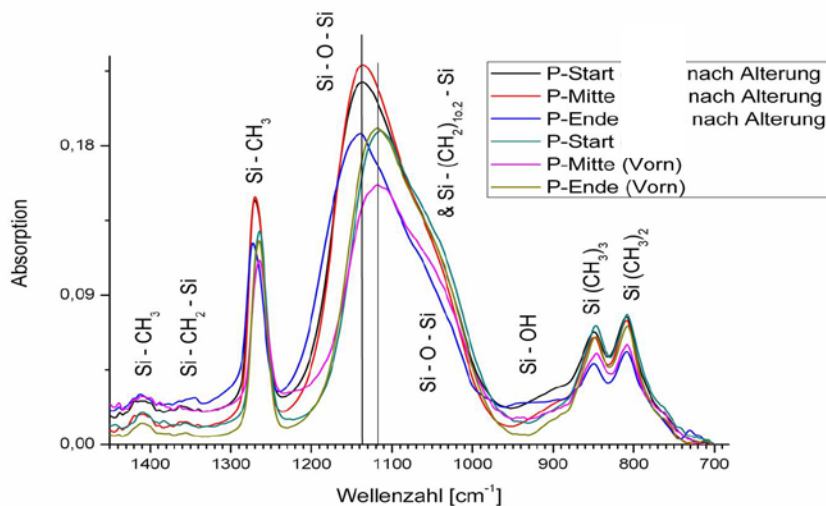
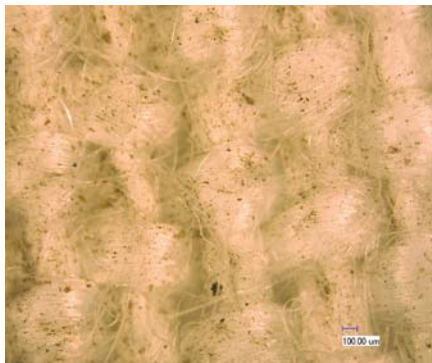


Bild 17: Vergleichende FTIR-Untersuchung eines Bahnwarenbeschichtungsprozesses zu Prozessbeginn (P-Start), zur Mitte des Prozesses (P-Mitte) und zum Ende des Prozesses (P-Ende) jeweils vor und nach einer UV-Alterung

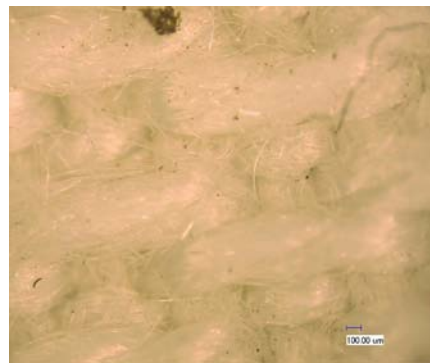
dann die Gaszusammensetzung unkontrolliert verändert sowie die Schichthftung reduziert. Es ist zu erwarten, dass Restfeuchte ebenso eine negative Auswirkung auf die Schichtbildung hat wie die bereits untersuchte Wasserstoffzugabe. Daher wird für einen stabilen Beschichtungsprozesses über die Zeit die Vortrocknung der Ware empfohlen.

Unterschiede über die Warenbreite waren nur im Hinblick auf die Abscheiderate im Kantenbereich in geringem Umfang zu beobachten.

Das Anschmutzverhalten bzw. die Möglichkeit der einfachen Reinigung wurde zunächst mittels Normschmutz beurteilt. Beschichtetes Gewebe schmutzt in dieser Suspension aus Normschmutz und Wasser deutlich weniger an als nicht ausgerüstetes Gewebe. Ferner konnte gezeigt werden, dass sich trockene Rückstände des Normschmutzes leicht aus der textilen Struktur herausaugen lassen. Eine vollständige Entfernung wird durch mechanisches Verklammern von Resten in der textilen Struktur unterbunden. Ein kleiner Rest von Schmutzpartikeln, der sich fest in der textilen Struktur verklammert hat, verbleibt unweigerlich im Gewebe.



unbeh. / Normschmutz  
nach absaugen



plasmabeschichtet / Normschmutz  
nach absaugen

Bild 18: unbehandeltes und plasmabeschichtetes weißes Gewebe nach Verschmutzung und Reinigung durch Absaugen

Es konnte durch die Projektpartner festgestellt werden, dass durch die Beschichtung sowohl das Knickverhalten noch die Griffigkeit des Textils negativ beeinflusst werden.

Abschließend kann festgestellt werden, dass der wesentliche Parameter für die Beeinflussung der mechanischen Widerstandsfähigkeit das Gasmischungsverhältnis von HMDSO zu O<sub>2</sub> und die Vermeidung von gasförmigen Verunreinigungen des Plasmas (z.B. Restwasser aus der Ware) ist. Weitere wichtige Parameter sind die Leistung bzw. die Leistung pro zugeführter Gesamtgasmenge.

Ein Anfang 2009 neu installiertes Plattenelektrodenkonzept, welches auf dem bisherigen Konzept aufbaute, aber nur noch die Plasmabildung in Richtung der Ware erlaubte, zeigte noch weiter verbesserte gleichmäßige Schichtabscheidung über die gesamte Bahnbreite. Lediglich ein leichter Randkanteneffekt (Schichtdickenerhöhung) war noch sichtbar. Nach Vortrocknung von Bahnwarematerial konnte jetzt über die Bahnlänge ein konstantes Beschichtungsergebnis sichergestellt werden. Die Abscheiderate wurde durch diese Maßnahme auf ca. 115 nm/min gesteigert, so dass Wickelgeschwindigkeiten von 0,37 m/min realisiert wurden. Diese Geschwindigkeit ist der hohen Schichtdicke als auch der geringen Elektrodenlänge (in Längsrichtung der Bahnware) aufgrund des zylinderförmigen Vakuumschüssels geschuldet. Produktionsanlagen würden anders ausgelegt werden und selbst für diese Schichtdicken leicht Geschwindigkeiten von 2 m/min realisieren können.

Zur weiteren Überprüfung der Laborergebnisse unter realeren Bedingungen, wie sie mit dem Wischtest und dem Martindale-Test erzielt wurden, wurden Proben aus einem optimierten Bahnwareprozess einem Waschstraßentest (Amtec Kistler Test) unterzogen. Dieser Test simuliert den Waschvorgang in einer Waschstraße. Zusätzlich zum Einwirken der Bürsten wird in diesem Test regelmäßig Quarzmehl aufgetragen, um ein Verreiben von Sand auf der Oberfläche zu simulieren. Im Vorfeld wurden die geprüften Proben mit der Martindale-Vorrichtung mit sehr feinem Arizonastaub angeschmutzt. Die sich ergebende Farbänderung wurde vom DWI mittels eines Graumaßstabes erfasst. Es zeigte sich, dass die Proben nach dem Waschstraßentest intakt und deutlich gesäubert waren. Die Farbveränderung durch den eingeriebenen Staub ging durchweg deutlich zurück. Mikroskopische Untersuchungen zeigten eine geringfügige Menge an Staub, die in tiefe Strukturen des Gewebes eingedrungen war und der Reinigung nicht mehr zugänglich war. Dies korrelierte nicht mit den gemessenen Werten der Farbänderung. Die Farbwerte zwischen Ober- und Untergewebe waren reproduzierbar unterschiedlich.

Darüber hinaus war es wichtig für den Außeneinsatz festzustellen, ob die Easy-to-clean – Eigenschaften auch unter intensiver UV-Einstrahlung erhalten bleiben. Dies ist insbesondere vor dem Hintergrund wichtig, dass aktuell eingesetzte Textil-Ausrüstungen sehr schnell ihren abweisenden Charakter verlieren.

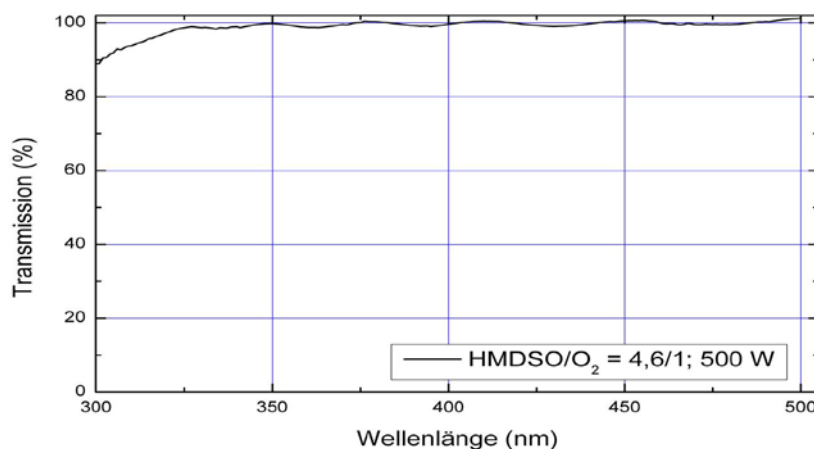


Bild 19: Transmissionsspektrum einer wischbeständigen Easy-to-clean Schichten

Zunächst wurde die Transmission der Beschichtung untersucht. Es zeigt sich, für alle wischfesten Easy-to-clean – Beschichtungen nur eine geringe Absorption bei Wellenlängen kleiner 330 nm. Die eigentliche Untersuchung der Beständigkeit der Beschichtung wurde in Anlehnung an DIN EN ISO 4892-3 durchgeführt. Allerdings wurde der Test wesentlich verschärft im Hinblick auf die Prüfdauer und das eingesetzte UV-Licht (UVB-313). Trotzdem konnten nur marginale Änderungen im UV-VIS-Spektrum im Bereich von 300 – ca. 340 nm

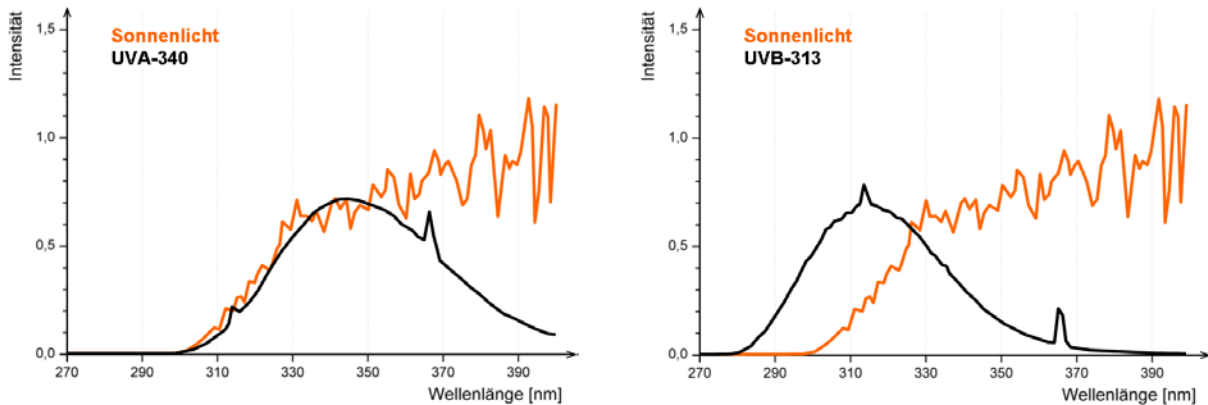


Bild 20: Intensitätsspektrum Sonnenlicht und Lampen UVA-340 bzw. UVB-313

gefunden werden. In allen Fällen stieg die Transmission an. Es fand eine geringfügige Oxidation der Oberfläche statt, wie IR-Untersuchungen zeigen konnten. Die Hydrophobie blieb jedoch erhalten.

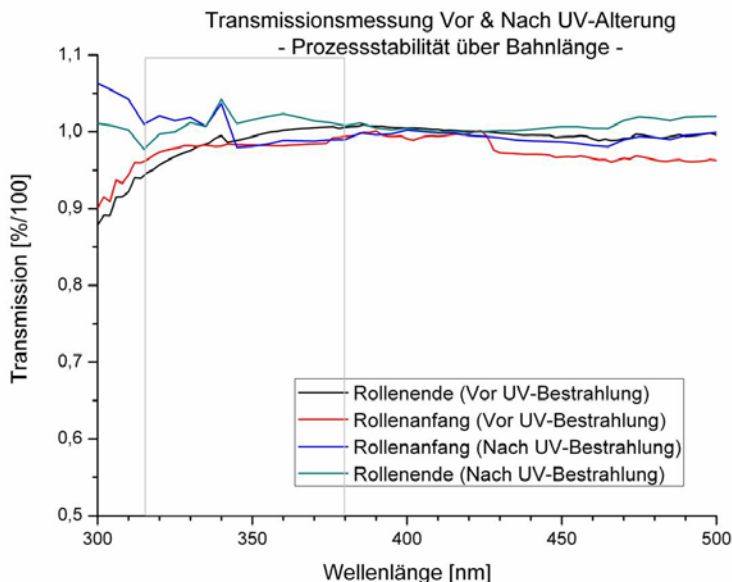


Bild 21: Transmissionspektrum der Easy-to-clean Beschichtung vor und nach UV-Alterung

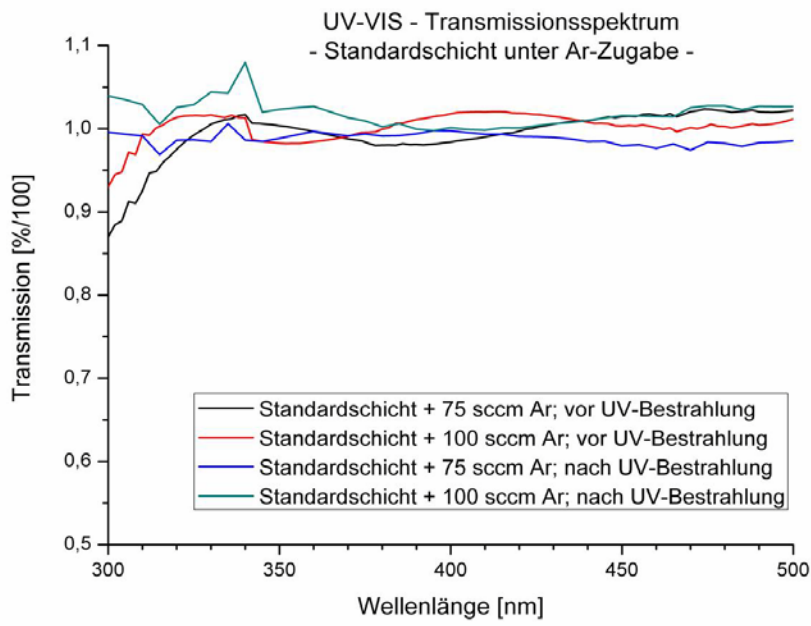


Bild 22: Transmissionsspektrum der Easy-to-clean Beschichtung (hergestellt unter Ar-Zugabe) vor und nach UV-Alterung



## 7. Vergleich der Ergebnisse mit den vorgegebenen Zielen

Ziele	Ergebnis
<b>Siliziumorganische Plasma -Nano - Beschichtung für 3D-Textilstrukturen:</b>	
- Säure- und Laugenbeständigkeit	erfüllt
- mechanische Beständigkeit	erfüllt
- UV-Beständigkeit	erfüllt
- Knickbeständigkeit	erfüllt
- angenehme Haptik	erfüllt
- gute Schichthaftung	erfüllt
- hohe Schichtflexibilität	erfüllt
Eindringverhalten in die textile Struktur	
- Verbesserung durch Self-Bias	keine Verbesserung
- Verbesserung durch Fremdgaszugabe	erfüllt (leichte Verbesserung)
- Verbesserung durch direkten Auftrag flüssiger Silikonöle	keine Verbesserung
Nachweis der Easy-to-clean Wirkung am Textil	
- mit Labortests	erfüllt
- im Einsatz am Cabriooverdeck	nicht durchgeführt - Projektabbruch
Realisierung Bahnwarenprozess	
- Prozessübertragung auf Bahnwarenanlage	erfüllt
- gleichmäßige Beschichtung über Warenbreite	erfüllt
- gleichmäßige Beschichtung über Warenlänge	erfüllt
Realisierung Großstrukturbeschichtung	nicht durchgeführt - Projektabbruch
Realisierung Demonstrator	nicht durchgeführt - Projektabbruch
Kostenrechnung	nicht durchgeführt - Projektabbruch
Konzeptentwicklung für die Prozessintegration	nicht durchgeführt - Projektabbruch

Wie die Tabelle zeigt, ist es gelungen, eine Beschichtung zu entwickeln, die die geforderte Schichteigenschaftskombination aufweist und die grundsätzliche Anwendbarkeit für textile Gewebe erbringt. Diese Beschichtung konnte erfolgreich auf einen aufskalierbaren Bahnwarenprozess mit industriell relevanter Breite von 2 Metern übertragen werden. Dabei zeigte sich, dass mit einem Vortrocknen des Textils die Prozessfähigkeit des Plasmabeschichtungsprozesses auch für die Serie herstellbar ist.

Aus Sicht des IFAM wäre die Beschichtung der Großraumstrukturen, als auch die Herstellung eines Demonstrators aus beschichteter Bahnware mit den gewonnen Erkenntnissen sicher umsetzbar gewesen. Hier ist eine gute Basis geschaffen, um weitere Kundenanfrage gut und sicher bedienen zu können.

## 8. **Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit**

Obwohl Plasma-Verfahren und hier insbesondere auch Niederdruckplasma-Verfahren schon länger bekannt sind, besteht noch ein erheblicher Forschungsbedarf zu den Mechanismen der Bildung von Nanostrukturen und Nanokompositen bei plasmapolymerten Prozessen (siehe Stand der Technik, Literatur). Es ist weiterhin bisher noch nicht gelungen, robuste Prozesse zu entwickeln, mit denen sich nanoskalierte Schichten reproduzierbar herstellen lassen, die den hohen Anforderungen der Automobilindustrie genügen. Die hohen Anforderungen hinsichtlich Klimawechselbeanspruchung (Temperatur und Bestrahlung), chemischer Resistenz und Widerstandsfähigkeit gegen abrasiven Verschleiß (Abriebfestigkeit) konnten bisher insbesondere im Bereich textiler Produkte nicht gelöst werden. Hier stellen insbesondere die textile Struktur, ihre Geometrie und das Eindringverhalten des Plasmas bzw. die Bildung von Nanopartikeln einen schwierigen Bereich dar.

Die vorgeschlagenen Plasmaverfahren erreichen keine durchdringende bzw. vollflächige Beschichtung der textilen Strukturen, sondern nur eine Beschichtung an der Oberfläche.

Die Plasmaverfahren können abhängig von den Prozessparametern die textilen Strukturen auch schädigen und so die Langzeitstabilität beeinflussen. Diese Anforderungen müssen im Zuge der Prozessoptimierung intensiv betrachtet werden. Speziell im Bereich der Außenanwendungen ist die Schichthaftung und Schichtstabilität noch nicht ausreichend, um die Plasmabehandlung und die Schichteigenschaften über mehrere Jahre zu erhalten.

Im Rahmen des Projektes ergeben sich weitere wissenschaftliche und technologische Herausforderungen. Dies betrifft einerseits die Realisierung musterungsneutraler, UV-stabiler, chemisch resistenter und abriebfester Beschichtungen auf einem flexiblen Trägermaterial mit dem Ziel, auch die Beständigkeit der Schicht und deren Haftung an der Trägeroberfläche gegenüber Scher- und Biegebeanspruchungen sicherzustellen. Andererseits stellt die geforderte Widerstandsfähigkeit der Ausrüstung gegenüber äußeren Einflüssen eine besondere Herausforderung an die Tiefenwirksamkeit des Prozesses dar, die für Plasmabehandlungen von Textilien bisher noch nicht zufriedenstellend gelöst ist. Zusätzlich spielt die Übertragbarkeit der Prozesse auf den

produktionstechnischen Maßstab die wesentliche Rolle, da nur so eine langfristige Verwendbarkeit der Ergebnisse sichergestellt werden kann.

Das Gesamtrisiko des Projektes war hoch. Jedoch wurde durch die Zusammenarbeit der Projektpartner entlang der Prozesskette das Gesamtrisiko des Projektes deutlich gesenkt. Ferner wurden technische Bereiche mit breitem Anwendungspotential im automobilen Außen- und Innenraum bearbeitet, deren textiler Aufbau stark unterschiedlich ist. Hierdurch konnte die Wahrscheinlichkeit erhöht werden, die einzelnen Ziele zu erreichen.

Das Projektteam ist ferner derart zusammengestellt gewesen, dass die notwendige Aufskalierung der Prozesse realisiert werden konnte. Diener electronic und IFAM stehen für dieses wesentliche Projektziel.

Keiner der Projektpartner wäre allein und ohne öffentliche Förderung, in der Lage gewesen, das Gesamtziel zu erreichen. Darüber hinaus wurden durch den erzielten Fortschritt im Projekt in der Industrie wichtige Voraussetzungen für den breiteren Einsatz dieser innovativen und umweltfreundlichen Technologie geschaffen.

## **9. Voraussichtlicher Nutzen, Verwertbarkeit der Ergebnisse**

Aus dem Projektstand, wie er bis zum Projektabbruch erzielt wurde, lassen sich die Resultate der Schichtentwicklung auch für andere Einsatzzwecke außerhalb des Bereichs Automotive nutzen. Zu den in Betracht kommenden Branchen bzw. Anwendungen gehören:

- Sonnenschutztextilen (insbesondere helle Materialien, die besonders schnell auf das Anschmutzen reagieren).
- technische Textilien und Gewebe, z.B. Filtermaterialien und Transportbänder
- Textilien für medizintechnische Zwecke, z.B. mit antibakterieller Ausrüstung.

Darüber hinaus können die gewonnen Erkenntnisse hinsichtlich des Eindringverhaltens plasmapolymerer Beschichtungen in enge Strukturen in anderen Projekten Eingang finden, bei denen das Textil beispielsweise durch ein metallisches Gewebe/Geflecht ersetzt wird, um z.B. spezielle Filter für die Lebensmittelverarbeitung zu entwickeln.

Wissenschaftliche Anschlussmöglichkeiten ergeben sich für das IFAM im Bereich antibakterieller, abriebfester Textilien und abriebfester Easy-to-Clean – Beschichtungen für die Lebensmittelverarbeitung.

Es ist zu erwarten, dass ein Bahnwarenbeschichtungsprozess trotz der Anforderung einer höheren Schichtdicke, technisch robust und wirtschaftlich durchführbar ist.

Es ist ein einfacher und robuster Plasmabeschichtungsprozess für unterschiedliche textile Gewebe entwickelt worden, der an das Textil lediglich die Anforderung stellt, dass die Ware vorgetrocknet ist. Daher könnte der Prozess unmittelbar durch einen Lohnbeschichter dem Markt zur Verfügung gestellt werden.

Diese Aussage wird durch den erfolgreichen Test einer neuen Elektrodenkonfiguration unterstrichen.

Auf der Grundlage dieser Arbeiten war es möglich für einen international arbeitenden Filterhersteller eine Laugenbeständige, plissier-fähige, dünne Beschichtung für Filtermaterialien zu entwickeln und in einem Bahnwarenprozess umzusetzen. Von besonderem Vorteil für das Produkt war die Möglichkeit die Luftdurchlässigkeit des Filters durch die Beschichtung nicht einzuschränken.

Zwischenzeitlich ist der Prozess in der Serie bei einem Lohnbeschichter umgesetzt worden. Die Produktion läuft prozessstabil, für den beschichteten Filter liegt die FDA Freigabe vor.

Weitere Anwendungsbereiche sind im Bereich medizintechnischer Anwendungen, z.B. bei Wundaufgaben, zu sehen. Hier finden derzeit Arbeiten zur Prozessvalidierung statt.

#### **10. Während der Durchführung des Vorhabens bekannt gewordener Fortschritt auf dem Forschungsgebiet**

Für die Arbeiten im Forschungsprojekt bildeten Erkenntnisse aus grundlegenden Forschungsarbeiten die Basis für die Durchführung des Vorhabens. Hier ist der technische Stand vor dem Projektbeginn in Kap. 4 dargelegt. Besonders relevant sind die Grundlagenprozesse zur Bildung von Nanostrukturen und Nanokompositen bei plasmapolymerten Beschichtungsprozessen. Hierzu sind neuere Forschungsarbeiten von H. Biedermann ("Nanocomposites and Nanostructures based on Plasma Polymers", Twelfth International Conference on Plasma Surface Engineering, September 13 - 17, 2010, Garmisch-Partenkirchen, Germany) präsentiert geworden. Weitere aktuelle Arbeiten zu funktionellen Eigenschaften und deren chemischer Struktur wurden von L. Zajickova durchgeführt (Correlation between chemical structure and functional properties of as deposited and annealed organosilicon plasma polymers", Quelle: s.o.) Diese befassen sich mit dem dem Vorhaben zugrundeliegenden Bereich der siliziumorganischen Plasmapolymere.

Im direkten Themengebiet des anwendungstechnisch orientierten Vorhabens sind keine vergleichbaren Arbeiten bekannt geworden.

#### **11. Erfolgte oder geplante Veröffentlichung der Ergebnisse**

Die Ergebnisse des Vorhabens sollen in anwendungsorientierten Fachzeitschriften wie z.B. Journal für Oberflächentechnik (JOT) veröffentlicht sowie auf Fachtagungen präsentiert werden. Weiterhin fließen sie in die zertifizierten Fort- und Weiterbildungsangebote sowie fachspezifische Symposien (Klebtechnik, Oberflächen) des IFAM ein. Insbesondere für den Transfer in KMU sind auch die laufende anwendungsbezogene Beratung des Instituts und die Möglichkeiten zur praktischen Erprobung und die Präsentation auf Fachmessen hervorzuheben.