

Schlussbericht vom 30.11.2023

zu IGF-Vorhaben Nr. 21123 BG

Thema

Primerlose Beschichtungssysteme: Material- und verfahrenstechnische Grundlagen für eine zuverlässige Haftfestigkeit auf PP-Anbauteilen

Berichtszeitraum

01.09.2020 - 31.05.2023

Forschungsvereinigung

Forschungsgesellschaft für Pigmente und Lacke e.V.

Forschungseinrichtung(en)

Forschungseinrichtung 1 (FE1):

Fraunhofer IPA, Nobelstraße 12, 70569 Stuttgart

Projektleiter: Dr. Norbert Pietschmann

Forschungseinrichtung 2 (FE2):

FILK Freiberg Institute gGmbH, Meißner Ring 1-5, 09599 Freiberg

Projektleiterin: Dr. Frauke Junghans

Forschungseinrichtung 3 (FE3):

Leibniz-Institut für Polymerforschung Dresden e.V., Hohe Straße 6, 01069 Dresden

Projektleiterin: Dr. Astrid Drechsler

Gefördert durch:



Bundesministerium
für Wirtschaft
und Klimaschutz

aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

Inhaltsverzeichnis

Thema.....	1
Berichtszeitraum.....	1
Forschungsvereinigung	1
Forschungseinrichtung(en).....	1
1 Zusammenfassung.....	5
2 Zielsetzung und Lösungsweg	8
2.1 Forschungsziel.....	8
2.2 Lösungsweg und Arbeitspakete	8
3 Experimentelles.....	13
3.1 Verwendete Materialien.....	13
3.1.1 PP-EPDM-Werkstoffe.....	13
3.1.2 Beschichtungsstoffe	13
3.2 Oberflächenanalysen der verwendeten Werkstoffvarianten (FE1, FE2, FE3)	14
3.2.1 Kontaktwinkelmessungen und Berechnung der Oberflächenenergie, Bewertung der Oberflächenaktivierung (FE1, FE2, FE3).....	15
3.2.2 Prüftintentests (FE2)	16
3.2.3 Zetapotentialmessungen (FE3)	16
3.2.4 Infrarotspektroskopie und Spülprobenpräparation (FE1)	16
3.2.5 DSC-Messungen (FE1)	17
3.2.6 Röntgenphotoelektronenspektroskopie (FE2, FE3)	17
3.2.7 Profilometrie (FE2)	18
3.2.8 Konfokal- und Rasterelektronenmikroskopie (FE2, FE3)	18
3.2.9 Thermomechanische Analyse (FE2)	18
3.3 Reinigung der PP-EPDM-Werkstoffe vor der Aktivierung	19
3.3.1 Laborreinigung (FE1 und FE2)	19
3.3.2 Powerwash-Verfahren.....	19
3.3.3 CO ₂ -Schneestrahlnreinigung.....	20
3.3.4 Schwertbürstenreinigung.....	21
3.4 Aktivierung der PP-EPDM-Werkstoffe (FE2)	21
3.4.1 Beflammung.....	21
3.4.2 Beflammung mittels Silikatisierung	22
3.4.3 Oberflächenaktivierung mittels rotierender Atmosphärendruck-Plasmadüse	22
3.5 Probenvorbereitung und Applikation der Kfz-Beschichtungssysteme	23
3.6 Bewertung der Lackhaftfestigkeit (FE1).....	25
3.6.1 Lackhaftfestigkeitsprüfung „Verfahren A“.....	26
3.6.2 Lackhaftfestigkeitsprüfung „Verfahren B“.....	26
3.6.3 Lackhaftfestigkeitsprüfungen: Variationen	27
3.6.4 Kondenswasserkonstantklimaprüfung nach DIN EN ISO 6270-2 CH	27
3.6.5 Klimawechseltest mit anschließender Steinschlag- und Gitterschnittprüfung.....	27

4	Ergebnisse und Diskussion	28
4.1	Ergebnisse Oberflächenanalyse der verwendeten PP-Werkstoffe im spritzfrischen, gereinigten und aktivierten Zustand (Beflammung)	28
4.1.1	Übertragung und Optimierung der Beflammung (FE2)	29
4.1.2	Topographie und Rauheit (FE2, FE3).....	31
4.1.3	Kontaktwinkelmessung (FE1 und FE3)	34
4.1.4	Zetapotential (FE3)	36
4.1.5	Infrarotspektroskopie und Spülproben (FE1)	37
4.1.6	Quellverhalten der PP-EPDM-Materialien (FE2).....	39
4.2	Haftfestigkeitsprüfung auf den verschiedenen PP-Werkstoffvarianten nach Standardvorbehandlung (Beflammen)	40
4.2.1	Ergebnisse der Haftfestigkeitsprüfung/Verfahren B	40
4.2.2	Ergebnisse der Haftfestigkeitsprüfung/Verfahren A	43
4.2.3	Weitere Prüfungen	46
4.2.4	Haftfestigkeitsprüfung – neue projektspezifische Varianten.....	48
4.3	Bewerten von Versagensmechanismen und Untersuchungen zum kohäsiven Versagen des Substrates (FE3)	50
4.4	Gegenüberstellung verschiedener industrieller Reinigungsmethoden und Vergleich mit der Laborreinigung.....	54
4.4.1	Topographie und Rauheit (FE3)	54
4.4.2	Kontaktwinkelmessung (FE2, FE3 und FE1)	55
4.4.3	Spülproben und Gravimetrie (FE1).....	58
4.4.4	Zetapotential (FE3)	58
4.4.5	Ergebnisse der Lackhaftfestigkeitsprüfungen	59
4.5	Untersuchungen des Einflusses durch den Aktivierungsprozess (FE2)	61
4.6	Untersuchung der Wirksamkeit alternativer Aktivierungsmethoden an ausgewählten PP-Werkstoffen (FE2, FE1, FE3)	64
4.6.1	Beflammung mit Silikatisierung (FE2).....	64
4.6.2	Aktivierung mittels AD-Plasmadüse (FE2).....	68
4.6.3	Topographie und Rauheit (FE3)	74
4.6.4	Kontaktwinkelmessung (FE3 und FE1)	75
4.6.5	Infrarotspektroskopie und Spülproben (FE1)	77
4.6.6	Zetapotential (FE3)	80
4.6.7	Ergebnisse der Lackhaftfestigkeitsprüfungen (FE1)	81
4.7	Variation Spritzgussparameter (FE3)	83
4.7.1	Topographie und Rauheit (FE3)	83
4.7.2	Prüftintentests und Kontaktwinkelmessung (FE2, FE1, FE3).....	84
4.7.3	Spülproben und Gravimetrie (FE1).....	87
4.7.4	Zetapotential (FE3)	87
4.7.5	Quellverhalten der PP-EPDM-Materialien (FE2).....	88
4.7.6	Ergebnisse der Lackhaftfestigkeitsprüfungen (FE1)	89

4.7.7	Variation weiterer Parameter (FE3)	90
4.8	Vergleichsanalysen und Übertragbarkeit auf 3D-Formteile.....	90
4.8.1	Topographie und Rauheit (FE3)	91
4.8.2	Kontaktwinkelmessung (FE2, FE3 und FE1)	92
4.8.3	Infrarotspektroskopie und Spülproben (FE1)	94
4.8.4	Zetapotential (FE3)	95
4.8.5	Ergebnisse der Lackhaftfestigkeitsprüfungen (FE1)	96
5	Verwendung der Zuwendung.....	100
6	Gegenüberstellung der durchgeführten Arbeiten und des Ergebnisses mit den Zielen ..	101
7	Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit	106
8	Darstellung des wissenschaftlich-technischen und wirtschaftlichen Nutzens der erzielten Ergebnisse, insbesondere für KMU	107
8.1	Wissenschaftlich-technischer Nutzen	107
8.2	Innovativer Beitrag der Forschungsergebnisse und ihre industriellen Anwendungsmöglichkeiten	107
9	Ergebnistransfer in die Wirtschaft.....	109
9.1	Bisherige Transfermaßnahmen	109
9.2	Geplante Transfermaßnahmen	110
9.3	Einschätzung zur Realisierbarkeit des vorgeschlagenen und aktualisierten Transferkonzepts	111
9.4	Bisherige Veröffentlichungen.....	111
10	Forschungseinrichtungen.....	112
11	Danksagung	112

1 Zusammenfassung

Kunststoffe auf Polypropylen(PP)-Basis sind u. a. in der Automobilindustrie aus Gründen der Gewichtsreduktion weit verbreitet. Für dekorative Anwendungen werden PP-Anbauteile hochwertig beschichtet, wobei es trotz hoher Produktionsstandards immer wieder zu Haftfestigkeitsproblemen kommt. Es ist bekannt, dass die Effizienz der praxisüblichen Reinigungsverfahren (Powerwash, CO₂-Schneestrahlen) und Aktivierungsverfahren (Beflammen, Plasmabehandlung und Gasphasenfluorierung) einen wesentlichen Einfluss auf die Lackhaftfestigkeit hat. In diesem Zusammenhang wird allgemein ein Hauptaugenmerk auf die Effizienz der Oberflächenaktivierung (Art und Anteil der gebildeten polaren Gruppen, Polarität) bzw. die Optimierung von Prozessparametern der Aktivierungsverfahren gelegt.

Zur Rationalisierung und Kosteneinsparung wird in jüngster Zeit teilweise zu primerlosen Beschichtungsaufbauten auf PP-Bauteilen übergegangen, das heißt zum Wechsel vom Dreischichtaufbau (Primer + Basislack + Decklack) zum Zweischichtaufbau (Basislack + Decklack). Hierbei muss der Basislack die haftungsvermittelnde Funktion des Primers mit übernehmen, was das potenzielle Risiko des Haftversagens weiter erhöht. Dies gab Anlass zu dem hier vorliegenden FuE-Projekt, mit dem potenzielle Fehlerquellen, Problembereiche und Optimierungs-/Verbesserungsmöglichkeiten herausgearbeitet werden sollten.

Die im Projekt verwendeten Kunststoffsubstrate entsprachen entweder einem kommerziellen Werkstoff oder waren durch veränderte Materialzusammensetzungen (insbesondere unterschiedliche Füllstofftypen /-gehalte) hieraus abgeleitet. Der Füllstoff bestimmte Details der Morphologie sowie die (sehr geringe) Rauheit der Platten, hatte jedoch keinen Einfluss auf funktionelle Eigenschaften der Oberflächen wie Kontaktwinkel bzw. Oberflächenenergie und Zetapotential. Die Versuche erfolgten auf industriell hergestellten Spritzgussplatten (Format A5), gegen Projektende zum Vergleich aber auch auf individuell (d. h. unter Variation von Spritzgießparametern) spritzgegossenen Platten sowie – zwecks Übertragung der Ergebnisse auf 3D-Formteile – auf kommerziellen Stoßfängern.

Die physiko-chemische Oberflächencharakterisierung der unbehandelten Spritzgussplatten mittels Konfokalmikroskopie, Kontaktwinkel- und Zetapotentialmessungen zeigte, dass die Platten vergleichsweise glatt sind mit quadratischen Mittenrauwerten $S_q \sim 0,25 - 0,35 \mu\text{m}$ und entwickelten Oberflächenverhältnissen $S_{dr} \sim 1,5 - 3 \%$. Variationen dieser Parameter korrelieren mit dem unterschiedlichen Gehalt an Füllstoffen und deren Aspektverhältnis; zudem hat die Rauheit des Gusswerkzeugs einen Einfluss. Kontaktwinkelmessungen mit Wasser ergaben Fortschreitwinkel um 105° und Rückzugswinkel um 90° , d. h. Werte, die charakteristisch für unpolare Polymermaterialien sind. Auch das pH-abhängige Zetapotential zeigte einen für derartige Materialien typischen Verlauf mit isoelektrischen Punkten zwischen pH 3 und 4. Die Oberflächenenergie lag bei $22 - 24 \text{ mN/m}$ mit einem polaren Anteil $< 1 \text{ mN/m}$.

Die im Projekt eingesetzten Basislacke waren kommerzielle Systeme in den Farbtönen Schwarz, Weiß und Silbermetallic, wobei der größte Teil der Untersuchungen an schwarzen Lackaufbauten erfolgte. Auch bei dem Klarlack handelte es sich um ein kommerzielles, in diesem Falle Zweikomponenten-Material.

Näheres wird in den folgenden Abschnitten zusammengefasst. Letztendlich konnte folgendes Fazit gezogen werden:

- Die Laborreinigung der Platten erhöhte deren Rauheit minimal, möglicherweise durch das Freispülen von Poren. Fortschritt- und Rückzugskontaktwinkel verringerten sich nur wenig, jedoch zeigte sich eine leichte Erhöhung des dispersen Anteils der Oberflächenenergie auf 27 – 29 mN/m, während der polare Anteil verschwand. Zetapotentialmessungen zeigten im Rahmen der Messgenauigkeit keine Änderung.
- Die erwartungsgemäße Zunahme der Oberflächenenergie bestätigte sich durch statische Kontaktwinkelmessungen bei Powerwash- und CO₂-Schneestrahlnreinigung (nicht aber bei der Schwertbürstenreinigung).
- Eine Verringerung des Kontaktwinkels bzw. Erhöhung der Oberflächenenergie und des polaren Anteils wurde im Zuge der Aktivierung erreicht. Der Fortschreitwinkel von Wasser sank auf 70° – 90°, der Rückzugswinkel auf 10° – 30°; die Oberflächenenergie stieg auf 30 – 35 mN/m mit einem polaren Anteil von 2 – 4,5 mN/m. Dies belegt die Bildung polarer Gruppen.
- Die Beflammung mit Silikatisierung wirkte diesbezüglich ähnlich wie die Standard-Beflammung, jedoch wurden hier bei dynamischen Kontaktwinkelmessungen sehr geringe Rückzugs-Kontaktwinkel ermittelt.
- Die Plasmabehandlungen führten zu deutlich höheren Oberflächenenergien mit einem großen polaren Anteil (in einem Fall sogar > 50 mN/m mit einem polaren Anteil von 30 – 38 mN/m, Fortschreitwinkel 40° bis 60°, Rückzugswinkel 10° – 20°). Die entstandenen sauren Gruppen waren auch nach einem Tag noch mittels Zetapotentialmessungen nachweisbar. Oberflächenmorphologie und -rauheit änderten sich wenig, da diese hauptsächlich durch die Füllstoffe bestimmt werden.
- Morphologie und Rauheit der Platten zeigten keine messbaren Änderungen infolge von Reinigung und/oder Aktivierung, ausgenommen eine der plasmabehandelten Proben.
- Durchgeführte Lösemittel-Spülproben ergaben in allen Fällen, unabhängig von Vorbehandlungszustand und Vorbehandlungsart, 10 – 18 mg/m² an nichtflüchtigen Oberflächenbelägen, vermutlich v.a. durch Kunststoffadditive. Dies bedeutet, dass solche Additive auch nach erfolgter Entfernung aus dem Kunststoffinneren wieder nachdiffundieren, was mit früheren Ergebnissen übereinstimmt. In einigen Fällen ergaben sich außerdem Hinweise auf LMWOM-Schichten (Low Molecular Weight Oxidised Material) durch Abbauprozesse an der Oberfläche.
- Quellversuche an den Plattenmaterialien konnten belegen, dass die Kunststoffsubstrate durch das Aufbringen von Butyldiglycol, einem Co-Lösungsmittel des Basislackes, nicht angequollen werden.
- Im Mittelpunkt der anwendungstechnischen Prüfungen standen Versuche zur Lackhaftfestigkeit und hierbei wiederum die Druckwasserstrahlprüfung (ausgehend von DIN EN ISO 16925), da sich weitere, ebenfalls erprobte Testmethoden als wenig aussagefähig erwiesen. Doch auch die Druckwasserstrahlprüfung, für die zunächst zwei unterschiedliche, auf der DIN EN ISO 16925 basierende Werksnormen namhafter Automobilhersteller herangezogen werden sollten, ergab zunächst keine differenzierbaren Aussagen: eine der Werksnormen lieferte fast ausschließlich „zu gute“ Ergebnisse, die andere „zu schlechte“.
- Somit wurden zusätzliche Arbeiten erforderlich, um weitere, projektspezifische Anpassungen festlegen zu können. Hiermit ergaben sich bessere Differenzierungsmöglichkeiten. Leider stimmten aber die Ergebnisse der zwei modifizierten OEM-

Werksnormen nicht immer überein. Allgemeingültige Aussagen erscheinen daher schwierig.

- In den enthafteten Bereichen wiesen Konfokalmikroskopie und REM in Verbindung mit EDX bei allen Substrat-Lack-Kombinationen sowie für alle Reinigungs- und Aktivierungsvarianten Kohäsionsbruch im Substrat als Versagensmechanismus nach. Unterschiedliche Füllstoffgehalte spiegelten sich lediglich in den Bruchbildern wider.
- Hinsichtlich der getesteten, industriellen Reinigungsverfahren erwiesen sich nach Druckwasserstrahlprüfung Powerwash, CO₂-Schneestrah- und Schwertbürstenreinigung als im Wesentlichen gleichwertig. Zwar waren bei den Haftfestigkeitsprüfungen Unterschiede zwischen den Reinigungsverfahren zu erkennen, jedoch war kein Verfahren den anderen klar überlegen. Soweit Unterschiede im Kontaktwinkel zunächst eine Überlegenheit von Powerwash anzudeuten schienen, war dies nach Auswertung der Druckwasserstrahlprüfungen nur in einem Teil der Fälle von praktischer Bedeutung.
- In Bezug auf die Aktivierungsverfahren war keine der getesteten Alternativen, d. h. Silikatisierung mittels Beflammung oder Aktivierung mittels Plasmadüse, der klassischen, in der Praxis allgemein üblichen Beflammung überlegen.
- Die Eigenherstellung von Spritzgussplatten aus entsprechenden Materialien unter veränderlichen Prozessparametern änderte wenig an den Eigenschaften der Platten; die Ergebnisse hinsichtlich Reinigung, Aktivierung, Substrathaftung und Versagensmechanismus waren mit den industriell gefertigten Platten vergleichbar.
- Bei den Stoßfängern war die Rauheit etwas geringer, allerdings zeigten sich – bedingt durch die Größe des Werkstücks – lokale Unterschiede in der Verteilung der Füllstoffe und damit auch der Rauheit. Alle anderen Ergebnisse waren mit den Testplatten vergleichbar.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass die untersuchten Spritzgussmaterialien eine qualitativ hochwertige Oberfläche haben, auf der sowohl Zweischicht- als auch Dreischicht-Lacksysteme nach Reinigung und Aktivierung gut haften.

Insgesamt ist auszusagen, dass die Verwendung industrieller Reinigungsverfahren und alternativer Aktivierungsmethoden sowie die Herstellung von Platten mit veränderten Spritzgussparametern die Lackhaftung beeinflussten, jedoch nicht zu signifikanten Veränderungen führten. Die oben erwähnte Steigerung der Oberflächenenergie war zwar zum Erreichen der Substrathaftung unerlässlich; die weitere Abstufung der Oberflächenenergiewerte infolge der Variation von Reinigungs- und Aktivierungsverfahren spiegelte sich in den Haftungsergebnissen dann aber nur teilweise wider.

Als ungünstig erwies sich der notwendige Probentransport zwischen Reinigung, Aktivierung und Charakterisierung, der zu Zeitverzögerungen und damit einer Abnahme der Reinigungs- und Aktivierungseffekte führte und so die Ergebnisse der Charakterisierungsmethoden beeinflusste.

2 Zielsetzung und Lösungsweg

2.1 Forschungsziel

Im Automobilbereich erfolgt die Lackierung vieler spritzgegossener PP-Anbauteile üblicherweise dreischichtig: auf das aktivierte PP werden Primer, Basislack und Klarlack aufgetragen. Da nach jedem Beschichtungsschritt ein Trocknungsprozess folgt, würde das Einsparen eines Bearbeitungsschrittes eine Reduktion von Materialverbrauch, Energie, Zeit und damit Kosten bedeuten. Daraus resultiert ein großes Interesse, die Entwicklung von Zwei-Schichtaufbauten ohne Primer unter Gewährleistung der allgemein geforderten Eigenschaften einschließlich Lackhaftfestigkeit voranzutreiben.

Im Zweischichtsystem muss die haftvermittelnde Rolle des Primers vom Basislack mit übernommen werden. Dem damit einhergehenden Problem einer verringerten Zuverlässigkeit der Haftfestigkeit kann nur durch erhöhte Ansprüche an die Prozesssicherheit begegnet werden. Das schließt die exakte Anpassung von PP-Substrat und Lacksystem ein.

Ziele dieses Forschungsvorhabens waren die Anpassung und Optimierung von Substratzusammensetzung, Spritzgussparametern und Vorbehandlungsprozessen für eine zuverlässige, primerlose Beschichtung. Die Prozesse Reinigung und Oberflächenaktivierung mittels Beflammung oder alternativer Verfahren (Plasma und Beflammung mit Silikatisierung) wurden untersucht und optimierte Bedingungen für den primerlosen Lackierprozess und die Bewertung von Eigenschaften erarbeitet. Analysen bei Haftversagen ermöglichten eine Eingrenzung der Fehler und zeigten Zusammenhänge zwischen Substratmorphologie und Haftfestigkeit auf.

Mit dem vorliegenden Forschungsvorhaben wurde ein großer potenzieller Nutzerkreis erreicht, da hier Spritzgießen, Reinigungs- und Aktivierungsprozesse auf schwierig zu beschichtenden PP-Werkstoffen betrachtet wurden. Das erarbeitete Wissen steigert die Wettbewerbsfähigkeit von KMU-geprägten Automobilzulieferern, die ihre Prozesse an die primerlose Lackierung anpassen müssen.

2.2 Lösungsweg und Arbeitspakete

Für ein besseres Verständnis der Zusammenhänge zwischen Substrat, Vorbehandlung und Lackaufbau im primerlosen Prozess wurden in diesem Forschungsvorhaben verschiedene Aspekte betrachtet:

- Ermittlung der kritischen Parameter der Substratzusammensetzung/-herstellung
- Optimierungspotenziale im Reinigungs- und Aktivierungsprozess
- Untersuchungen zur kohäsiven Schwächung des Substrats durch Wechselwirkung mit Colösemitteln des Basislacks und deren Einfluss auf die Haftfestigkeit

Damit die Ergebnisse auf reale Anbauteile wie Stoßfänger repräsentativ und schnell übertragbar sind, sollten alle untersuchten Parameter im Rahmen industriell einsetzbarer Möglichkeiten in Absprache mit dem Projektbegleitenden Ausschuss (PA) variiert werden. Um die neuen Erkenntnisse mit dem bisherigen Erfahrungsschatz zur klassischen Dreischichtlackierung abgleichen zu können und um Unterschiede zwischen den beiden Prozessen zu diskutieren, wurde ein für den klassischen Dreischichtaufbau verwendetes PP-EPDM-Substrat aus einem Vorgängerprojekt als Referenz mit

einbezogen. Die Untersuchungen beinhalteten auch eine Reinigungs- und Aktivierungsroutine, die für den klassischen Prozess üblich ist, sowie kommerzielle, in der industriellen Anwendung verbreitete Beschichtungsstoffe.

Im Folgenden werden zunächst die geplanten und durchgeführten Arbeitspakete vorgestellt.

AP1: Materialbeschaffung und Vorprüfung der Formulierungskomponenten für das PP-Compound und Basislacke unterschiedlicher Farben (FE1, FE2, FE3)

In diesem Forschungsvorhaben wurde mit drei PP-Werkstoffen gearbeitet, die nach Absprache im PA von einem PA-Mitglied (Kunststoffhersteller) bereitgestellt wurden, zunächst für die ersten Arbeitspakete in kleiner Stückzahl (je 150 Platten), später in einer weiteren Charge mit je 980 Platten. Die Substratzusammensetzung unterliegt einer Geheimhaltungsvereinbarung und ist nur ansatzweise bekannt.

Vergleichend wurden für die ersten Versuche auch Probeplatten aus dem vorausgegangenen Forschungsprojekt 19135 BG mitgeführt. Weiteres hierzu wird unter 3.1.1 ausgeführt.

Für die Bearbeitung von AP10 waren auch 3D-Formteile einzuplanen.

In Absprache mit dem Projektbegleitenden Ausschuss wurden ein branchenüblicher Primer (zum Vergleich Dreischichtaufbau versus Zweischichtaufbau) sowie drei Basislacke mit unterschiedlicher Pigment-Volumen-Konzentration bzw. auch ein Metallic-Lack sowie ein Klarlack ausgewählt und von einem PA-Mitglied bereitgestellt.

Die Überprüfung der Lackierbarkeit (Rheologie, Einstellung der Schichtdicke, Benetzbarkeit) erfolgte unter Laborbedingungen. Für die Probenbezeichnungen wurde dabei eine Nomenklatur entwickelt, mit deren Hilfe die relevanten Stoff- und Behandlungsdaten jeder einzelnen Probe in einer für alle Partner nachvollziehbaren Form angegeben und archiviert wurden.

AP2: Herstellung und Oberflächenanalyse der PP-Werkstoffvarianten mit variiertem disperger Phase und Füllstoff (Talkum) unterschiedlicher Größe (FE1, FE3, FE2)

Geplant waren:

- Untersuchung des Dispergierzustandes des Füllstoffs mittels REM
- DSC-Messungen zur Beurteilung der Kristallinität
- Physikalisch-chemische Charakterisierung der Oberflächen der PP-Werkstoffe im spritzfrischen Zustand mit verschiedenen oberflächensensitiven Methoden. Hierbei umfassende qualitative und quantitative Beschreibung der Oberflächenparameter Polarität, Oberflächenchemie und Oberflächenmorphologie des Plattenmaterials. Zum Einsatz kamen dabei
 - Kontaktwinkelmessungen sowie – für eine bessere Vergleichbarkeit mit entsprechenden Werten aus der Industrie – auch Prüftinentests, ferner Zeta-potentialmessungen, für Aussagen zur Benetzbarkeit bzw. um Rückschlüsse auf polare/unpolare funktionelle Gruppen sowie saure oder basische Gruppen mit hoher Empfindlichkeit treffen zu können

- Profilometrie, Konfokal- und Rasterelektronenmikroskopie, um Rauheiten und Oberflächenstrukturen zu erfassen
- Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS) sowie infrarotspektroskopische Untersuchungen für die Ermittlung der Elementzusammensetzung und Bindungstypen in der Oberflächennähe
- Spülproben zur Bestimmung der Auflagemenge (mg/m^2) löslicher Bestandteile auf der Substratoberfläche.

AP3: Herstellen von Probeschichtungen und Prüfen der Lackhaftung (FE1, FE2)

In diesem Arbeitspaket war der Einfluss der Substratvariationen auf die Lackhaftfestigkeit zu untersuchen. Hierzu wurden beflammte PP-Platten mit einem primerlosen Zweischichtaufbau, in ausgewählten Fällen auch mit einem Dreischichtaufbau, gemäß den Vorgaben der Lacklieferanten pneumatisch lackiert. Die Parameter für die Beflammung entsprachen dabei zunächst den optimalen Prozessparametern aus dem Vorgängerprojekt und wurden evaluiert bzw. weiter optimiert.

AP4: Bewerten von Versagensmechanismen und Untersuchungen zum kohäsiven Versagen des Substrats (FE1, FE2, FE3)

Gegenstand des Arbeitspaketes war die Untersuchung von Proben mit auftretendem Haftversagen hinsichtlich Adhäsionsbruch (an der Grenzfläche PP-EPDM/Beschichtung) oder Kohäsionsbruch (im Substrat oder in der Beschichtung) mittels Lichtmikroskopie und REM bzw. REM/EDX nach entsprechenden Anschnitten. In früheren Projekten war Kohäsionsbruch nach TWT- und HDW-Test die häufigste Versagensart beim klassischen Dreischichtaufbau auf PP-EPDM.

Demzufolge waren auch Studien zur Phasenmorphologie (Mikrotomschnitte und/oder Anschleifen und DSC-Untersuchungen) sowie Untersuchungen zur Wechselwirkung zwischen Substrat und Colösemittel des Basislackes (Quellvermögen und Eindringtiefen) vorgesehen. Das Quellverhalten sollte mittels Thermomechanischer Analyse (Dickenveränderung der Platten in Gegenwart der Basislacklösemittel) bewertet werden.

AP5: Vergleich Reinigungsmethoden und Auswahl der Kunststoffvarianten nach Standardvorbehandlung (FE2, FE3, FE1)

Die modifizierten PP-Kunststoffvarianten (Variation von disperser Phase, Talkumgröße) wurden zunächst mit praxisüblichen Verfahren wie CO_2 -Schneestrahlen, Powerwash und Schwertbürste gereinigt und einander gegenübergestellt. Die Untersuchung des Reinigungseffektes und der Vergleich der Leistungsfähigkeit der unterschiedlichen Methoden erfolgte mittels Kontaktwinkel- und Zetapotentialmessungen sowie Spülproben (siehe AP2) und Lackhaftfestigkeitsprüfungen (siehe AP3). In diesem Arbeitspaket wurde auch eine Auswahl von zwei Substratvarianten getroffen, die sich bzgl. der ermittelten Haftfestigkeitsergebnisse (gut – kritisch) unterscheiden und mit denen im weiteren Verlauf des Projektes weitergearbeitet wurde.

AP6: Untersuchungen des Einflusses durch den Aktivierungsprozess (FE2, FE1, FE3)

Die Aktivierung der Bauteiloberfläche erfolgte mittels Beflammung. In diesem Arbeitspaket sollten die Prozessparameter, wie z. B. der Abstand der Flamme zum Bauteil, die Einwirkungsdauer der Flamme, das Mischungsverhältnis Prozessgas/Luft (oxidativ, reduktiv) und der Durchsatz des Prozessgas/Luftgemisches variiert werden. Es war davon auszugehen, dass für die jeweiligen PP-Kunststoffvarianten ein optimiertes Prozessfenster ermittelt werden musste. Die unterschiedlich gereinigten und beflamten Substrate wurden auch hier oberflächentechnisch (siehe AP2) untersucht und die Lackhaftfestigkeit (siehe AP3) ermittelt.

Um zu überprüfen, ob eine Korrelation zwischen der Oberflächentemperatur während der Beflammung und der erzielten Oberflächenenergie besteht, wurde die Erwärmung der Substratoberflächen mittels Thermografie untersucht.

Ziel der Aktivierung war eine Oberflächenenergie von größer 40 mN/m, was dem Industriestandard der PP-Kunststoffvarianten entspricht. Im Rahmen dieser Untersuchungen war ein Prozessfenster zur Vorbehandlung der PP-Kunststoffvarianten zu ermitteln und ein mathematischer Zusammenhang zwischen Oberflächentemperatur und Grad der Oberflächenaktivierung abzuleiten.

AP7: Untersuchung der Wirksamkeit alternativer Aktivierungsmethoden der ausgewählten PP-Werkstoffe (FE2, FE3, FE1)

In diesem Arbeitspaket wurde die Wirksamkeit alternativer Aktivierungsmethoden wie der Beflammung mit Silikatisierung und der Oberflächenaktivierung mittels rotierender Atmosphärendruck-Plasmadüse untersucht. Neben der Reinigung der Oberfläche geht es bei beiden Methoden auch um die Einführung von bindungsstarken polaren Gruppen an der Werkstoffoberfläche. Zum einen wurden während der Beflammung Precursoren (siliziumorganische Verbindungen) in das Prozessgas zugegeben und dadurch Haftvermittlerschichten abgeschieden werden, zum anderen kam es durch die Verwendung verschiedener Prozessgase bei der Behandlung mit der Atmosphärendruck-Plasmadüse zu einem höheren Energieeintrag (im Vgl. zur Beflammung) in die Polymeroberfläche. Das Ziel bestand darin, hiermit die Haftfestigkeit des Lackgesamtaufbaus auch ohne die haftvermittelnde Rolle des Primers gegenüber der normalen Beflammung zu verbessern. Auch hier wurden wieder Oberflächenanalysen der gereinigten und aktivierten Substrate sowie Haftfestigkeitsprüfungen an den beschichteten PP-Kunststoffvarianten (siehe AP2 und AP3) durchgeführt.

AP8: Variation Spritzgussparameter (FE3, FE1, FE2)

Es wurden Platten hergestellt, deren Material beim Spritzgussprozess unterschiedlichen Scherkräften unterlag. Mit verschiedenen Einspritzgeschwindigkeiten und unterschiedlichen Masstempertur-/Werkzeugtemperatur-Verhältnissen sollten Probenmaterialien mit variierenden kristallinen Anteilen an der Oberfläche erzeugt werden. Auch hier waren Oberflächenanalysen der gereinigten und aktivierten Proben sowie Haftfestigkeitsprüfungen an den beschichteten PP-Kunststoffvarianten (siehe AP2 und AP3) geplant.

AP9: Auswahl und Überprüfung der optimalen Kombination aus Kunststoff, Vorbehandlung und Lackaufbau (FE1, FE2, FE3)

In diesem Arbeitspaket sollten die Ergebnisse aus AP6, AP7 und AP8 zusammengeführt und eine optimierte Kombination von Substrat, Vorbehandlung und Basislack identifiziert werden. Die Allgemeingültigkeit der Ergebnisse, insbesondere, ob für unterschiedliche Basislacke gleiche Optimalbedingungen gelten, war zu überprüfen.

AP10: Vergleichsanalysen und Übertragbarkeit auf 3D-Formteile (FE1, FE2, FE3)

In der Endphase des Projektes war die Einbeziehung von 3D-Formteilen mit entsprechender Größe und komplexerer Geometrie vorgesehen. Die Prüfung auf Unterschiede gegenüber den Probenplatten erfolgte an verschiedenen Entnahmestellen auf Oberflächen im spritzfrischen Zustand, nach Reinigung und Aktivierung sowie nach Applikation des primerlosen Beschichtungssystems (Lackapplikation an der FE1 oder – bei anderen Proben – beim OEM-Hersteller). Oberflächenanalysen der gereinigten und aktivierten Substrate sowie Haftfestigkeitsprüfungen an den beschichteten PP-Kunststoffvarianten (siehe AP2 und AP3) waren auch hier mit eingeschlossen.

AP11: Bewertung und Dokumentation der Untersuchungsergebnisse, Erstellung des Schlussberichts (FE1, FE2, FE3)

Die Ergebnisse des Forschungsvorhabens waren in Zusammenarbeit aller drei Projektpartner abschließend zu bewerten und in einem Abschlussbericht zusammenzufassen.

3 Experimentelles

Im Folgenden werden die im Projekt eingesetzten Materialien, Modifizierungsverfahren und Untersuchungsmethoden vorgestellt.

3.1 Verwendete Materialien

3.1.1 PP-EPDM-Werkstoffe

Zur einfacheren Untersuchungsfähigkeit sowie auch angesichts der Tatsache, dass im Automotive-Exterieurbereich Beständigkeitsprüfungen größtenteils an Platten durchgeführt werden, wurde auch in diesem Forschungsvorhaben überwiegend Plattenmaterial eingesetzt. Die Platten hatten die Abmessungen 208 mm x 148 mm x 3 mm (DIN A5) und wurden durch einen PA-Teilnehmer für das Projekt zur Verfügung gestellt. Für die Versuchsreihen wurden folgende drei Substrate S, H, N ausgewählt, die polymerseitig auf demselben thermoplastischen Polyolefin-Compound basieren (siehe Tabelle 1). Die Bezeichnungen S (Standard), H (hoch) und N (niedrig) repräsentieren dabei unter anderem das Aspektverhältnis der enthaltenen Füllstoffpartikel.

Tabelle 1: Verwendete Testsubstrate (Übersicht)

	S	H	N
	Standardsubstrat	Versuchsprodukt	Versuchsprodukt
Typ	PP-EPDM o. dgl.	PP-EPDM o. dgl.	PP-EPDM o. dgl.
Polymer-Mix [%]	II / 84,1	I / 73,5	I / 73,5
Disperse Phase [%]	31	27	27
Füllstoff -Typ	Talkum I	Talkum I	Talkum II
Aspect ratio	höher	höher	niedrig
Füllstoff-Menge [%]	12	22	22
Additiv-Paket	fix	ähnlich	ähnlich

Darüber hinaus wurde als R (Referenz) ein für den Dreischichtaufbau bestimmtes Substrat aus dem Vorgängerprojekt für Anfangsversuche mit einbezogen: PP/EPDM, 20 % Talkum, unbekanntes Additivpaket (Maße: 100 mm x 350 mm x 3 mm).

An der FE3 wurden im Rahmen von Versuchen zur Variation von Spritzgießparametern ebenfalls Proben aus den o. g. Kunststoff-Compounds S und H hergestellt (siehe Abschnitt 4.7). Ferner wurden gegen Projektende auch fertige (lackierte wie auch unlackierte) Stoßfänger (Material entspricht in etwa dem Substrat S) in die Untersuchungen einbezogen (siehe Abschnitt 4.8).

3.1.2 Beschichtungsstoffe

Zur Beurteilung der Lackhaftfestigkeit auf den diversen Substraten und unterschiedlich gereinigten und aktivierten PP/EPDM-Werkstoffen wurden auf Empfehlung des Projektbegleitenden Ausschusses (PA) Beschichtungssysteme ausgewählt, welche aktuell zur industriellen Lackierung von hochwertigen Kfz-Außenanbauteilen (auch im Zweischichtverfahren) eingesetzt werden und somit bzgl. Haftfestigkeit für beflampte PP-

EPDM-Werkstoffe optimiert sind. Zum Einsatz kamen ein 2K-Primer (Schiefergrau; nur für Vergleiche mit Dreischichtaufbau), drei verschiedene Hydro-Basislacke (Schwarz uni, Alpinweiß sowie Silber) sowie ein 2K-PU-Klarlack. Alle genannten Beschichtungsstoffe sind kommerzielle Produkte eines Lackherstellers (PA-Mitgliedes).

Mit der Verwendung von insgesamt drei Farbtönen wurde in ausgewählten Versuchsreihen das Eigenschaftsprofil der Beschichtungsaufbauten dahingehend variiert, dass beim Basislack mit dem Farbton Weiß ein System mit hoher Pigmentvolumenkonzentration, mit dem Farbton Schwarz ein System mit niedriger Pigmentvolumenkonzentration und mit Silbermetallic zusätzlich Aluminium-Flakes eingesetzt wurden, die durch die horizontale Ausrichtung eine gewisse Sperrwirkung erzeugen. Auf Grund der geringeren Deckkraft ist bei Weiß eine deutlich höhere Schichtdicke erforderlich.

Der Großteil der Versuche wurde jedoch mit dem schwarzen Basislack durchgeführt.

3.2 Oberflächenanalysen der verwendeten Werkstoffvarianten (FE1, FE2, FE3)

Die Oberflächen der PP-EPDM-Werkstoffe wurden an allen drei Forschungseinrichtungen mit verschiedenen oberflächensensitiven Methoden im spritzfrischen Zustand physikalisch-chemisch charakterisiert und im weiteren Projektverlauf mit den Ergebnissen nach dem jeweiligen Behandlungsschritt (gereinigt, nach Aktivierung etc.) verglichen. Dazu gehörten:

- Kontaktwinkelmessungen (statische und dynamische Methode), Ermittlung der Oberflächenenergie (polarer und disperser Anteil), Fortschritt- und Rückzugswinkel
- Prüftintentests
- Zetapotentialmessungen
- Lösliche Bestandteile durch Spülproben (gravimetrische Bestimmung, ggf. zusätzlich IR)
- XPS (Elementzusammensetzung in Oberflächennähe)
- Profilometrie, Konfokal- und Laser-Scanning-Mikroskopie (Rauheiten und Oberflächenmorphologie)
- Rasterelektronenmikroskopie (REM) in Verbindung mit Energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX)
Auch der Dispergierzustand des Füllstoffes wurde mittels REM untersucht.
- Differential-Scanning-Kalorimetrie (DSC) zur Erfassung von Glasübergangsbereichen
- Thermomechanische Analyse (Quellverhalten, Dickenveränderung der Platten in Gegenwart der Basislacklösemittel)

Die Ergebnisse sind in den jeweiligen Abschnitten dokumentiert.

3.2.1 Kontaktwinkelmessungen und Berechnung der Oberflächenenergie, Bewertung der Oberflächenaktivierung (FE1, FE2, FE3)

Die Hydrophilie der unbehandelten, gereinigten, plasmaaktivierten und/oder beschichteten PP-EPDM-Materialien kann mittels Kontaktwinkelmessung bestimmt werden. Als Kontaktwinkel θ wird der Winkel bezeichnet, den ein Flüssigkeitstropfen auf der Oberfläche eines Feststoffs zu dieser Oberfläche bildet. Die Größe des Kontaktwinkels ist abhängig von den Wechselwirkungen zwischen den Flüssigkeiten und der Berührungsfläche und auch von der umgebenden Atmosphäre. Er dient als direktes Maß für die Benetzbarkeit einer Oberfläche. Bei der Verwendung von z. B. Wasser als Flüssigkeit können hydrophile ($\theta < 90^\circ$) und hydrophobe ($\theta > 90^\circ$) Oberflächen unterschieden werden. Je geringer die Wechselwirkungen zwischen Substratoberfläche und Wassertropfen sind, desto größer ist der Kontaktwinkel.

An der FE1 erfolgten die Messungen (zur Bewertung der Reinigungs- und Aktivierungseffekte) mit dem automatischen Kontaktwinkelmessgerät OCA 20 (DataPhysics) am liegenden Tropfen (statisches Verfahren) bei 23 °C/50 % r. F. Als Prüfflüssigkeiten wurden Wasser (Daten nach Ström), Dijodmethan (Daten nach Janczuk), Thiodiglykol (Daten nach Chen et al.) und Ethylenglykol (Daten nach Gebhardt) verwendet. Es wurden mindestens fünf Tropfen je Prüfflüssigkeit gesetzt und Mehrfachbestimmungen durchgeführt. Die Gesamtoberflächenenergie sowie die jeweiligen polaren und dispersen Anteile der Substratoberflächen wurden nach dem Auswerteverfahren von Owens, Wendt, Rabel und Kälble (OWRK) bestimmt.

Die Bestimmung der Kontaktwinkel erfolgte an der FE2 mit der Methode des „liegenden Tropfens“ (sessile drop), d. h., der Flüssigkeitstropfen wird dabei vor der Messung erzeugt, auf das Substrat abgesetzt und hat während der Messung ein konstantes Volumen. Die Messungen wurden mit dem Kontaktwinkelmessgerät OCA 35 der Fa. DataPhysics Instruments GmbH durchgeführt, was eine softwaregesteuerte, automatische Auswertung ermöglichte. Für die Bestimmung der freien Oberflächenenergien wurden jeweils 5 Tropfen der Prüfflüssigkeiten deionisiertes Wasser, Ethylenglykol und Diiodmethan (oder Hexadecan) auf das Substrat aufgebracht und nach der Methode von Owens, Wendt, Rabel und Kaelble (OWRK) die Berechnung der freien Oberflächenenergie (OFE) des Substrates vorgenommen. Die Daten zur Berechnung der Oberflächenenergien wurden aus einer Datenbank mit verschiedenen Prüfflüssigkeiten entnommen.

An der FE3 wurden mit einem OCA 35L (DataPhysics) dynamische Kontaktwinkelmessungen zur Bestimmung des Fortschreit- und Rückzugswinkels von hochreinem Wasser (liegender Tropfen) durchgeführt. Der Vorteil dieser Methode besteht darin, dass Einflüsse von Oberflächenrauheit und Inhomogenitäten besser erkannt werden können. Die Erzeugung polarer Gruppen spiegelt sich häufig vor allem in einer Senkung des Rückzugswinkels wider, der bei statischen Messungen nicht erfasst wird.

Die Bewertung der Reinigungs- und Aktivierungsversuche mittels Kontaktwinkelmessung erfolgte an der FE2 und FE3 stets am gleichen Tag. An der FE2 wurden die Kontaktwinkelmessungen sofort nach der Reinigung und Aktivierung durchgeführt, an der FE3 am Nachmittag. Aus logistischen Gründen (Versenden der Proben) konnten die Untersuchungen zur Bewertung des Aktivierungseffektes an der FE1 erst am jeweiligen Folgetag durchgeführt werden.

3.2.2 Prüftintentests (FE2)

Die Bestimmung der OFE wurde in Absprache mit den Vertretern der Industrie mittels Kontaktwinkelmessung (siehe Abschnitt 3.2.1) und mittels industrieüblicher Prüftinten durchgeführt. Die Prüftinten wurden innerhalb von 2 Minuten nach erfolgter Reinigung und Aktivierung auf die Oberflächen appliziert. Hierzu wurden Wasser/Ethanol-Gemische mit Abstufungen von 32, 36, 40, 44 mN/m Oberflächenspannung der Fa. Plasmatrete verwendet, was die industrielle Anforderung an eine Oberflächenenergie von > 40 mN/m einschließt. Zur Ermittlung der Oberflächenenergie des Materials wird die Prüftinte mit dem in der Flasche integrierten Pinsel auf die Oberfläche aufgetragen. Wenn sich die Pinselstriche der Prüftinte zusammenziehen, wird die Prüftinte mit der nächst niedrigeren Oberflächenspannung verwendet. Bleiben die Pinselstrichkanten für 2 Sekunden stabil, d. h. ist die Oberfläche leicht benetzbar, ist die Oberflächenenergie des zu untersuchenden Materials gleich der Oberflächenspannung der Prüftinte. Auf diese Weise konnten die Oberflächenenergien der Materialien ermittelt werden, wobei jedoch das Prüftinten-Verfahren zunächst für eine grobe Einordnung des Aktivierungsgrades genutzt wurde.

3.2.3 Zetapotentialmessungen (FE3)

Zum Nachweis saurer oder basischer Oberflächengruppen, vor allem nach Aktivierung, wurde durch Strömungspotentialmessungen mit dem SurPASS 3 (Anton Paar) das Zetapotential der Platten in Abhängigkeit vom pH-Wert bestimmt. Dafür mussten die Platten auf ein Maß von exakt 10 mm x 20 mm zugeschnitten und beschliffen werden. Die Messungen erfolgten in einer Plattenmesszelle (adjustable gap cell) mit einem Messspalt von ca. 100 μm . Als Messflüssigkeit wurde 1 mmol/l KCl-Lösung verwendet. Die Messungen starteten jeweils bei pH 5-6; durch Titration mit 0,05-molarer HCl- oder KOH-Lösung wurde der pH-Wert schrittweise gesenkt oder erhöht. Als nachteilig erwies sich, dass die Proben aufgrund der aufwändigen Probenvorbereitung und der Dauer der Messungen (ca. 4 Stunden für eine Titration ins Saure oder Basische) erst 1-2 Tage nach der Aktivierung untersucht werden konnten.

3.2.4 Infrarotspektroskopie und Spülprobenpräparation (FE1)

Mit dieser Analysenmethode wurden die chemischen Oberflächenzustände der unbehandelten, gereinigten und aktivierten PP-EPDM-Werkstoffe charakterisiert. Die Messungen wurden mit einem FTIR-Spektrometer (Spectrum Frontier, Perkin Elmer), ausgestattet mit einer ATR-Einheit (Universal ATR Sampling Accessory), durchgeführt. Die Infrarotspektren wurden im Wellenzahlenbereich von 4000 bis 650 cm^{-1} mit einer Ge-Optik (bei Kunststoffplatten) oder auch beispielhaft mit einer ZnSe-Optik (bei Spülproben) aufgenommen.

Zur Bestimmung der löslichen Anteile wurde die Substratoberfläche von jeweils drei Platten mit Dichlormethan rasch abgespült, um die niedermolekularen, leicht löslichen Stoffe/-gemische auf der Oberfläche zu erfassen, ohne dabei die Polymermatrix anzugreifen. Die Platten wurden in einer Haltevorrichtung fixiert und die genaue Fläche einer jeden Probeplatte vermessen. Die Spülrückstände wurden zusammengeführt, auf Objektträger aufgebracht, getrocknet und die jeweilige Auflagemenge (mg/m^2) bestimmt.

Auf Grund anderer Geometrien erfolgte die Bestimmung der Auflagemenge bei den an FE3 hergestellten Spritzgießplatten anhand von jeweils vier Probenplatten, bei den Stoßfängern wurde der Spülrückstand aus je sechs Teilabschnitten zusammengeführt.

3.2.5 DSC-Messungen (FE1)

Die Dynamische Differenzialkalorimetrie (DSC) ist ein Verfahren der thermischen Analyse zur Messung der abgegebenen oder aufgenommenen Wärmemenge einer Probe bei Aufheizung, Abkühlung oder einem isothermen Prozess. Neben der Bestimmung von Glasübergängen u. a. erlauben die Messungen im Bulk und nach Präparation der Oberfläche zusätzlich eine Aussage über den Kristallisationsgrad des zu untersuchenden oberflächennahen Polypropylens. Die Messungen wurden mit dem DSC 8500 der Fa. Perkin Elmer nach folgendem Programmablauf ausgeführt:

- Heizen: 120 °C bis 180 °C mit 10 °C/min
- 1 min halten bei 180 °C
- Kühlen: 180 °C bis 120 °C mit 10 °C/min
- 2 min halten bei 120 °C
- 2. Heizen: 120 °C bis 180 °C mit 10 °C/min

Der Kristallinitätsgrad wird nach folgender Formel berechnet:

$$K = \frac{\Delta H_{\text{Schmelz.}} - \Delta H_{\text{Kristall.}}}{\Delta H_{\text{Literatur}}}$$

Eine entsprechende Auswertung von DSC-Messungen hätte jedoch Literaturwerte für ΔH erfordert. Aufgrund von fehlenden bzw. unvollständigen Angaben zur Substratzusammensetzung konnte dies nicht umgesetzt werden.

3.2.6 Röntgenphotoelektronenspektroskopie (FE2, FE3)

Um die chemische Zusammensetzung der unbehandelten und gereinigten, plasma-aktivierten oder beschichteten PP-EPDM-Materialien insbesondere in Abhängigkeit der unterschiedlichen Modifizierungsverfahren bestimmen zu können, wurde an der FE2 die Röntgenphotoelektronenspektroskopie (engl.: X-ray photoelectron spectroscopy; Abk.: XPS) durchgeführt. Für die Untersuchungen wurde ein AXIS Supra® der Fa. Kratos mit einer monochromatischen $\text{Al}_{K\alpha 1}$ -Strahlungsquelle genutzt. Die Messfläche entsprach einer Ellipse mit einer Größe von 300 μm x 700 μm . Die Signaltiefe kann mit etwa 5 – 10 nm angegeben werden. Zur Auswertung der Spektren wurden folgende Peaks genutzt: C (1s), O (1s) und Si (2p).

Die an FE3 geplanten XPS-Messungen konnten nicht wie geplant durchgeführt werden, da das Gerät aufgrund eines Defekts lange Zeit nicht zur Verfügung stand.

3.2.7 Profilometrie (FE2)

Mittels mechanischer Profilometrie wurden an der FE2 auf den PP-EPDM-Substraten die Rautiefe (Rz) und die Mittenrauheit (Ra) mit einem Alphastep D-600 der Fa. KLA Tencor bestimmt. Der Messtaster (2 µm Durchmesser) wurde hierzu mit einem Auflagegewicht von 2 mg auf einer Strecke von 40 mm mit 0,1 mm/s über die Oberflächen gefahren. Es wurden sowohl in Längs- als auch in Querrichtung jeweils 5 Messstrecken aufgezeichnet, einzeln ausgewertet und die Rautiefen und Mittenrauheiten gemittelt.

3.2.8 Konfokal- und Rasterelektronenmikroskopie (FE2, FE3)

Die rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen an der FE2 erfolgten an einem Rasterelektronenmikroskop XL 30 der Fa. Philips. Je nach Informationstiefe wurden unterschiedliche Vergrößerungen ausgewählt. Um die Oberflächentopografie und -defekte an den beschichteten PP-EPDM-Materialien abzubilden, wurden geringere Vergrößerungen ausgewählt.

An der FE3 wurde die Topographie der Platten mit einem Scandisk-Konfokalmikroskop µSurf expert (Nanofocus AG) untersucht. Dabei wurden pro Platte je 6 Ausschnitte von 1545 µm x 1545 µm (20x-Objektiv, je 4 Bilder zusammengefügt) und 160 µm x 160 µm (100x-Objektiv) abgebildet. Aus den Höhenbildern 1545 µm x 1545 µm wurden die Rauheitsparameter Sa, Sq, Sp, Sv, Sk, Spk, Svk und Sdr nach ISO 25178 berechnet. Zudem wurden die Reflexionsbilder zur Bewertung der Oberflächen herangezogen.

Höher aufgelöste Bilder der Oberflächen wurden mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM, Gemini ULTRA 55plus, Carl Zeiss) erstellt. Um die Aufladung der Oberflächen zu verringern, wurden diese mit 3 nm Platin besputtert. Mittels Kryoschnitt mit einem Diamantmesser wurden bei -180 °C Querschnitte präpariert und untersucht, um die Verteilung der Füllstoffe bzw. Lackschichten zu charakterisieren.

Zur Untersuchung der Versagensmechanismen wurden mit 3 nm Kohlenstoff besputterte Bruchkanten und Querschnitte der Proben sowie die Rückseiten von Lackabplatzungen mit einer Kombination von REM und Energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX, Detektor von Bruker) abgebildet, um anhand der lokalen Verteilung chemischer Elemente Substrat und Lackschichten zu identifizieren.

3.2.9 Thermomechanische Analyse (FE2)

Das Quellverhalten der PP-EPDM-Materialien sollte ursprünglich mittels TMA (Thermomechanischer Analyse) ermittelt werden. Jedoch konnten diese Prüfungen an dem geplanten Messgerät nicht durchgeführt werden, da dieses defekt ist.

Aus diesem Grunde wurde das Quellverhalten der PP-EPDM-Platten an dem DMA 242 E Artemis Prüfgerät (dynamisch-mechanische Analyse) der Fa. Netzsch charakterisiert. Das zu untersuchende Material wurde im DMA-Prüfgerät platziert und von oben wurde mit einem Stempel leicht auf die Probe gedrückt. Binnen der ersten Stunde erfolgte die Akklimatisierung der Probe. Anschließend wurde der Ofen geöffnet und Butyldiglycol, ein Co-Lösungsmittel im Basislack, auf die Proben gegeben. Nun wurde über einen Zeitraum von einer Stunde die Dickenänderung der Probe in Anwesenheit des Lösungsmittels ermittelt.

Die Prüfungen wurden dabei mit den folgenden Parametern durchgeführt:

- Messfühler: 3 mm Stempel (Penetration)
- Frequenz: 1 Hz
- Normalkraft 0,3 N
- Messdauer: 2 Stunden
- Temperatur 25 °C.

3.3 Reinigung der PP-EPDM-Werkstoffe vor der Aktivierung

3.3.1 Laborreinigung (FE1 und FE2)

Zur Entfernung von Verunreinigungen auf den Oberflächen werden PP-EPDM-Werkstoffe im industriellen Umfeld vor der Lackierung stets einer Reinigungsprozedur unterworfen. Das in der Industrie etablierte Powerwash-Verfahren lässt sich im Labor nicht nachstellen. Eine Alternative ist die Reinigung im Ultraschallbad mit einem Isopropanol/Wasser-Gemisch. Nach Absprache mit den Firmen im Projektbegleitenden Ausschuss wurde folgende Standardmethode festgelegt.

- 15 min Ultraschall in Isopropanol/Wasser 1:1 bei 23 °C
- Abspülen der Proben mit destilliertem Wasser
- Trocknen: 40 min bei 80 °C
- Abkühlen der Proben auf Raumtemperatur

Die Reinigung der Platten erfolgte an der FE2 jeweils unmittelbar vor der Aktivierung.

Darüber hinaus wurden die drei praxisüblichen Verfahren Powerwash, CO₂-Schnee-strahl- und Schwertbürstenreinigung unter Mithilfe von Firmen aus dem Projektbegleitenden Ausschuss durchgeführt und miteinander verglichen. Die Parameter für diese Verfahren orientierten sich an den üblicherweise in der Praxis genutzten Standardparametern für die Reinigung von PP-EPDM-Werkstoffen.

Die Untersuchungen des Reinigungseffektes erfolgten mittels Prüftintentests und Kontaktwinkelmessungen. Anschließend wurden die Substrate lackiert und lack-technischen Prüfungen unterzogen.

3.3.2 Powerwash-Verfahren

Reinigungsbedingungen (Unterstützung durch einen PA-Teilnehmer):

- Die Platten wurden in der Drehtellerwaschanlage fixiert (siehe Abbildung 1)
- 1 % alkalischer Spritzreiniger, Waschzeit 3 min
- Nachspülen mit VE-Wasserstrahl
- Abblasen mit Druckluft
- Nachtrocknung 6 min bei 80 °C im Laborumlufттrockner



Abbildung 1: Reinigung von Plattenmaterial in der Powerwash-Laboranlage

3.3.3 CO₂-Schneestrahlnreinigung

Reinigungsbedingungen (Unterstützung durch einen PA-Teilnehmer):

- 6 Düsen-Array
- Abstand 80 mm
- Vorschubgeschwindigkeit 200 mm/s
- Doppellauf

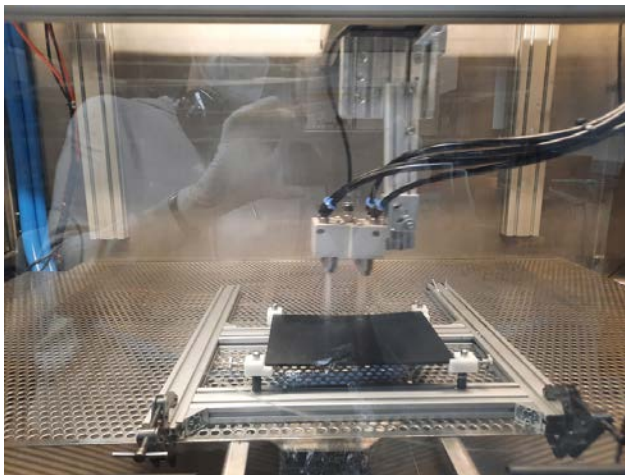


Abbildung 2: Reinigung von Plattenmaterial mittels CO₂-Schneestrahln

3.3.4 Schwertbürstenreinigung

Reinigungsbedingungen (Unterstützung durch einen PA-Teilnehmer):

- Reinigungs- und Antistatikmittel: ca. 0,4 L/h
- Transportgeschwindigkeit ca. 20 m/min (von Hand geführt)



Abbildung 3: Reinigung von Plattenmaterial mit Schwertbürste

3.4 Aktivierung der PP-EPDM-Werkstoffe (FE2)

Um im Forschungsvorhaben eine mit industriellen Methoden vergleichbare Aktivierung zu erzielen, wurden die Oberflächen der PP-EPDM-Werkstoffe standardmäßig durch die FE2 mittels Beflammung aktiviert, wobei ein Propan-Luft-Gemisch als Prozessgas eingesetzt wurde.

Darüber hinaus wurde in einzelnen Versuchsreihen auch die Wirksamkeit alternativer Aktivierungsmethoden untersucht:

- Beflammung mit Silikatisierung
- Oberflächenaktivierung mittels rotierender Atmosphärendruck-Plasmadüse

Durch die verschiedenen Aktivierungs-/Beschichtungsmethoden sollen an der Werkstoffoberfläche bindungsstärkere polare Gruppen bzw. Haftvermittlerschichten erzeugt werden. Dementsprechend erfolgten auch hier Untersuchungen des Aktivierungseffektes mittels Prüftintentests und Kontaktwinkelmessungen. Anschließend wurden die Substrate lackiert und Lackhaftfestigkeitsprüfungen unterzogen.

3.4.1 Beflammung

Um im Forschungsvorhaben eine zur industriellen Methode vergleichbare Aktivierung zu erzielen, wurde eine Beflammungsanlage der Fa. Hill genutzt. Diese ist mit einem 200 mm breiten dreireihigen Brennkopf ausgerüstet, der mit einem Linearmotor über das Substrat bewegt werden kann. Als Brenngas wurde ein Propan-/Luftgemisch mit unterschiedlicher Zusammensetzung verwendet. Um eine optimale Aktivierung der PP-EPDM-Substrate zu erzielen, wurden verschiedene Parametersätze an der Beflammungsanlage gefahren. Wie sich im Laufe des vorherigen Forschungsvorhabens 19135 BG zeigte, ist der wichtigste Parameter zur Erzielung hoher Oberflächenenergien

der sogenannte Lambda-Wert λ . Der Lambda-Wert gibt das Verhältnis von im Prozess vorhandenem Sauerstoff zum für eine vollständige Verbrennung des Brenngases (in diesem Fall Propan) benötigten Sauerstoff an ($\lambda = 1$ vollständige Verbrennung, $\lambda > 1$ oxidative Beflammung, $\lambda < 1$ reduktive Beflammung). Für die Oberflächenaktivierung wurde das Propan-Luftgemisch mit verschiedenen Lambda-Einstellungen gefahren. Die Einstellung erfolgte über ein Zuführungsventil, mit dem die Propan-Luft-Zusammensetzung stufenlos gesteuert werden kann. Darüber hinaus wurde die Gasdurchflussmenge variiert. Aus bereits vorangegangenen Projekten wurden Prozessparameter wie der Abstand Brennerkopf-Substrat von 40 mm und die Vorschubgeschwindigkeit von 800 mm/s gewählt.

Alle Substrate wurden mit einem Doppelhub (zweimaliges Beflammen des Substrates) aktiviert. Zur Beurteilung der Aktivierung der Substrate wurde die Oberflächenenergie kurz nach der Beflammung mittels Prüftinte und Kontaktwinkelmessung bestimmt.

3.4.2 Beflammung mittels Silikatisierung

Für die Beflammung mit Silikatisierung wurde die an der FE2 bestehende Beflammungsanlage (siehe Abschnitt 3.4.1) um eine Zudosierung von siliziumorganischen Verbindungen in die Flamme im Forschungsprojekt erweitert.

Das PYROSIL[®]-Verfahren (eine Form der Silikatisierung) beruht auf der flammenpyrolytischen Abscheidung von siliziumorganischen Verbindungen auf den PP-EPDM-Materialien. Die zu behandelnden Oberflächen werden durch eine Gasflamme aus einem Propan-Luftgemisch geführt, in welche eine siliziumorganische Verbindung wie z. B. Hexamethyldisiloxan (HMDSO, Precursor) eindosiert wird. Der Precursor verbrennt und setzt sich als amorphes Siliziumdioxid in einer sehr dünnen (nm-dick), jedoch dichten und fest haftenden Schicht auf der Materialoberfläche ab. Durch die geringe Einwirkzeit der Flamme bleibt die Oberflächentemperaturerhöhung des Materials moderat, sodass das Verfahren auch hervorragend für Kunststoffe geeignet ist.

3.4.3 Oberflächenaktivierung mittels rotierender Atmosphärendruck-Plasmadüse

Als alternatives Verfahren zur industrieüblichen Beflammung wurden die PP-EPDM-Materialien mittels Atmosphärendruckplasma an einer Plasmadüse der Fa. Plasmatreteat aktiviert. Genutzt wird hierbei das sogenannte Openair-Plasma[®]-Verfahren, bei dem die Plasmaflamme durch ein Trägergas aus einem durchströmten Hohlzylinder auf die Werkstoffoberfläche ausgetragen wird (siehe Abbildung 4).

Im Rahmen des Projektes wurde eine sogenannte Rotationsplasmadüse (Prozessgas: Luft) als auch eine statische Plasmadüse (Prozessgas: Formiergas) genutzt. Die Rotationsdüse bietet den Vorteil, eine geringe spezifische Plasmaintensität auf die Substratoberflächen zu applizieren und eine höhere Arbeitsbreite (ca. 30 mm) zu gewährleisten. Analog zur Oberflächenaktivierung durch Beflammung wurden auch für die Aktivierung durch das Plasmaverfahren verschiedene Parametersätze gefahren, um eine optimale Aktivierung der Werkstoffoberflächen zu gewährleisten. Die variablen Parameter sind: Abstand Düse-Substrat und Vorschubgeschwindigkeit. Zur Beurteilung der Aktivierung der Substrate wurde die Oberflächenenergie kurz nach der Plasmabehandlung mittels Prüftinte und Kontaktwinkelmessung bestimmt.

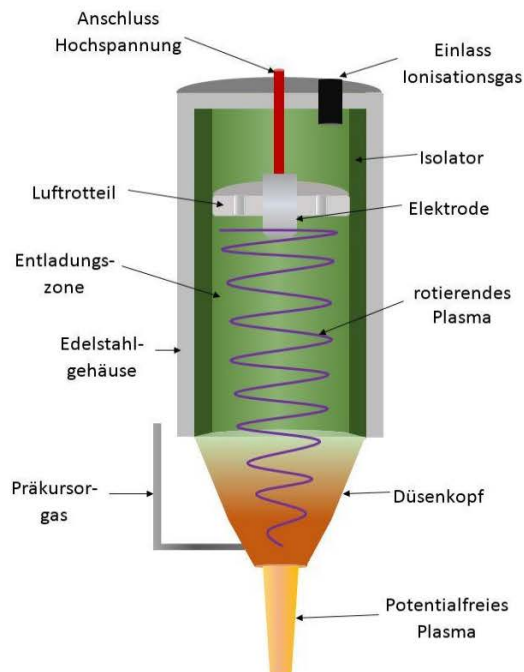


Abbildung 4: Schematischer Aufbau der Plasmadüse (links) und die genutzte Plasmadüse (rechts)

3.5 Probenvorbereitung und Applikation der Kfz-Beschichtungssysteme

Das Handling und die Sicherstellung vergleichbarer Versuchsergebnisse erforderte – u. a. aufgrund einer nach erfolgter Beflammung schnell wieder nachlassenden Oberflächenaktivierung – die blockweise Bereitstellung der zu prüfenden Platten sowie die strenge Einhaltung eines Zeitregimes bezüglich:

- Reinigung und Beflammung an der FE2
- Kontrolle der Reinigungs- und Beflammungsergebnisse mittels Prüftintentests und Kontaktwinkelmessungen (FE2, FE3 und FE1)
- Übernachtversand der Proben zur FE1, dort Lackierung in Zweischichtaufbauten (anfangs auch Dreischichtaufbauten zum Vergleich) und – nach Einhaltung einer geforderten Mindestlagerdauer – Beanspruchungs- und Haftungsprüfungen mit Druckwasserstrahl.

Für die primerlose Beschichtung gilt, dass sich hierbei die Gesamtschichtdicke gegenüber dem dreischichtigen Aufbau um ca. 20 – 25 % verringert. Eine Anpassung der dadurch möglicherweise reduzierten Schutzwirkung der Lackschicht durch eine Erhöhung der Filmschichtdicke ist in der Praxis nicht üblich. Zum Einsatz kamen (siehe Tabelle 2):

Tabelle 2: Gegenüberstellung Lackaufbau Dreischicht vs. Zweischicht, Soll-Schichtdicken

Lackierung:		<u>3-Schicht</u>			<u>2-Schicht</u>		
		soll:			soll:		
		Schwarz:	Weiß:	Silberm.:	Schwarz:	Weiß:	Silberm.:
Clearcoat 2B 2K:		25 - 35 µm			25 - 35 µm		
Basecoat WB 1K:	schwarz uni	9 - 13 µm	-	-	9 - 13 µm	-	-
	alpinweiß III	-	24 - 28 µm	-	-	24 - 28 µm	-
	glaciersilber metallic	-	-	10 - 14 µm	-	-	10 - 14 µm
Primer WB 2K:	schiefergrau	10 - 15 µm			x		
	Summe:	44 - 63 µm	59 - 78 µm	45 - 64 µm	34 - 48 µm	49 - 63 µm	35 - 49 µm

Tabelle 3: Gegenüberstellung Lackaufbau Dreischicht vs. Zweischicht, Ist-Schichtdicken

Lackierung:		<u>3-Schicht</u>			<u>2-Schicht</u>		
		ist:			ist:		
		Schwarz:	Weiß:	Silberm.:	Schwarz:	Weiß:	Silberm.:
Clearcoat 2B 2K:		32 - 34 µm			32 - 34 µm		
Basecoat WB 1K:	schwarz uni	9 - 10 µm	-	-	9 - 10 µm	-	-
	alpinweiß III	-	25 - 27 µm	-	-	25 - 27 µm	-
	glaciersilber metallic	-	-	10 - 12 µm	-	-	10 - 12 µm
Primer WB 2K:	schiefergrau	12 - 15 µm			x		
	Summe:	53 - 59 µm	69 - 76 µm	54 - 61 µm	41 - 44 µm	57 - 61 µm	42 - 46 µm

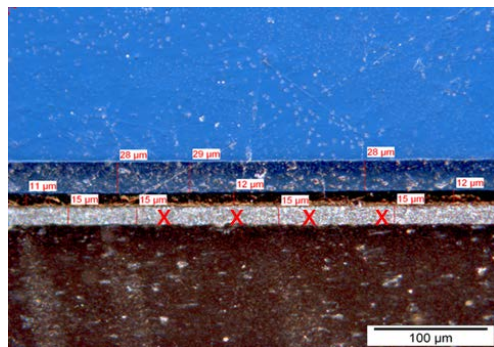


Abbildung 5: Beschichtungsaufbau im Querschnitt (im hier gezeigten Beispiel dreischichtig, d. h. mit Primer)

Die tatsächlich erhaltenen Schichtdicken wurden an ausgehärteten Proben im Querschliff kontrolliert (siehe Tabelle 3, Abbildung 5). Damit die im Labor hergestellten Beschichtungsaufbauten in ihren lacktechnischen Eigenschaften den industriellen Lackierungen entsprechen, wurden in Vorversuchen die für den Spritzauftrag und für das Erreichen der vorgegebenen Sollschichtdicken die benötigten Verarbeitungsparameter ermittelt. Im Einzelnen ging es um die optimale Einstellung der Verarbeitungsviskositäten für eine pneumatische Spritzapplikation, Erprobung und Festlegung der zeitlichen Abläufe und Verarbeitungsbedingungen (Abluftzeiten, Temperierdauer) bei der Applikation und Härtung der einzelnen Schichten dieser Mehrschichtaufbauten sowie um die Überprüfung der resultierenden Einzelschichtdicken und deren Gleichmäßigkeit.

Auf Basis der ermittelten Applikationsparameter wurde ein Ablaufplan festgelegt, nach welchem alle Laborbeschichtungsvarianten hergestellt wurden. Je Laborbeschichtungsvariante und Lackierrunde wurden 15 - 25 PP-EPDM-Platten (208 mm x 148 mm) beschichtet und anschließend die Probebeschichtungen mindestens 7 Tage bei 23 °C/ 50 % r. F. konditioniert.

Die zwei von einem Kfz-Hersteller (PA-Mitglied) zur Verfügung gestellten, unlackierten Stoßfänger wurden an der FE1 so zerlegt, dass möglichst viele plane Teilproben (ca. 100 mm x 150 mm) für Lackierversuche vorlagen (siehe Abbildung 6). Die Teilabschnitte wurden entsprechend ihrem Entnahmeort aus dem jeweiligen Stoßfänger differenziert und wie die Platten gereinigt, vorbehandelt, mit dem schwarzen, zweischichtigen Lackaufbau (Basislack und Klarlack) beschichtet, konditioniert und Haftungsprüfungen unterzogen.

Mit den vier zur Verfügung gestellten, lackierten Stoßfängern wurde entsprechend verfahren, sie waren allerdings mit einem beim Hersteller zum betreffenden Zeitpunkt verwendeten, zweischichtigen Lackaufbau eines anderen Lackproduzenten in Schwarz beschichtet und unterschieden sich somit von den an der FE1 lackierten Prüfplatten.



Abbildung 6: Stoßfänger und Entnahmestellen für Teilproben

3.6 Bewertung der Lackhaftfestigkeit (FE1)

Der Prüfung der Haftfestigkeit der Beschichtung unter praxisrelevanten Bedingungen kommt eine besondere Bedeutung zu. Im Mittelpunkt steht dabei die Haftfestigkeitsprüfung mittels heißem Druckwasserstrahl auf definiert angebrachten Verletzungen der Beschichtung (i. d. R. Andreaskreuze). Obwohl alle Prüfungen auf der DIN EN ISO 16925 basieren, kommen im Einzelnen, je nach Kfz-Hersteller, unterschiedliche Regimes zum Einsatz. Ggf. sind auch Vorbelastungen (z. B. eine Temperaturwechselbeanspruchung) Teil der Prüfung.

In dem hier betrachteten Projekt wurde von Werksnormen ausgegangen. Eingesetzt wurde eine Lacktestanlage der Fa. Walter Gerätebau GmbH (LTA 3D-B-Km).

3.6.1 Lackhaftfestigkeitsprüfung „Verfahren A“

Die lackierten Platten wurden zunächst mindestens 7 d bei Normklima (23 °C, 50 % r. F) konditioniert und im Anschluss daran einem Temperaturwechseltest (TWT) nach der Spezifikation eines Automobilherstellers zur Bestimmung der Beständigkeit von decklackierten Teilen aus thermoplastischen Kunststoffen gegenüber extremen Temperaturschwankungen unterzogen. Hierzu wurden die Proben in einem Klima-Prüfschrank gelagert und in drei aufeinanderfolgenden Prüfzyklen unterschiedlichen Temperaturen ausgesetzt:

- anfangs 15 h bei 105 °C (später, d. h. nach Änderung der Werksnorm nur noch 95 °C),
- 30 min bei 23 °C,
- 8 h bei -40 °C,
- 30 min bei 23 °C,
- nach letztem Durchgang weitere 30 min bei 23 °C.

Nach einer weiteren Konditionierung (24 h) bei Normklima wurden mittels Ritzstichel S nach Sikkens (Klinge 1 mm) und unter Verwendung eines Universal-Ritzgerätes (Scratchmaster 3000 von mtv-messtechnik) pro Prüfplatte fünf Kreuzschnitte (30° Andreaskreuz) angebracht und so eine reproduzierbare Ritzeinbringung bis ins Substrat gewährleistet. Nach einer mikroskopischen Prüfung der Schnitte auf eine mögliche mechanische Vorschädigung wurden die Prüflinge anschließend einem Hochdruckwasserstrahltest unterzogen, welche auf DIN EN ISO 16925 Prüfverfahren B basiert: Wassertemperatur 60 °C, Auftreffwinkel 90°, Abstand Düse-Probe 100 mm, Durchflussrate 11,3 L/min, Strahlzeit 60 s.

3.6.2 Lackhaftfestigkeitsprüfung „Verfahren B“

Diese Lackhaftfestigkeitsprüfung basierend auf DIN EN ISO 16925 unterscheidet sich von vorgenannter Prüfung (Verfahren A) insofern, dass

- keine Vorbelastung durch einen Temperaturwechseltest stattfindet,
- das Ritzen mittels Abbrechklinge durchgeführt wird und dabei die Schnittbreite nur ca. 0,1 mm (statt 1 mm) beträgt,
- die Kreuzschnitte (30° Andreaskreuz) hierbei als Dreifach-Kreuzschnitte ausgeführt werden und
- der Abstand Düse-Probe 130 mm beträgt.

3.6.3 Lackhaftfestigkeitsprüfungen: Variationen

Entsprechende, vorausgegangene Haftprüfungstests hatten gezeigt, dass das Ausmaß der Schädigung nicht nur von der Beschichtung selbst, sondern in hohem Maße auch von den Prüfparametern abhängt. Die Tests nach Verfahren B fielen immer relativ mild aus und lieferten „zu gute“ Ergebnisse, das Verfahren A dagegen (an denselben Schichtaufbauten) „zu schlechte“ – eine ausreichende Differenzierung war daher mit keiner der beiden Methoden gegeben.

Anhand von Zweischichtaufbauten und unter Verwendung des schwarzen Basislackes wurden deshalb, ausgehend von den beiden vorgenannten Werksnormen, die Parameter variiert bzw. neu kombiniert und die alternativen Prüfvarianten auf eine bessere Differenzierbarkeit hin getestet. Im Endergebnis konnten zwei projektspezifische Prüfverfahren mit verbesserter Ergebnisdifferenzierung festgelegt werden (Varianten 6 und 8, siehe Tabelle 4).

Tabelle 4: Variationen von Druckwasserstrahlprüfungen

	A	B	Var. 1	Var. 2	Var. 3	Var. 4	Var. 5	Var. 6	Var. 7	Var. 8
angelehnt an Verfahren:			A	A	A	B	B	B	A	A
Abstand [cm]	10	13	10	13	10	13	10	10	13	11
Schnitt-Werkzeug										
Scratchmaster/Ritzstichel	x		x	x	x				x	x
Scratchmaster/Klinge 18 mm		x						x		
manuell /Cuttermesser 9mm						x	x			
TWT	ja (105 °C)	nein	ja (95 °C)	ja (95 °C)	nein	nein	nein	nein	nein	nein

3.6.4 Kondenswasserkonstantklimaprüfung nach DIN EN ISO 6270-2 CH

Die Prüfung wurde als Schwitzwassertest mit anschließender Gitterschnittprüfung gemäß Werksnormen eines PA-Mitgliedes durchgeführt. Die Klimalagerung erfolgte über 10 Tage bei 40 ± 3 °C und 100 % r. F. Zuvor wurden die Proben mindestens sieben Tage bei Raumtemperatur konditioniert.

Die Gitterschnittprüfung erfolgte eine Stunde nach Entnahme aus dem Klimaschrank unter Verwendung eines Mehrschneidegerätes mit beweglichem Kopf sowie einer Multischab-Gitterschnittschablone 4proof und Cuttermesser mit Abbrechklinge auf den von eventuellen Verunreinigungen mittels Isopropanol/H₂O (30:70) gereinigten Proben. Die Schnittbreite betrug 2 mm. Für die Abrisse wurde das Klebeband Tesa 4657, in Einzelfällen zusätzlich Tesa 4651, verwendet.

3.6.5 Klimawechseltest mit anschließender Steinschlag- und Gitterschnittprüfung

Der Klimawechseltest erfolgte mit anschließendem Steinschlag und Gitterschnitt gemäß Werksnorm eines PA-Mitgliedes. Er beinhaltet mehrere Zyklen bei Temperaturschwankungen von max. 95 °C/50 % r. F. bis min. -30 °C/50 % r. F. mit Haltezeiten von bis zu 16 Stunden bei 85 °C und unterschiedlicher r. F. von 60 % oder 15 % sowie 3 Stunden bei -30 °C. Am Ende des zehntägigen Tests steht eine Regenerationszeit von 6 Stunden bei 23 °C/50 % r. F an.

Die Multisteinschlagprüfung erfolgte gemäß DIN EN ISO 20567-1 bzw. Werksnorm eines PA-Teilnehmers am Erichsen Multi Grit Tester 508 (siehe Abbildung 7).



Abbildung 7: links: Multi Grit Tester 508 von Erichsen, rechts: Schlagkörper

Die Steinschlagwirkung wird dadurch erreicht, dass viele kleine Schlagkörper (Hartgussgranulat) mittels Druckluft auf den Probekörper geschossen werden (Auftreffwinkel 54°, Abstand der Probe zum Beschleunigungsrohr ca. 290 mm). Nach Beschuss werden lose anhaftende Lackteilchen mit dem Klebeband 4657 entfernt. Die Auswertung (Grad der Beschädigung) erfolgt visuell anhand von Vergleichsbildern.

Prüfparameter: Arbeitsdruck: 2 bar / 2 x 500 g (± 20 g) Hartguss G / Diamant Korngröße 4 - 5 mm / Schlagzeit $2 \times 10 \pm 2$ s.

4 Ergebnisse und Diskussion

Im Folgenden wird auf die wichtigsten Ergebnisse aus den experimentellen Bereichen eingegangen.

4.1 Ergebnisse Oberflächenanalyse der verwendeten PP-Werkstoffe im spritzfrischen, gereinigten und aktivierten Zustand (Beflammung)

Über die gesamte Projektdauer hinweg wurden an den drei Forschungseinrichtungen verschiedene Oberflächenuntersuchungen durchgeführt, wobei insbesondere die Kontaktwinkelmessungen an den beteiligten Einrichtungen mit unterschiedlichen Geräten und Messverfahren parallel angewandt wurden. Dies war notwendig, um Veränderungen durch den zeitlichen Verzug zwischen Reinigung und Aktivierung (FE2) und Lackierung (FE1) oder Analyse (FE3), bedingt durch den Übernachtversand oder das Abholen der Proben, festzuhalten und zu bewerten. Es können dadurch auch Vergleiche hinsichtlich der Aussagekraft der Methoden getroffen werden.

4.1.1 Übertragung und Optimierung der Beflammung (FE2)

An der FE2 wurden zunächst aus dem Vorgängerprojekt die optimalen Prozessparameter der Aktivierung mittels Beflammung evaluiert (siehe Abbildung 8). Dazu wurden die PP-Werkstoffvarianten S, H und N gereinigt und beflammt (mit $\lambda = 0,9$ und 1) und mittels Kontaktwinkelmessung und Prüftintentest bewertet.



Abbildung 8: Zusammenhang zwischen der Oberflächenenergie (von links nach rechts zunehmend) und den Prozessparametern der Beflammung aus dem Vorgängerprojekt (in orange optimale Prozessparameter)

Der Zielwert der Industrie ist dabei eine Oberflächenenergie von 38 – 40 mN/m nach Aktivierung, wobei der Test mit Prüftinten direkt nach der Beflammung erfolgen muss. Die Ergebnisse der Prüftintentests sind in Tabelle 5 und die Ergebnisse der Kontaktwinkelmessungen in Abbildung 9 zusammengefasst.

Tabelle 5: Ergebnisse der Prüftintentests nach Beflammung mit den optimalen Beflammungsparametern aus dem Vorgängerprojekt, Farbcode: grün = Benetzung, orange = keine eindeutige Benetzung, rot = keine Benetzung

Bezeichnung	Prüftinte						
	32 mN/m	34 mN/m	36 mN/m	38 mN/m	40 mN/m	42 mN/m	44 mN/m
F006-S-0a-Bfa10							
F002-S-0a-Bfa12							
F007-H-0a-Bfa10							
F003-H-0a-Bfa12							
F008-N-0a-Bfa10							
F004-N-0a-Bfa12							

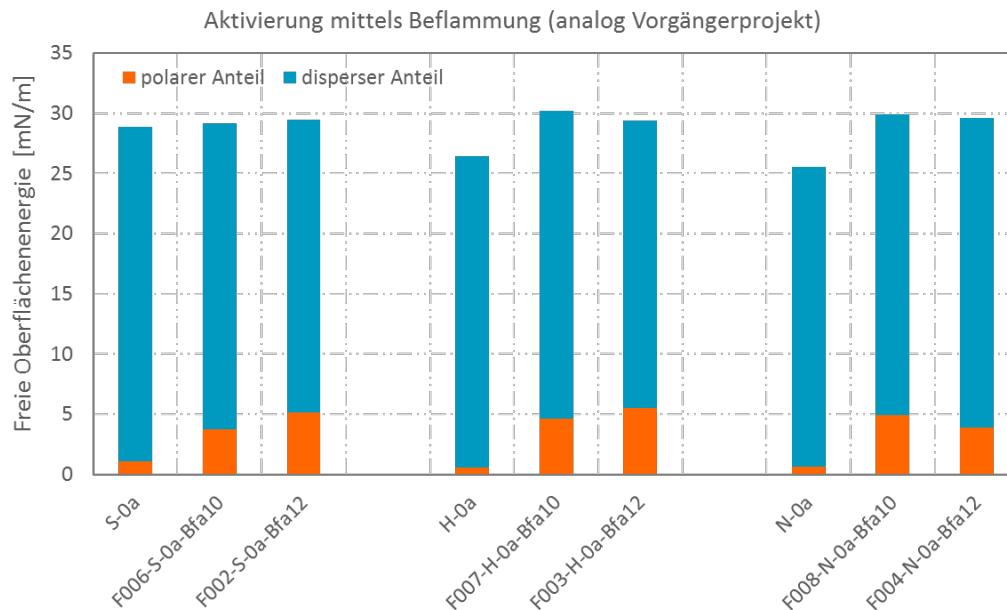


Abbildung 9: Oberflächenenergien der gereinigten bzw. gereinigten und beflamten PP-EPDM-Materialien mit den optimalen Beflammungsparametern aus dem Vorgängerprojekt

Die Kontaktwinkelmessungen an den beflamten Proben zeigen, dass diese zwar aktiviert wurden, was in einem Anstieg der polaren Anteile der Oberflächenenergien zu sehen ist, aber kein Anstieg der Gesamtoberflächenenergien mit dieser Beflammung zu verzeichnen ist. Auch mit den Prüftintentests konnte der Zielwert von 38 - 40 mN/m nicht erreicht werden.

Die Beflammungsparameter wurden anschließend dahingehend variiert, dass der Gasdurchfluss deutlich erhöht wurde. Dazu erfolgten weitere Untersuchungen zu den Beflammungen der Plattenmaterialien mit folgenden Prozessparametern (Bfa14):

- Geschwindigkeit 800 mm/s,
- Luftdurchfluss 120 L/min,
- Abstand Brenner-Substrat 40 mm,
- Propan:Luft-Verhältnis 1:22 (reduktiv).

Die Ergebnisse der Kontaktwinkelmessungen und Prüftintentests sind in Abbildung 10 und Tabelle 6 zusammengefasst.

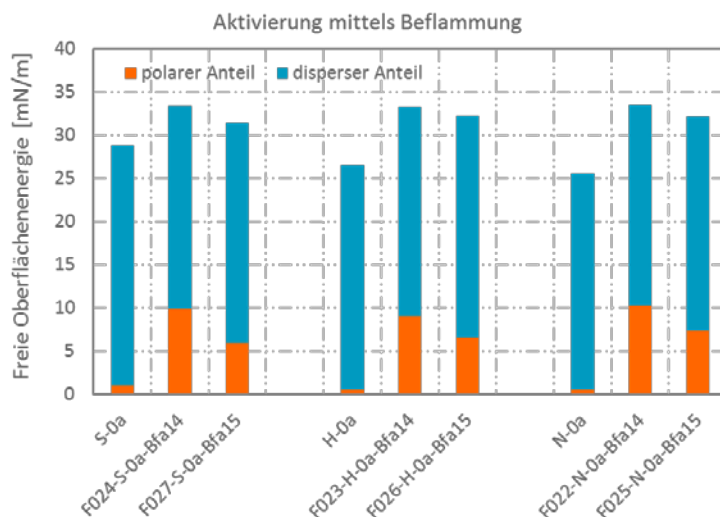


Abbildung 10: Oberflächenenergien der gereinigten bzw. gereinigten und beflamten PP-EPDM-Materialien mit optimierten Beflammungsparametern

Tabelle 6: Ergebnisse der Prüftintentests nach Beflammung mit optimierten Beflammungsparametern, Farbcode: grün = Benetzung, orange = keine eindeutige Benetzung, rot = keine Benetzung

Bezeichnung	Prüftinte						
	32 mN/m	34 mN/m	36 mN/m	38 mN/m	40 mN/m	42 mN/m	44 mN/m
F022-N-0a-Bfa14	grün	grün	grün	grün	grün	grün	grün
F023-H-0a-Bfa14	grün	grün	grün	grün	grün	grün	grün
F024-S-0a-Bfa14	grün	grün	grün	grün	grün	grün	grün

Diese Aktivierungen mittels Beflammung verliefen erfolgreich. Die Gesamtoberflächenenergien (OFE) der aktivierten Plattenmaterialien, aber auch die polaren Anteile der OFE konnten signifikant angehoben werden und auch die Prüftintentests wurden nach den vorgegebenen Zielwerten bestanden. Der deutliche Anstieg der OFE ist auf den Einbau sauerstoffhaltiger Funktionalitäten in die Oberfläche zurückzuführen.

Auch für alle weiteren in Projekt zahlreich gereinigten und beflamten Proben konnten diese Kennwerte der OFE und der Prüftintentests reproduzierbar ermittelt werden (Kontrolle der Reinigung und Aktivierung).

Somit konnten im Anschluss die PP-EPDM-Materialien mit den optimierten Prozessparametern gereinigt und aktiviert werden und zur Oberflächenanalyse an die FE3 und für die Prüfung der Lackhaftung an die FE1 übergeben werden.

4.1.2 Topographie und Rauheit (FE2, FE3)

Um den Einfluss der Reinigung und Beflammung auf die Topographie der Plattenmaterialien zu ermitteln, erfolgten an der FE2 taktile Profilometermessungen (Linien-scans). Es wurden jeweils die Platten S, H und N gereinigt und nach Modifizierung untersucht. Die Ergebnisse der Profilometermessungen sind in Tabelle 7 zusammengefasst.

Tabelle 7: Rauheitskennwerte Ra und Rz aus den taktilen Profilometermessungen (Linien-scans) der Platten S, H und N nach Reinigung und Beflammung

Probe	Ra [μm]		Rz [μm]	
	längs	quer	längs	quer
S-0a	$0,169 \pm 0,006$	$0,190 \pm 0,004$	$1,524 \pm 0,069$	$1,684 \pm 0,052$
H-0a	$0,235 \pm 0,004$	$0,255 \pm 0,005$	$1,660 \pm 0,058$	$2,052 \pm 0,065$
N-0a	$0,153 \pm 0,005$	$0,179 \pm 0,003$	$1,138 \pm 0,061$	$1,468 \pm 0,056$
S-0a-Bfa14	$0,159 \pm 0,007$	$0,196 \pm 0,007$	$1,354 \pm 0,051$	$1,604 \pm 0,042$
H-0a-Bfa14	$0,243 \pm 0,006$	$0,257 \pm 0,007$	$1,640 \pm 0,054$	$1,878 \pm 0,073$
N-0a-Bfa14	$0,169 \pm 0,004$	$0,191 \pm 0,005$	$1,268 \pm 0,027$	$1,552 \pm 0,051$

Anhand der Ra- und Rz-Werte ist zu erkennen, dass die Platten S und N ähnliche Rauheiten mit Ra-Werten von 0,15 bis 0,19 μm aufweisen, die Platten H dagegen etwas höhere Rauheiten von 0,25 μm . Die Rz-Werte spiegeln dies ebenfalls wider.

Nach Reinigung und Beflammung kommt es zu keiner signifikanten Erhöhung der Rauheitswerte Ra und Rz, was auf keinen Abtrag von Material durch die Beflammung schließen lässt.

Detailliertere und vor allem flächige Untersuchungen zur Topographie und Rauheit der Probenplatten erfolgten an der FE3 mittels Konfokal- und Rasterelektronenmikroskopie. In den konfokalmikroskopischen Abbildungen der unbehandelten PP-Werkstoffvarianten (siehe Abbildung 11) erkennt man einen Einfluss des Anteils und der Größe der Füllstoffpartikel, aber auch des Gusswerkzeugs auf die Morphologie der Oberfläche. Daraus ergeben sich geringfügige Unterschiede zwischen den einzelnen Messpositionen, die jedoch nur einen geringen Einfluss auf die meisten Rauheitsparameter haben. Abbildung 12 zeigt daher die Mittelwerte ausgewählter Flächenrauheitsparameter der Platten, die aus 6 Bildern mit 1,5 mm $\times$ 1,5 mm Größe pro Platte berechnet wurden. Die arithmetischen und quadratischen Mittenrauwerte sind mit $S_a \sim 0,2 \mu\text{m}$ und $S_q \sim 0,25 \mu\text{m}$ (Proben S, N) bzw. $S_a \sim 0,28 \mu\text{m}$ und $S_q \sim 0,35 \mu\text{m}$ (Probe H) gering, werden aber durch Unebenheiten des Gusswerkzeugs etwas erhöht. Die Flächenrauheiten S_a sind etwas höher als die an FE2 durch Profilometrie bestimmten Linienrauheiten Ra, was auf die höhere Auflösung der optischen Methode zurückzuführen ist. Profiltiefe S_v und Profilspitzenhöhe S_p werden sehr stark von einzelnen Vertiefungen und Erhebungen bestimmt. Sie variieren von Messpunkt zu Messpunkt und sind daher wenig geeignet, um die verschiedenen Materialien zu vergleichen. Dies erfolgt besser anhand der Werte S_k (Kernrautiefe) sowie S_{pk} und S_{vk} (reduzierte Spitzenhöhe/Riefentiefe), die aus der Abbott-Kurve bestimmt werden und die Materialverteilung (S_k - Höhenbereich mit dem meisten Material, S_{pk} , S_{vk} - Höhenbereich der Spitzen / Riefen ohne größere „Ausreißer“) veranschaulichen. Diese Verteilung ist bei allen Materialien ähnlich, wobei bei den Platten H sowohl die Kernrautiefe und Spitzentiefe größer sind. Der Parameter S_{dr} (entwickeltes Grenzflächenverhältnis) beschreibt den prozentualen Flächenzuwachs durch die Textur. Mit Werten von 1,5 % bis 3 % ist dieser sehr niedrig, am niedrigsten bei den Platten S mit dem geringsten Füllstoffanteil.

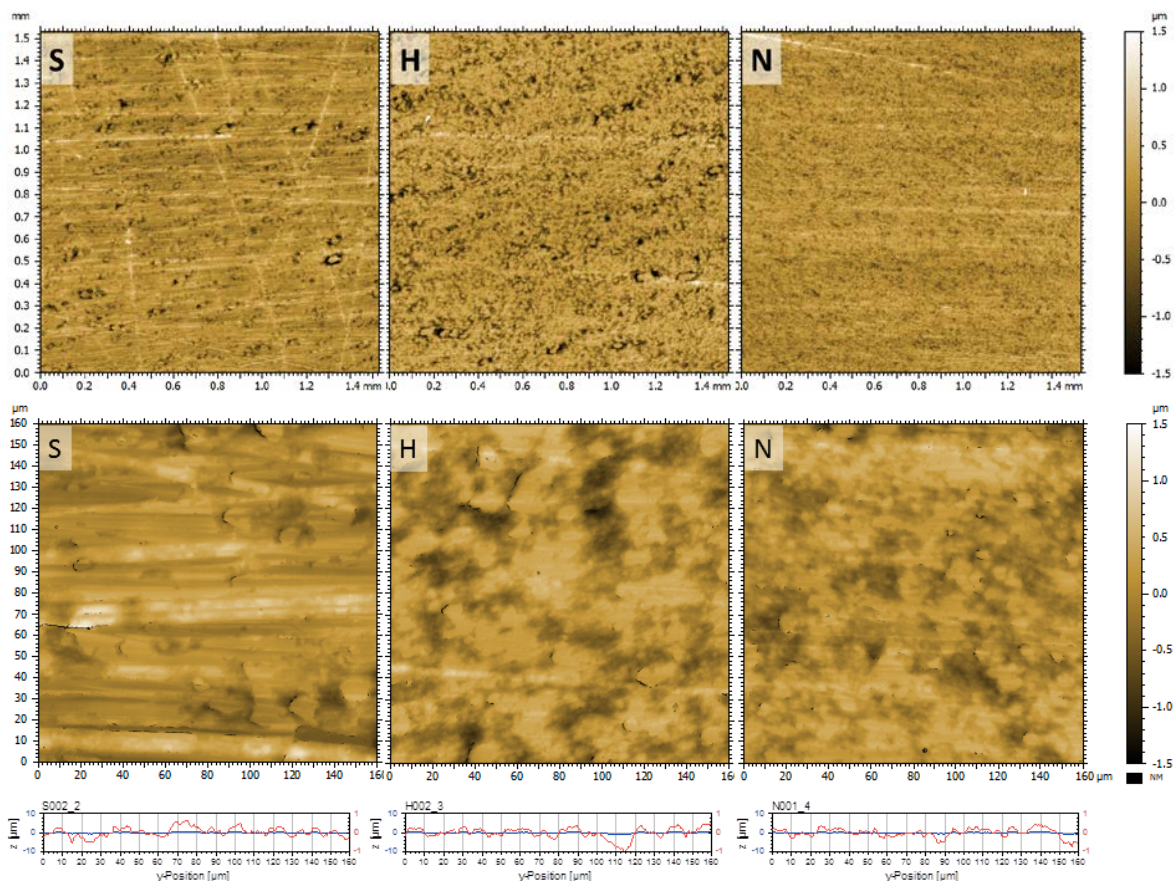


Abbildung 11: Konfokalmikroskopische Höhenbilder der PP-Werkstoffvarianten S, H und N, oben: 20x-Objektiv, 2x2 Bilder zusammengefügt; Mitte: 100x-Objektiv; unten: Querschnitte in y-Richtung (blau: realer Maßstab, rot: 10-fach überhöht)

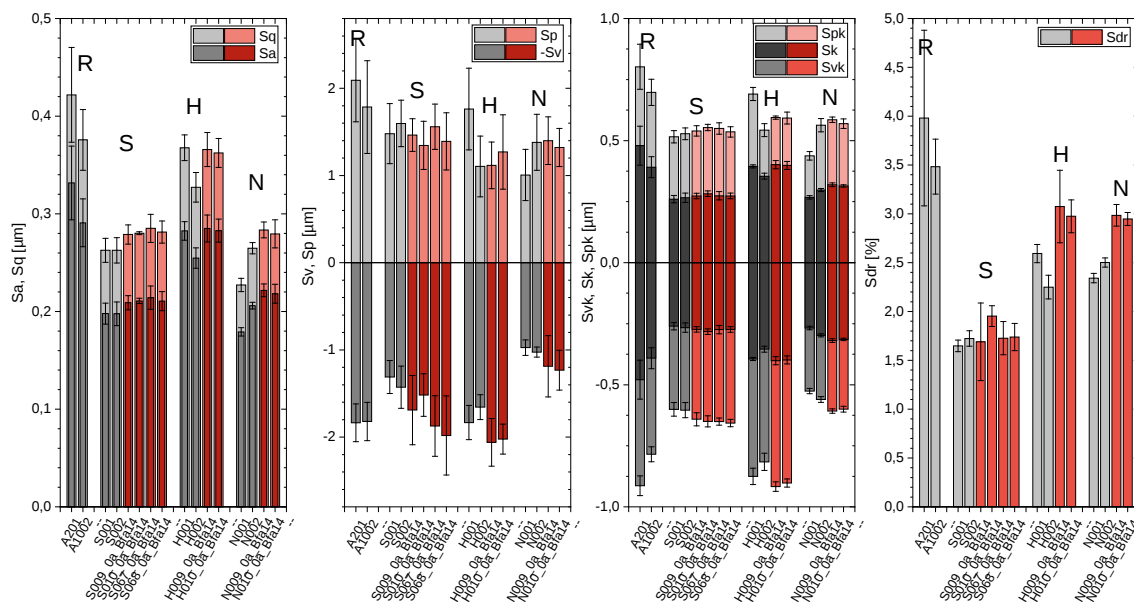


Abbildung 12: Mittelwerte ausgewählter Rauheitsparameter der PP-Werkstoffvarianten, zum Vergleich: Referenzprobe R (Platten A aus dem Vorgängerprojekt), grau: unbehandelte Platten, rot: Platten nach Laborreinigung und Aktivierung

Generell ist zu bemerken, dass die Rauheit sehr gering ist, wie man in den im realen Maßstab dargestellten Querschnitten (blaue Kurven in Abbildung 11 unten) erkennt. In den Topographiebildern werden die topographischen Merkmale lediglich durch eine starke Überhöhung betont. Die Platten S, H und N erscheinen deutlich homogener und weniger rau als parallel untersuchte Referenzplatten R aus dem Vorgängerprojekt. Die erhöhte Rauheit einzelner Messstellen einer Platte rührt meist von Kratzern auf dem Gusswerkzeug her.

Nach Reinigung und Beflammung der Platten war keine Änderung der Oberflächenmorphologie erkennbar. Die Rauheitsparameter (rote Balken in Abbildung 12) zeigen bei einigen Proben eine leichte Zunahme der Rauheit und der Oberfläche, insbesondere der Rautiefe, was auf ein „Freibrennen“ von Löchern im Material hindeutet. Dieser Effekt ist jedoch sehr klein und dürfte keinen Einfluss auf die Lackhaftung haben.

Um die Verteilung der Füllstoffe im Plattenvolumen zu veranschaulichen, wurden Kryomikrotomschnitte der Platten angefertigt. Abbildung 13 zeigt REM-Bilder dieser Schnittflächen.

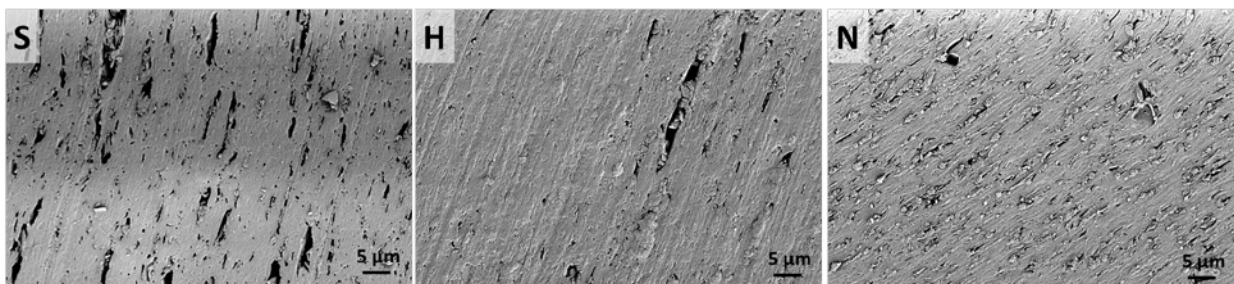


Abbildung 13: REM-Bilder von Querschnitten der PP-Werkstoffvarianten S, H und N (SE2-Detektor, Vergrößerung 1.500x)

Leider reißt auch bei tiefen Temperaturen das Schneiden Füllstoffe heraus und führt zur Bildung von Löchern, so dass die Füllstoffverteilung nur ungenau wiedergegeben wird. Sowohl die konfokalmikroskopischen Bilder als auch die Querschnitte legen jedoch die Vermutung nahe, dass die Füllstoffe Agglomerate bilden.

4.1.3 Kontaktwinkelmessung (FE1 und FE3)

Abbildung 14 präsentiert die Einzelmesswerte der Fortschritt- und Rückzugskontaktwinkel an 6 Positionen der unbehandelten, einer Laborreinigung unterzogenen sowie gereinigten und beflamten Probenplatten. Die lokalen Abweichungen auf den einzelnen Probenplatten sind sehr gering, was für eine gute Homogenität der Platten spricht. Lediglich beim Rückzugswinkel gibt es stellenweise lokale Unterschiede. Die unbehandelten Platten weisen Fortschrittswinkel zwischen 105° und 109° sowie Rückzugswinkel zwischen 91° und 95° auf. Dies sind typische Werte für unpolare Polymere; die Differenz zwischen Fortschritt- und Rückzugswinkel (Kontaktwinkel-hysteresis) ist - ebenso wie kleine lokale Unterschiede - auf die Rauheit sowie die Inhomogenität durch die Füllstoffe zurückzuführen. Der unterschiedliche Füllstoffgehalt der Platten hat keinen Einfluss.

Die Laborreinigung führt zu einer geringfügigen Senkung der Kontaktwinkel. Der Fortschrittswinkel bleibt nahezu konstant; der Rückzugswinkel sinkt um ca. 5° . Nach

Reinigung und Beflammung ist eine deutliche Senkung beider Kontaktwinkel zu erkennen. Dies widerspiegelt die Bildung polarer Gruppen durch die Aktivierung. Der Fortschrittswinkel sinkt auf ca. 80° (Proben S und H) bzw. $\sim 70^\circ$ (Probe N), der Rückzugswinkel auf Werte unter 30° , wobei deutlich größere lokale Unterschiede zu verzeichnen sind. Auf den Platten N wurden sogar sehr geringe Rückzugswinkel um 10° gemessen. Die Ursache dafür konnte nicht abschließend geklärt werden; der Effekt wurde durch Messungen an beflamten Platten nach anderen Reinigungsmethoden (siehe Abbildung 39) nicht bestätigt.

Im unbehandelten Zustand ist die Oberflächenenergie bei allen vier Substraten gering. Sie erhöht sich durch die Reinigung, wobei die Reinigungsmethode (FE1, FE2) keinen signifikanten Unterschied ausmacht. Die Aktivierung durch Beflammen führt durch Einbau von überwiegend sauerstoffhaltigen, funktionellen Gruppen an der Substratoberfläche erwartungsgemäß zu einer weiteren Erhöhung der Oberflächenenergie und des polaren Anteils. Auch hier wurden bei allen Plattenvarianten jeweils ähnliche Werte gefunden. Auffällig ist ein Sprung beim polaren Anteil innerhalb der Wiederholungen -s, -w, -m, bei den Lackirrunden mit Basislack in schwarz, weiß und silbermetallic. Möglicherweise lässt sich dies auf den Chargenwechsel zurückführen.

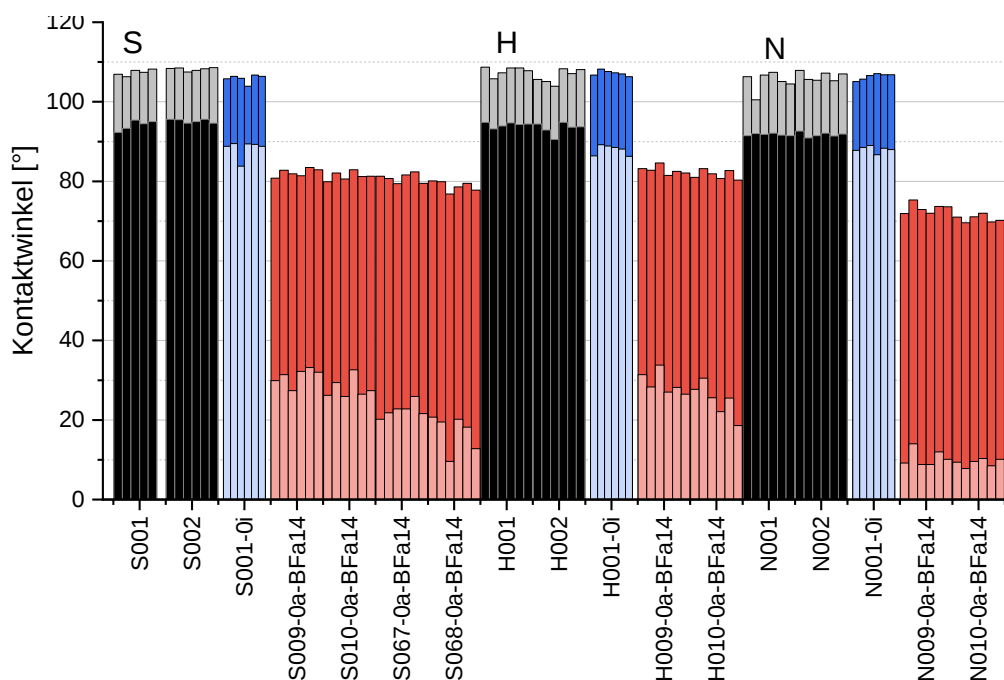


Abbildung 14: Einzelmesswerte des Fortschritt- und Rückzugskontaktwinkels von Wasser auf unbehandelten, gereinigten (Laborreinigung) sowie gereinigten und beflamten Probenplatten (dunkle Balken: Fortschrittswinkel, helle Balken: Rückzugswinkel; grau/schwarz: unbehandelt, blau: gereinigt, rot: beflammt)

Das folgende Diagramm (Abbildung 15) zeigt die gemittelten Oberflächenenergien, ermittelt durch statische Kontaktwinkelmessungen an unbehandelten, an FE1 oder FE2 gereinigten und beflamten Kunststoffsubstraten (R, S, H, N).

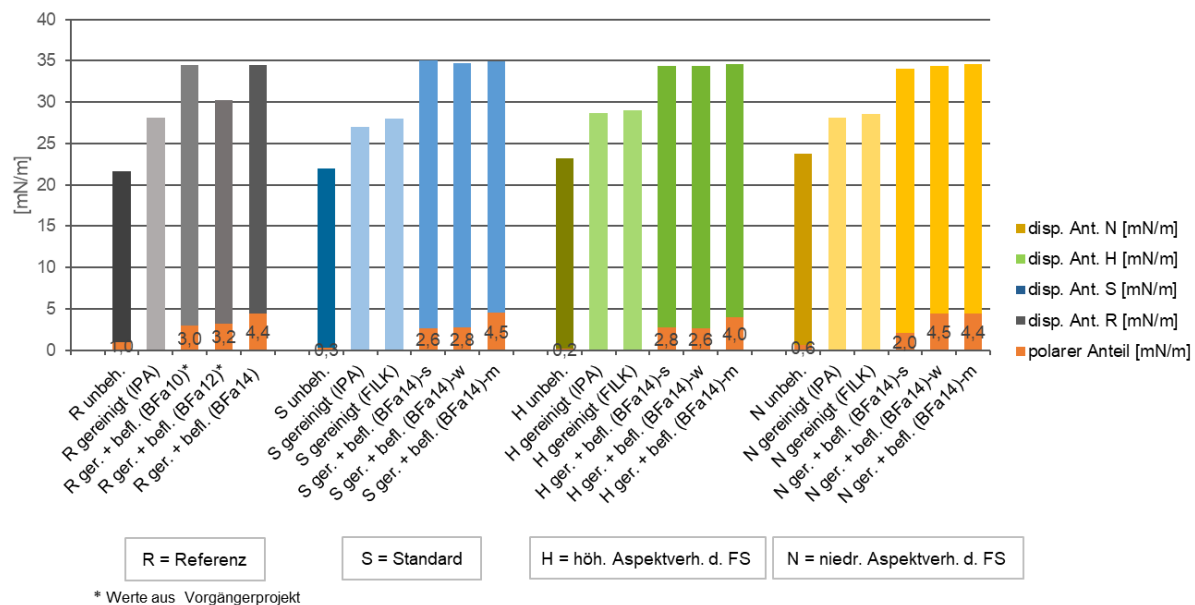


Abbildung 15: Oberflächenenergien unterschiedlich behandelte Probeplatten (MW aus linker und rechter Plattenseite)

4.1.4 Zetapotential (FE3)

Abbildung 16 vergleicht das pH-abhängige Zetapotential der Probenplatten S, H und N in unbehandeltem Zustand sowie nach Laborreinigung und Beflammung mit dem der Referenzprobe R aus dem Vorgängerprojekt. Die Verläufe sind unter Berücksichtigung der Messgenauigkeit und der leichten Inhomogenität der Oberflächen sehr ähnlich; der isoelektrische Punkt (Nulldurchgang des Zetapotentials), ein Maß für die Säure-Base-Eigenschaften der Oberfläche, liegt für alle Proben zwischen pH 3,0 und 3,7. Dies ist typisch für unpolare Oberflächen. Reinigung bewirkt einen etwas flacheren Verlauf der Kurve – ein Hinweis auf leichtes Quellen. Die Beflammung verschiebt den isoelektrischen Punkt geringfügig zu kleineren pH-Werten. Es war zu erwarten, dass die in Kontaktwinkelmessungen sichtbare Aktivierung der Oberflächen hier einen stärkeren Effekt bewirkt. Allerdings konnten die Zetapotentialmessungen wegen der aufwändigen Probenvorbereitung erst einen Tag nach der Aktivierung durchgeführt werden, so dass deren Effekt möglicherweise bereits nachgelassen hatte.

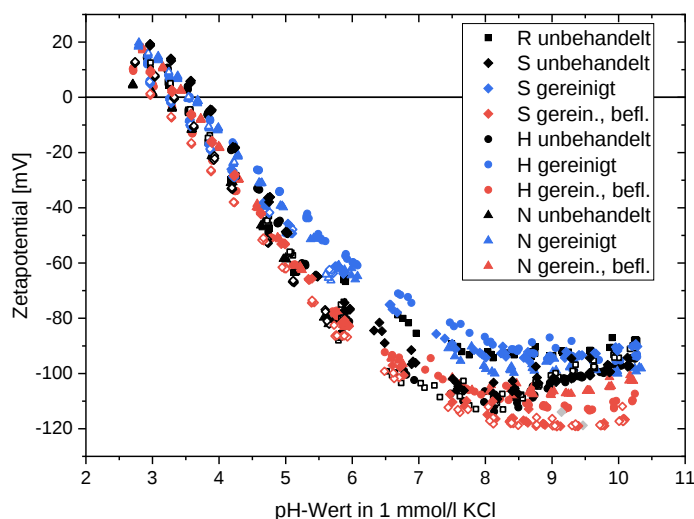


Abbildung 16: Zetapotential der unbehandelten, gereinigten und beflamten Platten S, H und N als Funktion des pH-Werts, zum Vergleich: Referenzprobe R (Platten A aus dem Vorgängerprojekt). Offene Symbole: Wiederholungsmessungen

4.1.5 Infrarotspektroskopie und Spülproben (FE1)

Die PP-EPDM-Platten wurden spritzfrisch sowie nach Laborreinigung und Beflammung (BFa14), wie in Abschnitt 3.2.4 beschrieben, mit Dichlormethan (DCM) abgespült und der Spülrückstand (nichtflüchtiger Anteil hiervon) gravimetrisch erfasst. Die Ergebnisse sind in Abbildung 17 dargestellt. Der Vergleich der verschiedenen Substrate (unbehandelt, gereinigt, aktiviert) zeigte zwar Schwankungen, die Größenordnung der jeweiligen Additivaufgabe blieb aber nahezu identisch. Lediglich bei Substrat N lag der nichtflüchtige Anteil der Auflage höher, was möglicherweise auf eine schlechtere Einbettung des variierten Talkums (niedrigeres Aspektverhältnis) zurückzuführen ist.

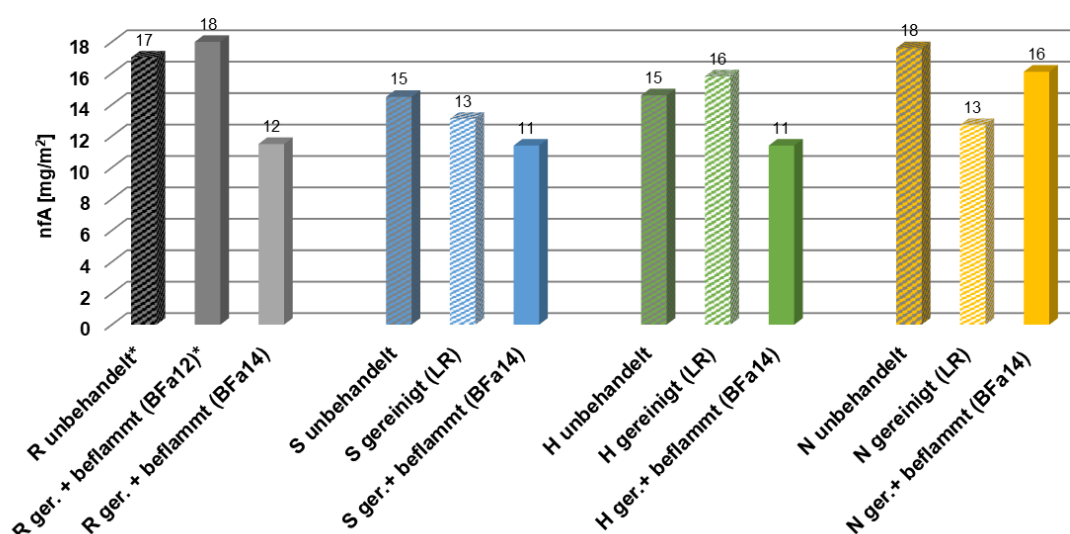


Abbildung 17: Eluierbare Auflagemengen (DCM-Spülproben)

Wie in Abbildung 18 beispielhaft am Substrat S dargestellt, ergab das Abspülen mit DCM an einer gereinigten, aber ansonsten unbehandelten Platte keine signifikante Veränderung des Infrarotspektrums (schwarz: vor DCM-Spülung, rot: nach DCM-Spülung).

Wurde die Platte beflammt, so war die Erzeugung polarer Banden deutlich erkennbar (siehe Abbildung 19, schwarz: vor DCM-Spülung). Durch den oberflächennahen Spüleffekt von Dichlormethan kam es zu einer Intensitätsabnahme, was auf mögliche Abbauprodukte, zum Beispiel lösliches oxidiertes Material (Low Molecular Weight Oxidised Material) schließen lässt.

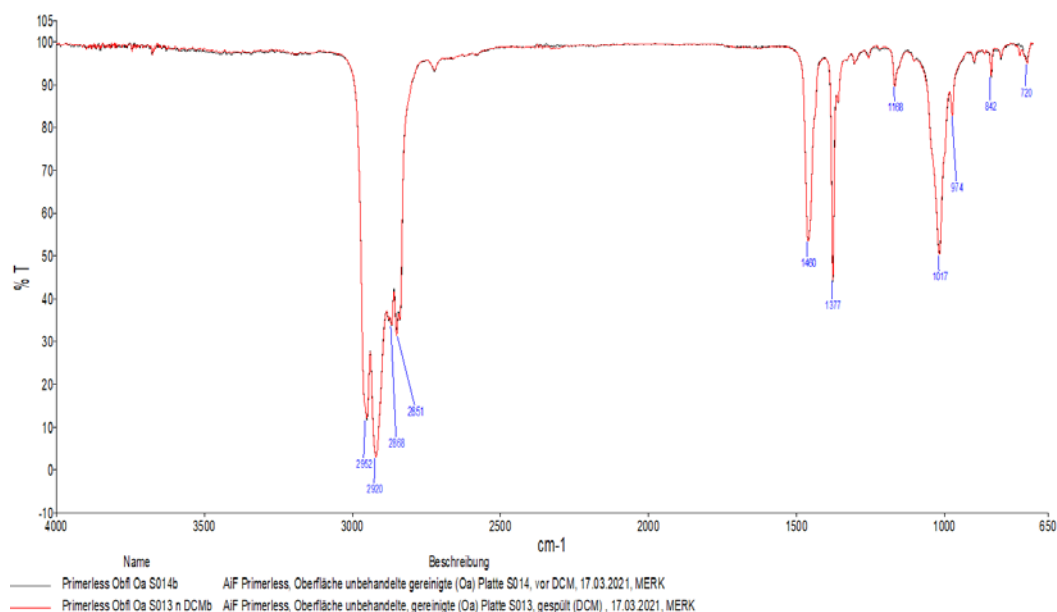


Abbildung 18: Infrarotspektrum einer unbehandelten, laborgereinigten Platte S vor und nach DCM-Spülung (beispielhaft)

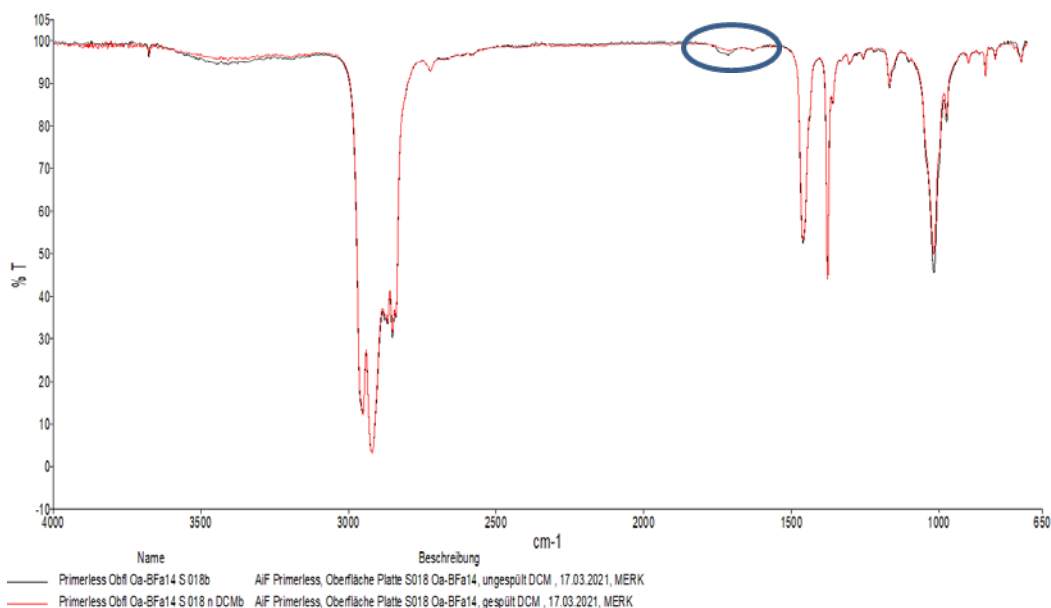


Abbildung 19: Infrarotspektrum einer gereinigten und beflamten (BFa14) Platte S vor und nach DCM-Spülung (beispielhaft)

4.1.6 Quellverhalten der PP-EPDM-Materialien (FE2)

In den aufzubringenden Basislacken sind Co-Lösemittel vorhanden, welche in das Material eindringen können. Es kann zum Anquellen des Materials beim Lackauftrag kommen. Ob dies bei den im Projekt untersuchten Materialien eine Rolle spielt, wurde mittels dynamisch-mechanischer Analyse (DMA) untersucht. Es wurden gereinigte als auch gereinigte und beflamte Plattenmaterialien S, H, N untersucht. Die Ergebnisse der Quellversuche sind in Tabelle 8 zusammengefasst, und in Abbildung 20 ist eine ausgewählte Dickenmessung des Plattenmaterials N dargestellt.

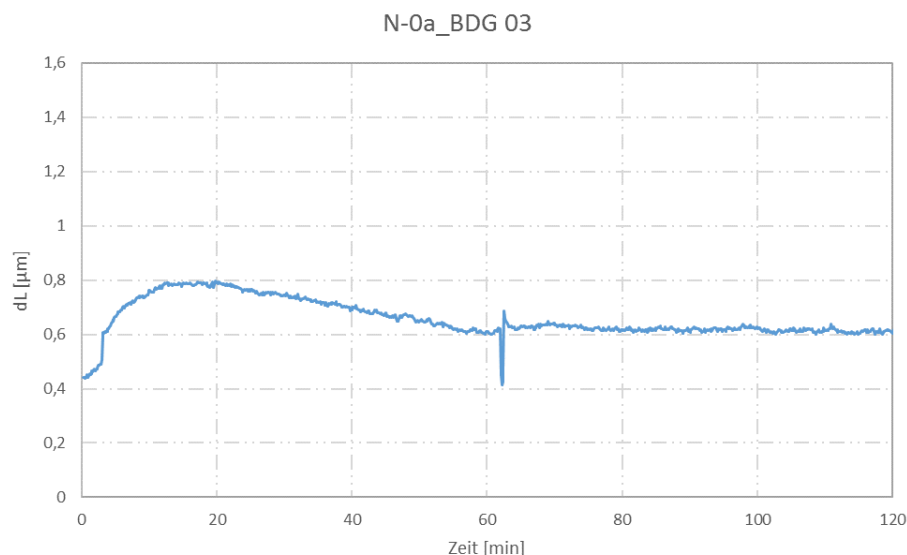


Abbildung 20: Dickenmessung an der gereinigten Plattenprobe N, nach einer Stunde wurde das Co-Lösemittel auf die Probe gegeben

Tabelle 8: Dickenänderung der Platten unter Zugabe von Butyldiglycol

Probe	Dickenänderung in [%]
S-0a	-0,008 ± 0,009
H-0a	0,001 ± 0,011
N-0a	-0,001 ± 0,009
S-0a-Bfa14	-0,036 ± 0,046
H-0a-Bfa14	-0,004 ± 0,009
N-0a-Bfa14	-0,006 ± 0,011

Die Quellversuche an den Platten S, H und N nach Laborreinigung bzw. Laborreinigung und Beflammung zeigen, dass durch die Zugabe von Butyldiglycol keine Dickenänderungen und damit Quellungserscheinungen der verschiedenen Plattenmaterialien ermittelt werden konnten.

4.2 Haftfestigkeitsprüfung auf den verschiedenen PP-Werkstoffvarianten nach Standardvorbehandlung (Beflammen)

An den drei ausgewählten Substratvarianten S, H, N wurde untersucht, inwieweit sich die unterschiedliche Zusammensetzung auf die Haftfestigkeit wasserbasierender Beschichtungen auswirkt, bzw. ob durch die Variation des Aspektverhältnisses des Talkums eine Verbesserung der Ergebnisse der Haftfestigkeitsprüfungen erreicht werden kann.

Die Versuchsplatten wurden hierfür im Labor gereinigt (siehe Abschnitt 3.3.1 Laborreinigung) und mit den Standardparametern Bfa14: Geschwindigkeit 800 mm/s, Abstand Brenner-Substrat 40 mm, Gasdurchfluss 120 L/min, Luft:Propan-Verhältnis 22:1 (reduktiv), per Doppelhub beflammt. Die Kontrolle der Reinigung und Aktivierung erfolgte mittels Kontaktwinkelmessungen und Prüftintentests (FE2).

Nach Übernachtversand wurden die aktivierten PP-EPDM-Werkstoffe mit dem praxisüblichen Automotiv-Aufbau (schwarz) in der Variante als Zweischichtaufbau sowie zum Vergleich als Dreischichtaufbau – (2K-Hydroprimer), wasserbasierender Basislack, PU-Klarlack – wie in Abschnitt 3.5 beschrieben beschichtet und anschließend nach einer Lagerung von 8 - 12 Tagen Normklima mit einem Druckwasserstrahltest geprüft (vgl. Abschnitt 3.6). In Abbildung 21 - 23 sind die Ergebnisse der Auswertung an je 20 Kreuzschnitten pro Versuchsreihe beispielhaft dargestellt.

Die Platten R aus dem Vorgängerprojekt (PP-Additive) wurden zum Vergleich in der Studie mitgeführt.

4.2.1 Ergebnisse der Haftfestigkeitsprüfung/Verfahren B

Die Abbildungen 21, 22 und 23 zeigen Ergebnisse von Dreischicht- und Zweischichtaufbauten für die Substrate S, H und N.



Substrat S 3-Schicht_HDW Verfahren B					Substrat S 2-Schicht_HDW Verfahren B				
S023-0a-BFa14-Ls3	0	0	0	0	S033-0a-BFa14-Ls2	0	0	0	0
S024-0a-BFa14-Ls3	0	0	0	0	S035-0a-BFa14-Ls2	0	0	0	0
S053-0a-BFa14-Ls3	0	0	0	0	S058-0a-BFa14-Ls2	0	0	0	0
S054-0a-BFa14-Ls3	0	0	0	0	S060-0a-BFa14-Ls2	0	0	0	0
S055-0a-BFa14-Ls3	0	0	0	0	S061-0a-BFa14-Ls2	0	0	0	0

Abbildung 21: beispielhaft: Substrat S nach Druckwasserstrahltest Verf. B
 Dreischicht- vs. Zweischichtaufbau
 Grünbewertung = keine Abplatzungen
 Rotbewertung = nicht i. O. (Abplatzungen ≥ 1 mm)



Substrat H 3-Schicht_HDW Verfahren B						Substrat H 2-Schicht_HDW Verfahren B					
H026-0a-BFa14-Ls3	0	0	0	0	0	H036-0a-BFa14-Ls2	n.i.O	n.i.O	n.i.O	0	0
H027-0a-BFa14-Ls3	0	0	0	0	0	H037-0a-BFa14-Ls2	n.i.O	0	0	0	0
H028-0a-BFa14-Ls3	0	0	0	0	0	H038-0a-BFa14-Ls2	0	0	0	0	0
H029-0a-BFa14-Ls3	0	0	0	0	0	H039-0a-BFa14-Ls2	0	n.i.O	0	0	0
H030-0a-BFa14-Ls3	n.i.O	0	0	0	0	H040-0a-BFa14-Ls2	1a	n.i.O	n.i.O	0	0

Abbildung 22: beispielhaft: Substrat H nach Druckwasserstrahltest Verf. B
Dreischicht- vs. Zweischichtaufbau
Bewertung: siehe oben



Substrat N 3-Schicht_HDW Verfahren B						Substrat N 2-Schicht_HDW Verfahren B					
N026-0a-BFa14-Ls3	0	0	0	0	0	N037-0a-BFa14-Ls2	0	0	0	0	n.i.O
N027-0a-BFa14-Ls3	0	0	0	0	0	N038-0a-BFa14-Ls2	0	0	0	n.i.O	n.i.O
N028-0a-BFa14-Ls3	0	0	0	0	0	N039-0a-BFa14-Ls2	0	0	0	0	0
N029-0a-BFa14-Ls3	0	0	0	0	0	N040-0a-BFa14-Ls2	0	0	n.i.O	0	0

Abbildung 23: beispielhaft: Substrat N nach Druckwasserstrahltest Verf. B
Dreischicht- vs. Zweischichtaufbau
Bewertung siehe oben

Substrat S zeigte sowohl im Dreischicht- als auch im Zweischichtaufbau keine nennenswerten Enthaltungen, so dass diese sehr gut erscheinenden Resultate hier auch keine Differenzierung erlaubten. Bei Substrat H und N kam es beim Zweischichtaufbau teilweise zu Abplatzungen, wobei Substrat H (35 %) gegenüber N (20 %) die etwas schlechteren Ergebnisse zeigte. Der Dreischichtaufbau war auch hier bei beiden Substraten ohne Beanstandung. Substrat R aus dem Vorgängerprojekt lieferte im Dreischichtaufbau erwartungsgemäß ebenfalls gute Ergebnisse, im Zweischichtaufbau kam es zu Enthaltungen, die mit 10 % geringer als bei H und N ausfielen. Die Haftung zwischen Basislack und Klarlack (Zwischenschichthaftung) war bei einer Lackierung mit dem schwarzen Basislack in allen Fällen gegeben. In Abbildung 24 sind die Ergebnisse nochmals einander gegenübergestellt.

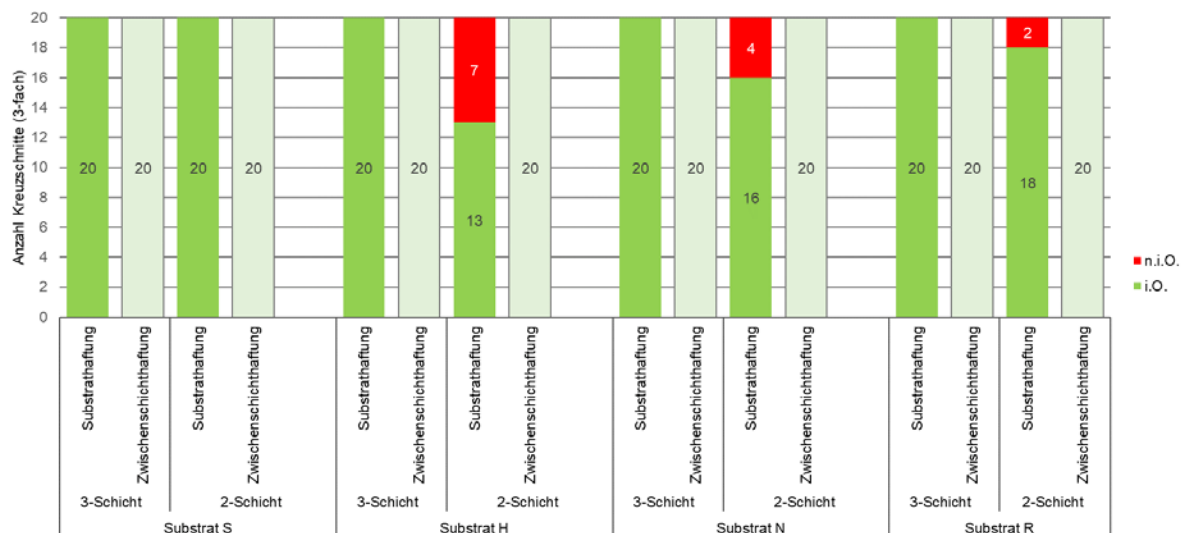


Abbildung 24: Ergebnisse der Haftfestigkeitsprüfung (Verfahren B) für die Substrate S, H, N und R nach Laborreinigung, Beflammung (BFa14) und Lackierung in Schwarz, differenziert nach Dreischicht- und Zweischichtaufbau sowie nach Haftversagen in der Grenzfläche zum Substrat (grüne Balken) und im Lackverbund (hellgrüne Balken)

Abbildung 25 zeigt die Ergebnisse bei einer Lackierung mit weißem Basislack. Wie bei Schwarz war auch im Farbton Weiß bei allen vier Substrattypen die Substrathaftung im Dreischichtaufbau i.O. Ebenfalls gute Ergebnisse im Zweischichtaufbau lieferten die Substrate N und S, während die Substrate H und R mit einer Enthaftung bei 8 % geringfügig schlechter abschnitten. Bei S und H kam es in der Ebene Basislack/Klarlack zu einer Enthaftung im Lackverbund.

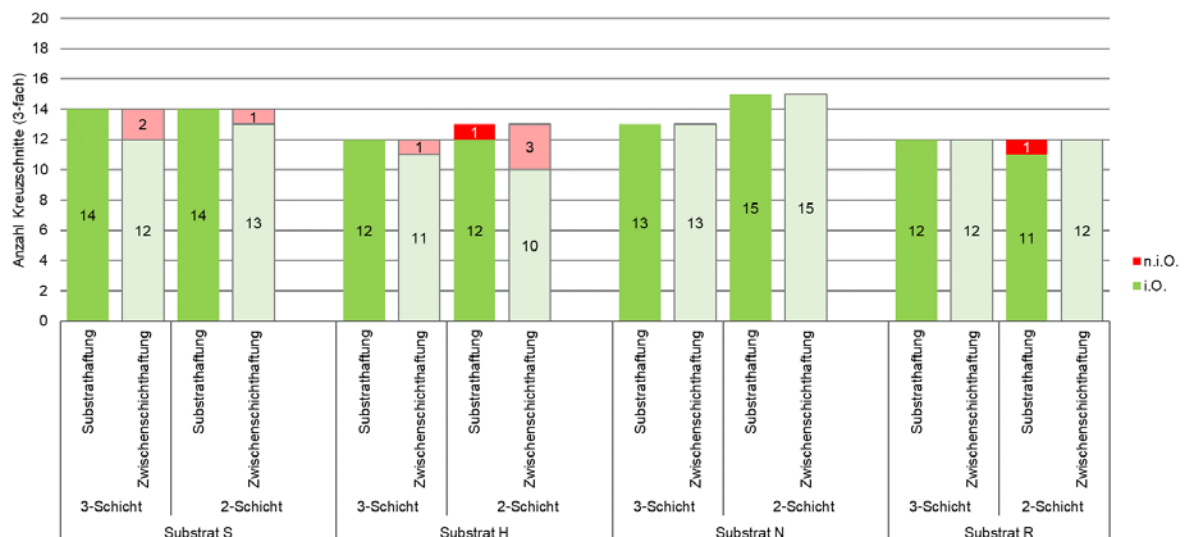


Abbildung 25: Ergebnisse der Haftfestigkeitsprüfung (Verfahren B) für die Substrate S, H, N und R nach Laborreinigung, Beflammung (BFa14) und Lackierung in Weiß, differenziert nach Dreischicht- und Zweischichtaufbau sowie nach Haftversagen in der Grenzfläche zum Substrat (grüne, rote Balken) und im Lackverbund (hellgrüne bzw. hellrote Balken)

In Abbildung 26 sind die Ergebnisse aus der Lackierung in Silbermetallic dargestellt. Bei allen vier Substraten war die Haftfestigkeit sowohl im Dreischicht- als auch im Zweischichtaufbau tadellos. Lediglich R zeigte eine leichte Enthaftung (8 %) im Zweischichtaufbau.

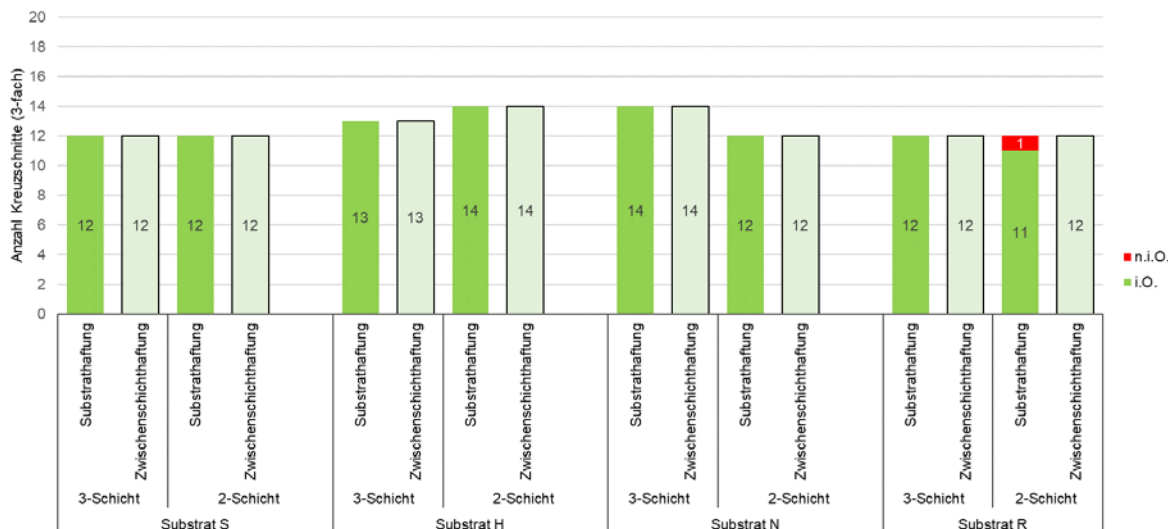


Abbildung 26: Ergebnisse der Haftfestigkeitsprüfung (Verfahren B) für die Substrate S, H, N und R nach Laborreinigung, Beflammung (BFa14) und Lackierung in Silbermetallic, differenziert nach Dreischicht- und Zweischichtaufbau sowie nach Haftversagen in der Grenzfläche zum Substrat (grüne Balken) und im Lackverbund (hellgrüne Balken)

4.2.2 Ergebnisse der Haftfestigkeitsprüfung/Verfahren A

Deutlich gravierender waren die Enthaftungserscheinungen, wenn die Haftfestigkeitsprüfungen nach Verfahren A durchgeführt wurden (siehe Tabelle 9). Dies ist vermutlich auf die schon viel größere Ausgangsverletzung zurückzuführen, wenn der Schnitt mit einem Ritzstichel durchgeführt wird und auf der lackierten Probeplatte eine im Querschnitt U-förmige und dadurch breitere Verletzung (ca. 1 mm) erzeugt, als dies in Verfahren B unter Verwendung einer entsprechenden, schmalen Abbrechklinge (ca. 0,2 mm) – letztere entweder im Scratchmaster oder (bei manuellem Schnitt) in Form eines Cuttermessers – der Fall ist. Die Angriffsfläche für den Druckwasserstrahl ist dadurch erheblich größer. Verschärfend kommt hinzu, dass bei Verfahren A ein Temperaturwechseltest (TWT) vorgeschaltet wird und der Düsenabstand zum Prüfkörper lediglich 10 cm statt 13 cm beträgt.

Die Bewertung erfolgt bei Verfahren A durch visuellen Vergleich mit Beispielbildern Gut-Schlecht-Bewertung, Ermittlung eines Dampfstrahlkennwertes und entsprechender Klassifizierung. Im Gegensatz zum Ausmaß der Beanspruchung durch Schnittbreite und Düsenabstand erscheint das Verfahren A hinsichtlich der Bewertungskriterien (bei B: kritische Enthaftung ab > 1 mm, ausgehend vom Schnitt) dagegen deutlich weniger streng.

In Tabelle 9 sind die Ergebnisse aus den Haftfestigkeitsprüfungen nach Substrat, Lackaufbau und Farbtönen einander gegenübergestellt.

Tabelle 9: beispielhaft: Substrat S nach Druckwasserstrahltest Verf. A Dreischicht- vs. Zweischichtaufbau und differenziert nach Farbtönen des Basislackes

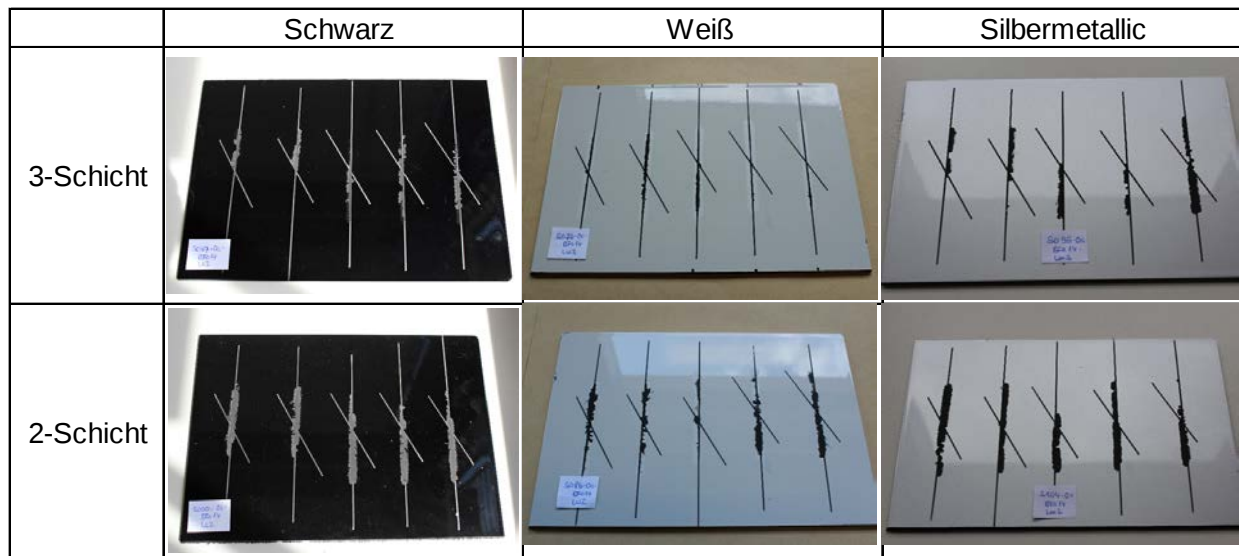


Abbildung 27 zeigt die für Substrat S, H, und N im Dreischichtaufbau vergleichbaren Werte in der Lackhaftfestigkeit mit tendenziell leichtem Nachteil für N. Wesentlich besser war das Ergebnis bei Substrat R aus dem Vorgängerprojekt. Teilweise kam es zu einer Enthftung innerhalb des Lackverbundes (S 20 %, R 10 %, H und N 5 %).

Im Zweischichtaufbau war die Lackhaftfestigkeit mit einem Kennwert von fast durchgehend 4 bei den Substraten S, H und N deutlich schlechter. Lediglich R lieferte noch differenzierende Werte. Die Lackzwischenhaftung war bei allen vier Substraten gut.

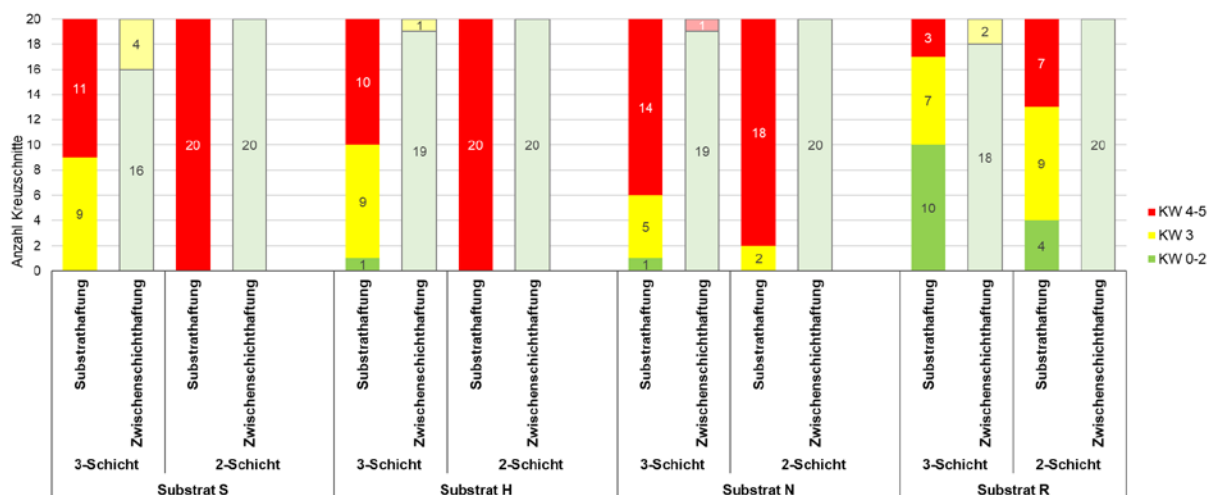


Abbildung 27: Ergebnisse der Haftfestigkeitsprüfung (Verfahren A) für die Substrate S, H, N und R nach Laborreinigung, Beflammung (BFa14) und Lackierung in Schwarz, differenziert nach Dreischicht- und Zweischichtaufbau sowie nach Haftversagen in der Grenzfläche zum Substrat und im Lackverbund

In Abbildung 28 sind die Ergebnisse bei einer Lackierung mit weißem Basislack dargestellt. Im Dreischichtaufbau war die Substrat- und Lackzwischenhaftung bei R mit fast 90 % KW 0 am besten. Bei S war die Substrathaftung ebenfalls recht gut, die

Zwischenhaftung allerdings ungenügend. Substrate H und N lieferten schlechtere Ergebnisse (KW 4 bei H 10 %, N 40 %), die Lackzwischenhaftung zeigte die umgekehrte Tendenz.

Im Zweischichtaufbau war die Lackhaftfestigkeit bei den Substraten S, H und N mit einem Kennwert von fast durchgehend 4 wiederum sehr schlecht. Bei S traten erneut Probleme in der Lackzwischenhaftung auf, die sich bei H und N nicht zeigten. R lieferte auch hier differenzierende Werte, die Zwischenhaftung war i. O.

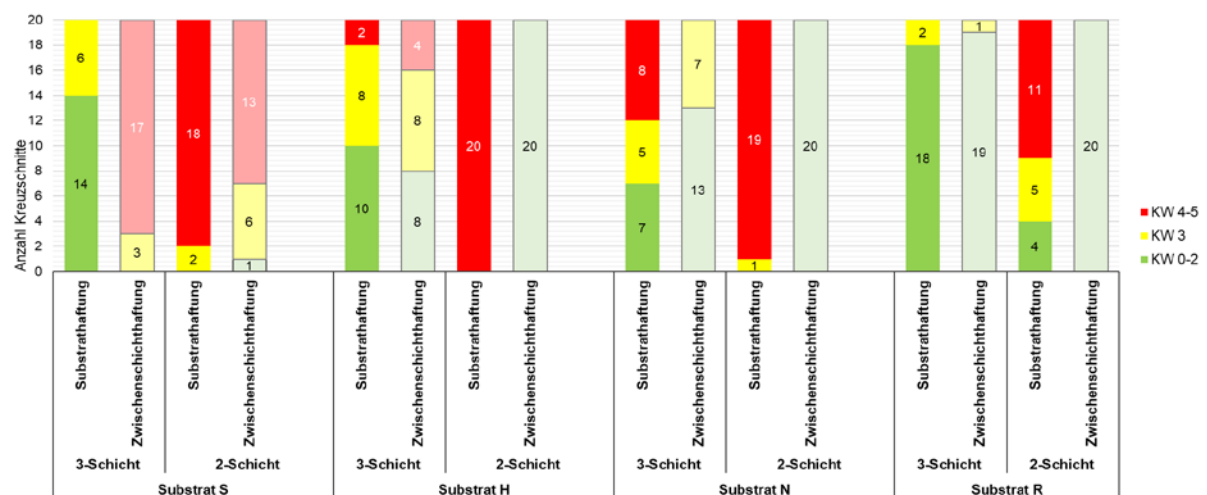


Abbildung 28: Ergebnisse der Haftfestigkeitsprüfung (Verfahren A) für die Substrate S, H, N und R nach Laborreinigung, Beflammung (BFa14) und Lackierung in Weiß, differenziert nach Dreischicht- und Zweischichtaufbau sowie nach Haftversagen in der Grenzfläche zum Substrat und im Lackverbund

Im Farbton Silbermetallic (siehe Abbildung 29) zeigte Substrat R erneut deutlich bessere Ergebnisse als die Substrate S, H und N. Die Lackzwischenhaftung war bei allen vier Substraten i. O. Im Ranking lag S beim Dreischichtschichtaufbau vor H und N, im Zweischichtaufbau waren H und N besser als S. Die Unterschiede von H und N waren nicht signifikant.

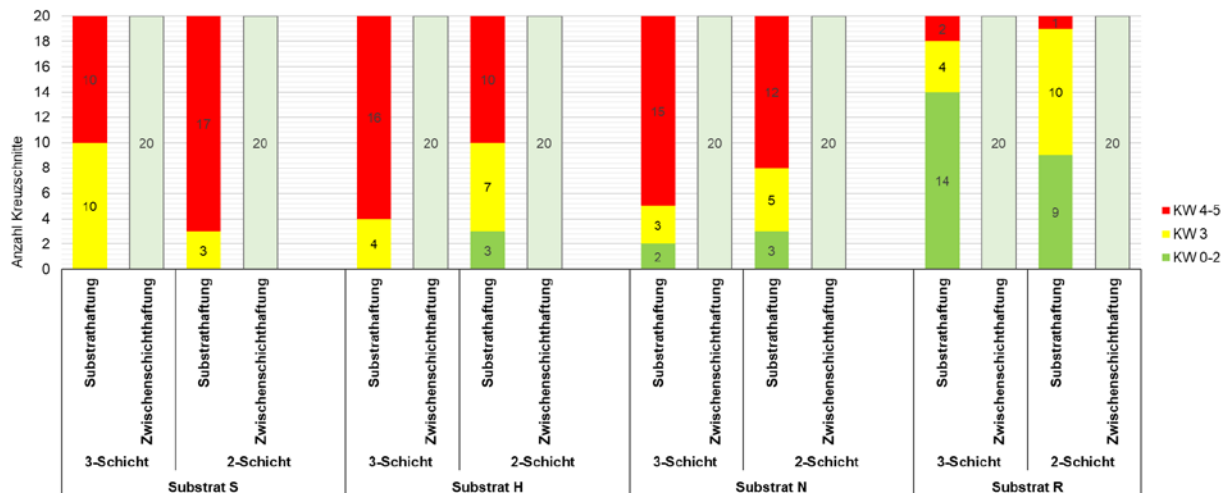


Abbildung 29: Ergebnisse der Haftfestigkeitsprüfung (Verfahren A) für die Substrate S, H, N und R nach Laborreinigung, Beflammung (BFa14) und Lackierung in Silbermetallic, differenziert nach Dreischicht- und Zweischichtaufbau sowie nach Haftversagen in der Grenzfläche zum Substrat und im Lackverbund

Unabhängig von gewissen Unterschieden bzw. Abstufungen zwischen den unterschiedlichen Substraten (S, H, N und ggf. R), Aufbauten (Zweischicht vs. Dreischicht) und Basislack (Schwarz, Weiß, Silbermetallic) war leider festzustellen, dass, nachdem die Ausprüfung nach Verfahren B immer relativ mild ausgefallen war und damit aufgrund allgemein „guter“ Ergebnisse nur wenig differenzierte, das Verfahren A dagegen sehr hart ist und aufgrund allzu oft „schlechter“ Ergebnisse ebenfalls zu wenig Unterscheidungsmöglichkeiten bot.

4.2.3 Weitere Prüfungen

Auf Anregung eines Teilnehmers im PA wurden an den lackierten Probeplatten weitere Prüfungen durchgeführt, und zwar:

- Kondenswasserkonstantklimatest nach DIN EN ISO 6270-2 CH mit anschließender Gitterschnittprüfung sowie
- Klimawechseltest mit Steinschlag und Gitterschnittprüfung

Diese lieferten durchweg gute Ergebnisse und differenzierten somit ebenfalls ungenügend.

Die ebenfalls versuchsweise angewendete Stempelabzuprüfung (Abreißversuch) war nicht auswertbar.

In Tabelle 10 sind die Ergebnisse der Gitterschnittprüfung nach Kondenswasserkonstantklimatest aufgeführt. Mit Gt 0 bzw. Gt 0-1 waren sie durchweg gut, lediglich bei Weiß war die Lackierung bei Verwendung des Mehrschneidgerätes und Tesa 4651 an der Schnittkante leicht aufgerissen, die Abplatzungen betrugen jedoch weniger als 5 %. Bei Verwendung von Multischabgitterschnittschablone, Cuttermesser und Tesa 4657 waren keine Abplatzungen erkennbar.

Tabelle 10: Gitterschnittbewertung nach Kondenswasserkonstantklimatest CH für die lackierten Substrate S, H, N und R, differenziert nach Dreischicht- und Zweischichtaufbau und Farbton des Basislackes

	Schwarz		Weiß		Silbermetallic	
	3-Schicht	2-Schicht	3-Schicht	2-Schicht	3-Schicht	2-Schicht
	GT	GT	GT	GT	GT	GT
Substrat S	0	0	0-1	0-1	0	0
Substrat H	0	0	0-1	0-1	0	0
Substrat N	0	0	0-1	0-1	0	0
Substrat R			0-1	0-1	0	0

In Tabelle 11 sind die Ergebnisse der Steinschlagbeständigkeit nach vorausgegangenem Klimawechseltest dargestellt. Zwischen den Substraten waren keine signifikanten Unterschiede erkennbar. Alle Werte lagen im Bereich von Kennwert 0,5. D. h., die geschädigte Fläche beträgt ungefähr 0,2 %. Am Klebeband (Tesa 4657) waren nahezu keine anhaftenden Partikel festzustellen.

Tabelle 11: Steinschlagbeständigkeit nach Klimawechseltest der lackierten Substrate S, H, N und R, differenziert nach Dreischicht- und Zweischichtaufbau sowie Farbton des Basislackes

<u>Steinschlag:</u>		Schwarz	Weiß	Silbermetallic
		KW	KW	KW
3-Schichtaufbau	S	< 0,5	≤ 0,5	0,5
2-Schichtaufbau		< 0,5	≤ 0,5	≤ 0,5
3-Schichtaufbau	H	0,5	≤ 0,5	0,5
2-Schichtaufbau		≤ 0,5	0,5-1	0,5-1
3-Schichtaufbau	N	≤ 0,5	≤ 0,5	0,5
2-Schichtaufbau		< 0,5	≤ 0,5	0,5
3-Schichtaufbau	R	-	0,5	0,5
2-Schichtaufbau		-	≤ 0,5	0,5-1

Abbildung 30 zeigt beispielhaft die Ergebnisse nach Steinschlag und Klimawechseltest der Proben N, lackiert in Schwarz, Weiß und Silbermetallic im Dreischichtaufbau.

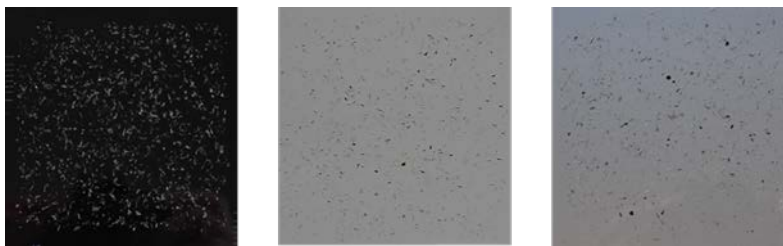


Abbildung 30: Ergebnisse der Steinschlagprüfung nach Klimawechseltest, beispielhaft an Dreischicht-Lackierung Schwarz (links), Weiß (Mitte) und Silbermetallic (rechts) auf Substrat N

In Tabelle 12 sind die Resultate der an die Steinschlagprüfung anschließenden Gitterschnittprüfung aufgeführt.

Tabelle 12: Gitterschnittbewertung nach Klimawechseltest der lackierten Substrate S, H, N und R, differenziert nach Dreischicht- und Zweischichtaufbau sowie Farbton des Basislackes

<u>Gitterschnittprüfung:</u>		Schwarz	Weiß	Silbermetallic
		GT	GT	GT
3-Schichtaufbau	S	0	0-1 / 0	0
2-Schichtaufbau		0	0-1 / 0	0
3-Schichtaufbau	H	0	0-1 / 0	0
2-Schichtaufbau		0	0-1 / 0	0
3-Schichtaufbau	N	0	0-1 / 0	0
2-Schichtaufbau		0	0-1 / 0	0
3-Schichtaufbau	R			0
2-Schichtaufbau				0

4.2.4 Haftfestigkeitsprüfung – neue projektspezifische Varianten

Wie aus 4.2.1 und 4.2.2 ersichtlich bzw. in 3.6.3 beschrieben, hatten die vorausgegangenen Lackhaftprüfungstests nach Verfahren A und B an den Substraten S, H und N keine ausreichende Differenzierung ermöglicht und lieferten entweder „zu gute“ (Verfahren B) oder „zu schlechte“ (Verfahren A) Resultate. Anhand von Zweischichtaufbauten und unter Verwendung des schwarzen Basislackes wurden daher ausgehend von den vorgenannten Werksnormen die Parameter neu kombiniert. Die Ergebnisse sind in Abbildung 31 und Abbildung 32 dargestellt.

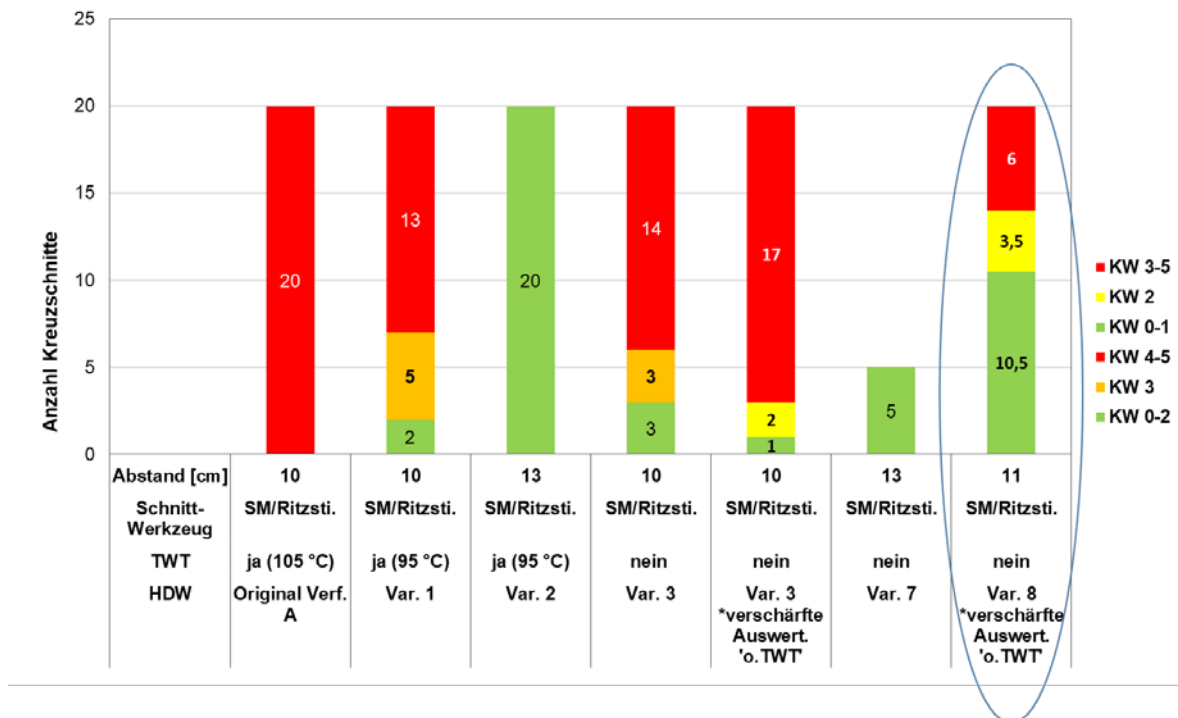


Abbildung 31: Ergebnisse Haftfestigkeitsprüfung - Varianten, ausgehend von Verfahren A für Substrat S nach Laborreinigung, Beflammung (BFa14) und Zweischichtaufbau Schwarz

Durch die Reduzierung der Maximaltemperatur im TWT von ursprünglich 105 °C auf 95 °C (Variante 1) konnte die Auswertung der Haftfestigkeitsprüfungen deutlich verbessert werden. Wurde auf den TWT ganz verzichtet, so war der visuelle Unterschied zu 95 °C nicht signifikant; üblicherweise wird in diesem Falle jedoch eine strengere Bewertung angelegt (grün: KW 0-1, gelb KW 2, rot KW 3-5), (Variante 3/3*). Keine Schädigung ergab eine Erhöhung des Abstandes Probe - Düse von 10 auf 13 cm (Variante 2/7).

Schnitte mit dem Cuttermesser wie bei Variante 4/5 (Abbildung 32) zeigten deutlich intensivere Ablösungen. Obwohl diese Methode in der Praxis verbreitet ist, wurde auch im weiteren Projektverlauf die Schnittausführung mittels Scratchmaster beibehalten, um eine gleichmäßige Schnittausführung zu gewährleisten. Die Reduzierung des Abstandes von 13 cm auf 10 cm bei Verwendung des Scratchmasters führte nun ebenfalls zu einer stärkeren Differenzierung.

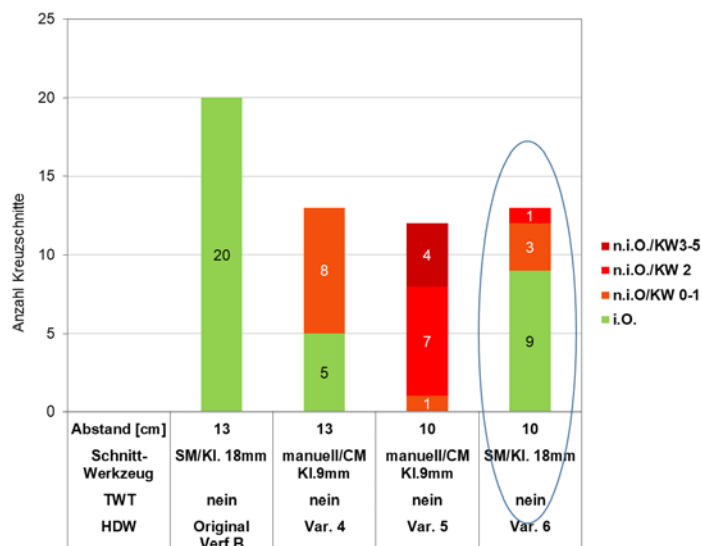


Abbildung 32: Ergebnisse Haftfestigkeitsprüfung – Varianten, ausgehend von Verfahren B für Substrat S nach Laborreinigung, Beflammung (BFa14) und Zweischichtaufbau Schwarz, n.i.O.-Bewertung (Rottöne) differenziert entsprechend KW-Zuordnung Verfahren A (ohne TWT)

Die Variante 6 (ausgehend von Verfahren B) mit vergrößertem Abstand (11 cm) und ohne vorausgehendem TWT sowie Variante 8 (ausgehend von Verfahren A) wurden somit als neue projektspezifische Prüfverfahren für die Haftfestigkeitsuntersuchungen im weiteren Projektverlauf festgelegt. Da die Ergebnisse jedoch stark voneinander abwichen, wurden beide Verfahren parallel weitergeführt.

4.3 Bewerten von Versagensmechanismen und Untersuchungen zum kohäsiven Versagen des Substrates (FE3)

Zur Bewertung der Versagensmechanismen wurden die dem Druckwasserstrahltest unterzogenen Proben zunächst mit Konfokalmikroskopie untersucht. Es wurden Bilder vom Rand der Lackabplatzungen sowie aus dem Bereich der Abplatzungen gemacht. Abbildung 33 zeigt ausgewählte, mit dem Konfokalmikroskop erstellte Übersichtsbilder im Mikroskopmodus (10x-Objektiv, 5x5 Bilder zusammengefügt). Es ist zu erkennen, dass bei den gezeigten Zweischichtaufbauten stets die komplette Lackschicht abplatzt, bei dem weißen Lack stellenweise auch Versagen in der Lackschicht (zwischen Basis- und Klarlack) zu erkennen ist. Die Versagensbilder der einzelnen Lacksysteme auf den verschiedenen Substraten sahen sehr ähnlich aus, auch zwischen Zwei- und Dreischicht-Systemen war kein Unterschied zu erkennen.

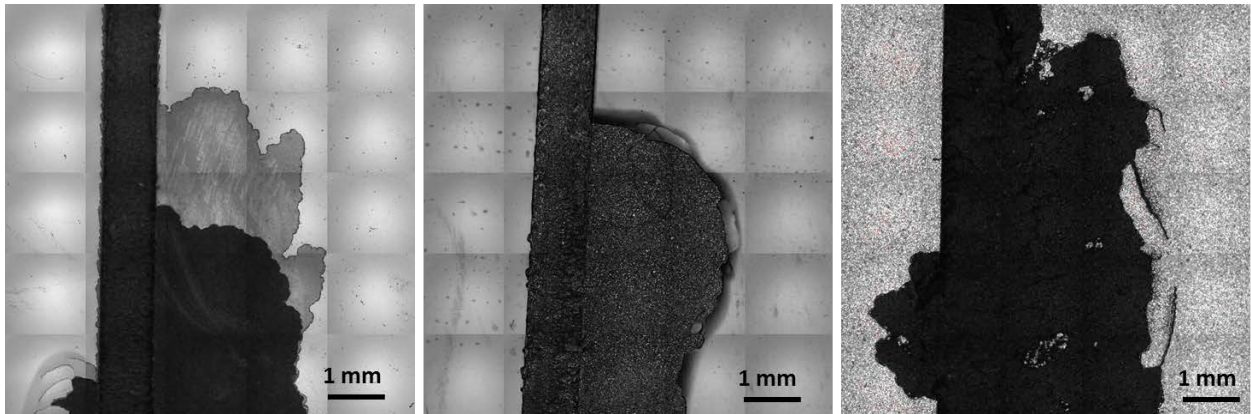


Abbildung 33: Mikroskopische Übersichtsbilder ausgewählter Lackabplatzungen von Zweischichtlacken (links: weißer Lack auf Substrat N, Mitte: schwarzer Lack auf Substrat H, rechts: Silbermetallic-Lack auf Substrat S)

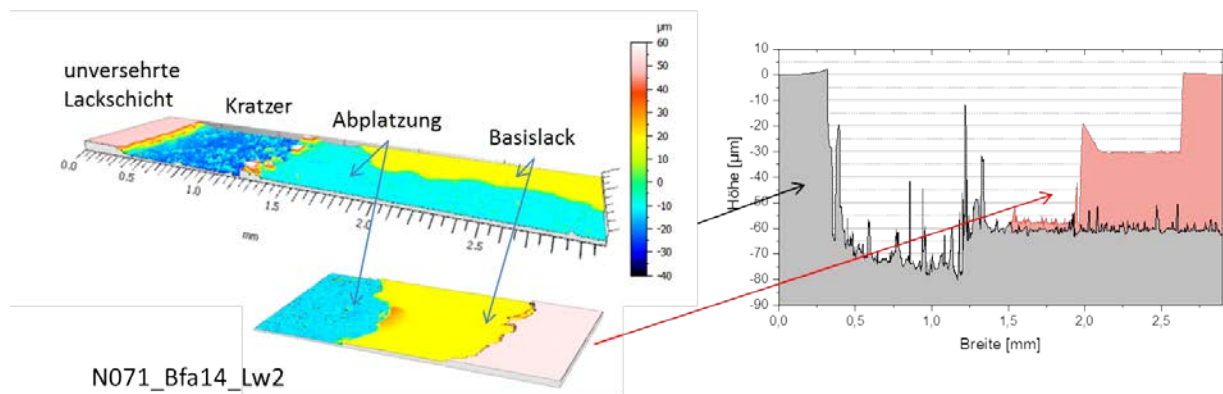


Abbildung 34: Links: Konfokalmikroskopische Höhenbilder von Lackabplatzungen des weißen Zweischichtlacks auf Substrat N; rechts: Querschnitte durch das obere (grau) und das untere Bild (rot).

Konfokalmikroskopische Höhenbilder und Querschnitte davon (Beispiel in Abbildung 34) zeigen, dass unabhängig von der Tiefe des Schnittes das Versagen entlang einer nahezu waagerechten Fläche auftritt. In Abbildung 34 ist zusätzlich zur Abplatzung der gesamten Lackschicht (türkiser Bereich etwa 60 µm unter der Lackoberfläche) auch ein Bereich zu sehen, wo nur der Klarlack abgeplatzt ist (gelber Bereich 30 µm unter der Oberfläche).

Abbildung 35 vergleicht die Tiefe der Abplatzungen unter der Lackoberfläche für alle Substrate und Lacksysteme, wobei zwischen Bereichen unterschieden wird, in denen nur der Klarlack oder die gesamte Lackschicht abgelöst wurde. Die Tiefe beim Abplatzen der gesamten Lackschicht variiert zwischen 40 und 80 µm, ist aber in der Regel größer als die gemessenen Schichtdicken der Lackaufbauten (vgl. Tabelle 3).

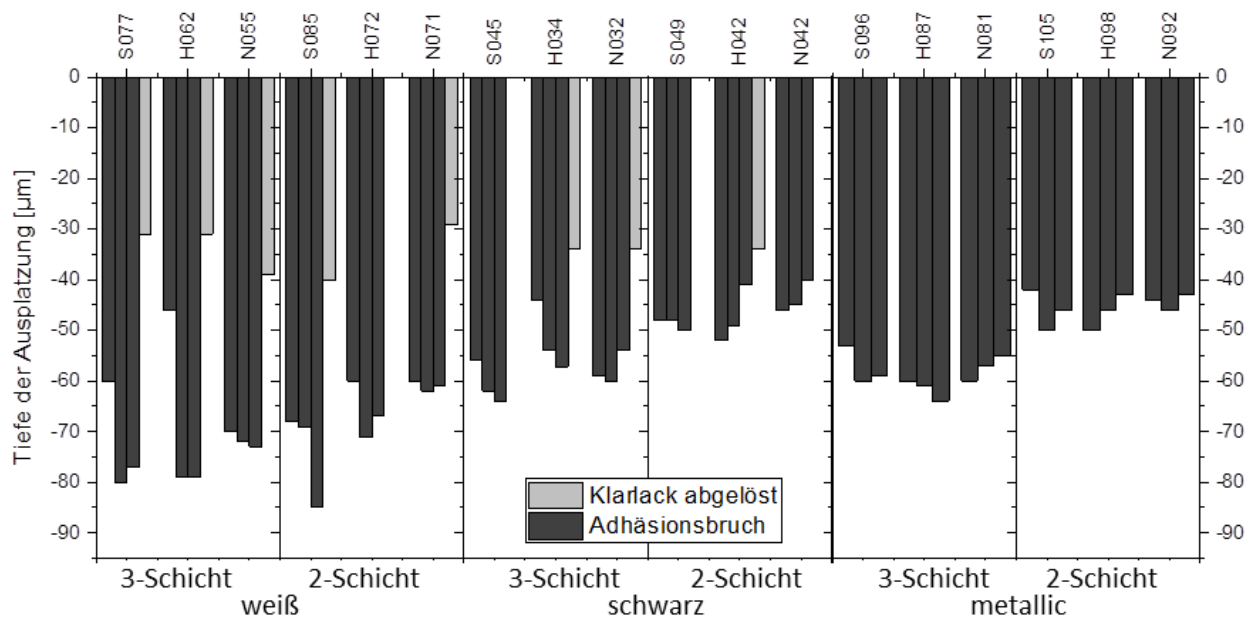


Abbildung 35: Tiefe der Abplatzungen im Vergleich zur Lackoberfläche für alle Substrate und Lacksysteme (bestimmt aus konfokalmikroskopischen Bildern)

Die konfokalmikroskopische Untersuchung von Bereichen innerhalb der Abplatzungen ergab eine stark erhöhte Rauheit gegenüber den unlackierten Plattenoberflächen. Offensichtlich wurde durch Kohäsionsbruch im Substrat das Polymermaterial aufgerissen und Füllstoffe freigelegt. Es wurden quadratische Rautiefen von 3 – 6 µm (Substrat S und H) sowie 1,5 – 2 µm (Substrat N) gemessen. In Wirklichkeit dürften die Werte deutlich höher liegen, da die im Mikroskop sichtbaren hochstehenden losen Polymer“fetzen“ bei der Rauheitsmessung nur unzureichend erfasst werden.

Um den Ort des Versagens genau zu bestimmen, wurden Bruchkanten in Draufsicht und im Querschnitt mittels REM, kombiniert mit EDX, untersucht. Da die Substrate und Lackschichten unterschiedliche Elemente enthalten (Substrat: Mg, Si, O, Primer: Ti, Basislack: S), konnten die Schichten anhand dieser Elemente identifiziert werden.

Abbildung 36 zeigt ausgewählte REM-EDX-Bilder. Dabei wird ein REM-Bild als Grundlage genommen und die mittels EDX bestimmte lokale Verteilung einzelner Elemente in unterschiedlichen Farben überlagert.

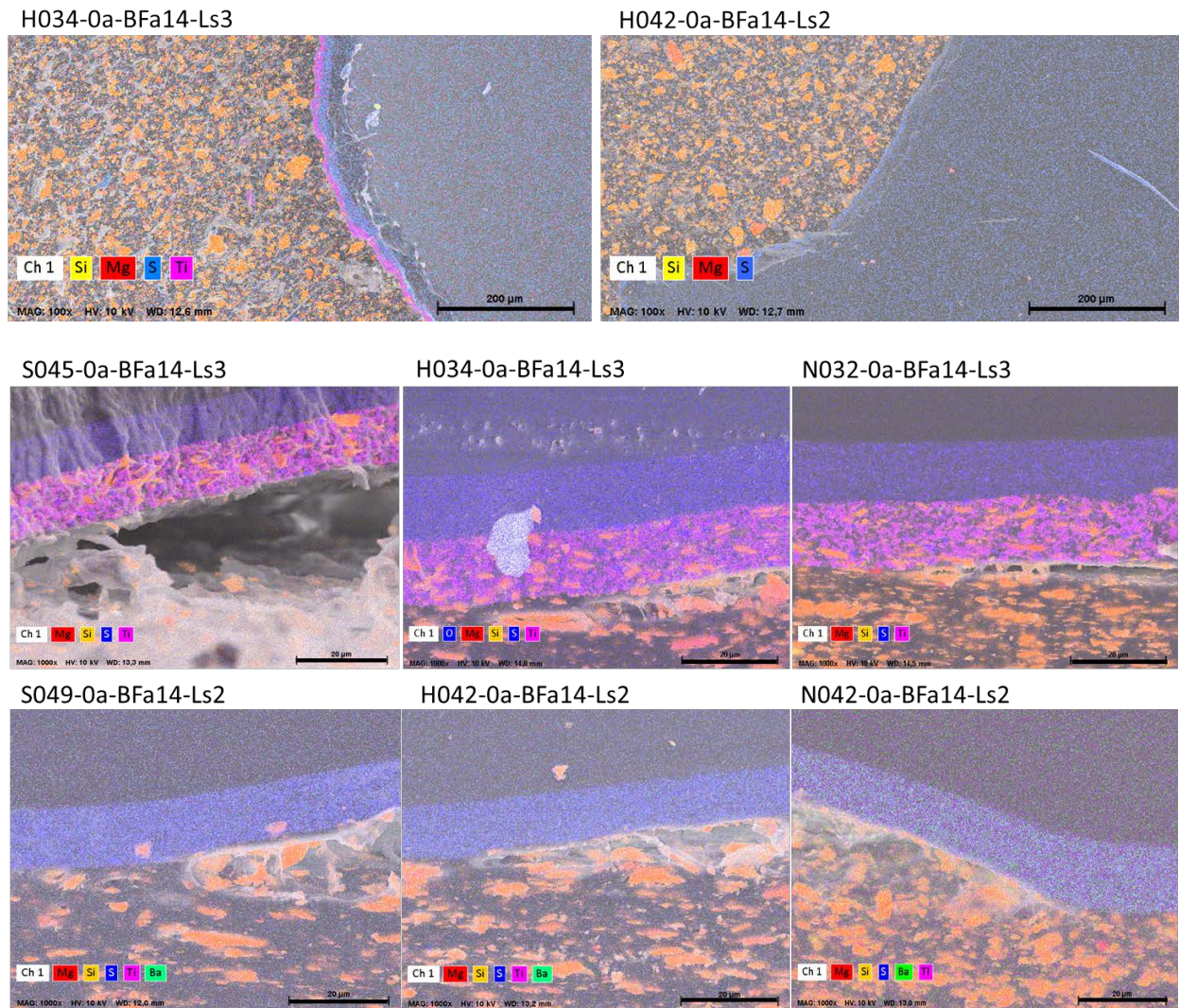


Abbildung 36: REM-Bilder von Bereichen mit Lackversagen (schwarzer Lack): Oben: Draufsichten (links: Dreischicht-System, rechts Zweischicht-System auf Substrat H; Messbalken 200 µm), Mitte: Querschnitte durch Dreischicht-Systeme, unten: Querschnitte durch Zweischicht-Systeme, links Substrat S, Mitte Substrat H, rechts Substrat N (Messbalken 20 µm). Mittels EDX wurde zusätzlich die lokale Verteilung der Elemente Mg (rot), Si (gelb), S (blau) und Ti (pink) abgebildet.

Die Draufsichten sowohl der Drei- als auch der Zweischicht-Systeme (Abbildung 36 oben) zeigen im Bereich der Abplatzungen vor allem Mg und Si (orange) des Füllstoffs Talkum im Substrat; lediglich an einigen Stellen sind bei 3-Schicht-Systemen Spuren des im Primer enthaltenen Ti (pink) zu sehen. Auch in den durch Kryoschnitte erzeugten Querschnitten der Versagensbereiche (Abb. 36 Mitte, unten) ist klar zu erkennen, dass das Versagen als Kohäsionsbruch unterhalb des Lacksystems im Substrat erfolgt. Offenbar ist die Adhäsion zwischen Polymer und Füllstoffen der schwächste Punkt der Systeme.

Die Abbildungen 33, 34 und 36 sind typische Beispielbilder; die Versagensmechanismen und -bilder waren in allen untersuchten Systemen ähnlich. Das Versagen trat stets durch Kohäsionsbruch im Plattenmaterial auf.

4.4 Gegenüberstellung verschiedener industrieller Reinigungsmethoden und Vergleich mit der Laborreinigung

Die praxisüblichen Reinigungsverfahren Powerwash, CO₂-Schneestrahl- und Schwertbürstenreinigung wurden hinsichtlich ihrer Reinigungseffizienz anhand der Substrate S und H verglichen. Dazu wurde die Reinigung der Probeplatten bei dem jeweiligen Projektpartner aus der Industrie vor Ort durchgeführt und die Parameterauswahl abgestimmt (vgl. Abschnitt 3.3: Reinigung der PP-EPDM-Werkstoffe vor der Aktivierung). Die gereinigten Platten wurden per Übernachtversand an die anderen Forschungseinrichtungen zur Oberflächenanalyse und Aktivierung, wie unter Abschnitt 3.4.1 (Beflammung) beschrieben, versendet. Die Untersuchungen des Reinigungseffektes erfolgten auch hier mittels Prüftintentests und Kontaktwinkelmessungen (FE2). Nach der Beflammung wurden erneut Kontaktwinkelmessungen und Spülproben (FE1) eingesetzt, lackiert (nunmehr Konzentration auf Zweischichtaufbau und Basislack Schwarz) und die Lackhaftfestigkeit bewertet. Die mit den verschiedenen Methoden nur gereinigten bzw. gereinigten und danach beflamten Platten wurden an der FE3 mittels Konfokalmikroskopie sowie dynamischer Kontaktwinkel- und Zetapotentialmessungen charakterisiert. Das Substrat N wurde nach Abstimmung mit dem PA nicht mehr weiterbearbeitet.

4.4.1 Topographie und Rauheit (FE3)

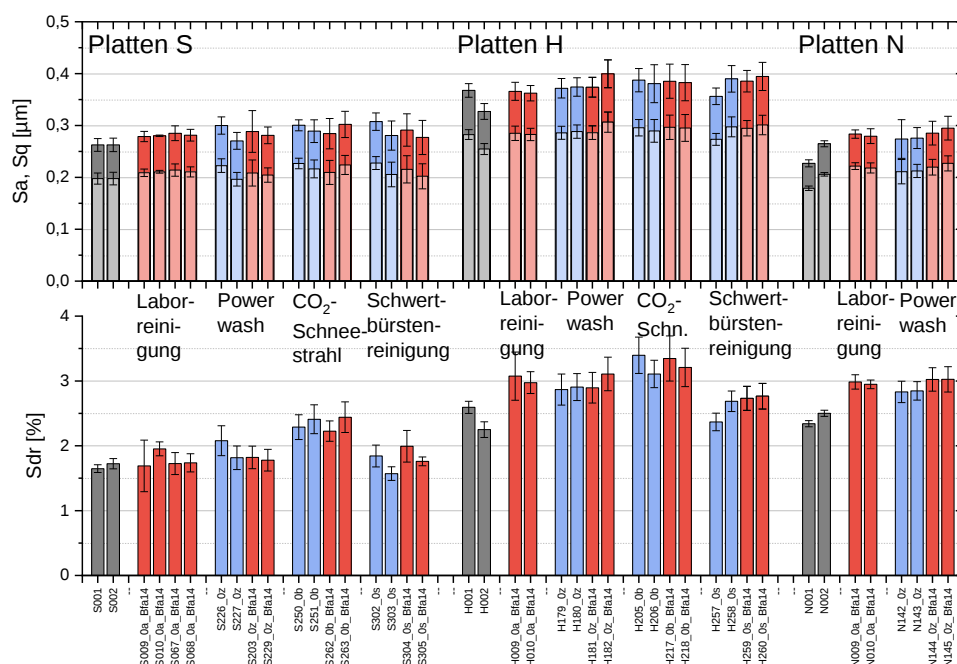


Abbildung 37: Quadratische und arithmetische Mittenrauwerte Sq, Sa (oben; dunkle / helle Balken) sowie entwickeltes Oberflächenverhältnis Sdr der Platten S, H und N unbehandelt (grau), nach Reinigung mit verschiedenen Reinigungsmethoden (blau) und nach der anschließenden Aktivierung durch Beflammung (rot) (Mittelwerte einzelner Platten).

Die Untersuchung der mit unterschiedlichen Reinigungsverfahren behandelten sowie gereinigten und beflamten Platten mittels Konfokalmikroskopie zeigte keine erkennbare Änderung der Oberflächenmorphologie. Auch der Einfluss auf die Rauheitsparameter war nur gering. Abbildung 37 zeigt, dass sich die arithmetischen und quadratischen Mittenrauwerte S_a und S_q geringfügig erhöhen. Etwas größer ist der Einfluss auf die entwickelte Oberfläche S_{dr} . Dies deutet auf ein Freispülen oder -brennen von Poren im Material hin, ein Effekt, der bei der CO_2 -Schneestrahlnreinigung am größten ist. Allerdings sind die beobachteten Effekte generell sehr klein und dürften keinen Einfluss auf die Lackhaftung haben.

4.4.2 Kontaktwinkelmessung (FE2, FE3 und FE1)

An den von den PA-Mitgliedern gereinigten und an der FE2 im Anschluss beflamten Proben (Bfa14) wurden Kontaktwinkelmessungen und Prüftintentests vor und sofort nach der Beflammung durchgeführt. Die Ergebnisse der Kontaktwinkelmessungen sowie der Prüftintentests sind in Abbildung 38 dargestellt und in Tabelle 13 zusammengefasst.

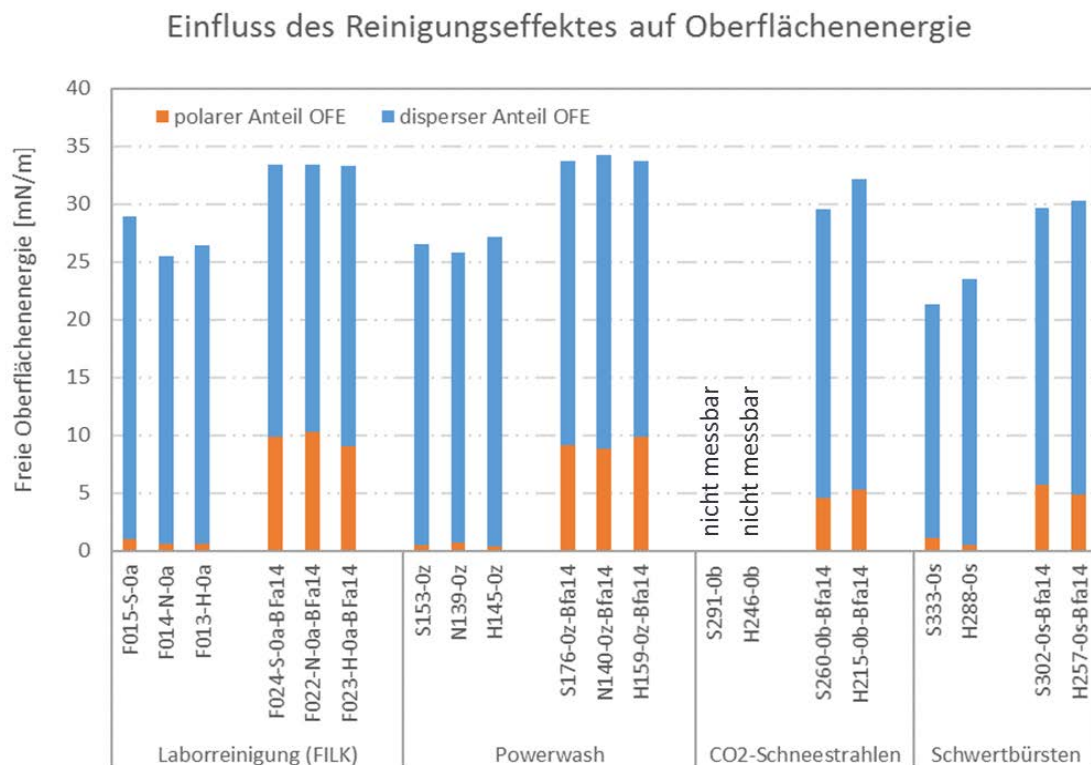


Abbildung 38: Einfluss des Reinigungseffektes vor und sofort nach der Beflammung bei den Plattenmaterialien S, N und H

Tabelle 13: Prüftintentest an den industriell gereinigten Probenplatten sofort nach der Beflammung, Farbcode: grün = Benetzung, orange = keine eindeutige Benetzung, rot = keine Benetzung

Bezeichnung	Prüftinte						
	32 mN/m	34 mN/m	36 mN/m	38 mN/m	40 mN/m	42 mN/m	44 mN/m
F024-S-0a-Bfa14	grün	grün	grün	grün	grün	grün	grün
F022-N-0a-Bfa14	grün	grün	grün	grün	grün	grün	grün
F023-H-0a-Bfa14	grün	grün	grün	grün	grün	grün	grün
S176-0z-Bfa14	grün	grün	grün	grün	grün	grün	grün
N140-0z-Bfa14	grün	grün	grün	grün	grün	grün	grün
H159-0z-Bfa14	grün	grün	grün	grün	grün	grün	grün
S260-0b-Bfa14	grün	grün	grün	grün	grün	grün	grün
H215-0b-Bfa14	grün	grün	grün	grün	grün	grün	grün
S302-0s-Bfa14	grün	grün	grün	grün	grün	rot	rot
H257-0s-Bfa14	grün	grün	grün	grün	grün	orange	rot

Laborreinigung (FILK)

PowerwashCO₂-Schneestrahlen

Schwertbürsten

Bei den unterschiedlich gereinigten Probenplatten konnten anhand der Oberflächenenergien nur geringfügige Unterschiede festgestellt werden. Dabei sind die Gesamtoberflächenenergien nach Schwertbürstenreinigung etwas niedriger als bei Laborreinigung oder Powerwash. Die OFE der mit CO₂-Schneestrahler gereinigten Platten war nicht messbar.

Nach der Beflammung der Proben steigen, wie erwartet, die Gesamtoberflächenenergien sowie deren polare Anteile signifikant an. Dabei zeigen die Proben mit Labor- und Powerwash-Reinigung ähnliche hohe Kennwerte in den Oberflächenenergien. Die Oberflächenenergien der Platten mit CO₂-Schneestrahler- und Schwertbürstenreinigung liegen im Vergleich dazu etwas niedriger.

Die Prüftintentests (Zielwert 38 – 40 mN/m) wurden bei allen Proben nach Beflammung bestanden. Aber auch hier ist ersichtlich, dass die Platten nach Schwertbürstenreinigung eine etwas geringere Oberflächenenergie im Vergleich zu den anderen gereinigten Platten aufzeigen.

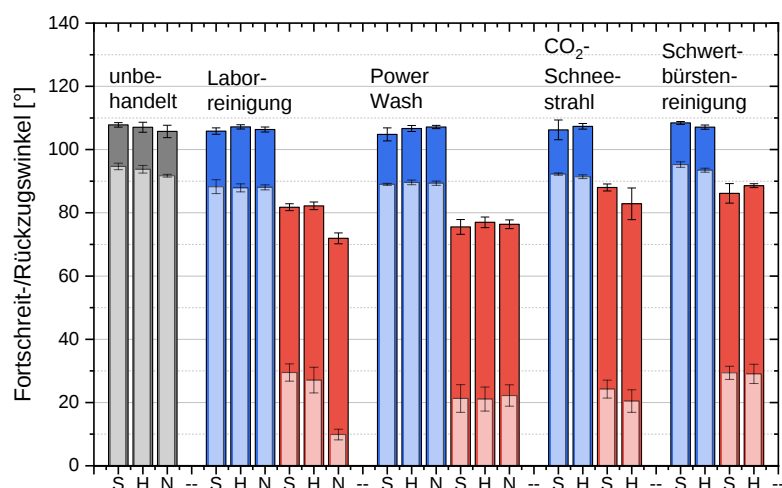


Abbildung 39: Fortschritt- und Rückzugswinkel (dunkle / helle Balken) von Wasser auf den Platten S, H und N unbehandelt (grau), nach Reinigung mit verschiedenen Reinigungsmethoden (blau) und nach der anschließenden Aktivierung durch Beflammung (rot) (Mittelwerte aller Messungen).

Im Vergleich zu den Kontaktwinkelmessungen sofort nach der Beflammung wurden zudem Kontaktwinkelmessungen zeitlich versetzt an der FE1 und FE3 durchgeführt.

Ebenso wie die Laborreinigung bewirken auch die alternativen Reinigungsverfahren keine signifikante Änderung des Fortschreitkontaktwinkels von Wasser auf den Probenplatten (Abbildung 39). Der Rückzugskontaktwinkel wird geringfügig gesenkt, möglicherweise durch das vermutete Freispülen von Poren. Die anschließende Beflammung senkt die Kontaktwinkel in ähnlicher Weise wie in Abschnitt 4.1.3 diskutiert, unabhängig vom Reinigungsverfahren.

Die untenstehende Grafik (Abbildung 40) zeigt die Oberflächenenergien der Platten, ermittelt durch statische Kontaktwinkelmessungen an FE1.

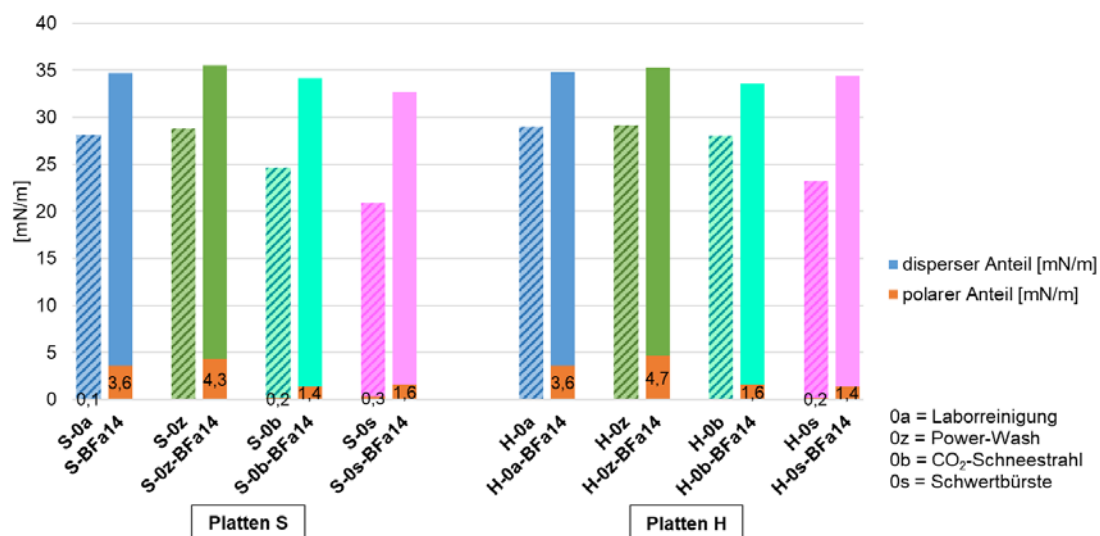


Abbildung 40: Oberflächenenergien der Substrate S und H nach Reinigung (schraffiert: 0a = Laborreinigung, 0z = Powerwash-Reinigung, 0b = CO₂-Schneestrahlreinigung, 0s = Schwertbürstenreinigung) und Beflammung (BFa14, vollgefüllte Balken)

Nach der Reinigung mittels Schwertbürste war die Oberflächenenergie (OFE) am geringsten. Die Aktivierung durch Beflammen (BFa14) führte bei allen Reinigungsmethoden zu einer ähnlichen Erhöhung der Oberflächenenergie (Schwertbürste auch hier geringfügig niedriger). Der polare Anteil bei der Powerwash-Reinigung entsprach in etwa der Laborreinigung und lag deutlich höher als bei CO₂-Schneestrahl- und Schwertbürstenreinigung. Die Substrate S und H zeigten keinen signifikanten Unterschied.

4.4.3 Spülproben und Gravimetrie (FE1)

Die Ergebnisse zur Mengenermittlung löslicher Bestandteile aus den Dichlormethan-Spülproben sind in Abbildung 41 dargestellt.

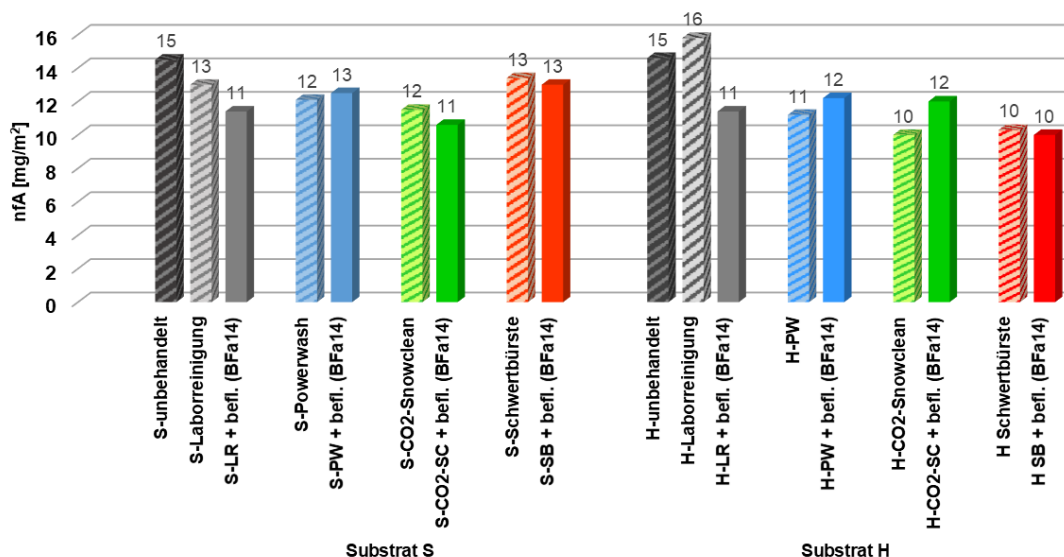


Abbildung 41: Gravimetrisch ermittelte Additivauflage der Substrate S und H nach Reinigung (schraffiert: Laborreinigung LR, Powerwash PW, CO₂-Schneestrahlsreinigung CO₂-SC, Schwertbürstenreinigung SB) und Beflammung (BFa14, vollgefüllte Balken)

Es wurden keine signifikanten Unterschiede in der Additivauflage bezüglich der verschiedenen Reinigungsmethoden festgestellt, die Reinigungsmethode scheint keinen Einfluss auf das Ergebnis der Spülproben zu haben.

4.4.4 Zetapotential (FE3)

Die pH-abhängigen Zetapotential-Kurven der mit verschiedenen Methoden gereinigten und beflamten Platten zeigen keinen erkennbaren Einfluss der Reinigungsmethoden. Abbildung 42, links zeigt dies beispielhaft für Substrat S, bei Substrat H ergab sich ein ähnliches Bild. Für einige beflamte Platten wurden jedoch Kurven mit einem isoelektrischen Punkt bei pH < 3 gemessen. Dies bestätigt die Bildung polarer, saurer Oberflächengruppen. Der Vergleich der isoelektrischen Punkte aller Substrate und Vorbehandlungen in Abbildung 42, rechts zeigt vor allem eine breite Streuung bei den beflamten Platten. Es ist bekannt, dass der Effekt der Beflammung schnell nachlässt, so dass dies vermutlich hauptsächlich auf die logistisch bedingte unterschiedliche Zeitspanne zwischen Aktivierung und Messung zurückzuführen ist.

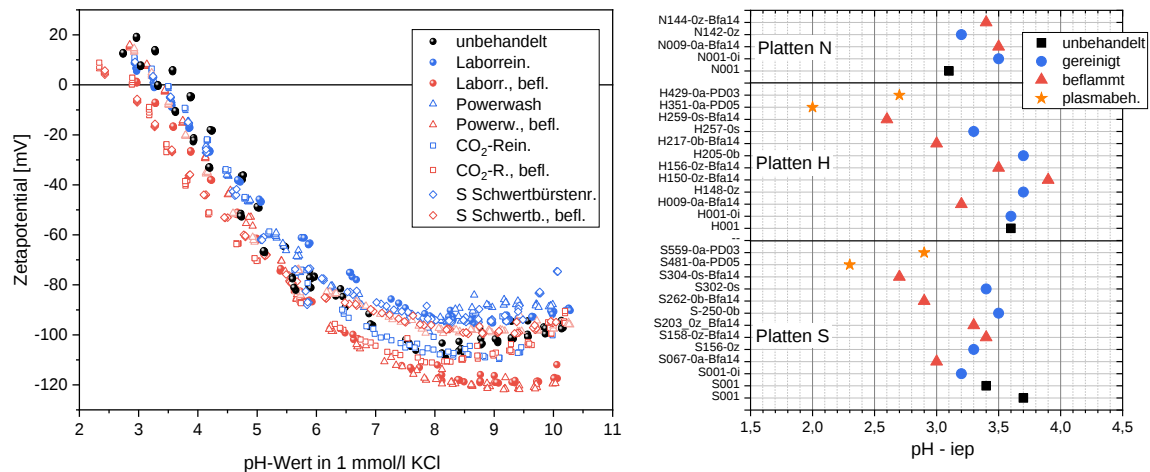


Abbildung 42: Links: Zetapotential der Platten S unbehandelt (schwarz), nach Reinigung mit verschiedenen Reinigungsmethoden (blau) und nach der anschließenden Aktivierung durch Beflammung (rot), rechts: Vergleich der isoelektrischen Punkte (Nulldurchgang des Zetapotentials) für alle Platten und Vorbehandlungen.

4.4.5 Ergebnisse der Lackhaftfestigkeitsprüfungen

Die Haftfestigkeitsprüfungen wurden an Zweischichtaufbauten und unter Verwendung des schwarzen Basislackes anhand der im PA nunmehr festgelegten Alternativen zu den vorgenannten Werksnormen, den projektspezifischen Prüfvarianten Variante 6 (Verfahren B modifiziert: ohne TWT / SM / Abstand 10 cm) und Variante 8 (Verfahren A modifiziert: ohne TWT / Ritzstichel / Abstand 11 cm) durchgeführt. Ziel war eine bessere Differenzierbarkeit.

Abbildung 43 zeigt die Ergebnisse aus der Haftfestigkeitsprüfung nach Variante 6 (Verfahren B modifiziert). Die Substrathaftung war bei den Platten S bei einer Powerwash-Reinigung ähnlich gut wie bei der Laborreinigung. CO₂-Schneestrah- und Schwertbürstenreinigung lieferten etwas schlechtere Werte. Bei den Platten H zeigten sich über alle Reinigungsvarianten keine signifikanten Unterschiede. Eine Wiederholung an langzeitgelagerten Platten ergab bei einer Powerwash-Reinigung im Falle der Platten S ähnliche Ergebnisse, die Platten H waren besser. Wiederholungen bei den anderen Reinigungsarten waren aus logistischen Gründen nicht möglich.

In Abbildung 44 sind die Ergebnisse der Haftfestigkeitsprüfung nach Variante 8 sowie Wiederholungen aus langzeitgelagerten Platten dargestellt. Die Ergebnisse bestätigten die Auswertungen aus den vorherigen Ausprüfungen, d. h. kein signifikanter Unterschied hinsichtlich der unterschiedlichen Reinigungsverfahren. Die Platten H erscheinen hier deutlich schlechter als Platten S.

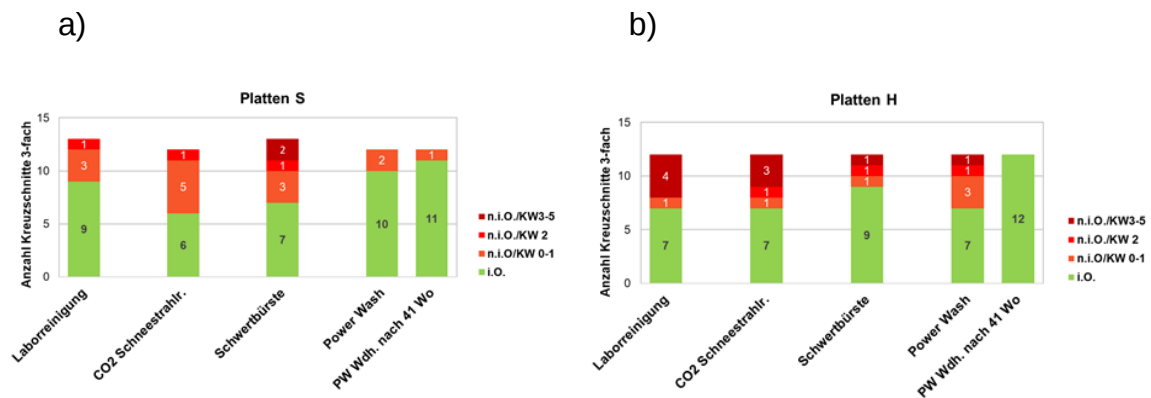


Abbildung 43: Ergebnisse Hochdruckwasserstrahltest Variante 6 (Verfahren B modifiziert)

a) Platten S sowie b) Platten H, Lackierung schwarz, im Zweischichtaufbau, differenziert nach Reinigungsverfahren

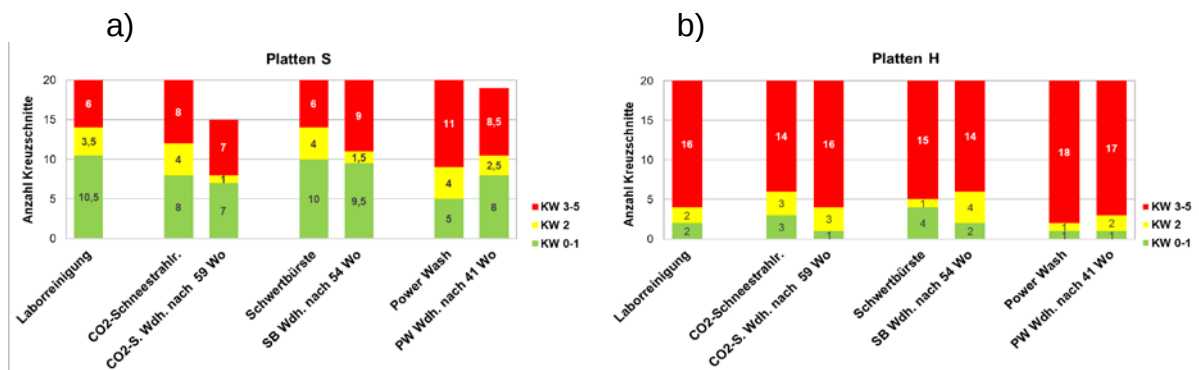


Abbildung 44: Ergebnisse Hochdruckwasserstrahltest Variante 8 (Verfahren A modifiziert),

a) Platten S und b) Platten H, Lackierung schwarz, im Zweischichtaufbau, differenziert nach Reinigungsverfahren

Wie aus Abbildung 43 und 44 ersichtlich, differenzieren die angepassten Prüfverfahren recht gut, allerdings lieferten sie nur teilweise übereinstimmende Ergebnisse. Je nach Prüfmethode und Substrattyp war das Ranking der industriellen Reinigungsverfahren unterschiedlich:

- Variante 6: Substrat S: PW > SB ≥ CO₂ Substrat H: SB > PW ≥ CO₂
- Variante 8: Substrat S: SB > CO₂ > PW Substrat H: SB ≥ CO₂ > PW

Aus diesem Grunde wurden auch beide Varianten beibehalten.

Die in Abbildung 40 (Oberflächenenergien der Platten S und H nach Reinigung) dargestellten Unterschiede bezüglich der polaren Anteile – Laborreinigung und Powerwash hatten zu deutlich höheren polaren Anteilen geführt – spiegeln sich in den vorgestellten Haftungsergebnissen nicht wider.

4.5 Untersuchungen des Einflusses durch den Aktivierungsprozess (FE2)

Die Aktivierung der Bauteiloberfläche erfolgte mittels Beflammung mit einem Propan-Luft-Gemisch als Prozessgas. Folgende Prozessparameter wurden im Aktivierungsprozess variiert: Mischungsverhältnis Propan/Luft (oxidativ oder reduktiv) und Durchsatz des Propan/Luft-Gemischs (siehe Tabelle 14). Begleitend wurde mittels Thermografie die Erwärmung der Platten aufgezeichnet.

Tabelle 14: Variation der Prozessparameter der Beflammung

	Reinigung	Geschwindigkeit	Luftdurchfluss	Abstand	Propan:Luft-Verhältnis
BFa12	0a (FLK)	800 mm/s	100 L/min	40 mm	01:22
BFa10	0a (FILK)	800 mm/s	100 L/min	40 mm	01:25
BFa14	0a (FLK)	800 mm/s	120 L/min	40 mm	01:22
BFa15	0a (FILK)	800 mm/s	120 L/min	40 mm	01:25

Die Ergebnisse der Kontaktwinkelmessungen als auch die Prüftinentests sind im Abschnitt 4.1.1 bereits beschrieben. Nach Variation der Prozessparameter der Beflammung wurden folgende optimierte Parameter für alle Platten festgelegt (Bfa14):

- Geschwindigkeit 800 mm/s,
- Luftdurchfluss 120 L/min,
- Abstand Brenner-Substrat 40 mm
- Propan:Luft-Verhältnis 1:22 (reduktiv).

Zusätzlich erfolgten Untersuchungen zum Beflammungsprozess mittels Thermografie. Für diese thermografischen Untersuchungen wurde die Kamera VarioCAM HiREs (Fa. Jenoptic) sowie die Auswertesoftware IRBIS3 Plus verwendet.

Bei der Betrachtung der Flamme während des Aktivierungsprozesses konnte festgestellt werden, dass die Flammlänge je nach Prozessparametern stark variiert (Abbildung 45).

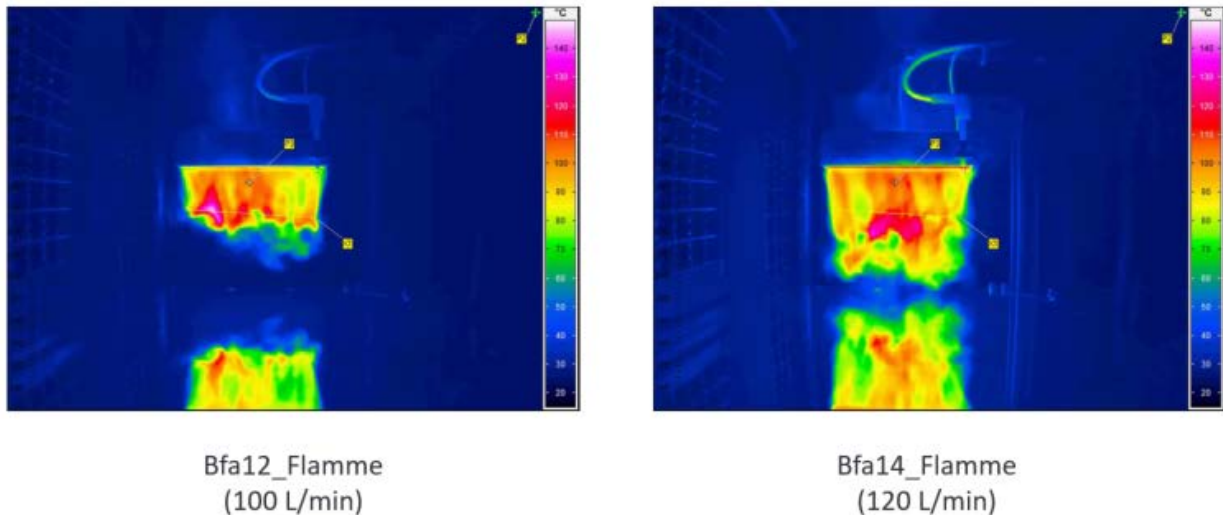


Abbildung 45: Flammenausbildung während des Aktivierungsprozesses Bfa12 und Bfa14, Ermittlung der Flamlänge

Die thermografischen Abbildungen der Flammen zeigen, dass die Länge der Flamme vom Gasdurchfluss abhängig ist. So beträgt die Flamlänge bei 100 L/min Luftdurchfluss $9,8 \pm 0,8$ cm und bei 120 L/min etwa $15,1 \pm 0,9$ cm. Dies könnte ein Grund für die unzureichende Aktivierung der Plattenmaterialien mittels Bfa10 und Bfa12 sein.

Neben der Flamlänge wurden auch die Erwärmungen der Plattenmaterialien während der Beflammung und deren anschließendes Abkühlverhalten charakterisiert. Dabei erfolgten die Bestimmungen der Temperaturen über die Fläche. Beispielhaft sind die Thermografie-Abbildungen kurz nach der Beflammung in Abbildung 46 dargestellt.

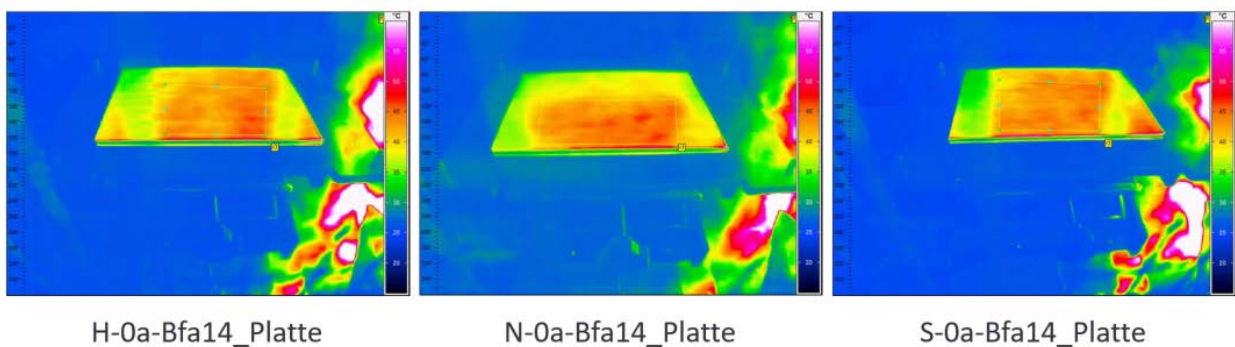


Abbildung 46: Erwärmung der Plattenmaterialien kurz nach der Beflammung

Zudem wurde das Abkühlverhalten der Plattenmaterialien nach der Beflammung aufgezeichnet. In Abbildung 47 sind die Abkühlkurven der Plattenmaterialien S, H und N dargestellt.

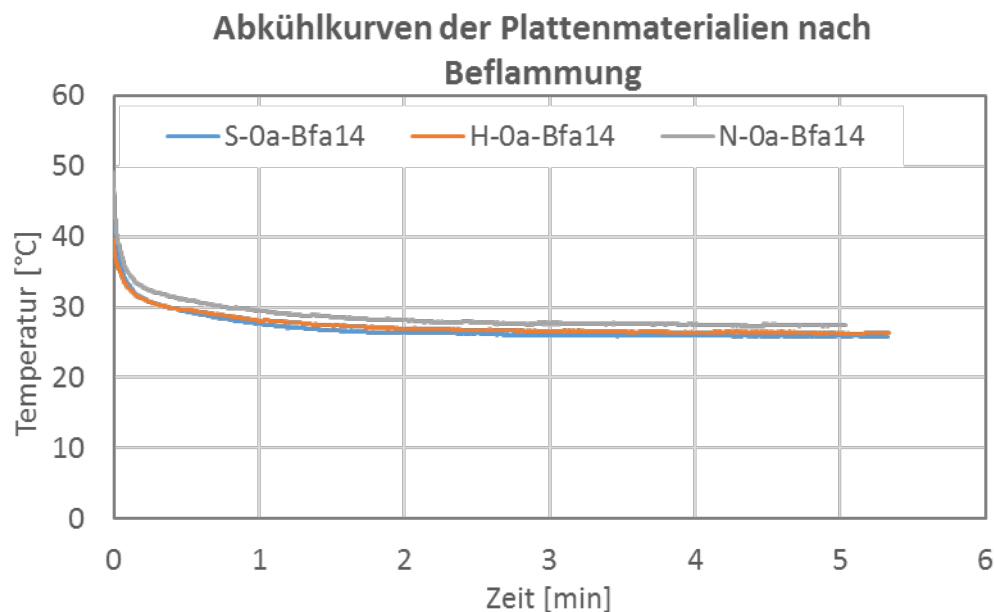


Abbildung 47: Abkühlkurven der Plattenmaterialien nach der Beflammung

Die Temperaturen kurz nach der Beflammung unterscheiden sich bei den verschiedenen Plattenmaterialien nicht. Die Untersuchungen mittels Thermografie zeigen Plattentemperaturen zwischen 54 und 63 °C kurz nach der Beflammung. Es erfolgt eine schnelle Abkühlung der Platten auf 30 bis 35 °C innerhalb von 0,5 min.

Trägt man die ermittelten Oberflächentemperaturen der Plattenmaterialien S, H und N gegen die Gesamtoberflächenenergie oder deren polare Anteile auf, so kann eine lineare Abhängigkeit ermittelt werden. Die dazugehörigen Daten sind in Abbildung 48 dargestellt.

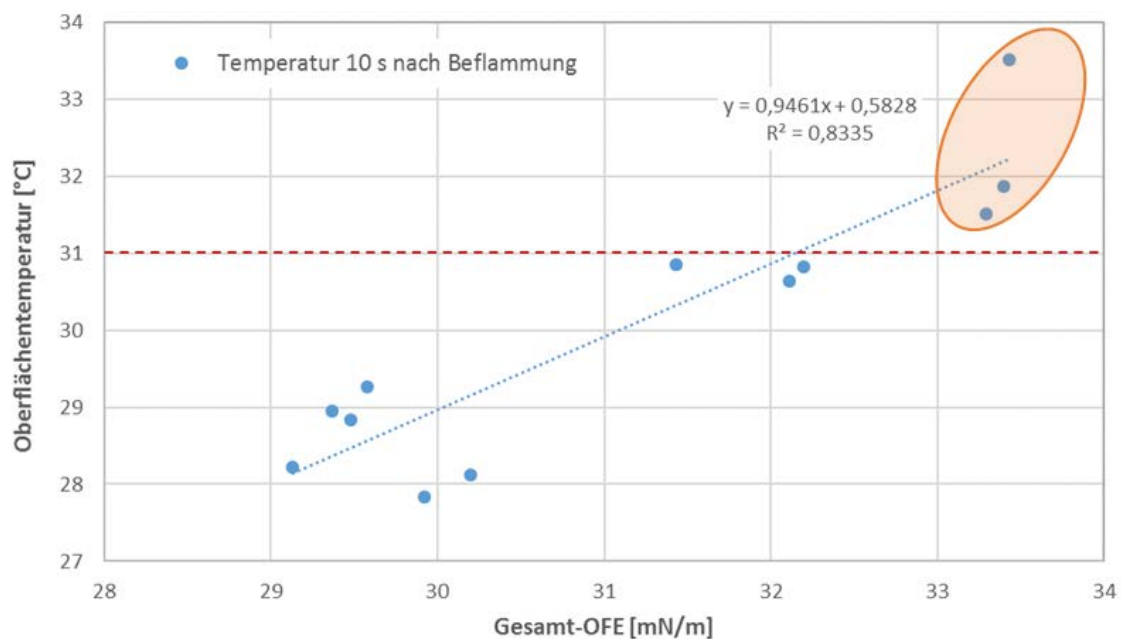


Abbildung 48: Korrelation der Oberflächentemperatur mit der Gesamtoberflächenenergie

Der lineare Zusammenhang zwischen der Oberflächentemperatur und der Gesamtoberflächenenergie bzw. dem polaren Anteil der OFE zeigt, dass bei den im Forschungsprojekt genutzten Plattenmaterialien und den Thermografieuntersuchungen eine Oberflächentemperatur ermittelt werden konnte, die zu einer ausreichenden Aktivierung der Materialien führt. Diese liegt bei den Plattenmaterialien S, H und N bei über 31 °C, wobei jedoch die Plattentemperatur kurz nach der Beflammung nur so hoch liegen darf, dass keine visuellen Veränderungen auf der Probenoberfläche zu detektieren sind.

4.6 Untersuchung der Wirksamkeit alternativer Aktivierungsmethoden an ausgewählten PP-Werkstoffen (FE2, FE1, FE3)

Neben der im Automotive-Umfeld branchenüblichen Aktivierung mittels Beflammung wurden im Projekt die alternativen Aktivierungsmethoden der Beflammung mit Silikatisierung als auch der Oberflächenaktivierung mittels Atmosphärendruckplasma (Plasmadüse) untersucht. Um geeignete Parameter zu ermitteln und die jeweiligen Aktivierungsprozesse zu optimieren, wurden auch hier Kontaktwinkelmessungen und Prüftintentests durchgeführt (FE2).

An FE1 wurden neben der Überprüfung der Aktivierung (nach Übernachtversand) durch weitere statische Kontaktwinkelbestimmungen darüber hinaus Additivauflagen (Spülproben) gravimetrisch erfasst. Insbesondere wurden auch Lackhaftfestigkeitsprüfungen an lackierten Probeplatten durchgeführt. Topographie bzw. Rauheit, Kontaktwinkel (dynamisch) und Zetapotential wurden wiederum an FE3 ermittelt.

4.6.1 Beflammung mit Silikatisierung (FE2)

Als alternative Aktivierungsmethode wurde die Beflammung mit Silikatisierung durchgeführt und mittels Ellipsometer- und Kontaktwinkelmessungen sowie Prüftintentests, REM, XPS- und Profilometermessungen bewertet.

Zunächst wurden silikathaltige Schichten auf Wafern erzeugt. Dabei wurden die Precursorkonzentration von 0 bis 0,8 % bezogen auf den Durchfluss des Trägergases variiert. Die Ergebnisse der Kontaktwinkelmessungen sowie der Schichtdicken sind den Abbildung 49 und 50 dargestellt.

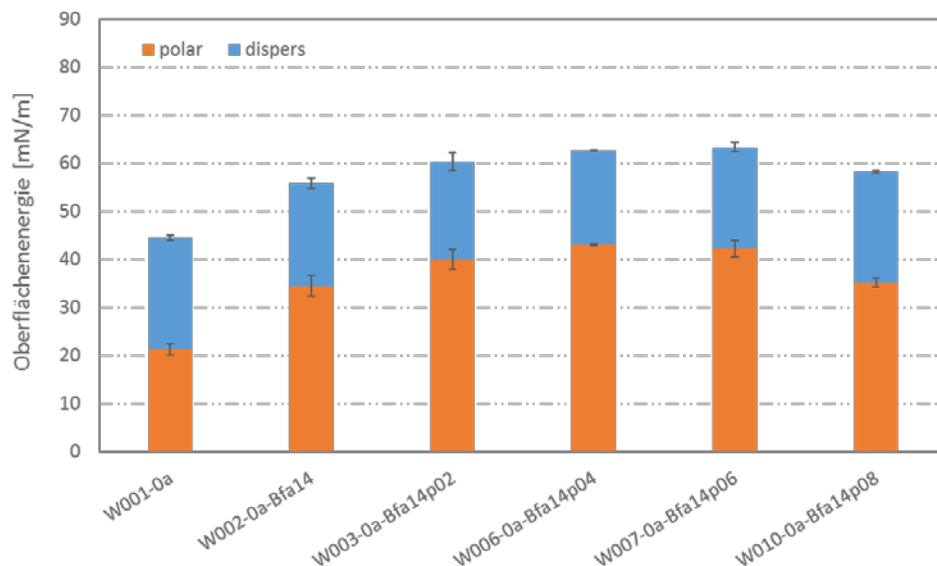


Abbildung 49: Oberflächenenergien gereinigter sowie mit siliziumorganischem Precursor beschichteten Wafern mittels Pyrosil®-Verfahren

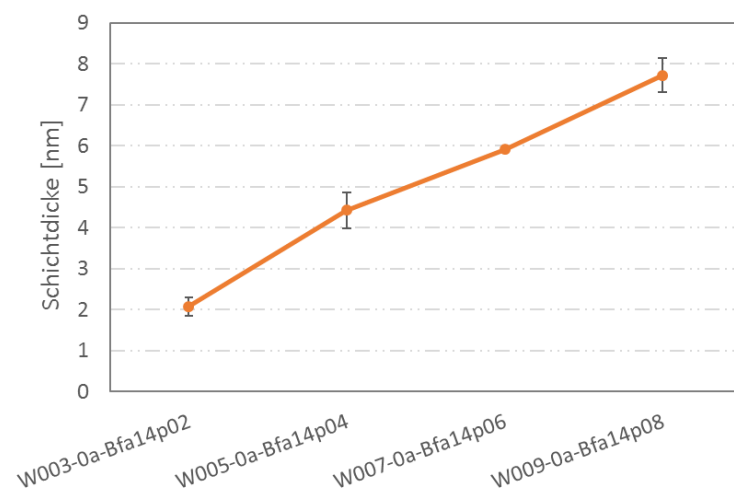


Abbildung 50: Schichtdicken (Ellipsometrie) der auf Wafern applizierten silizium-organischen Beschichtungen mittels Pyrosil®-Verfahren, (Precursorkonzentration von 0,2 % - links, über 0,4 und 0,6 %, bis 0,8 % - rechts)

Nach Beflammung mit Silikatisierung konnte eine Erhöhung der Gesamtoberflächenenergie sowie deren polarer Anteile auf Wafern ermittelt werden. Die höchste Gesamtoberflächenenergie wurde für die Variante mit 0,4 % Precursorzugabe gemessen. Die aufgetragenen Schichtdicken auf den Wafern wurden mittels Ellipsometrie bestimmt. Die Schichtdicken zeigen dabei eine nahezu lineare Abhängigkeit von der Precursorkonzentration und liegen zwischen 2 und etwa 8 nm. Die optimale Variante der Beflammung mit Silikatisierung liegt bei einer 0,4 %igen Precursorzugabe bzgl. OFE vor, wobei eine Schichtdicke von 4,4 nm erreicht wird.

Der Prozess der Beflammung mit Silikatisierung wurde auf die Plattenmaterialien S, H und N übertragen. Die beschichteten Plattenmaterialien wurden anschließend mittels Kontaktwinkelmessungen (Abbildung 51), Prüftintentest (Tabelle 15) und die Oberflächen mittels rasterelektronenmikroskopischer Aufnahmen (REM), XPS und Profilometrie untersucht.

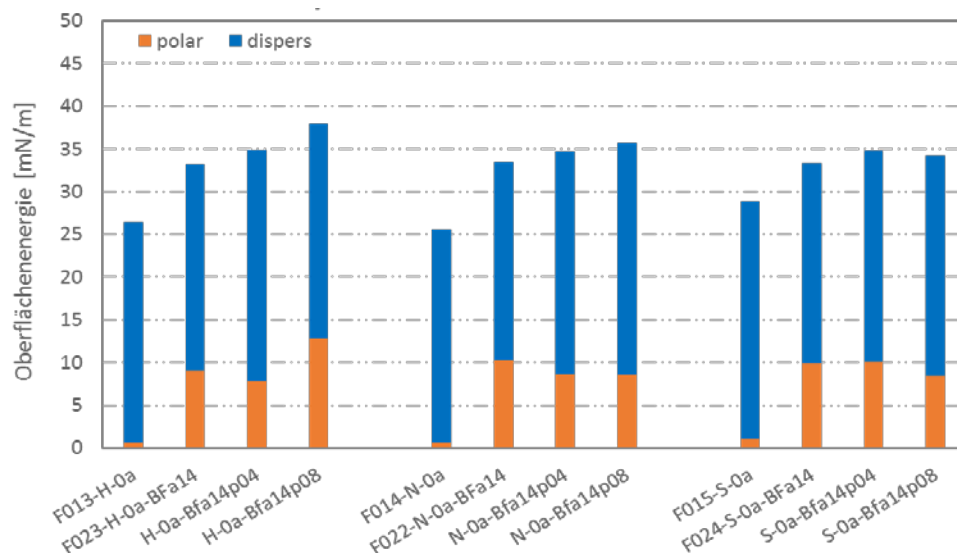


Abbildung 51: Ergebnisse der Oberflächenenergien der mit Pyrosil® (0,4 % und 0,8 %) beschichteten Platten im Vergleich zur Aktivierung mittels Beflammung ohne Pyrosil®

Tabelle 15: Prüftintentest an mit Pyrosil® beschichteten Probenplatten unter Variation der Precursorkonzentration, Farbcode: grün = Benetzung, orange = keine eindeutige Benetzung, rot = keine Benetzung

Bezeichnung	Testtinte						
	32 mN/m	34 mN/m	36 mN/m	38 mN/m	40 mN/m	42 mN/m	44 mN/m
H-0a-Bfa14p04	grün	grün	grün	grün	grün	grün	grün
N-0a-Bfa14p04	grün	grün	grün	grün	grün	grün	grün
S-0a-Bfa14p04	grün	grün	grün	grün	grün	grün	grün
H-0a-Bfa14p08	grün	grün	grün	grün	grün	grün	grün
N-0a-Bfa14p08	grün	grün	grün	grün	grün	grün	grün
S-0a-Bfa14p08	grün	grün	grün	grün	grün	grün	grün

Die Prüftintentests wurden nach Beflammung mit Silikatisierung bei allen Plattenmaterialien bestanden (OFE > 40 mN/m). Die Kontaktwinkelmessungen zeigen eine ähnliche Erhöhung der Gesamtoberflächenenergien sowie deren polarer Anteile nach Silikatisierung wie nach einer industrietauglichen Beflammung.

Die Oberflächen der beschichteten Plattenmaterialien wurden zudem mittels XPS (Abbildung 52) und REM (Abbildung 53) untersucht.

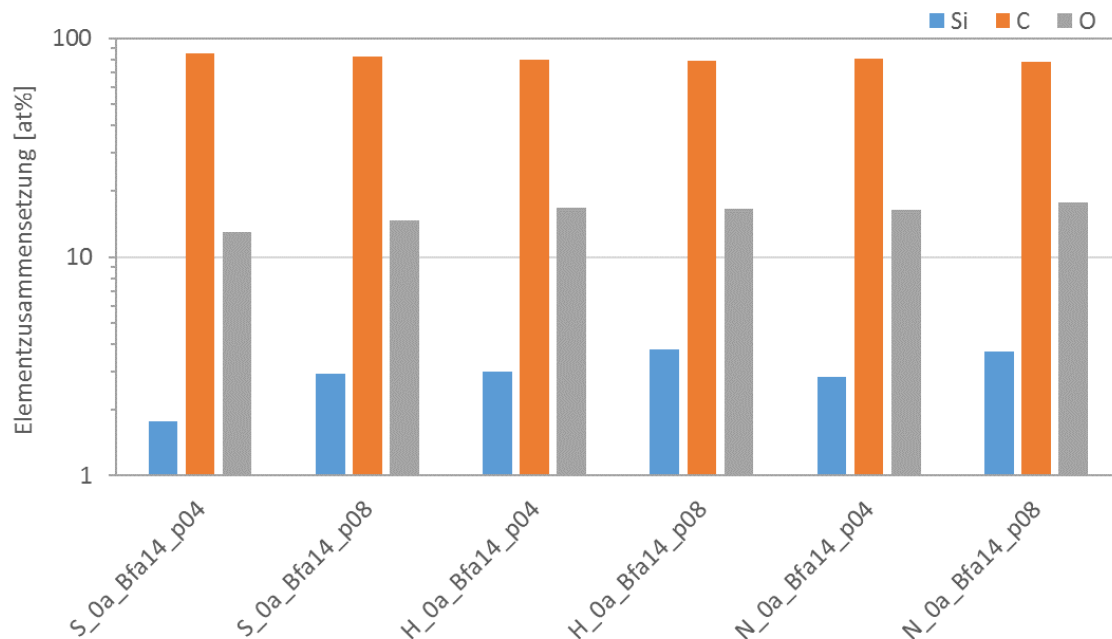


Abbildung 52: Elementzusammensetzung der mit Pyrosil® beschichteten Plattenmaterialien

Folgende Elementzusammensetzung der mit Pyrosil® beschichteten Platten wurde mittels XPS ermittelt: Si: 1,8 bis 3,8 at%; C: 78 bis 85 at% und O: 13 bis 17 at%. Der Si-Anteil nimmt mit steigender Precursorkonzentration zu.

Die rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen zeigen nur geringe Veränderungen zwischen den beflamten und mit Pyrosil® beflamten Plattenmaterialien S, H und N. Bei den beschichteten Plattenmaterialien sind leichte Partikelabscheidungen zu erkennen. Die mit Pyrosil® beschichteten Plattenmaterialien weisen überwiegend etwas geringere Ra-Werte und Rz-Werte auf, wobei jedoch die Rauheiten mit höherer Precursorkonzentration zunehmen.

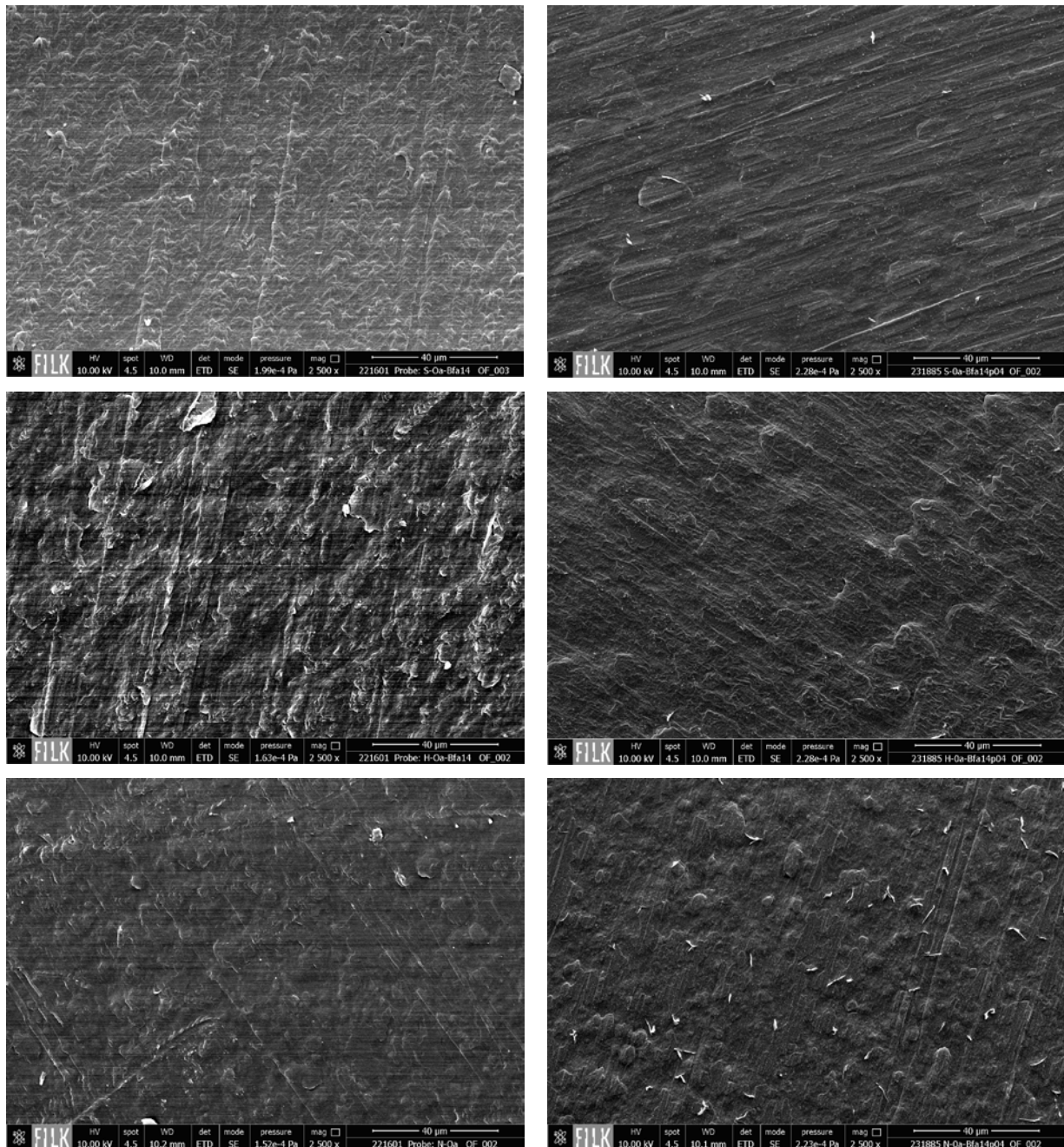


Abbildung 53: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen von beflamten Plattenmaterialien (links) und mit Pyrosil® beschichteten Plattenmaterialien (rechts), S (oben), H (mittig) und N (unten)

4.6.2 Aktivierung mittels AD-Plasmadüse (FE2)

Als weitere alternative Aktivierungsmethode wurde die Plasmadüse eingesetzt. Dabei erfolgten zunächst die Untersuchungen mit der rotierenden Plasmadüse mit Druckluft als Prozessgas. Dafür mussten die Prozessparameter an das Plattenmaterial angepasst werden.

Optimierung des Abstandes Plasmadüse – Substrat

Zunächst wurden die Plasmadüse-Substrat-Abstände zwischen 8 und 14 mm variiert (265 V, 166 mm/s, 2100 l/h Druckluft). Durch die Plasmaaktivierung der Platten bei unterschiedlichen Plasmadüse-Substrat-Abständen zeigte sich, dass bei zu geringen Abständen Flecken auf der Substratoberfläche zu erkennen sind (Abbildung 54). Der erforderliche Abstand bei der Plasmadüsenbehandlung beträgt somit mindestens 12 mm (Tabelle 16).

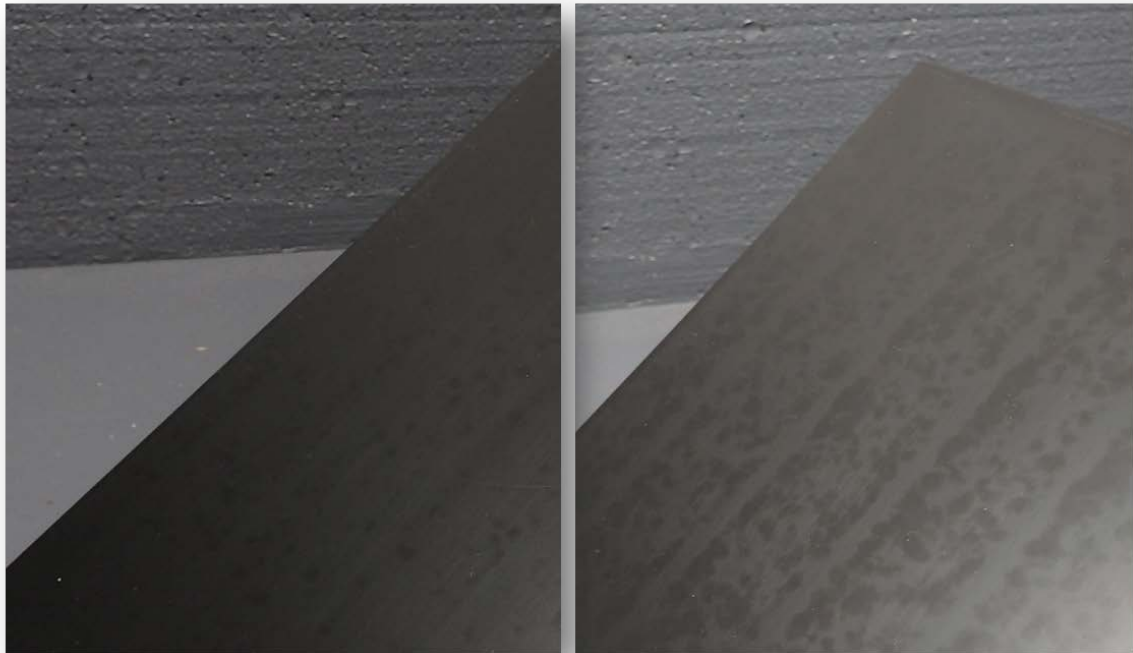


Abbildung 54: Visuelle Bewertung der Plattenmaterialien nach Aktivierung mit rotierender Plasmadüse, H-Platte mit 10 mm (links), N-Platte mit 8 mm-Plasmadüse-Substrat-Abstand (rechts)

Tabelle 16: Visuelle Ergebnisse der Plasmabehandlungen unter Variation des Plasmadüse-Substrat-Abstandes

Abstand Plasmadüse - Substrat	Visuelle Beobachtungen
8 mm	Probe stark fleckig, Linien erkennbar
10 mm	Flecken sichtbar
12 bis 14 mm	Wenige bis keine Flecken erkennbar

Die Ergebnisse der Kontaktwinkelmessungen an den mit rotierender Plasmadüse aktivierten Platten sind in Abbildung 55 dargestellt.

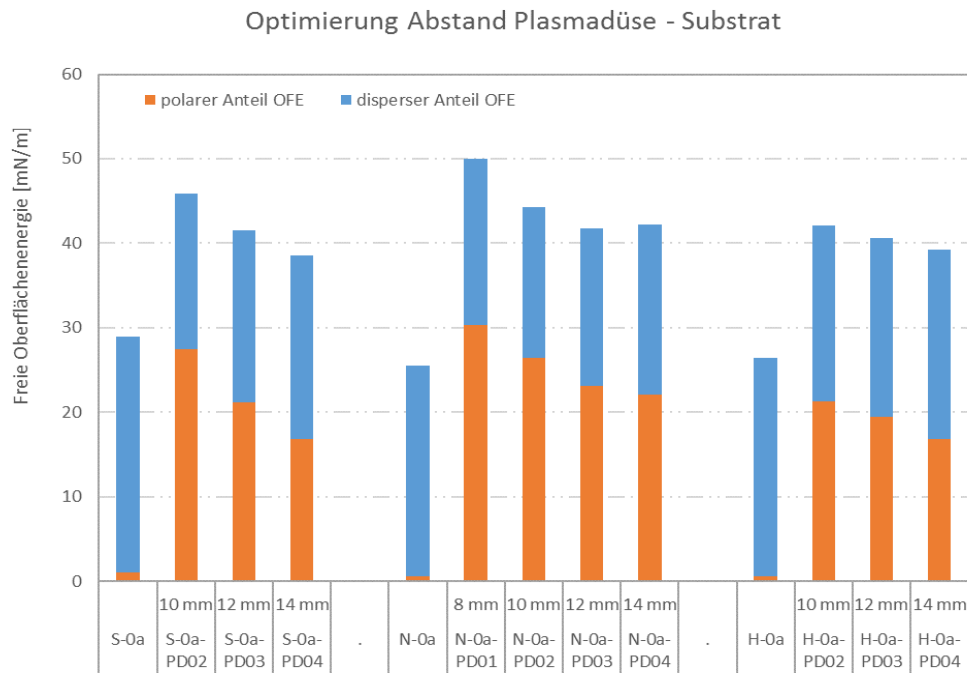


Abbildung 55: Oberflächenenergien der unbehandelten und plasmaaktivierten Plattenmaterialien S, H und N (rotierende Plasmadüse)

Die Kontaktwinkelmessungen zeigen eine deutliche Erhöhung der Gesamt-Oberflächenenergien sowie deren polarer Anteile durch die Aktivierung mit rotierender Plasmadüse. Mit steigendem Plasmadüse-Substrat-Abstand wurde zudem eine Verringerung der polaren Anteile sowie Gesamtoberflächenenergien ermittelt.

Optimierung der Behandlungsgeschwindigkeit

Anschließend wurde die Behandlungsgeschwindigkeit der Aktivierung der Plattenmaterialien mittels Plasmadüse zwischen 80 und 200 mm/s variiert. Die ermittelten Kontaktwinkelmessungen sind in Abbildung 56 dargestellt.

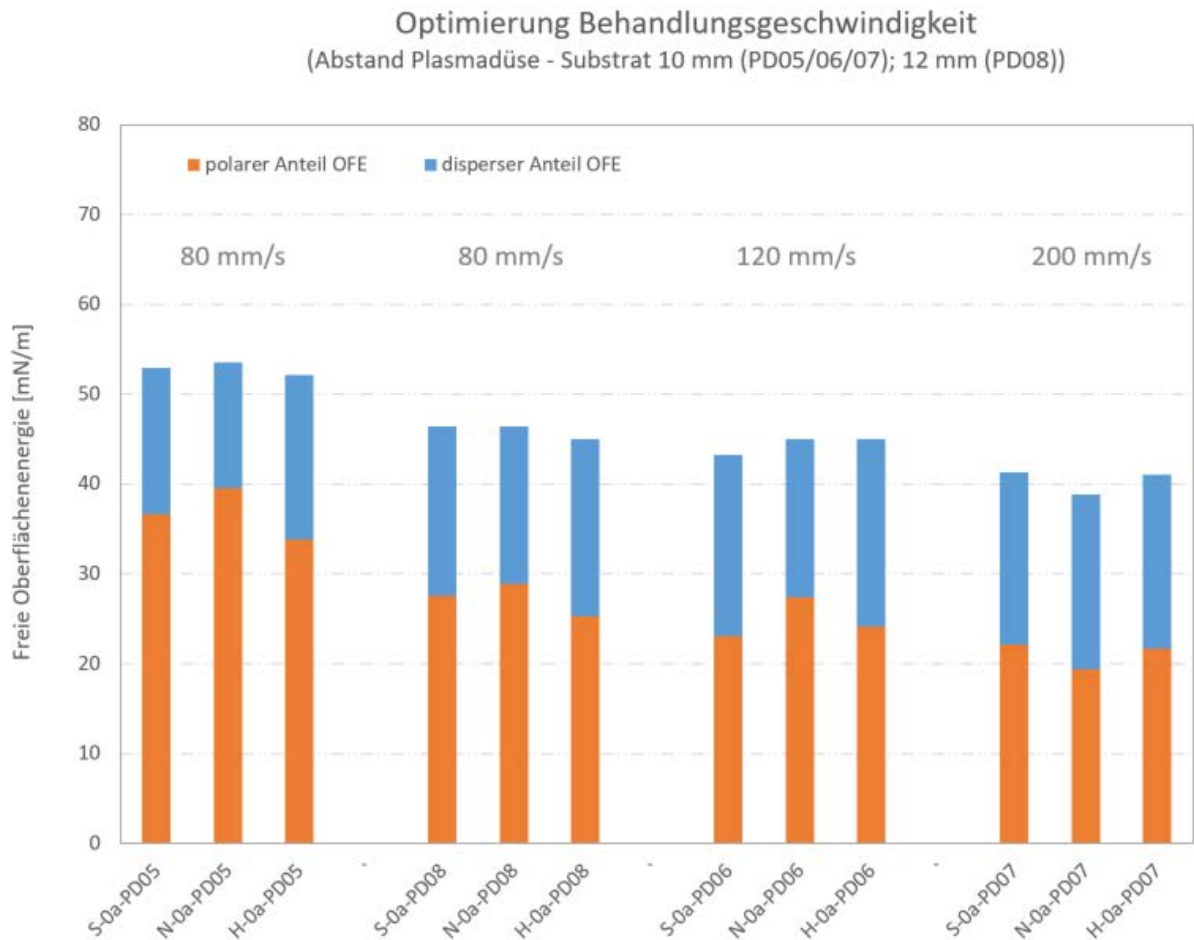


Abbildung 56: Oberflächenenergien in Abhängigkeit von der Behandlungsgeschwindigkeit, Platten S, N und H

Die Plasmaabehandlung der Platten mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten zeigte, dass die Plasmaaktivierungen bzw. die Gesamtoberflächenenergien mit steigender Behandlungsgeschwindigkeit abnehmen. Geringere Behandlungsgeschwindigkeiten führten jedoch eher zur Fleckenbildung auf den Plattenmaterialien.

Im letzten Schritt wurde die Kombination aus Behandlungsgeschwindigkeit und Plasmadüsen-Substrat-Abstand variiert und bewertet (Abbildung 57).

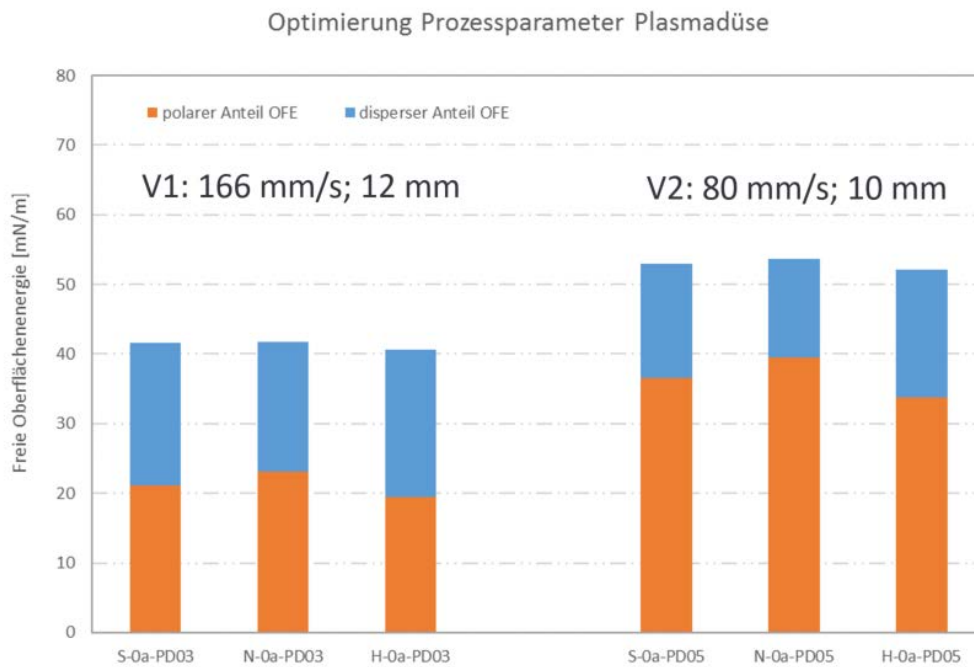


Abbildung 57: Variation der Kombination aus Behandlungsgeschwindigkeit und Plasmadüse-Substrat-Abstand bei der Aktivierung, Bewertung der Oberflächenenergien

Visuell konnten dabei bei der Versuchsvariante 2 (80 mm/s, 10 mm Plasmadüse-Substrat-Abstand) Flecken auf den Plattenproben festgestellt werden. Die Versuchsvariante 1 (166 mm/s, 12 mm Plasmadüse-Substrat-Abstand) verlief dagegen erfolgreich. Es wurde keine Fleckenbildung wahrgenommen und der Prüftintentest wurde bestanden. Als optimale Aktivierungsparameter für die Plattenmaterialien wurde daher ein Abstand Plasmadüse – Substrat von 12 mm bei einer Behandlungsgeschwindigkeit von 166 mm/s festgelegt.

Die Aktivierung der Plattenmaterialien mittels Plasmadüse mit den optimalen Prozessparametern wurde zudem thermografisch charakterisiert. Die Erwärmung der Plattenmaterialien während und kurz nach der Plasmaaktivierung wurde aufgezeichnet (Abbildung 58) und die Abkühlkurven ermittelt (Abbildung 59).

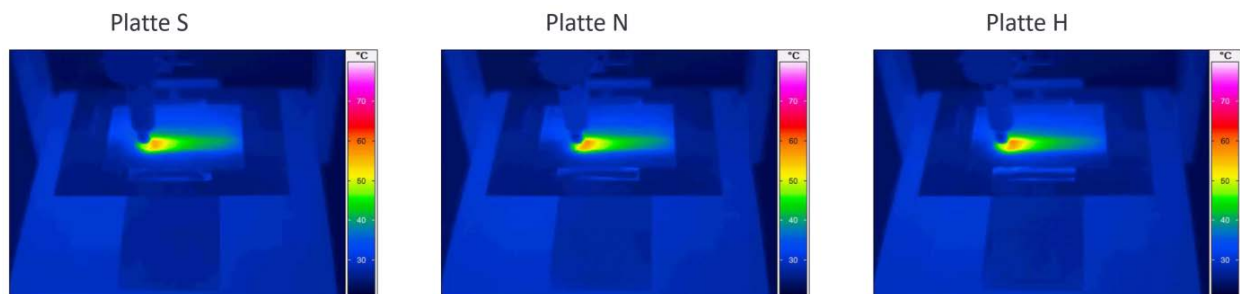


Abbildung 58: Thermografische Untersuchungen der Plattenerwärmung während der Aktivierung mittels rotierender Plasmadüse

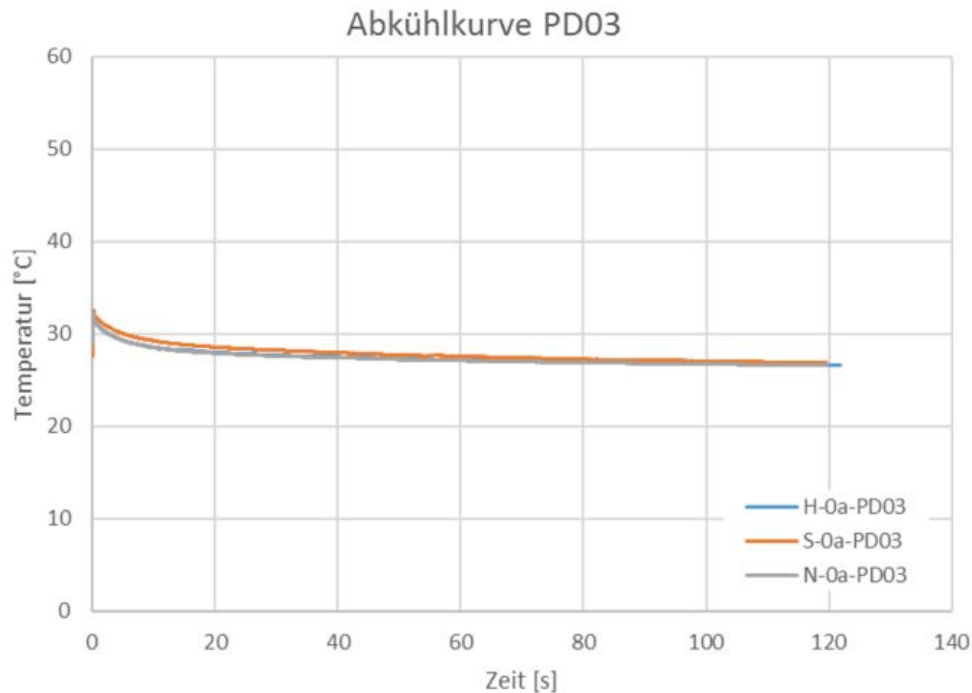


Abbildung 59: Abkühlkurven der Plattenmaterialien nach Aktivierung mittels rotierender Plasmadüse

Die thermografischen Untersuchungen während der Plasmaaktivierung der Platten S, H und N mittels rotierender Plasmadüse zeigen ähnliche Erwärmungen der Plattenmaterialien von ca. 54 bis 60 °C wie die bei der Beflammung. Es fand ebenfalls eine rasche Abkühlung der Plattenmaterialien nach der Aktivierung mittels Plasmadüse statt.

Vergleichend zur Aktivierung mittels rotierender Plasmadüse (Prozessgas Druckluft) wurden die Platten auch mittels statischer Plasmadüse mit dem Prozessgas Formiergas behandelt. Dabei zeigte sich, dass es aufgrund der höheren Prozessgastemperatur zu einer Überbehandlung der Plattenmaterialien kommt. Auf den Plattenmaterialoberflächen sind deutliche Streifen und Flecken visuell erkennbar (Abbildung 60 links). Zudem zeigten auch die thermografischen Untersuchungen während der Plasmaaktivierung, dass sich die Plattenmaterialien auf bis zu 250 °C aufheizen und beim Abkühlen damit auch deutlich länger warm bleiben.

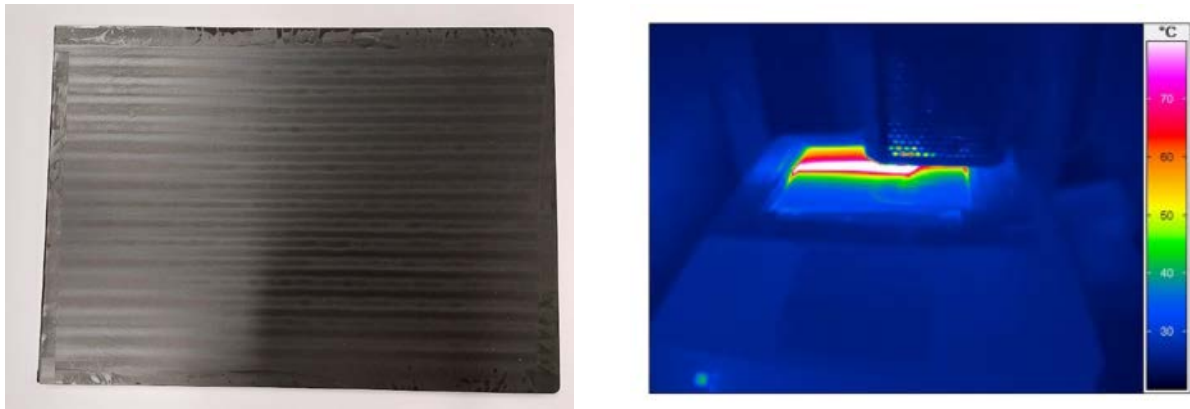


Abbildung 60: Fleckenbildung auf den Plattenmaterialien nach Aktivierung mittels Plasmadüse mit Formiergas (links), thermografische Aufnahme der Plattenerwärmung während der Plasmaaktivierung (rechts)

Aufgrund der zu heißen Prozessgastemperaturen während der Plasmaaktivierung mit Formiergas und der Überbehandlung und Fleckenbildung der Plattenmaterialien wurde auf weitere Untersuchungen dazu verzichtet.

4.6.3 Topographie und Rauheit (FE3)

Auch die mit alternativen Verfahren behandelten Proben zeigten keine signifikante Änderung der Oberflächenmorphologie. Trotz der Fleckenbildung nach der Plasma-behandlung bei PD05 konnte durch konfokalmikroskopische Rauheitsmessungen keine Änderung der Rauheit festgestellt werden – offenbar ist der beobachtete Effekt geringer als die durch die Füllstoffe bedingte Oberflächenrauheit.

Abbildung 61 zeigt jedoch für die Platten H eine leichte Erhöhung der Mittenrauwerte S_a und S_q bei gleichzeitiger Verringerung des entwickelten Oberflächenverhältnisses S_{dr} . Bei den Platten S ist nur die Senkung von S_{dr} zu sehen. Dies kann als Freilegung von Füllstoffen und Verschmelzen von Poren im Polymer interpretiert werden; der Effekt ist jedoch sehr gering. Die Beflammung mit Pyrosil® hat keinen Effekt auf die Rauheiten.

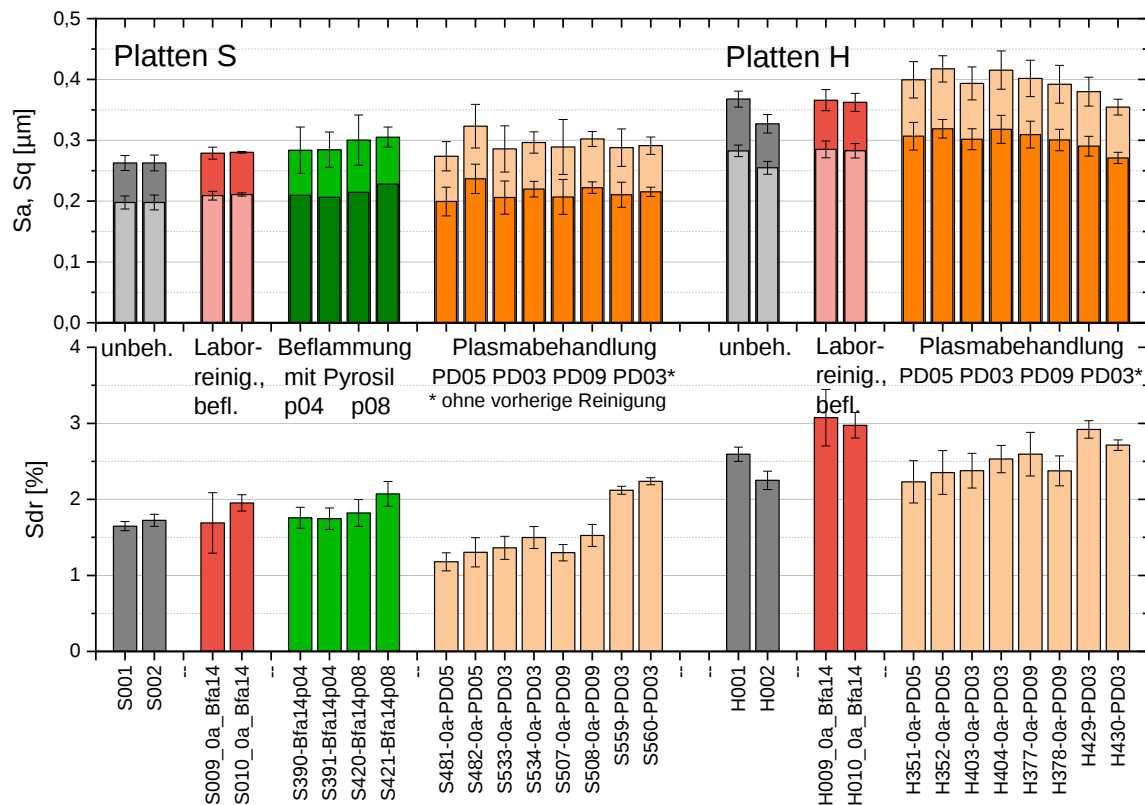


Abbildung 61: Quadratische und arithmetische Mittenrauwerte Sq, Sa (oben; dunkle / helle Balken) sowie entwickeltes Oberflächenverhältnis Sdr (unten) der Platten S und H unbehandelt (grau), nach Laborreinigung und Standard-Beflammung (rot), nach Beflammung mit Pyrosil® (grün) und nach Plasmabehandlung (orange). Mittelwerte für einzelne Platten

4.6.4 Kontaktwinkelmessung (FE3 und FE1)

Abbildung 62 veranschaulicht den Einfluss alternativer Aktivierungsmethoden auf Fortschritt- und Rückzugswinkel von Wasser im Vergleich zu unbehandelten sowie mittels Laborreinigung und Standard-Beflammung aktivierten Platten. Die Beflammung mit Pyrosil® erzeugt ähnliche Fortschrittswinkel wie die Standard-Beflammung, jedoch sind die Rückzugswinkel so gering, dass man von vollständiger Benetzung der Oberflächen sprechen kann. Die verschiedenen Plasmabehandlungen senken sowohl Fortschritt- als auch Rückzugswinkel. Die geringsten Werte (40° / $<10^\circ$) werden mit PD05 erzielt.

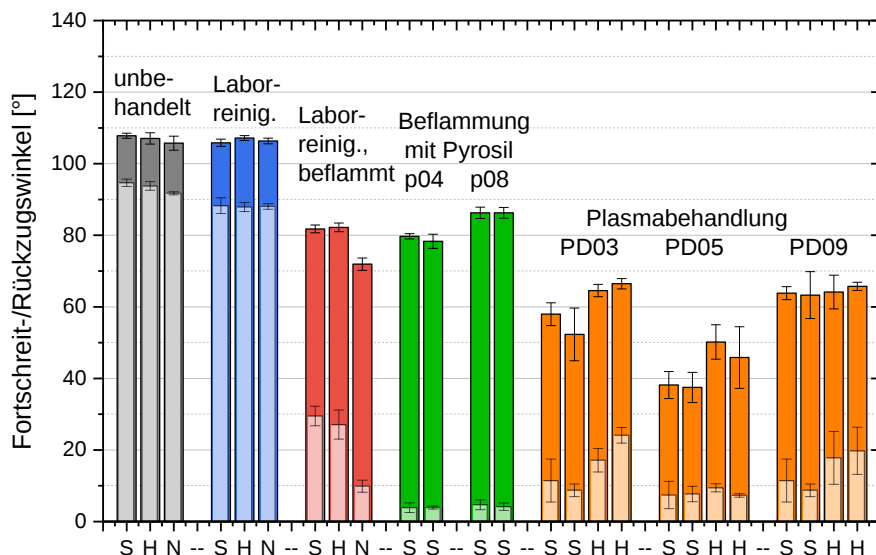


Abbildung 62: Fortschreit- und Rückzugswinkel (dunkle / helle Balken) von Wasser auf den Platten S, H und N nach Plasmabehandlung (grün) und Beflammung mit Pyrosil® (orange) (Mittelwerte aller Messungen). Zum Vergleich sind die Werte für unbehandelte Platten sowie nach Laborreinigung und Beflammung aufgetragen.

In Abbildung 63 sind zur Bewertung und Überprüfung des Aktivierungseffektes der verschiedenen Aktivierungsmethoden (Beflammung, Beflammung mit Silikatisierung, rotierende AD-Plasmadüse) die aus den statischen Kontaktwinkelmessungen ermittelten Oberflächenenergien einander gegenübergestellt.

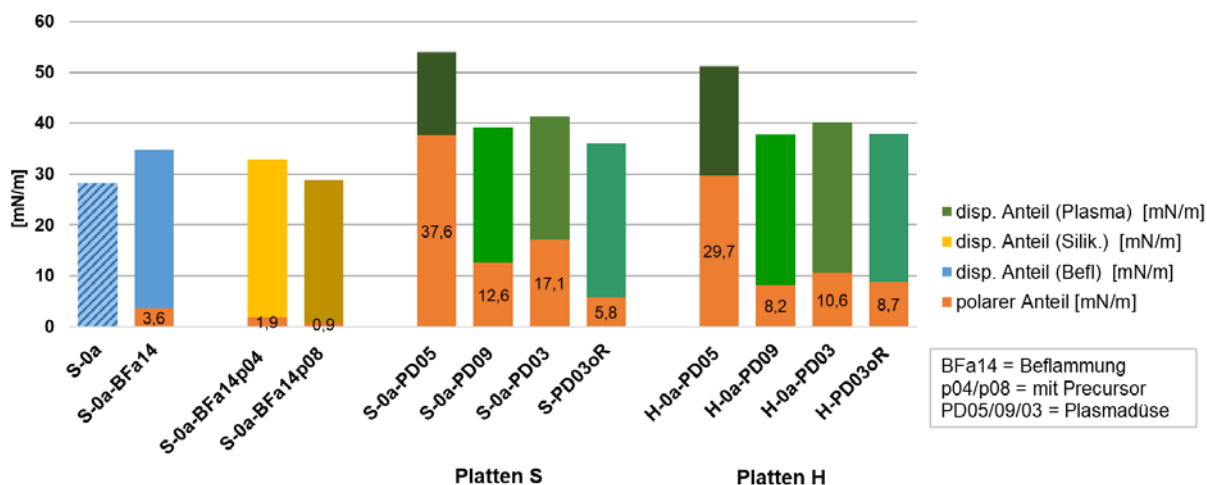


Abbildung 63: Oberflächenenergien der verschiedenen Aktivierungsmethoden (Beflammung, Beflammung mit Silikatisierung, rotierende AD-Plasmadüse)

Die Zugabe des Precursors in das Prozessgas beim Pyrosil®-Verfahren (Beflammung mit Silikatisierung) zeigte nicht die gewünschte Wirkung, d. h. eine weitere Erhöhung des polaren Anteils; das Gegenteil war der Fall, wobei p04 noch bessere Resultate als p08 ergab. Die Platten waren trotz Deionisierung mit einem handelsüblichen Ionisierungsgerät stark aufgeladen, so dass ein Fehler bei der Messung nicht auszuschließen ist.

Deutlich höhere Werte in der Gesamtoberflächenenergie, insbesondere im polaren Anteil, lieferte dagegen die Aktivierung mittels rotierender Plasmadüse, wobei PD05 (geringer Abstand, langsame Geschwindigkeit) > PD03 (mittlerer Abstand, mittlere Geschwindigkeit) > PD09 (mittlerer Abstand, schnelle Geschwindigkeit) > PD03 o. R. (mittlerer Abstand, mittlere Geschwindigkeit, ohne vorherige Reinigung). Bei PD05 war jedoch eine deutliche Veränderung (Flecken und Linien) an der Oberfläche erkennbar und die Wassertropfen verformten sich, was auf eine Überbehandlung hindeutet. Die Platten mit Laborreinigung zeigten bei Substrat S höhere polare Anteile als bei Substrat H.

4.6.5 Infrarotspektroskopie und Spülproben (FE1)

Die Ergebnisse der Spülproben zur Mengenermittlung der löslichen Bestandteile sind in Abbildung 64 dargestellt. Der Vergleich der verschiedenen Aktivierungsmethoden (Beflammung, Beflammung mit Silikatisierung, rotierende AD-Plasmadüse) zeigte nach Spülung mit Dichlormethan bei Silikatisierung zwar etwas erhöhte Werte, ebenso etwas schwankend bei einer Aktivierung mittels AD-Plasmadüse, die Größenordnung der jeweiligen Auflagemengen blieb jedoch gleich. Der Grund für den deutlich höheren Wert der Platten S nach Aktivierung bei PD03 o. R. liegt vermutlich an der fehlenden Vorreinigung. Eine detaillierte Untersuchung konnte im Rahmen des Projektes leider nicht durchgeführt werden.

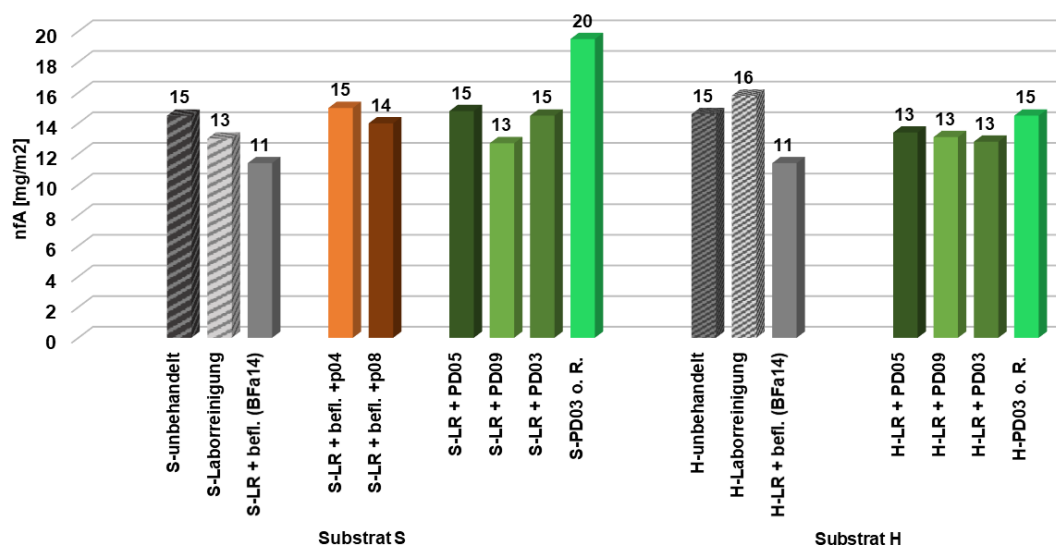


Abbildung 64: Gravimetrisch ermittelte Additivaufgabe der Substrate S und H differenziert nach Aktivierungsmethode (vollgefüllte Balken) – Beflammung, Beflammung mit Silikatisierung und rotierende Plasmadüse

Wie aus Abbildung 65 ersichtlich, zeigten aufgenommene IR-Spektren bei Beflammung mit Silikatisierung durch Funktionalisierung eine deutliche Veränderung der Oberfläche, vermutlich zusätzliche von der Talkumbande bei 1018 cm^{-1} abgrenzbare Absorptionsbanden (Si-O-Bindungen). Eine Überprüfung mit XPS könnte weitere Klarheit schaffen.

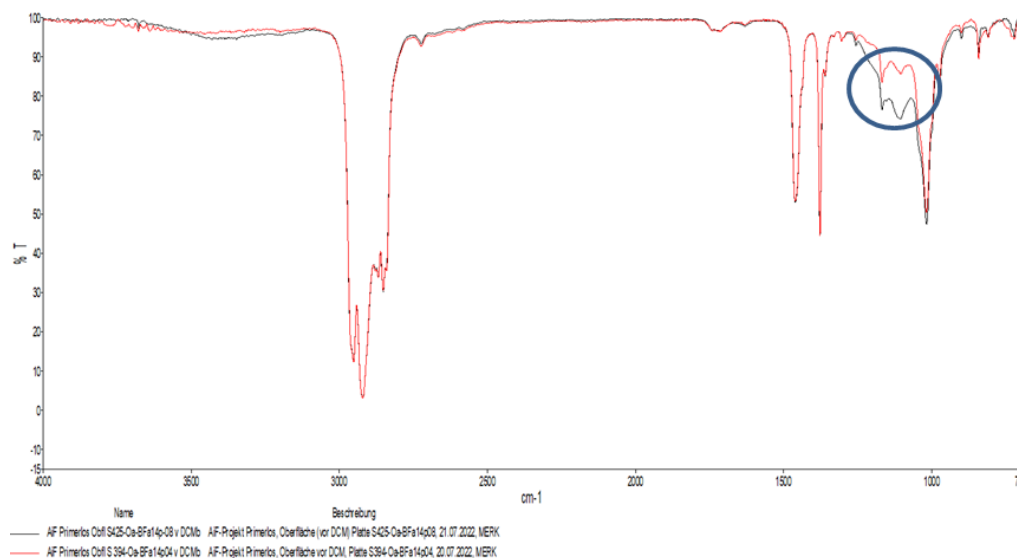


Abbildung 65: IR-Spektren Platten S, beispielhaft für Beflammung mit Silikatisierung, 2 Varianten (rot: BFa14-p04, schwarz: BFa14-p08)

Wurden von den mit Pyrosil® beflamten Platten Spülproben mit Dichlormethan genommen, so bestätigte sich auch hier der oberflächennahe Spüleffekt durch eine Intensitätsabnahme der polaren Banden, was auf mögliche Abbauprodukte, möglicherweise auch LMWOM-Schichten schließen lässt (siehe Abbildung 66).

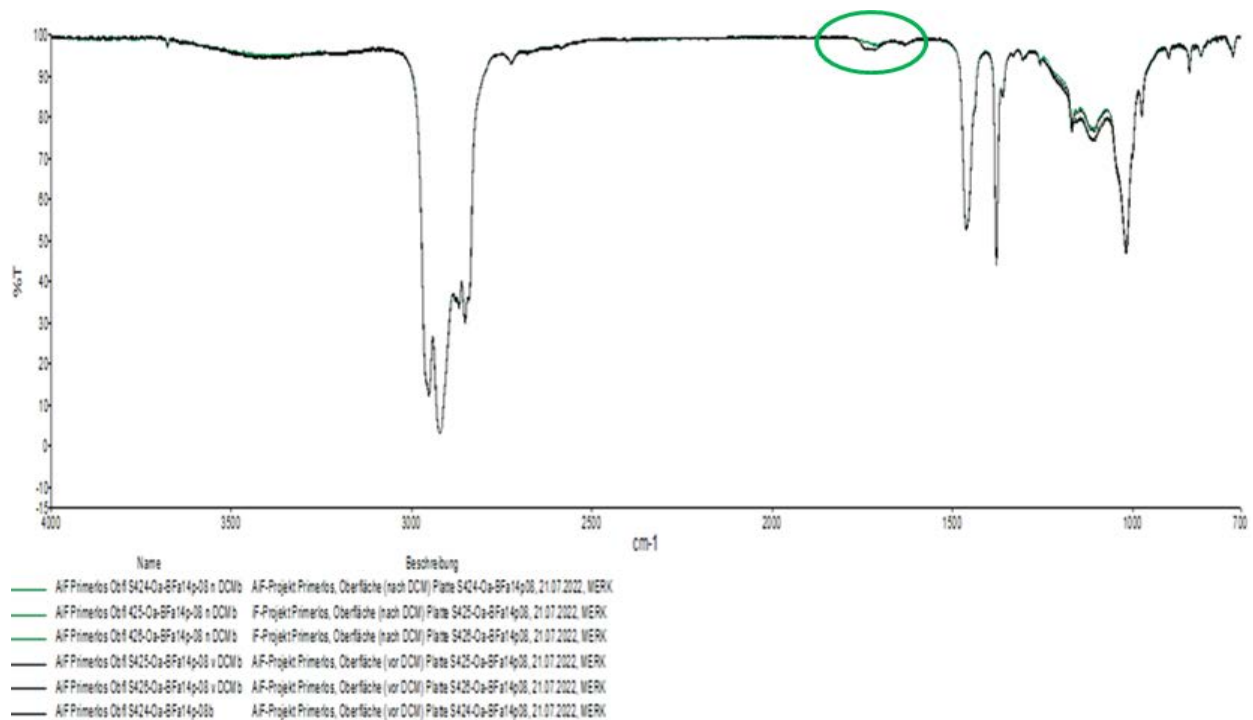


Abbildung 66: IR-Spektren, Platten S, beispielhaft für Beflammung mit Silikatisierung, Variante p08 vor (schwarz) und nach (grün) DCM-Spülung (Dreifachbestimmung)

Nach Plasmabehandlung waren die Veränderungen im Carbonylbereich der Infrarotspektren noch wesentlich intensiver. Es kam zu einer deutlich ausgeprägten Bandenintensität bei $1724/1633 \text{ cm}^{-1}$, in Abbildung 67 in Schwarz dargestellt, wobei PD03 (mittlerer Abstand, mittlere Geschwindigkeit) > PD05 (geringer Abstand, langsame Geschwindigkeit) >> PD09 (mittlerer Abstand, schnelle Geschwindigkeit). Nach Spülung mit Dichlormethan nahmen auch diese Banden stark ab (rot), was auf eine Überbehandlung und die Entstehung von LMWOM-Schichten schließen lässt, Hinweise auf Abbauprodukte, ebenso im OH-Bereich.

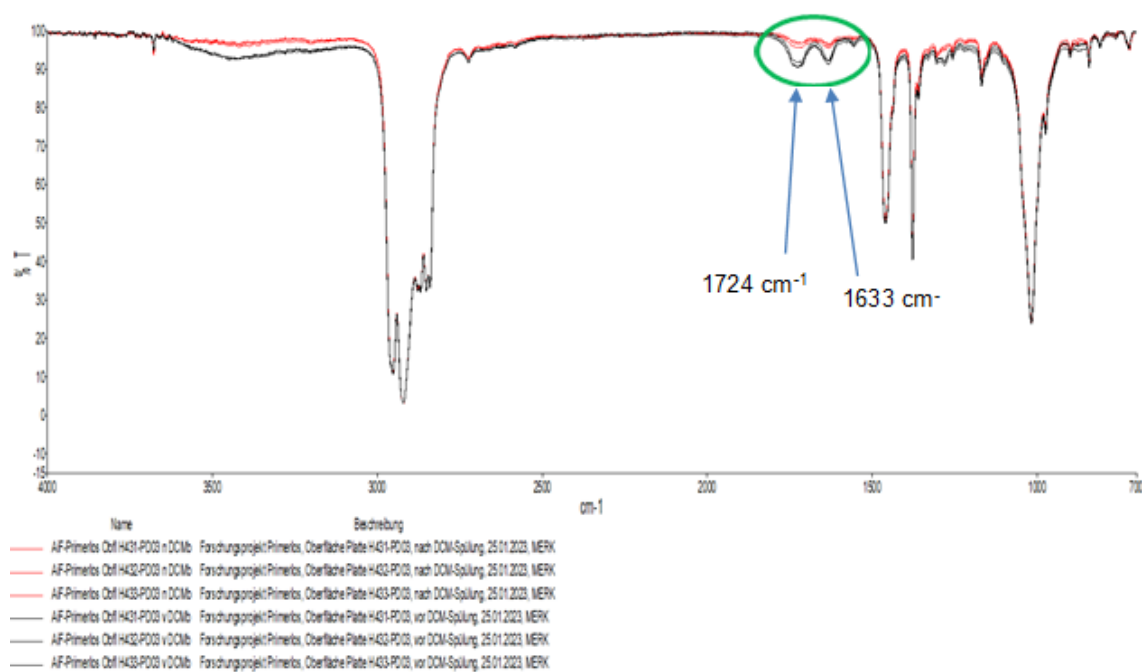


Abbildung 67: IR-Spektren, Platten H, beispielhaft für Aktivierung mittels rotierender AD-Plasmadüse, Variante PD03 (mittlerer Abstand, mittlere Geschwindigkeit), vor (blau) und nach (rot) DCM-Spülung (3-fach-Bestimmung)

4.6.6 Zetapotential (FE3)

Wie pH-abhängige Zetapotentialmessungen zeigen, wird durch die Plasmabehandlungen der isoelektrische Punkt deutlich gesenkt, d. h. saure Oberflächengruppen werden erzeugt (Abbildung 68). Auch hier hat die Behandlung PD05 den größten Einfluss. Auch diese Messungen wurden einen Tag nach der Aktivierung durchgeführt – offenbar hält der Effekt der Plasmabehandlung länger an als der bei Beflammung. Ein Vergleich der isoelektrischen Punkte aller Vorbehandlungen ist in Abbildung 42 zu sehen.

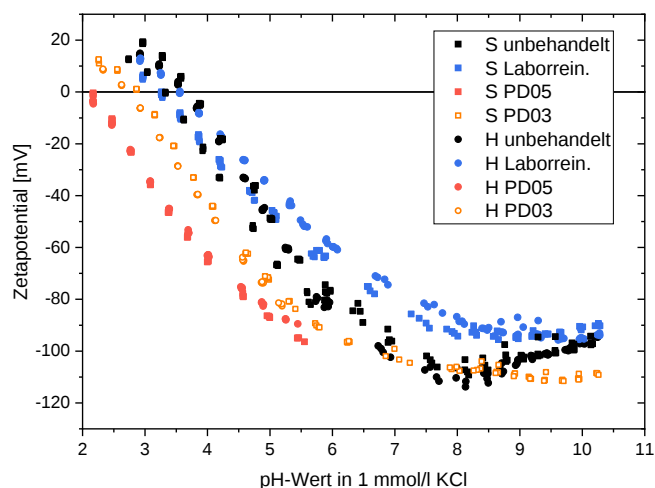


Abbildung 68: Zetapotential der unbehandelten, gereinigten und plasmabehandelten Platten S und H als Funktion des pH-Werts.

Da die Zetapotentialmessungen sehr aufwändig sind, konnten aus Zeitgründen nicht alle Platten mit alternativen Vorbehandlungen gemessen werden.

4.6.7 Ergebnisse der Lackhaftfestigkeitsprüfungen (FE1)

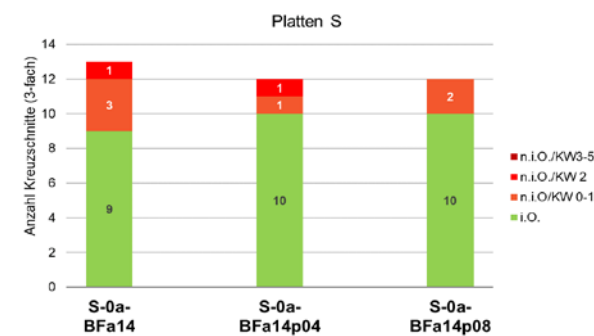
Beflammung mit Silikatisierung:

Hier ergab sich kein eindeutiges Bild. Bei der Abprüfung nach dem modifizierten Verfahren B (Variante 6) bewirkte die Zugabe der Precursoren keine signifikante Verbesserung der Lackhaftfestigkeit. Die Varianten p04 und p08 lagen dabei nahezu gleichauf.

Wurde nach dem modifizierten A-Verfahren (Variante 8) geprüft, so war auch hier durch die Precursorzugabe kein Vorteil erkennbar. Im Gegenteil, je höher der zugegebene Pyrosil®-Anteil, desto schlechter war das Ergebnis (siehe Abbildung 69).

Auf eine Erweiterung der Versuchsmatrix mit Platten H wurde verzichtet.

Variante 6



Variante 8

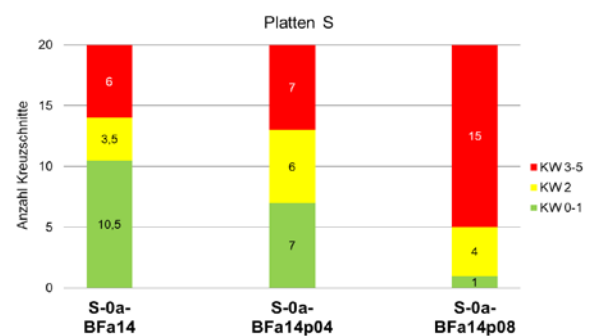


Abbildung 69: Ergebnisse Hochdruckwasserstrahltest links: Variante 6 (Verfahren B modifiziert) und rechts: Variante 8 (Verfahren A modifiziert), Platten S, Laborreinigung, Lackierung schwarz, Zweischichtaufbau, differenziert nach Beflammung ohne und mit Silikatisierung (2 Varianten)

Plasmadüse:

Ein ähnliches Bild ergab auch die Aktivierung mittels Plasmadüse.

Bei der Abprüfung nach Variante 6 (siehe Abbildung 70), dem modifizierten Verfahren B, war hier im Vergleich zur Beflammung BFa14 bei PD05 (geringer Abstand, langsame Geschwindigkeit) und PD09 (mittlerer Abstand, schnelle Geschwindigkeit) eine leichte Verbesserung der Lackhaftfestigkeit erkennbar, PD03 (mittlerer Abstand, mittlere Geschwindigkeit) entsprach im Ergebnis der Beflammung. Wurde nicht gereinigt, so war das Resultat bei ansonsten gleicher Parametereinstellung besser. Die Substrate S und H unterschieden sich nicht signifikant.

Bei einer Abprüfung nach Variante 8 (siehe Abbildung 71), dem modifizierten Verfahren A, ergab die Aktivierung mittels rotierender Plasmadüse bei Substrat S eine deutliche Verschlechterung der Ergebnisse (PD03, PD03 o.R. < PD05 ≤ PD09). Substrat H war insgesamt schlechter als Substrat S, wobei sich die Art der Aktivierung, Beflammung

versus Plasmadüse, bei den Platten H nicht auf das Ergebnis auswirkte. Die Unterschiede waren marginal.

Variante 6:

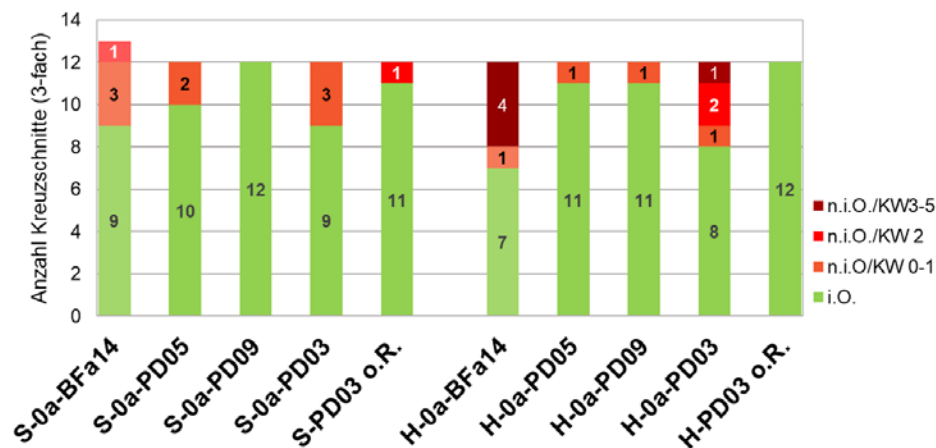


Abbildung 70: Ergebnisse Hochdruckwasserstrahltest: Variante 6 (Verfahren B modifiziert) Platten S und H, Laborreinigung, Lackierung schwarz, Zweischichtaufbau, differenziert nach Aktivierung (Beflammung vs. Plasmadüse)

Variante 8:

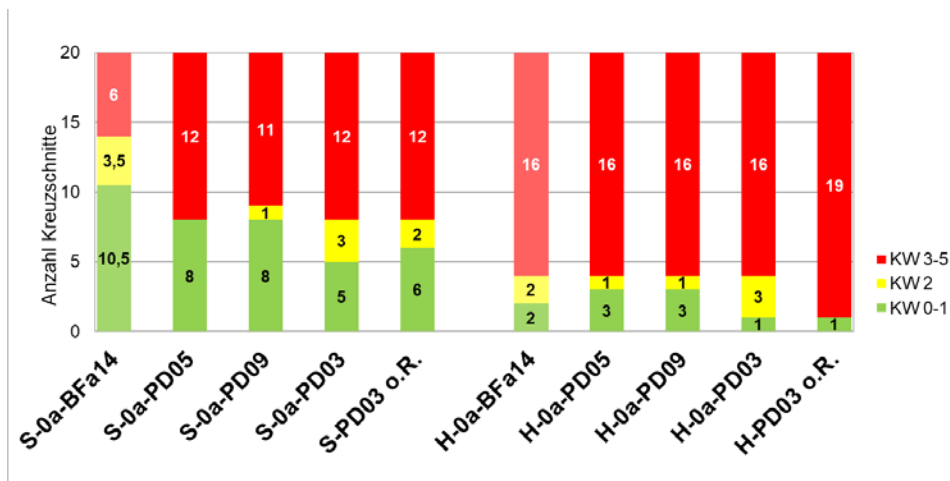


Abbildung 71: Ergebnisse Hochdruckwasserstrahltest: Variante 8 (Verfahren A modifiziert), Platten S und H, Laborreinigung, Lackierung schwarz, Zweischichtaufbau, differenziert nach Aktivierung (Beflammung vs. Plasmadüse)

Mithin war festzustellen, dass Variante 6 und Variante 8 hier zu divergierenden Aussagen kamen.

4.7 Variation Spritzgussparameter (FE3)

Für das AP8 (Variation der Spritzgussparameter) wurde von einem PA-Teilnehmer Granulat der Materialien für die Platten S und N zur Verfügung gestellt. Daraus wurden mit einer Spritzgießmaschine (Arburg Allrounder 420C 1000-250) Platten der Größe 150 mm x 150 mm spritzgegossen. Ausgehend von den Herstellerempfehlungen wurde der Spritzgießprozess so angepasst, dass die notwendige Oberflächenqualität der Platten für die Weiterverarbeitung erzielt wurde. Da in den Voruntersuchungen und während der Optimierungsphase deutlich wurde, dass die Werkzeugtemperatur den größten Einfluss auf die Oberflächeneigenschaften hat, wurde zunächst diese variiert. Es wurden zwei verschiedene Vorlauftemperaturen am Temperiergerät gewählt (10 °C und 30 °C). An der Werkzeugoberfläche und kavitätsnah wurden nach Erreichen der Prozessstabilität dann mit einem Thermofühler 40 °C und 50 °C gemessen. Die Differenz ist bedingt durch die im Verlauf der Versuche auftretende Prozesswärme von der in die Kavität gespritzten Kunststoffschmelze. Mit diesen Werkzeugtemperaturen wurden aus beiden Materialien jeweils ca. 80 Platten hergestellt. Sie wurden als Si, SiT, Hi und HiT bezeichnet, wobei T die höhere Vorlauftemperatur beim Spritzgießen bezeichnet, und mit denselben Analysemethoden wie die bisher hergestellten Platten charakterisiert.

An der FE2 wurden die spritzgegossenen Plattenmaterialien mittels Laborreinigung behandelt und anschließend mit den optimalen Prozessparametern Bfa14 beflammt.

Nach der Lackierung mit einem schwarzen Zweischicht-System wurde die Lackhaftfestigkeit mittels Hochdruckwasserstrahltest bestimmt.

4.7.1 Topographie und Rauheit (FE3)

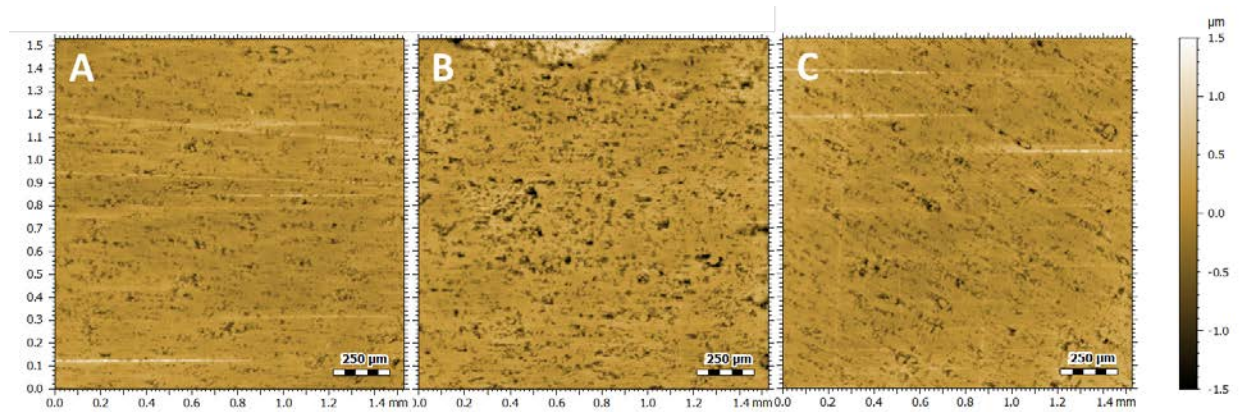


Abbildung 72: Konfokalmikroskopische Höhenbilder von 3 Ausschnitten der am IPF gegossenen Platten S (A: allgemeiner Eindruck, B: nahe Einspritzdüse, C: seitlich davon)

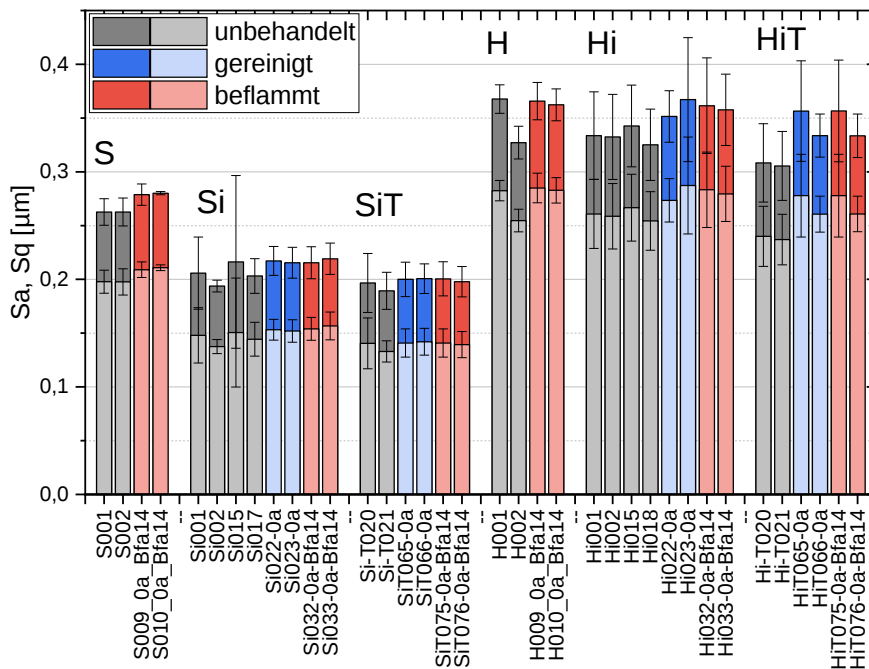


Abbildung 73: Quadratische und arithmetische Mittenrauwerte Sq, Sa (dunkle / helle Balken) der an FE3 spritzgegossenen Platten Si, Hi sowie SiT und HiT (mit erhöhter Werkzeugtemperatur) unbehandelt (grau) sowie nach Laborreinigung und nach Reinigung + Beflammung (rot) (Mittelwerte pro Platte). Zum Vergleich sind die entsprechenden Werte der Platten S und H angegeben.

Die Konfokalmikroskopie zeigte eine ähnliche Topographie der an der FE3 spritzgegossenen Platten wie bei den industriell (d. h. durch den PA-Teilnehmer) hergestellten Platten (siehe Abbildung 72). Die Rauheit war bei Verwendung des Materials S etwas geringer – offenbar ein Effekt einer glatteren Werkzeugoberfläche an der FE3 (siehe Abbildung 73). Allerdings waren die lokalen Variationen größer, wie die z. T. deutlich größeren Fehlerbalken in der Abbildung verdeutlichen. In der Nähe der Einspritzzone war die Rauheit erhöht (Abbildung 72), und die Fließrichtung war deutlicher durch sogenannte Fließlinien zu erkennen. Bei Material H waren die Unterschiede zwischen den beiden Herstellungsstandorten (PA-Teilnehmer bzw. FE3) aufgrund des höheren Füllstoffgehalts und der damit verbundenen generell höheren Rauheit weniger ausgeprägt.

Die Erhöhung der Werkzeugtemperatur hatte keinen sicht- und messbaren Einfluss auf Topographie und Rauheit. Ebenso wie bei den Originalplatten des PA-Teilnehmers erhöhte sich die Rauheit geringfügig durch die Reinigung und Beflammung, ohne dass Unterschiede in der Morphologie sichtbar waren.

4.7.2 Prüftintentests und Kontaktwinkelmessung (FE2, FE1, FE3)

Die Beflammungen der Platten wurden an der FE2 mittels Prüftintentests und Kontaktwinkelmessungen überwacht (siehe Abbildung 74). Die Prüftintentests zeigen Oberflächenenergien von > 40 mN/m. Nach Aktivierung der Platten mittels Beflammung konnte, wie auch bei den bisherigen Plattenmaterialien, die Gesamtoberflächenenergie

sowie deren polarer Anteil deutlich erhöht. Geringfügig höhere Gesamtoberflächenenergien wurden für die beflamten Si bzw. Hi Platten im Vergleich zu SiT und HiT ermittelt.

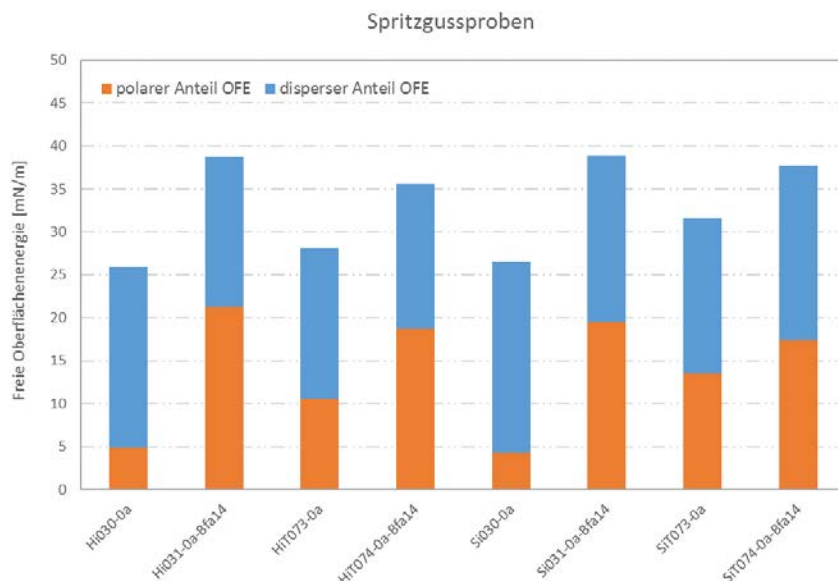


Abbildung 74: Kontaktwinkelmessungen der Plattenmaterialien Hi, Si, HiT und SiT zur Überprüfung der Aktivierung durch Beflammung

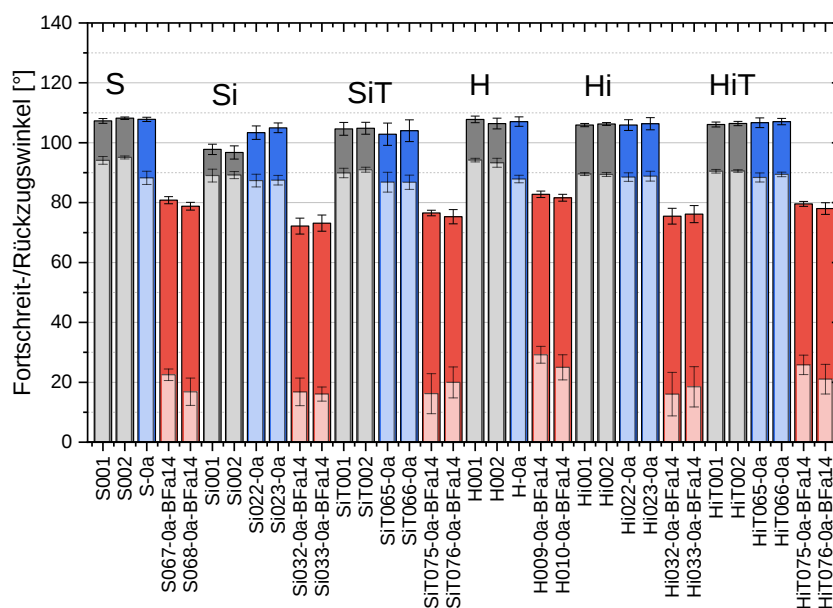


Abbildung 75: Mittelwerte der Fortschritt- und Rückzugswinkel (dunkle / helle Balken) von Wasser auf an FE3 spritzgegossenen Platten Si, Hi sowie SiT und HiT (mit erhöhter Werkzeugtemperatur) unbehandelt (grau) sowie nach Laborreinigung und nach Reinigung + Beflammung (rot), nach Beflammung mit Pyrosil® (grün) und nach Plasma-behandlung (orange) (Mittelwerte für einzelne Platten). Zum Vergleich sind auch die entsprechenden Werte für die Platten S und H angegeben.

Auch bezüglich Fortschreit- und Rückzugswinkel von Wasser zeigten die an FE3 gespritzten Platten Si, SiT, Hi und HiT keinen signifikanten Unterschied zu den Originalplatten S und H des PA-Teilnehmers (siehe Abbildung 75). Die Platten Si wiesen etwas geringere Fortschreit- und Rückzugswinkel auf als S, möglicherweise aufgrund der geringeren Rauheit, bei Hi war der Rückzugswinkel etwas geringer als bei H. Der Einfluss der Beflammung war vergleichbar mit den Originalplatten des PA-Teilnehmers.

Die Oberflächenenergien, berechnet aus den statischen Kontaktwinkelmessungen an FE1, sind in Abbildung 76 und Abbildung 77 zusammengefasst. Bei SiT, den Platten mit erhöhter Vorlauftemperatur, war der polare Anteil der Oberflächenenergie höher als bei Si. Bei Si lagen diese Werte im unteren Streubereich der Platten S, bei SiT im oberen bzw. auch leicht darüber. Die Gesamtoberflächenenergie entsprach in beiden Fällen den bisherigen Platten.

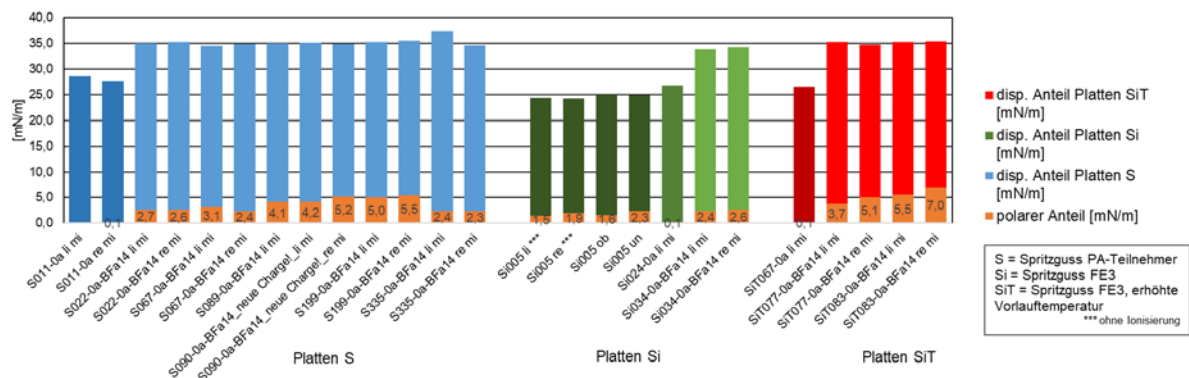


Abbildung 76: Ergebnis Oberflächenenergien, Spritzgießplatten S (Originalplatten des PA-Teilnehmers) und Si, SiT (IPF), differenziert nach spritzfrisch, gereinigt (-0a) und beflammt (-BFa14)

Bei den Platten Hi und HiT ergab sich ein ähnliches Bild (siehe Abbildung 77). Bei Hi lagen der polare Anteil ebenfalls im unteren Streubereich der Platten H, bei HiT wiederum im oberen Streubereich. Auch hier war die Gesamtoberflächenenergie bei den beflamten Platten H, Hi und HiT auf gleichem Niveau.

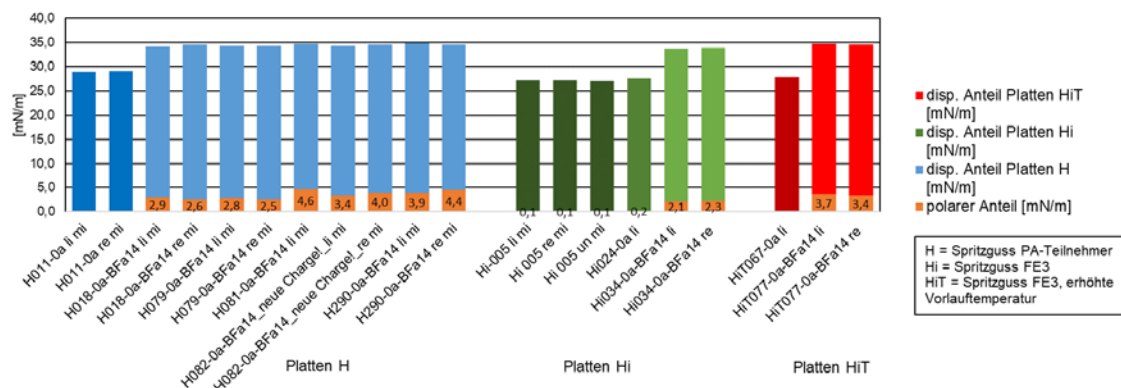


Abbildung 77: Ergebnis Oberflächenenergien, Spritzgießplatten H (Originalplatten des PA-Teilnehmers) und Hi, HiT (IPF), differenziert nach spritzfrisch, gereinigt (-0a) und beflammt (-BFa14)

Die an der FE3 gefertigten Platten zeigten somit keine signifikanten Unterschiede zu den vom PA-Mitglied gelieferten Platten, lediglich bei den spritzfrischen Platten Si war die Gesamtoberflächenenergie geringfügig niedriger und ein polarer Anteil erkennbar; bei den Platten Hi war das nicht der Fall.

4.7.3 Spülproben und Gravimetrie (FE1)

Die Ergebnisse der Spülproben zur Ermittlung der ablösbaren Bestandteile sind in Abbildung 78 dargestellt.

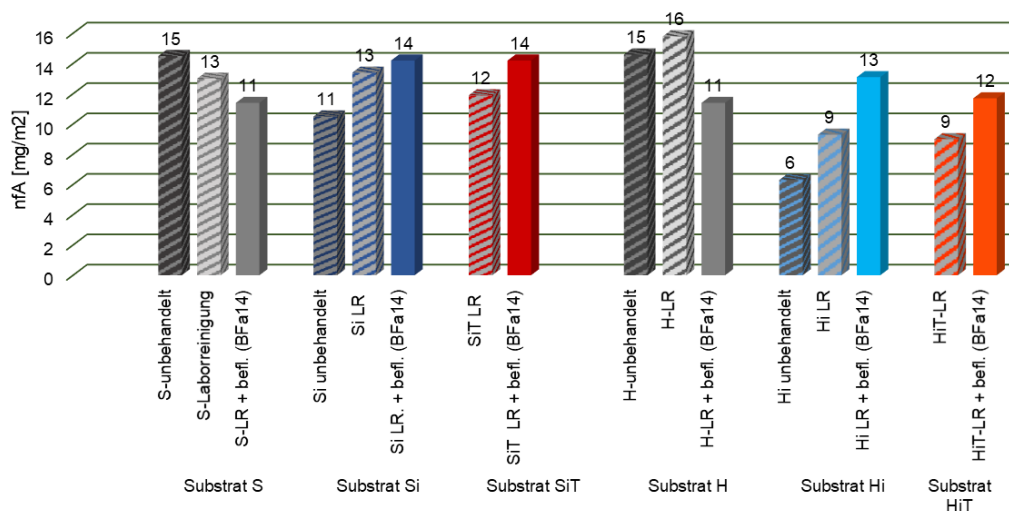


Abbildung 78: Gravimetrisch ermittelte Additivauflage der Substrate S, Si und SiT sowie H, Hi und HiT, differenziert nach unbehandelt, laborgereinigt (schraffiert) und beflammt (BFa14, vollgefüllte Balken)

Die Platten Hi und HiT zeigten nach Laborreinigung eine auffallend geringe Additivauflage (9 mg/m^2 gegenüber 16 mg/m^2 bei Platten H oder $12/13 \text{ mg/m}^2$ bei Platten SiT, Si und S. Unbehandelt war bei Hi die Auflage noch geringer (6 mg/m^2).

Nach der Beflammung bewegte sich, vermutlich in Folge der Temperatureinwirkung, welche eine Migration von Additiven an die Oberfläche begünstigt, die Additivauflage unabhängig von Substrat und Herstellung bei allen Platten allerdings wieder im üblichen Schwankungsbereich von $11\text{-}14 \text{ mg/m}^2$.

4.7.4 Zetapotential (FE3)

Die an der FE3 spritzgegossenen Platten zeigten einen ähnlichen pH-abhängigen Verlauf des Zetapotentials wie die Originalplatten des PA-Teilnehmers (siehe Abbildung 79, links), allerdings lag der isoelektrische Punkt (iep - Nulldurchgang des Zetapotentials) etwas niedriger. Für die mit erhöhter Werkzeugtemperatur gegossenen Platten SiT und HiT ergaben sich Werte um pH 2,5; für die Platten Si und Hi lag der iep bei etwa pH 3 (Originalplatten S: 3,7, H: 3,6). Eine Reinigung der Platten mit Isopropanol erhöhte den iep um ca. 0,5 pH-Einheiten; nach Beflammung wurden wieder die Ausgangswerte

erzielt, ebenso wie nach längerer Lagerung (vgl. Abbildung 79, rechts). Dies ist möglicherweise auf Diffusion von Zusätzen, die durch die Reinigung entfernt wurden, an die Oberfläche zurückzuführen.

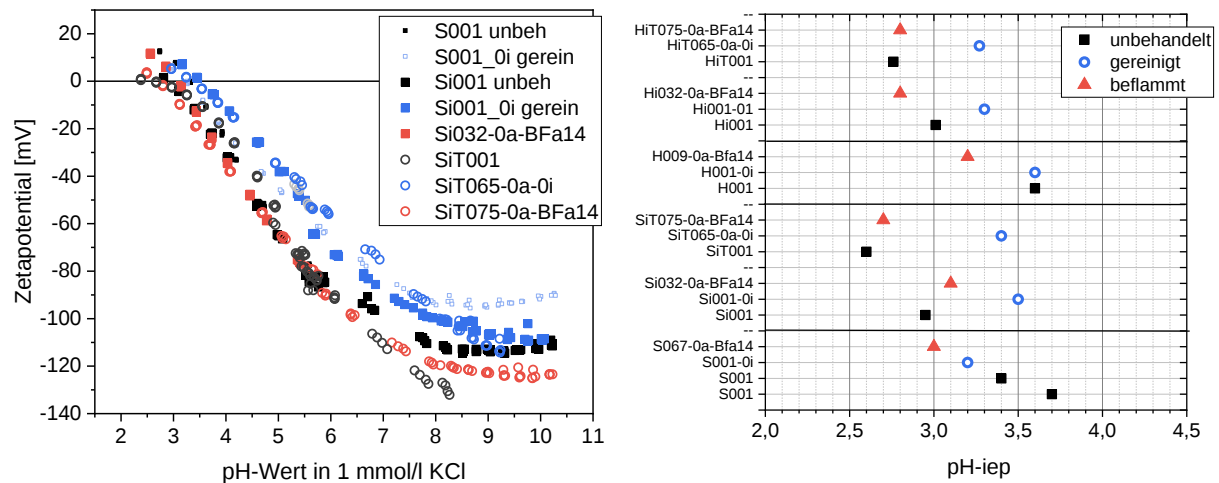


Abbildung 79: Links: Zetapotential der an FE3 spritzgegossenen Platten Si und SiT (mit erhöhter Werkzeugtemperatur) unbehandelt (schwarz) sowie nach Laborreinigung und nach Reinigung + Beflammung (rot); rechts: Vergleich der isoelektrischen Punkte (Nulldurchgang des Zetapotentials) für die Platten S, Si, SiT, H, Hi und HiT und alle Vorbehandlungen.

4.7.5 Quellverhalten der PP-EPDM-Materialien (FE2)

Auch die spritzgegossenen Plattenmaterialien Hi, Si, HiT und SiT wurden nach Reinigung und Beflammung hinsichtlich des Quellverhaltens untersucht. Die Ergebnisse der Quellversuche sind in Tabelle 17 zusammengefasst und in Abbildung 80 ist eine ausgewählte Dickenmessung des Plattenmaterials Hi nach Beflammung dargestellt.

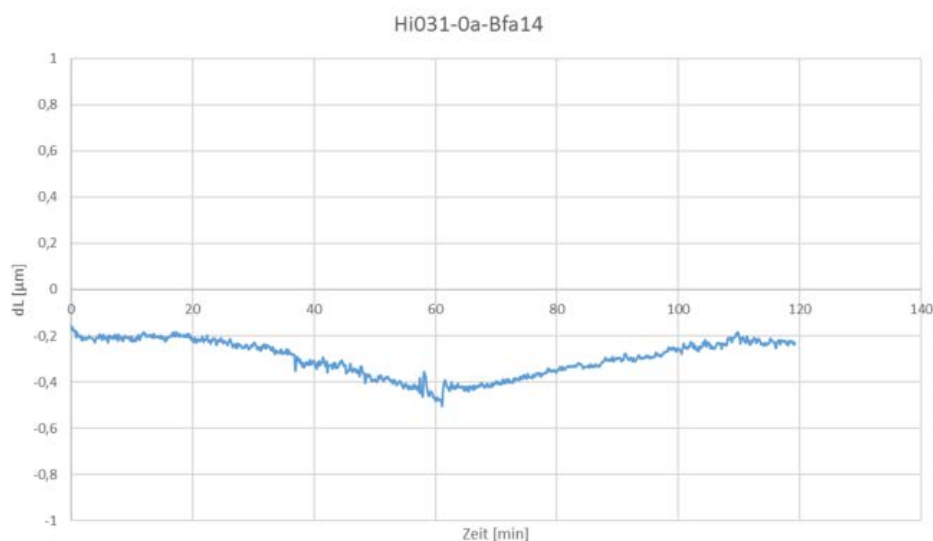


Abbildung 80: Dickenmessung an der gereinigten und beflamten Plattenprobe Hi, nach einer Stunde wurde das Co-Lösemittel auf die Probe gegeben

Tabelle 17: Dickenänderung der Platten unter Zugabe von Butyldiglycol

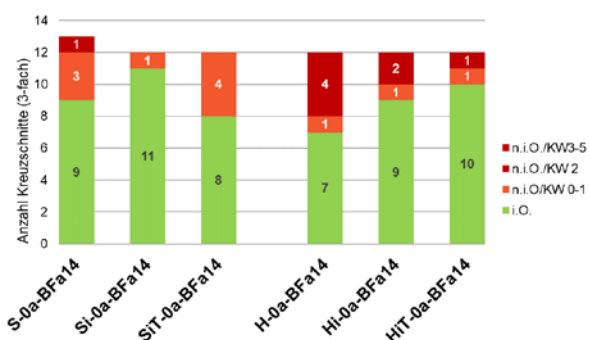
Probe	Dickenänderung in [%]
Hi-0a	-0,005 ± 0,006
Si-0a	-0,020 ± 0,026
HiT-0a	-0,001 ± 0,005
SiT-0a	-0,006 ± 0,001
Hi-0a-Bfa14	-0,004 ± 0,004
Si-0a-Bfa14	-0,001 ± 0,003
HiT-0a-Bfa14	-0,003 ± 0,003
SiT-0a-Bfa14	-0,004 ± 0,011

Die Quellversuche an den Platten Hi, Si, HiT und SiT nach Laborreinigung bzw. Laborreinigung und Beflammung zeigen, dass durch die Zugabe von Butyldiglycol keine Dickenänderungen und damit Quellungserscheinungen der verschiedenen Plattenmaterialien ermittelt werden konnten.

4.7.6 Ergebnisse der Lackhaftfestigkeitsprüfungen (FE1)

Die Ergebnisse aus den Lackhaftfestigkeitsprüfungen sind in Abbildung 81 dargestellt.

Variante 6



Variante 8

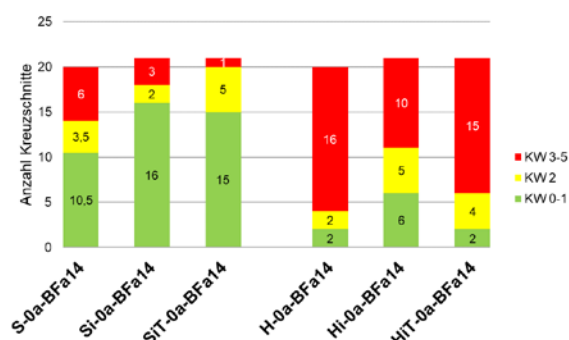


Abbildung 81: Ergebnisse Hochdruckwasserstrahltest Platten S, Si und SiT sowie H, Hi und HiT, nach Laborreinigung, Lackierung schwarz, Zweischichtaufbau, links: Variante 6 (Verfahren B modifiziert), rechts: Variante 8 (Verfahren A modifiziert)

Die Probestypen S, Si und SiT stimmen hier im Ranking bei beiden Methoden (Variante 6 und Variante 8) relativ gut überein. Dagegen zeigten sich bei H, Hi und HiT deutliche Unterschiede: Prüfvariante 8 führte auch hier bei den an FE3 gefertigten Platten, wie schon bei den oben diskutierten Versuchsergebnissen anderer Proben, zu deutlich schlechteren Resultaten. Möglicherweise hängt dies mit dem größeren Aspektverhältnis der Füllstoffpartikel zusammen.

Die Konfokalmikroskopie zeigte bei allen Platten einen Kohäsionsbruch. Während bei Material S lediglich die oberste Schicht des Materials (ca. 45 µm unterhalb der Lackoberfläche) abgezogen wurde (siehe Abbildung 82 B), zeigten sich bei Material H auch Schäden in tieferen Bereichen (siehe Abbildung 82 C). Ein Einfluss der Werkzeugtemperatur war nicht auszumachen.

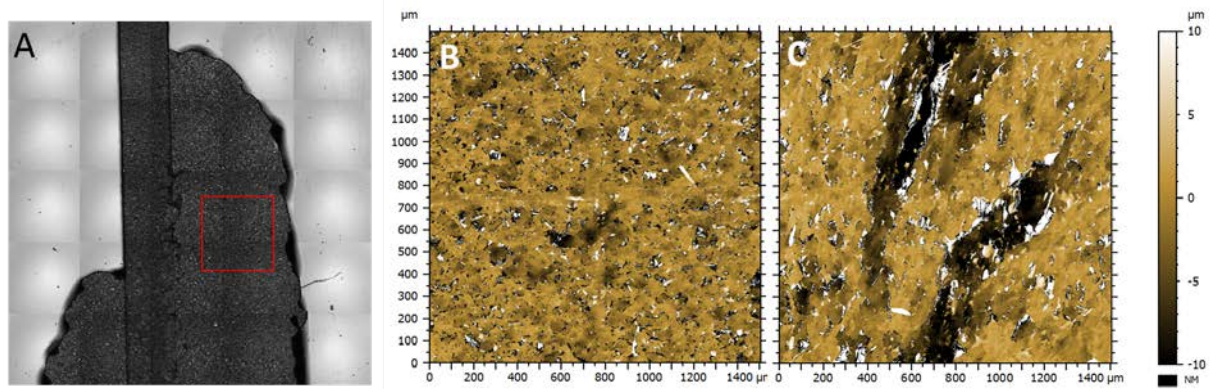


Abbildung 82: Konfokalmikroskopische Bilder der an der FE3 gegossenen Platten nach Lackversagen (A: Übersichtsbild (Probe Hi) mit Markierung des untersuchten Ausschnitts, B, C: Höhenbild dieses Ausschnitts, Proben Si, Hi)

4.7.7 Variation weiterer Parameter (FE3)

Die Vorversuche zur Auswahl der Spritzgussparameter sowie die Charakterisierung der bei dem PA-Teilnehmer bzw. an der FE3 spritzgegossenen Platten zeigten klar, dass die Oberflächeneigenschaften der Platten hauptsächlich durch die Zusammensetzung des Ausgangsmaterials, insbesondere den Gehalt an Füllstoffen und deren Verteilung sowie die Struktur des Gusswerkzeugs bestimmt werden. Die nach Absprache mit dem betreffenden PA-Teilnehmer eingestellten Parameter sind bereits für dieses Material optimiert; größere Änderungen würden lediglich zu einer Verschlechterung der Prozessierbarkeit und Oberflächenqualität führen. Aus diesem Grund und angesichts des knappen Zeitrahmens für Lackversuche wurde auf die Variation weiterer Spritzgießparameter verzichtet.

4.8 Vergleichsanalysen und Übertragbarkeit auf 3D-Formteile

Für die Endphase des Projektes war die Einbeziehung von 3D-Formteilen vorgesehen. Zur Klärung der Fragestellung, ob durch entsprechende Größe und komplexe Geometrie die Lackhaftfestigkeit beeinflusst wird und ob sich die Ergebnisse von den Prüfplatten auf den realen Anwendungsfall übertragen lassen, wurden Untersuchungen an Stoßfängern vorgenommen. Wie in Abschnitt 3.5 beschrieben, wurden hierzu von einem im PA teilnehmenden Kfz-Hersteller zwei unlackierte und vier lackierte Stoßfänger zur Verfügung gestellt. Die Versuchsteile stammten aus der Produktionslinie des Kfz-Herstellers. Allerdings konnte die Materialauswahl der Laborplatten nicht eins zu eins abgebildet werden; laut Kfz-Hersteller ist der Werkstoff ebenfalls PP-EPDM mit einem Talkumgehalt von 12 % und entspricht in etwa den Platten S.

Die vier lackierten Stoßfängerteile waren nach den Parametern des Kfz-Herstellers gereinigt und beflammt worden, der Lackaufbau war ebenfalls im Zweischichtsystem sowie im Farbton Schwarz, jedoch unter Verwendung eines Lackes von einem anderen Hersteller. Die Vergleichbarkeit war hierdurch leider eingeschränkt.

Vergleichend dazu wurden auch ausgeschnittene Proben der Stoßfänger ST05 und ST08 gereinigt und beflammt. Es erfolgten wieder Prüftintentests sowie Kontaktwinkelmessungen an den Stoßfängermaterialien. Alle Proben haben die Industriezielwerte erfüllt (FE2).

4.8.1 Topographie und Rauheit (FE3)

Die konfokalmikroskopischen Höhenbilder verschiedener Ausschnitte der Stoßfänger (Abbildung 83) zeigen prinzipiell die gleichen Merkmale wie die ebenen Platten: eine Grundrauheit durch die Füllstoffe und die Abdrücke der Schleifspuren des Gusswerkzeugs. Aufgrund der Größe der Formteile unterscheidet sich die Verteilung der Füllstoffe lokal, an manchen Stellen sind deutlich die Fließlinien vom Spritzgießen zu erkennen.

Dies resultiert auch in einer breiteren Streuung der Rauheitswerte, insbesondere des entwickelten Oberflächenverhältnisses S_{dr} (Abbildung 84). Abgesehen von einigen „Ausreißern“ ist die Rauheit ähnlich bzw. etwas geringer als bei den Platten S. Reinigung und Beflammung hatten auch hier keinen erkennbaren Einfluss auf die Morphologie und Rauheit.

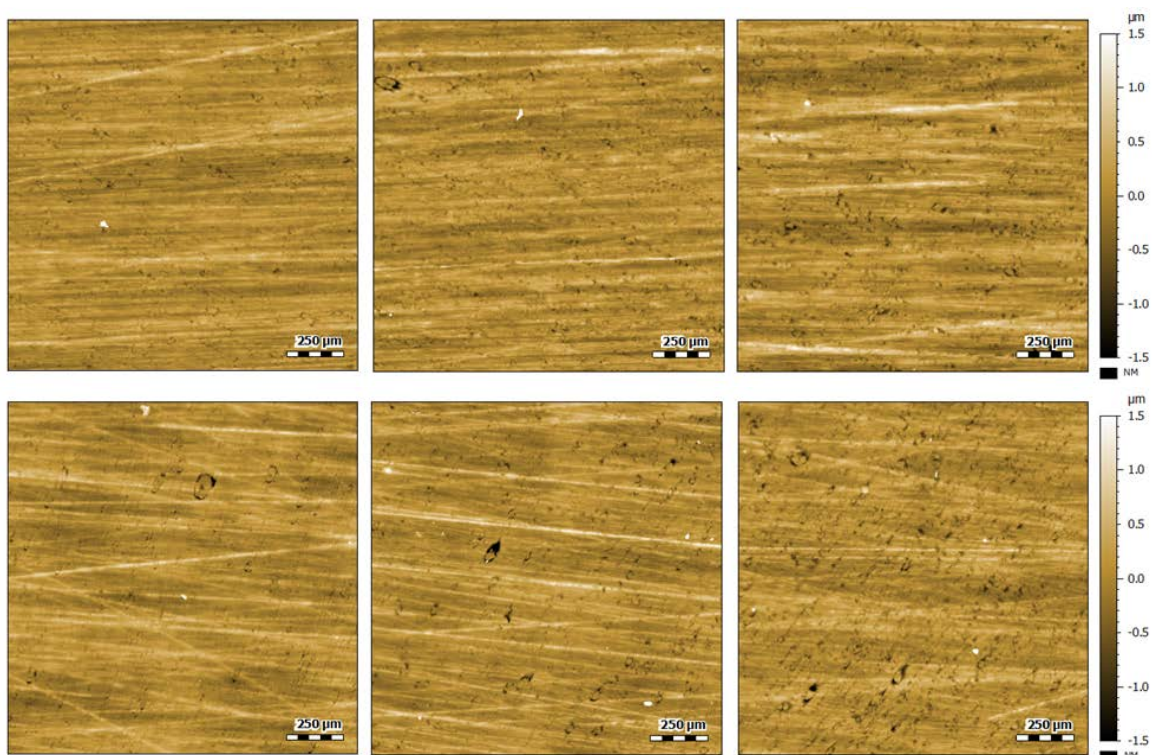


Abbildung 83: Konfokalmikroskopische Höhenbilder von 3 Ausschnitten der Stoßfänger ST05 (oben) und ST17 (unten).

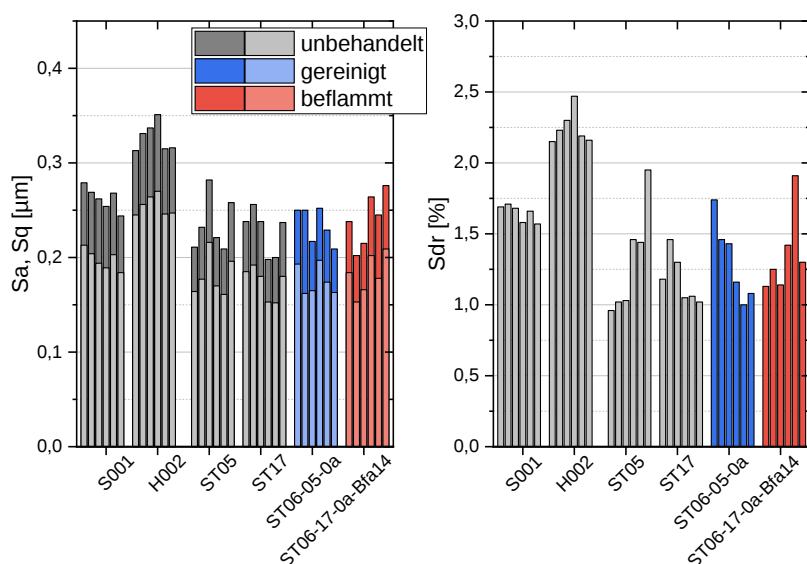


Abbildung 84: Quadratische und arithmetische Mittenrauwerte Sq, Sa (links; dunkle / helle Balken) sowie entwickeltes Oberflächenverhältnis Sdr (rechts) ausgewählter Ausschnitte der Stoßfänger, unbehandelt sowie nach Reinigung und Beflammung (Einzelmesswerte). Zum Vergleich sind die entsprechenden Werte der unbehandelten Platten S und H angegeben.

4.8.2 Kontaktwinkelmessung (FE2, FE3 und FE1)

Die Stoßfänger-Proben wurden für weitere Prüfungen ebenfalls mittels Kontaktwinkelmessungen (Abbildung 85) als auch Prüftintentests (Tabelle 18) charakterisiert. Dabei konnte festgestellt werden, dass auch die Stoßfängermaterialien mit den optimierten Beflammungsparametern zufriedenstellend aktiviert werden können.

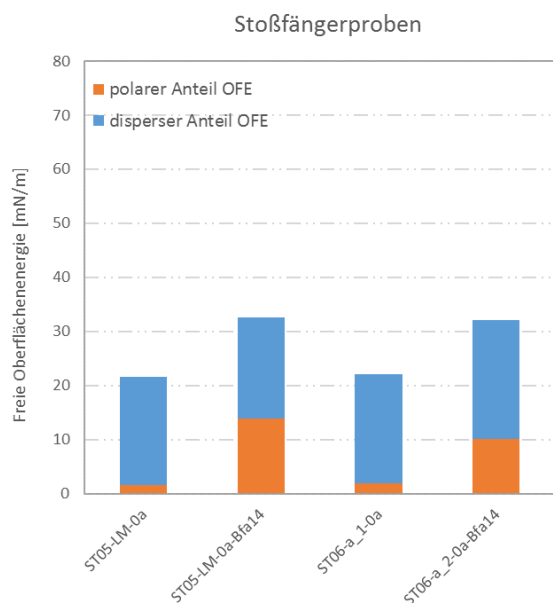


Abbildung 85: Oberflächenenergien der Plattenmaterialien aus den Stoßfängern nach Reinigung und Beflammung

Tabelle 18: Ergebnisse der Prüftintentests nach Beflammung der Stoßfängermaterialien, Farbcode: grün = Benetzung, orange = keine eindeutige Benetzung, rot = keine Benetzung

Bezeichnung	Testtinte						
	32 mN/m	34 mN/m	36 mN/m	38 mN/m	40 mN/m	42 mN/m	44 mN/m
ST05-LM-0a-Bfa14							
ST06-a_2-0a-Bfa14							

Abbildung 86 vergleicht die Mittelwerte der Fortschritt- und Rückzugswinkel auf den Platten S und ausgewählten Ausschnitten der Stoßfänger. Sowohl die Werte der unbehandelten Stoßfänger als auch die nach Reinigung und Beflammung sind geringfügig kleiner als bei den Platten S – möglicherweise ein Effekt der geringeren Rauheit.

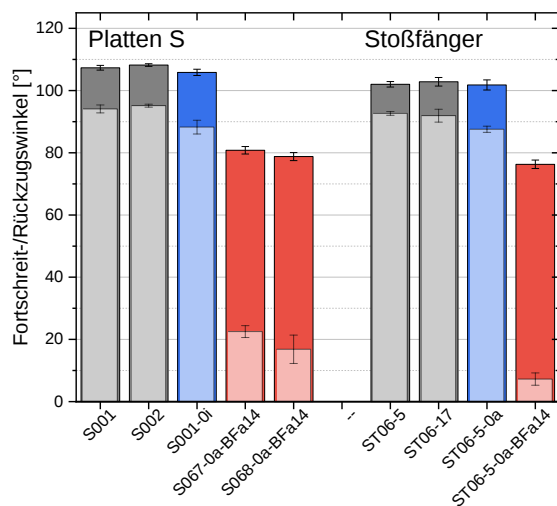


Abbildung 86: Mittelwerte der Fortschritt- und Rückzugswinkel (dunkle / helle Balken) von Wasser auf ausgewählten Ausschnitten der Stoßfänger, unbehandelt (grau) sowie nach Reinigung (blau) und Beflammung (rot) (Mittelwerte pro Platte, rechts). Zum Vergleich sind links die entsprechenden Werte der Platten S angegeben.

Die Ergebnisse der mittels statischer Kontaktwinkelmessung erhaltenen Oberflächenenergien der Formteile sind in Abbildung 87 im Vergleich zu den Testplatten dargestellt. Es waren keine signifikanten Unterschiede festzustellen. Die Gesamtoberflächenenergie der Stoßfänger (Mittelwerte aus Teilabschnitten der Stoßfänger 5 und 6) entspricht den Platten mit Laborreinigung oder Powerwash. Nach Beflammung war der polare Anteil gleich hoch oder höher.

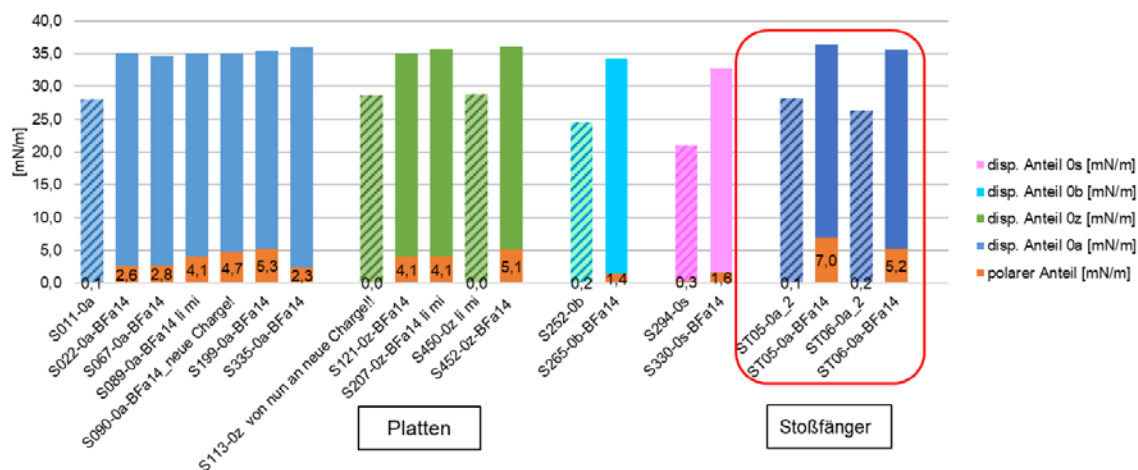


Abbildung 87: Oberflächenenergien der Substrate S, Platten vs. Stoßfänger differenziert nach Reinigung (schraffiert: 0a = Laborreinigung, 0z = Powerwash-Reinigung, 0b = CO₂-Schneestrahlsreinigung, 0s = Schwertbürstenreinigung) und Beflammung (BFa14, vollgefüllte Balken)

4.8.3 Infrarotspektroskopie und Spülproben (FE1)

Von den zwei aus der Produktionslinie eines Kfz-Herstellers zur Verfügung gestellten, unbehandelten Stoßfängern (Nr. 5 und Nr. 6) wurden wie in Abschnitt 3.5 beschrieben, an den jeweils gleichen Stellen sechs Teilproben (1, 7, 9, 16, 20, 22) entnommen, wie die Platten an FE2 gereinigt und beflammt und an FE1 die Additivaufgabe bestimmt. Die ermittelten Aufgagemengen der löslichen Anteile sind in Abbildung 88 zusammengefasst. Sie lagen bei den Stoßfängern nach Beflammung (BFa14) höher als auf den entsprechenden Probeplatten. Die IR-Spektren (siehe Abbildung 89) zeigten gewisse Hinweise auf LMWOM-Schichten.

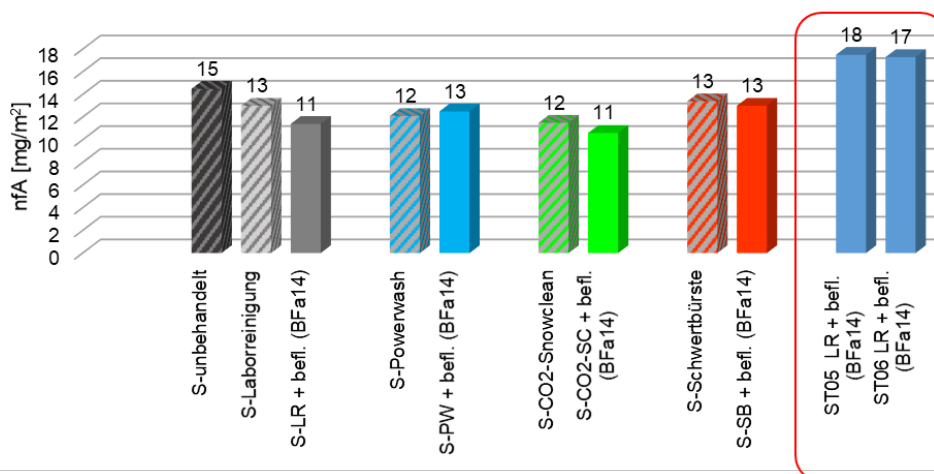


Abbildung 88: Gravimetrisch ermittelte Additivaufgabe der Substrate S, Stoßfänger vs. Testplatten differenziert nach unbehandelt, gereinigt (schraffiert) und beflammt (BFa14, vollgefüllte Balken)

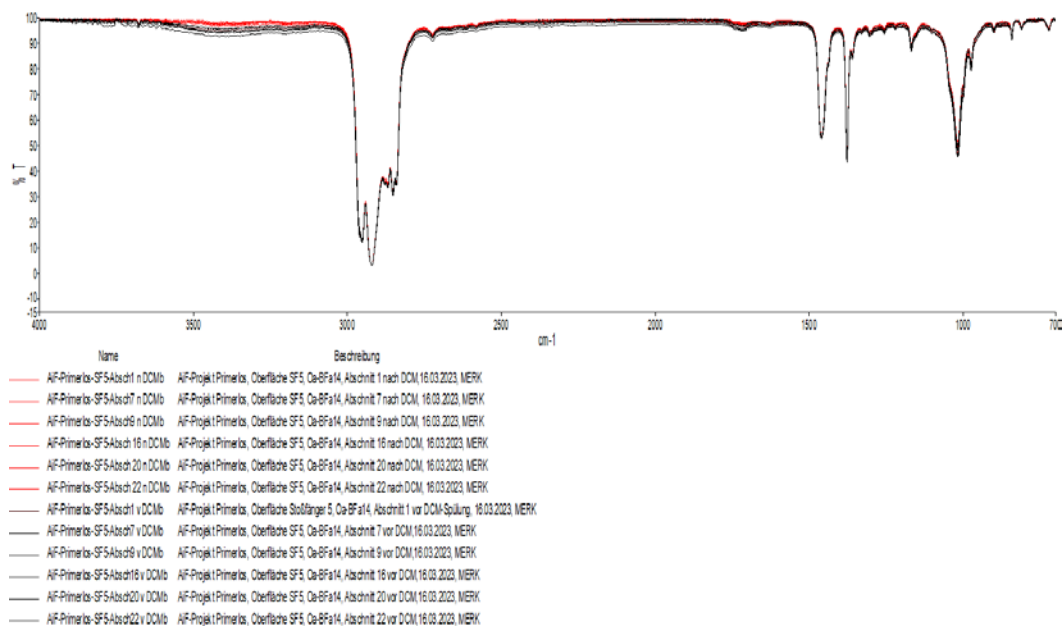


Abbildung 89: IR-Spektren, Stoßfänger Nr. 5 beflammt, vor (schwarz) und nach (rot) DCM-Spülung (Sechsfachbestimmung)

4.8.4 Zetapotential (FE3)

Abbildung 90 vergleicht das pH-abhängige Zetapotential ausgewählter Ausschnitte der Stoßfänger unbehandelt, nach Laborreinigung und nach Reinigung und Beflammung mit den entsprechenden Kurven für die Platten S. Der Verlauf der Kurven für die unbehandelten und gereinigten Stoßfänger ist in wesentlichen Teilen ähnlich dem der Platten S, allerdings knickt die Kurve im Säuren stärker ab und erreicht im Basischen

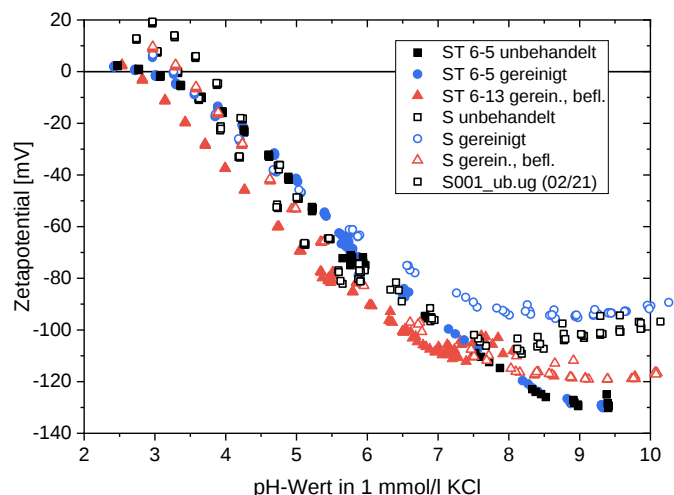


Abbildung 90: Links: Zetapotential ausgewählter Ausschnitte der Platten S (offene Symbole) und der Stoßfänger (volle Symbole), unbehandelt (schwarz) sowie nach Laborreinigung und nach Reinigung + Beflammung (rot)

höhere Absolutwerte. Die Interpretation dieser Fakten ist schwierig, da die genaue Zusammensetzung der Materialien nicht bekannt ist. Im Falle der Stoßfänger ist ein deutlicher Aktivierungseffekt (Erzeugung saurer Gruppen) durch die Beflammung zu erkennen. Im Gegensatz zu früher untersuchten Proben konnten diese bereits ca. 6 Stunden nach der Aktivierung gemessen werden, so dass die Aktivierung noch nachweisbar war.

4.8.5 Ergebnisse der Lackhaftfestigkeitsprüfungen (FE1)

Die Haftfestigkeit wurde an den Stoßfänger-Teilabschnitten sowohl an den an der FE1 lackierten, als auch an den bereits lackierten Stoßfängern eines Kfz-Unternehmens mittels Hochdruckwasserstrahlprüfung untersucht und mit den Ergebnissen der Platten verglichen. Es kamen wiederum die modifizierten Verfahren B (Variante 6) und A (Variante 8) wie auch die Original Prüfmethode B mit Scratchmaster oder Cuttermesser (= Variante 4) zum Einsatz.

In Abbildung 91 sind die einzelnen Resultate aus den Haftungsprüfungen in Abhängigkeit ihrer Lage am Stoßfänger dargestellt. Pro Stoßfänger konnten an 13-15 Teilabschnitten 22-26 Kreuzschnitte ausgeführt werden, wobei die schraffierten Kacheln zwei unterschiedliche Ergebnisse wiedergeben.

Bis auf die Ausprüfung im Original-Verfahren B, welches wie erwartet nahezu immer gute Resultate ergab, zeigten die anderen Ausprüfungsvarianten durchweg differenzierte Ergebnisse, teilweise verstärkt n. i. O. an der Frontseite, teilweise seitlich. Eine generelle, lokale Zuordnung der Enthftung war jedoch nicht gegeben.

Stoßfänger Nr. 5 und 6, an der FE1 lackiert:

a) Var. 6



b) Var. 8



Stoßfänger 1 bis 4 aus Produktionslinie Kfz-Hersteller:

c) Var. 6



d) Var.8



e) Original-Verfahren B



f) Var. 4 (B, Cuttermesser)



Abbildung 91: Ergebnisse Hochdruckwasserstrahltest Stoßfänger,
a) + c) Variante 6 (Verfahren B modifiziert),
b) + d) Variante 8 (Verfahren A modifiziert),
e) Original-Verfahren B,
f) Variante 4 (Verfahren B modifiziert, Cuttermesser)
Lackierung schwarz, Zweischichtaufbau, (c - f aus Kfz-Produktionslinie)

In Abbildung 92 und 93 sind die Ergebnisse aus den Haftfestigkeitsprüfungen zusammenfassend den Platten gegenübergestellt.

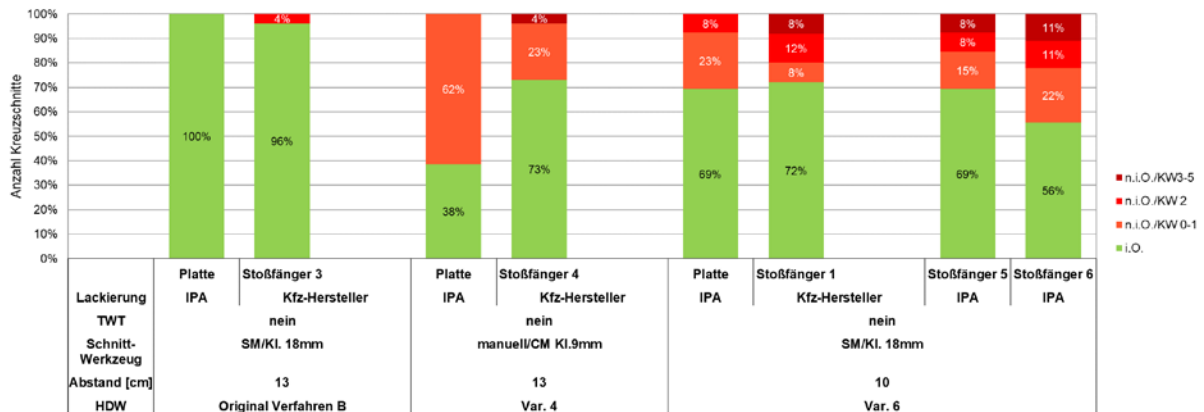


Abbildung 92: Ergebnisse Hochdruckwasserstrahltest Platten S vs Stoßfänger, Lackierung schwarz, Zweischichtaufbau, differenziert nach Lackierung IPA und Kfz-Hersteller sowie Prüfverfahren Original Verfahren B und davon abgeleitete Varianten

Die Ausprüfung nach Verfahren B bestätigte die „zu guten“ Ergebnisse, die sich bei der Prüfung bereits anhand der Platten ergeben hatten. Eine stärkere Differenzierung zeigte Variante 4, hier ergaben sich jedoch Unterschiede zu den Prüfplatten, denn der i. O.-Anteil war auf den Stoßfängern deutlich höher. Eine gute Übereinstimmung der Ergebnisse lieferte die Ausprüfung nach Variante 6, unabhängig davon, ob die Lackierung des Stoßfängers an FE1 oder in der Produktionslinie eines Kfz-Herstellers erfolgte.

Auch die Ausprüfung nach dem modifizierten Verfahren A (Variante 8) zeigte bei Stoßfänger Nr. 5, an FE1 lackiert, eine gute Übereinstimmung mit dem Haftfestigkeitsergebnis bei der Prüfung auf Platten. Ein zweiter Stoßfänger (Nr. 6), mit denselben Prozessparametern, der dem Stoßfänger Nr. 5 entsprechen sollte, zeigte allerdings eine bessere Lackhaftfestigkeit. Hieraus folgt, dass letztlich doch jedes Teil als Individuum zu sehen ist, eine 100-prozentige Übertragbarkeit nicht gegeben ist und nur mit statistisch ausreichend großer Anzahl an Proben eine Aussage getroffen werden kann.

Stoßfänger Nr. 2, aus der Produktionslinie des Kfz-Herstellers, ergab ein etwas schlechteres Ergebnis. Da die Reinigung, Aktivierung und Beschichtung nach dessen Standardprozess und dessen Lackaufbau erfolgte, ist das Ergebnis nur bedingt vergleichbar.

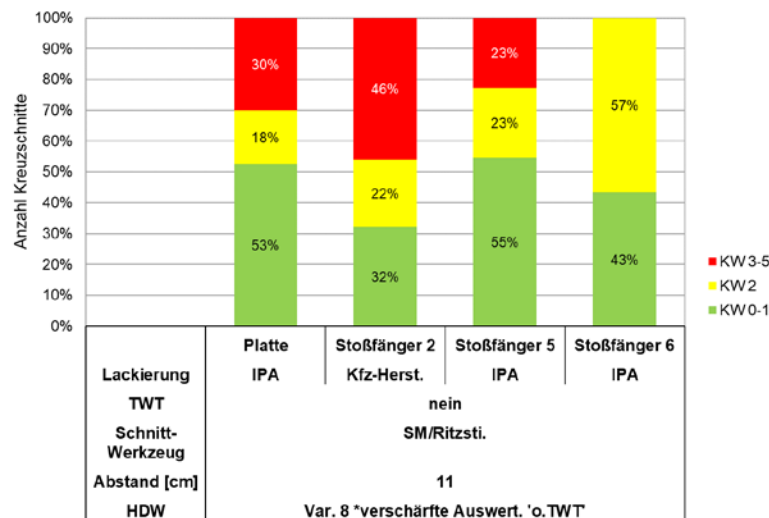


Abbildung 93: Ergebnisse Hochdruckwasserstrahltest Platten S vs Stoßfänger, Lackierung schwarz, Zweischichtaufbau, differenziert nach Lackierung FE1 und Kfz-Hersteller, modifiziertes Prüfverfahren (Var. 8)

Konfokalmikroskopische Untersuchungen zeigten auch bei den Stoßfängern eindeutig Kohäsionsbruch. Die Bruchflächen wiesen in Abhängigkeit von ihrer Lage im Bauteil sehr unterschiedliche Charakteristika mit variablen Rauheiten ($S_q \sim 3 - 6 \mu\text{m}$) auf. In Abbildung 94 sind einige Beispiele gezeigt. Die Tiefe der Abplatzungen variierte zwischen $30 \mu\text{m}$ und $65 \mu\text{m}$, wobei auch hier die Lage im Bauteil einen größeren Einfluss hatte als Lackierungen und eingesetzte Tests.

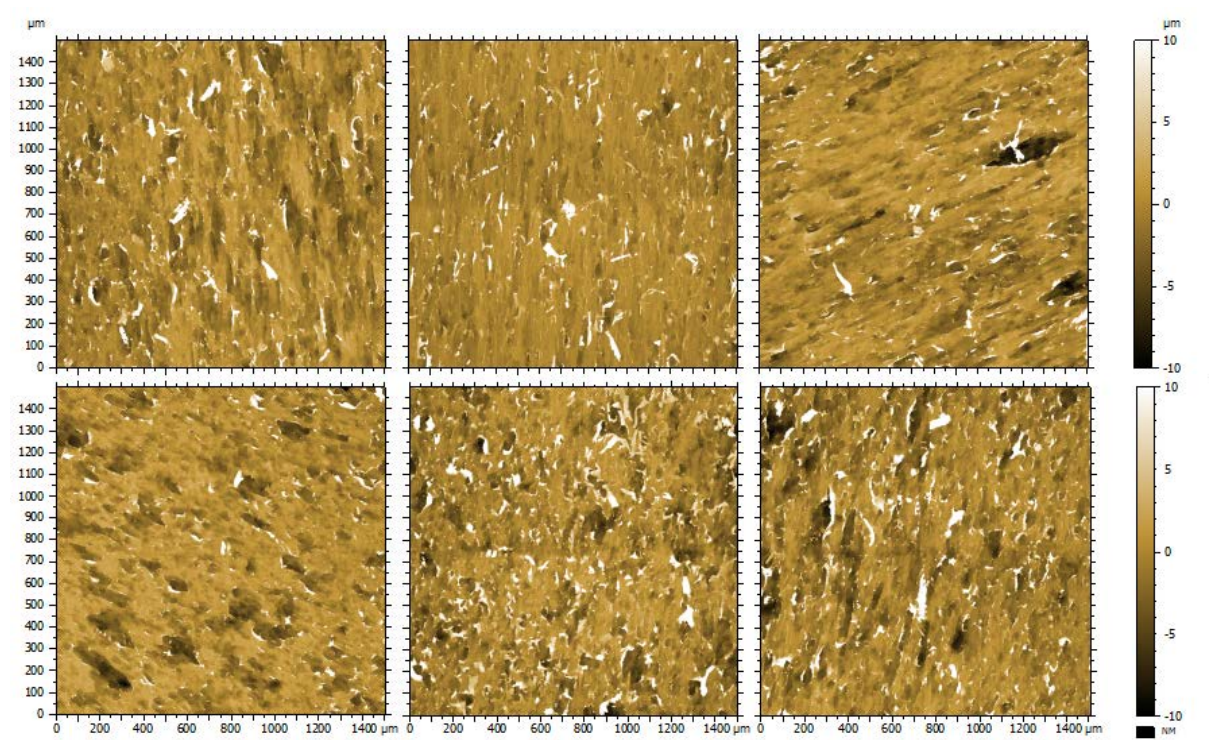


Abbildung 94: Konfokalmikroskopische Höhenbilder im Bereich der Lackabplatzungen in verschiedenen Bereichen der Stoßfänger.

5 Verwendung der Zuwendung

Forschungseinrichtung 1 (Fraunhofer IPA):

- wissenschaftlich-technisches Personal (Einzelansatz A.1 des Finanzierungsplans):

Wiss. Techn. Personal	Personenmonate				
	2020	2021	2022	2023	Summe
HPA A1	5,99	10,88	7,86	2,03	26,76

- Geräte (Einzelansatz B des Finanzierungsplans): nicht vorgesehen
- Leistungen Dritter (Einzelansatz C des Finanzierungsplans): nicht vorgesehen

Forschungseinrichtung 2 (FILK Freiberg Institute gGmbH):

- wissenschaftlich-technisches Personal (Einzelansatz A.1 des Finanzierungsplans):

Wiss. Techn. Personal	Personenmonate				
	2020	2021	2022	2023	Summe
HPA A	6,33	7,25	2,25	0,52	16,35

- Geräte (Einzelansatz B des Finanzierungsplans):
Das Pyrosil®-Modul für die Beflammungsanlage wurde 2020 bezahlt. Es wurde entsprechend der Projektplanung eingesetzt. Das dafür erforderliche Abluftsystem wurde im Rahmen größerer Umbaumaßnahmen umgesetzt und daher aus anderen Mitteln finanziert.
- Leistungen Dritter (Einzelansatz C des Finanzierungsplans): nicht vorgesehen

Forschungseinrichtung 3 (Leibniz-Institut für Polymerforschung Dresden e.V.):

Wiss. Techn. Personal	Personenmonate				
	2020	2021	2022	2023	Summe
HPA A1	2 PM	14 PM	12,4 PM	3 PM	31,4 PM

- Geräte (Einzelansatz B des Finanzierungsplans): nicht vorgesehen
- Leistungen Dritter (Einzelansatz C des Finanzierungsplans): nicht vorgesehen

6 Gegenüberstellung der durchgeführten Arbeiten und des Ergebnisses mit den Zielen

Die in Abschnitt 2 beschriebenen Forschungsziele wurden erreicht.

Ziel	Ergebnis
Materialbeschaffung und Vorprüfung der Formulierungskomponenten für das PP-Compound und Basislacke unterschiedlicher Farben	Das Plattenmaterial wurde, wie im PA vereinbart, in drei Werkstoffvarianten und in je 2 Chargen von einem PA-Mitglied zur Verfügung gestellt und seitens FE1 entgegengenommen bzw. auch, soweit erforderlich, an die Partnerinstitute weitergeleitet. Referenzplatten wurden für Anfangsvergleiche mit einbezogen (waren als Restbestand aus dem Vorgängerprojekt noch vorhanden). Sechs 3D-Formteile trafen termingerecht für die Bearbeitung von AP10 ein. Das von einem PA-Teilnehmer zur Verfügung gestellte Lackmaterial (Primer und drei verschiedene Basislacke, Klarlack incl. Härter und Verdünnung) wurde in mehreren Chargen (entsprechend Haltbarkeitsdauer) entgegengenommen. Für die Probenbezeichnungen wurde eine Nomenklatur entwickelt und eine Übersichtsliste eingerichtet. Erste orientierende Versuche zur Methoden-anpassung erfolgten.
Herstellung und Oberflächenanalyse der PP-Werkstoffvarianten mit variierter disperser Phase und Füllstoff (Talkum) unterschiedlicher Größe	Durch alle drei FE wurden vergleichend Kontaktwinkelmessungen durchgeführt. Unbehandelt war die Oberflächenenergie bei allen vier Substraten gering, nach Aktivierung durch Beflammen zeigte sich die gewünschte Erhöhung der Gesamtoberflächenenergie sowie des polaren Anteils. Bei allen Platten ergaben sich ähnliche Werte. Begleitend zu den Kontaktwinkelmessungen erfolgten Prüftintentests nach Industrievorgaben zur Überprüfung der Zielwerte. Zetapotentialmessungen zeigten nur einen geringen Einfluss der Aktivierung. Spülproben zur gravimetrischen Ermittlung löslicher Bestandteile auf der Substratoberfläche zeigten im Vergleich der verschiedenen Substrate (unbehandelt / gereinigt / aktiviert) Schwankungen, die Größenordnung der jeweiligen Additivaufgaben blieb aber identisch.

	DSC-Messungen zur Ermittlung des Kristallinitätsgrades erwiesen sich aufgrund fehlender Eingangsdaten als nicht zielführend, es konnten lediglich Glasübergangstemperaturbereiche bestimmt werden. Untersuchungen zum Quellverhalten belegten keine Dickenänderung der Plattenmaterialien nach Auftrag eines Co-Lösungsmittels des Basislackes.
Optimierung der Beflammung	Seitens FE2 wurden die Prozessparameter der Beflammung aus den Vorgängerprojekt angewendet und an das in diesem Projekt vorliegende Plattenmaterial angepasst. Die Erfüllung der Zielwerte der Industrie wurde mit Kontaktwinkelmessungen und Prüftinentests geprüft.
Herstellen von Probebeschichtungen und Prüfen der Lackhaftung	Seitens FE1 wurden die erhaltenen Versuchslacke applikationstechnisch erprobt und angepasst, über Parametereinstellungen konnten die vorgegebenen Schichtdicken erreicht werden. Die Sicherstellung vergleichbarer Versuchsergebnisse erforderte während der ganzen Arbeiten eine blockweise Bereitstellung der zu prüfenden Platten und wegen der räumlichen Trennung von Aktivierung und Lackierung (Übernachtversand FE2 → FE1) die Einhaltung eines strengen Zeitplans. Für die Prüfung der Lackhaftfestigkeit wurden zunächst die Werksnormen zweier namhafter Kfz-Hersteller angewendet (Druckwasserstrahltest mit und ohne vorausgehendem Klimawechseltest) und weitere Haftfestigkeitsprüfmethoden (Klimawechseltest + Steinschlag + Gitterschnittprüfung / Kondenswasserkonstantklimatest) evaluiert. Es zeigte sich jedoch, dass unabhängig von gewissen Abstufungen zwischen den unterschiedlichen Substraten (S, H, N, ggf. R), Aufbauten (Zweischicht vs. Dreischicht) und Basislacktypen (Schwarz, Weiß, Silbermetallic) das Verfahren A sehr hart war und wegen allzu oft „schlechter“ Ergebnisse zu wenig Unterscheidungsmöglichkeiten bot. Das Verfahren B fiel dagegen immer relativ mild aus und differenzierte aufgrund allgemein „guter“ Ergebnisse ebenfalls wenig. Da auch die übrigen Prüfungen keine bessere Differenzierung ermöglichten (wiederum „zu gute“ Resultate) wurde im PA beschlossen, von den Werksvorgaben abzuweichen und stattdessen neue, projektspezifische Testbedingungen festzulegen und diese anhand von Zweischichtaufbauten und bei Verwendung des schwarzen Basislackes anzuwenden. Im Endergebnis konnten zwei Prüfverfahren mit

	verbesserter Ergebnisdifferenzierung entwickelt werden (Var. 6 und 8).
Bewerten von Versagensmechanismen und Untersuchungen zum kohäsiven Versagen des Substrats	An der FE3 wurden die Platten nach Lackhaftungstest mittels Konfokalmikroskopie und REM in Verbindung mit EDX analysiert. Die Methoden wiesen bei allen Materialien Kohäsionsbruch im Substrat als Versagensmechanismus nach; an einigen Stellen auch eine Ablösung des Decklacks. Die Verteilung der Füllstoffe in den unterschiedlichen Substraten spiegelte sich in den Bruchbildern wider, hatte aber keinen Einfluss auf den Versagensmechanismus.
Vergleich der Reinigungsmethoden und Auswahl der Kunststoffvarianten nach Standardvorbehandlung	Die industriellen Reinigungsverfahren (Powerwash / CO ₂ -Schneestrahl- / Schwertbürstenreinigung) konnten wie geplant bei den Projektpartnern aus dem PA vor Ort durchgeführt werden. Anschließend erfolgte die Beflammung mit optimierten Prozessparametern Bfa14, woraufhin die Plattenmaterialien ausgiebig charakterisiert wurden. Die nun angepassten Prüfverfahren Var. 6 und Var. 8 zur Untersuchung der Haftfestigkeit differenzierten gut, lieferten allerdings nur teilweise übereinstimmende Ergebnisse. Die Erkenntnis, dass Platten H gegenüber S nur bei Prüfvariante 8 deutlich schlechter waren, führte dazu, dass beide Prüfvarianten beibehalten wurden. Die Haftungsergebnisse spiegelten die Kontaktwinkel-unterschiede bei den unterschiedlichen Reinigungs-verfahren nicht wider: Schwertbürsten- und Schneestrahlreinigung hatten gegenüber Powerwash zu geringerer Oberflächenenergie geführt und zeigten nach Beflammen einen deutlich niedrigeren polaren Anteil, waren aber in Bezug auf die Lackhaftfestigkeit nicht schlechter. Bei den Spülproben hatten sich keine signifikanten Unterschiede ergeben.
Untersuchungen des Einflusses durch den Aktivierungsprozess	Die Aktivierung der Bauteiloberfläche erfolgte mittels Beflammung. Durch Variation der Prozessparameter konnten optimierte Beflammungsbedingungen (Bfa14) ermittelt werden. Die Beflammungsprozesse wurden zudem mittels Thermografie begleitet und es konnte eine Korrelation zwischen der Oberflächentemperatur kurz nach der Beflammung und der erzielten Oberflächenenergie aufgezeigt sowie ein mathematischer Zusammenhang zwischen Oberflächentemperatur und dem Grad der Oberflächenaktivierung abgeleitet werden.
Untersuchung der Wirksamkeit alternativer Aktivierungs-	Es erfolgten Aktivierungen der Plattenmaterialien mittels Beflammung mit Silikatisierung und Plasma-düse.

methoden der ausgewählten PP-Werkstoffe	Kontaktwinkelmessungen zeigten an Platten S bei Beflammung mit Silikatisierung kaum Aktivierungseffekte - die gewünschte Erhöhung des polaren Anteils blieb aus, allerdings wurden sehr geringe Rückzugswinkel gemessen. Ganz anders bei Anwendung der rotierenden AD-Plasmadüse. Sie lieferte deutlich höhere Werte in der Gesamtoberflächenenergie, insbesondere im polaren Anteil, bei Platten S noch höher als bei H, wobei Variante PD05 durch die hohe Intensität zu deutlichen Veränderungen an der Oberfläche führte. Eine mögliche Überbehandlung und die Entstehung von LMWOM-Schichten bei den Plasma-Aktivierungen zeigte sich in aufgenommenen IR-Spektren durch Abnahme der Intensität der polaren Banden nach DCM-Spülung. Die Größenordnung der jeweiligen Auflagemengen bei den Spülproben blieb allerdings für beide alternativen Aktivierungsmethoden nahezu gleich. Die Lackhaftfestigkeitsprüfungen mittels Hochdruckwasserstrahltest ergaben kein eindeutiges Bild. Bei einer Beflammung mit Silikatisierung führte die modifizierte Prüfvariante 6 zu keinem Vorteil, Prüfvariante 8 führte sogar zu schlechteren Ergebnissen. Auch bei der rotierenden AD-Plasmadüse ist eine generelle Aussage schwierig: Bei Substrat S zeigte die Plasmadüse unter Prüfvariante 8 schlechtere Resultate als bei Aktivierung mittels Beflammung, bei H waren die Ergebnisse generell ungünstiger. Unter Prüfvariante 6 unterschieden sich S und H nicht signifikant. Teilweise trat eine leichte Verbesserung gegenüber der herkömmlichen Beflammung auf.
Variation der Spritzgussparameter	An der FE3 wurden Platten mit geänderter Werkzeugtemperatur spritzgegossen. Die Variation anderer Prozessparameter wurde nach Vorversuchen als nicht zielführend eingeschätzt. Bezüglich der Kontaktwinkelmessungen zeigten diese Platten keine signifikanten Unterschiede zu den bisher im Projekt verwendeten Platten eines PA-Mitgliedes. Nach Beflammung konnten gleiche Werte für die Gesamtoberflächenenergie erreicht werden, der polare Anteil lag bei den Platten mit höherer Vorlauftemperatur etwas höher, aber im Schwankungsbereich der ursprünglich verwendeten Platten. Bei DCM-Spülproben konnten zunächst leichte Unterschiede ausgemacht werden, diese waren nach Beflammung allerdings verschwunden.

	Lackhaftfestigkeitsprüfungen führten bei Prüfvariante 6 für Platten S, Si und SiT sowie H, Hi und HiT zu relativ guten Übereinstimmungen mit leichtem Vorteil für die am IPF erzeugten Probeplatten. Deutlicher ist dieser Vorteil bei Prüfvariante 8 für die Platten Si, SiT und Hi, wobei hier die H-Typen (H, Hi und HiT) insgesamt schlechtere Resultate zeigen.
Auswahl und Überprüfung der optimalen Kombination aus Kunststoff, Vorbehandlung und Lackaufbau	Im Projektverlauf wurden drei verschiedene Substrate charakterisiert und verglichen. Sie waren in ihren Eigenschaften einander sehr ähnlich. Bezüglich der Lackhaftfestigkeit konnten für die alternativen Substrattypen (Platten H und N) keine Vorteile ausgemacht werden. Das Standardsubstrat (Serienprodukt) war insgesamt am besten. Für eine Verbesserung der Lackhaftfestigkeit ergaben die Veränderungen der Füllstoffcharakteristika bei gleichbleibendem Polyolefin-Compound keine Vorteile. Erste Untersuchungen hatten gezeigt, dass ein weiteres Substrat aus dem Vorgängerprojekt gegenüber den Substrattypen, die hier Gegenstand des Projektes sein sollten, bei einer Ausprüfung nach Verfahren A grundsätzlich bessere Ergebnisse lieferte. Die für eine bessere Differenzierung notwendig gewordene Anpassung der Prüfparameter beim Hochdruckwasserstrahltest führte nach wie vor nur zum Teil zu übereinstimmenden Ergebnissen. Allgemeingültige Aussagen erscheinen daher schwierig. Diese Erkenntnis wurde auch bei Untersuchungen bzgl. der Reinigungsverfahren und Vorbehandlungsvarianten bestätigt: Ergebnisse industrieller Reinigungsverfahren recht ähnlich, mit leichtem Nachteil für Powerwash bei Prüfvariante 8, aber Vorteil bei Prüfvariante 6 (Platten S). Alternative Aktivierungsverfahren: Schlechtere Ergebnisse im Vergleich zu Beflammung bei Prüfvariante 8, aber gleich oder mit leichtem Vorteil bei Prüfvariante 6 (Platten S). Im Vergleich Platten S zu Platten H zeigen letztere bei Ausprüfung nach Variante 8 weitestgehend deutlich schlechtere Resultate.
Vergleichsanalysen und Übertragbarkeit auf 3D-Formteile	Kontaktwinkelmessungen und DCM-Spülproben wurden vergleichend an Prüfplatten und ausgeschnittenen, unlackierten Stoßfänger-Segmenten durchgeführt. Die Stoßfänger zeigten hierbei einen recht hohen polaren Anteil sowie eine relativ hohe Additivaufgabe. Für Aussagen zur Lackhaftfestigkeit wurden neben an der FE1 lackierten auch Stoßfänger mit

	Originallackierung durch ein PA-Mitglied untersucht. Die Ergebnisse der Stoßfänger erreichten bei Prüfvariante 8 in etwa das Niveau der Probeplatten, die Lackhaftfestigkeit war bei den an der FE1 lackierten Teilabschnitten etwas besser als bei denen aus industrieller Lackierung, wobei zu berücksichtigen ist, dass in diesem Fall die Vorbehandlungs- und Beschichtungsprozesse nur teilweise übereinstimmen. Prüfvariante 6 lieferte in diesem konkreten Fall mit Prüfvariante 8 übereinstimmende Resultate, auch unabhängig davon, ob die Lackierung bei FE1 oder beim Industriepartner erfolgte. Die Stoßfänger zeigten allesamt differenzierende Ergebnisse, eine generelle, lokale Zuordnung von Enthaftungserscheinungen war nicht möglich.
--	--

7 **Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit**

Das wissenschaftliche Personal wurde planmäßig entsprechend der Projektplanung eingesetzt. Die durchgeführten Arbeiten waren in Bezug auf den Umfang angemessen, sie entsprechen den im Projektplan angestrebten Zielen. Aufgrund eingetretener zeitlicher Verzögerungen (insbesondere im Zusammenhang mit den unerwartet erforderlich gewordenen Prüfmethodenanpassungen, s.u.) wurde die Projektlaufzeit aber kostenneutral verlängert.

FE1 (IPA): Neben chemisch-physikalischen Untersuchungen nahmen die Versuche zur Beschichtung der vorbehandelten Platten und zu ihrer Ausprüfung (einschl. Auswertung) den größten Teilumfang an den durchgeführten Arbeiten ein. Der für das Projekt geleistete Personaleinsatz war notwendig und angemessen. Dabei führten die unzureichenden Differenzierungsmöglichkeiten der ursprünglich eingesetzten Werknormen sowie die deshalb erforderlichen, sehr umfangreichen Versuche zur Methoden-anpassung leider zu Verzögerungen. Diese wurden durch Mehrarbeit bzw. durch eine kostenneutrale Laufzeitverlängerung ausgeglichen.

FE2 (FILK): Neben zahlreichen Charakterisierungsuntersuchungen, wie Kontaktwinkelmessungen, Prüftintentests, Profilometrie, Ellipsometrie, XPS, REM, Thermografie usw. nahmen vor allem die zahlreichen Reinigungs- und Beflammungsversuche für die Projektpartner, aber auch die Aktivierungen mit alternativen Modifizierungsverfahren (Beflammung mit Silikatisierung, Plasmaaktivierung) den größten Teil der durchgeführten Arbeiten ein. Die im Projekt durchgeführten Arbeiten waren zur Erreichung der Projektziele notwendig und in ihrem Umfang angemessen.

FE 3 (IPF): Am IPF wurde eine umfassende physikochemische Charakterisierung der Platten vor und nach einzelnen Bearbeitungsschritten sowie eine aufwändige Untersuchung der Versagensmechanismen vorgenommen. Im Rahmen des AP8 wurden Versuche zur Variation der Spritzgussparameter durchgeführt und eine ausreichende Menge Platten für alle geplanten Untersuchungen gegossen. Die durchgeführten Arbeiten waren zur Erreichung der Projektziele notwendig und in ihrem Umfang angemessen.

8 Darstellung des wissenschaftlich-technischen und wirtschaftlichen Nutzens der erzielten Ergebnisse, insbesondere für KMU

8.1 Wissenschaftlich-technischer Nutzen

Der Nutzen für die Industrie und insbesondere KMU ist folgender:

- Aufgrund der vielfältigen Fertigungsschritte bei Beschichtungsprozessen auf Kunststoffsubstraten resultieren zahlreiche Fehlermöglichkeiten. Die Suche nach den Auslösern ist im Sinne der Qualitätssicherung erforderlich, stellt jedoch eine mühsame, zeitraubende und daher teure Zusatzarbeit dar. Für die zweischichtige (primerlose) Beschichtung von Kunststoffbauteilen gilt dies noch mehr als für „klassisch“ dreischichtig lackierte Werkstücke.
- Die vorwettbewerbliche Untersuchung der Material- und Prozesseinflüsse mit diversen wissenschaftlichen Methoden ermöglichte tiefere Einblicke in die Aufklärung von Haftversagensmechanismen und legt entsprechende Zusammenhänge zwischen dem PP-Compound-Substrat, der Vorbehandlung und der Beschichtung der Bauteile (unter besonderer Berücksichtigung der primerlosen Beschichtungstechnologie) in übersichtlicher Form dar.
- KMU haben i.d.R. begrenzte F+E-Kapazitäten, die für grundlegende Untersuchungen meist nicht ausreichend sind. Deshalb sind gerade für KMU fundierte Erkenntnisse wichtig, auf die ihre eigene F+E zur Produktentwicklung und zur Gestaltung der Fertigungsprozesse aufbauen kann. Die detaillierte Untersuchung der Material- und Prozesseinflüsse bestätigt einerseits und erklärt andererseits die intuitive Erfahrung von Anwendern, dass Kunststoffsubstrate, anders als Metallsubstrate, im Prozessverlauf durch diverse Einflüsse ihre Oberflächeneigenschaften verändern.
- Durch das im Projekt aufgebaute Know-How zur Aufklärung von Auswirkungen unterschiedlicher Substrate, von Schadensmechanismen sowie von Prozesseinflüssen aus Reinigungs- und Aktivierungsschritten können die Unternehmen ihre Material- und Technologieauswahl mit deutlich geringerem eigenem Untersuchungsaufwand optimieren und Fehlinvestitionen vermeiden. Auch können sie in Zukunft auf die kompetente Unterstützung der beteiligten Forschungseinrichtungen zurückgreifen. Die veröffentlichte Auswahl an zielführenden Methoden und Interpretationshilfen kann auch im Schadensfall zu Hilfe genommen werden.

8.2 Innovativer Beitrag der Forschungsergebnisse und ihre industriellen Anwendungsmöglichkeiten

- Die Ergebnisse zeigen, dass die primerlose (zweischichtige) Applikation, insbesondere in puncto Substrathaftung nach dem Druckwasserstrahltest, etwas kritischer erscheint als der klassische Dreischichtaufbau. Dessen unbeschadet können auch ohne Primer akzeptable Ergebnisse erhalten werden, wobei die Akzeptanz allerdings auch stark vom individuellen Prüfverfahren (insbesondere Schnittbreite und Düsenabstand) abhängt.
- In diesem Zusammenhang stimmten die Ergebnisse der zwei anhand der Projektergebnisse modifizierten OEM-Werksnormen nicht immer überein. Allgemeingültige

Aussagen erscheinen daher schwierig. Dies bedeutet, dass zur Auswahl des jeweiligen Prüf- und Auswerteverfahrens die Felderfahrungen aus dem praktischen Einsatz zu berücksichtigen sind.

- Es wurde aufgezeigt, dass eine reine Betrachtung der Oberflächenenergie bzw. des Kontaktwinkels nach Reinigung und Aktivierung der Substrate nur begrenzte Aussagen zur Haftfestigkeit der auf den Substraten applizierten Beschichtungen erlaubt. Eine Erhöhung der Oberflächenenergie auf den Substraten durch Reinigung und Aktivierung stellt zwar eine Grundvoraussetzung dafür dar, dass die Beschichtungen überhaupt auf dem Substrat haften. Für ein weiteres, verfeinertes Ranking der Haftung des Lackverbundes in Abhängigkeit von Unterschieden der (bereits erhöhten) Oberflächenenergie, besteht jedoch keine Basis, insbesondere nicht anhand der Ergebnisse der Druckwasserstrahltests.
- Damit stellen sich die drei getesteten Reinigungsverfahren (Powerwash, Schwertbürste, CO₂-Schneestrahlnreinigung) als im Wesentlichen gleichwertig dar. Dasselbe gilt für die alternativen Aktivierungsverfahren (Plasmabehandlung und Beflammung mit Silikatisierung), so dass die „klassische“ Beflammung aufgrund ihres geringeren Aufwandes wohl weiterhin die Vorzugsvariante darstellen dürfte.
- Die Additivaufmengen (summarisch / gravimetrisch ermittelt) zeigten Schwankungen, lagen aber immer im gleichen Bereich von 10-18 mg/m². Wenn man die bereits aus dem Vorgängerprojekt bekannte Tatsache zugrunde legt, dass stets Additive aus dem Kunststoffinneren an die Oberfläche nachdiffundieren, erscheint dies auch plausibel.
- Industriell gefertigte Prüfplatten und unter Variation der Spritzgießparameter am IPF hergestellte Platten zeigten keine nennenswerten Unterschiede. Die Versuchsparameter und Untersuchungsergebnisse aus Testreihen auf solchen planaren Substraten konnten im Wesentlichen auch auf 3D-Formteile übertragen werden. In puncto Haftfestigkeit und Oberflächenenergie wurden aber lokale Unterschiede und Schwankungen festgestellt. Dabei war keine Systematik zu erkennen, so dass jedes Bauteil als „Einzelindividuum“ betrachtet werden muss.

9 Ergebnistransfer in die Wirtschaft

9.1 Bisherige Transfermaßnahmen

Maßnahme	Ziel/Rahmen	Zeitraum/Datum
Information der Unternehmen des Projektbegleitenden Ausschusses (PA)	Abstimmung der Vorgehensweise, frühe Bekanntgabe und Diskussion von Projektergebnissen	1. PA: 17.09.2020 2. PA: 06.05.2021 3. PA: 23.11.2021 4. PA: 28.09.2022 5. PA: 23.05.2023
Gezielte Ansprache potenziell interessierter Unternehmen innerhalb des PA	Frühe Bekanntgabe von Projektergebnissen und Transfer in die Industrie	a) Telefonkonferenzen mit einem Kunststoffhersteller (PA-Teilnehmer) i. Zsh. mit der Substratbereitstellung b) Telefonische Besprechungen mit einem Lackhersteller (PA-Mitglied) i. Zsh. mit der Auswahl von Beschichtungsstoffen c) Fachdiskussionen mit drei PA-Teilnehmern i. Zsh. mit Reinigungsschritten
Gezielte Ansprache potenziell interessierter Unternehmen außerhalb des PA	Frühe Bekanntgabe der Projektergebnisse und Transfer in die Industrie	Diskussion mit Fa. Oerter (Hersteller des verwendeten Spritzroboters)
Publikation in Fachzeitschriften: a) Besser lackieren (KMU-Presse)	a) Bereitstellung der Projektergebnisse für Fachleute / Praktiker	18.10.2022 und 24.10.2023 (siehe Abschn. 9.4)
FV/FE-News	rasche und umfassende Verbreitung wird durch den elektronischen Newsletter sichergestellt	Fh IPA-E-Newsletter, 26.10.2022
Vorstellung der Ergebnisse in FPL-Gremien: a) Forschungsbeirat b) Mitgliederversammlung	a), b): Bericht zum Projektfortschritt und Bekannt- / Weitergabe von Ergebnissen	a) 12.01.2021, 11.01.2022, 10.01.2023 b) -
Vorträge/Präsentationen	Bekannt- und Weitergabe von Ergebnissen an Fachleute und Wissenschaftler	Webinar am 11.07.2023 (i. R. der IPA-Webinarreihe) Mitarbeiterseminar am 03.11.2021 am FILK
Übernahme der Ergebnisse in die akademische Lehre der Uni Stuttgart sowie in die berufliche Weiterbildung	Bekannt- und Weitergabe von Informationen über die Ergebnisse	Lackchemie-Vorlesung Dr. M. Hilt, Teilergebnisse, soweit Lehrinhalt
Wissensvermittlung und Einbeziehung neuester Forschungsergebnisse in die Lehre der TU Bergakademie Freiberg	Bekannt- und Weitergabe von Informationen über die Ergebnisse	Lehrveranstaltung Polymerwerkstoffe (Prof. Schulz)

9.2 Geplante Transfermaßnahmen

Maßnahme	Ziel/Rahmen	Zeitraum/Datum
Publikation der Projektergebnisse im Internet, FV/FE-News, Veröffentlichung des Bearbeitungsinhaltes und der Kontaktpersonen	Bereitstellung der Projektergebnisse für einen breiten Interessentenkreis	FPL-Homepage: Download Schlussbericht Fh IPA-Homepage: Abstract des Forschungsvorhabens FILK-Homepage: Kurzfassung Schlussbericht IPF-Homepage: Abstract des Forschungsvorhabens
Gremienarbeit, Einbeziehung von Multiplikatoren	Mitarbeiter der FE sind Mitglieder in Gremien, anlässlich der Sitzungen wird über die Durchführung und erzielte Ergebnisse des FV berichtet	DFO: FA Beschichten von Kunststoffen OLT
Publikation in Fachzeitschriften: a) Besser lackieren (KMU-Presse)	Bereitstellung der Projektergebnisse für Fachleute und Wissenschaftler	a) 1x nach Projektende
FV/FE-News	Eine rasche und umfassende Verbreitung wird durch den elektronischen Newsletter sichergestellt	Fh IPA-E-Newsletter, 1x nach Projektende Fh IPA Jahresbericht FILK Jahresbericht 2023
Weitergabe des Forschungsberichts an interessierte Firmen	Detaillierte Information über die Projektergebnisse	Nach Beendigung des Projektes, anlässlich bilateraler Firmenkontakte/-projekte
Vorstellung der Ergebnisse in FPL-Gremien: a) Forschungsbeirat b) Mitgliederversammlung	Bekannt-/Weitergabe von Ergebnissen	a), b) jeweils 1x nach Projektabschluss
Vorstellung der Ergebnisse im FILK-Fachbeirat	Bericht zum Projektende und Bekannt-/Weitergabe von Ergebnissen an Vertreter der Industrie	1x nach Projektabschluss
Vorträge / Präsentationen	Bekannt- und Weitergabe von Informationen über die Ergebnisse	a) Mitverwendung der Ergebnisse i. R. des 1-Tages-Online-Seminars „Haftung an Polymeroberflächen“ am 08.11.2023 b) 1. Oberflächenforum Mitteldeutschland am 27.09.2023 am FILK
Beratung von Firmen	Maßgeschneiderter Transfer der Forschungsergebnisse in die Praxis	Bilaterale Projekte, technische Beratung
Übernahme der Ergebnisse in die akademische Lehre der Uni	Bekannt- und Weitergabe von Informationen über die Ergebnisse	Lackchemie-Vorlesung

Stuttgart sowie in die berufliche Weiterbildung		Dr. M. Hilt, Teilergebnisse, soweit Lehrinhalt
Wissensvermittlung und Einbeziehung neuester Forschungsergebnisse in die Lehre der TU Bergakademie Freiberg	Bekannt- und Weitergabe von Informationen über die Ergebnisse	Lehrveranstaltung Polymerwerkstoffe (Prof. Schulz)

9.3 Einschätzung zur Realisierbarkeit des vorgeschlagenen und aktualisierten Transferkonzepts

Das vorgeschlagene und aktualisierte Transferkonzept bietet die Aussicht einer vollständigen Realisierbarkeit. Hierzu zählen auch die Abschlusspräsentationen im FILK-Fachbeirat und im FPL-Forschungsbeirat. Über die Gremienarbeit im DFO werden ebenfalls viele KMU erreicht.

9.4 Bisherige Veröffentlichungen

Krug, Annette; Pietschmann Norbert

Primerlose Beschichtung auf PP: Zweischicht-Lackaufbauten auf Polypropylen (PP) erfordern die Anpassung einer Prüfmethode

Besser lackieren: Netzwerk für industrielle Lackiertechnik. 2022, Nr. 17, S. 6

Krug, Annette; Pietschmann Norbert

Primerlose Beschichtungssysteme richtig testen: Neue Prüfmethode-Varianten ermöglichen bessere Differenzierungen der Haftfestigkeit

Besser lackieren: Netzwerk für industrielle Lackiertechnik. 2023, Nr. 17, S. 6

10 Forschungseinrichtungen

Forschungseinrichtung 1: Fraunhofer Institut für Produktionstechnik und Automatisierung IPA
Nobelstraße 12 / Allmandring 37
70569 Stuttgart
Leiter: Prof. Dr. Ing. Thomas Bauernhansl
Projektleiter: Dr. Norbert Pietschmann

Forschungseinrichtung 2: FILK Freiberg Institute gGmbH
Meißner Ring 1-5
09599 Freiberg
Leiter: Prof. Dr. Michael Meyer, Prof. Dr. Haiko Schulz
Projektleiterin: Dr. Frauke Junghans

Forschungseinrichtung 3: Leibniz-Institut für Polymerforschung Dresden e.V.
Hohe Straße 6
01069 Dresden
Leiter: Prof. Dr. Carsten Werner
Projektleiterin: Dr. Astrid Drechsler

11 Danksagung

Das IGF-Vorhaben 21123 BG wurde über die AiF und die Forschungsgesellschaft Pigmente und Lacke e.V. (FPL) im Rahmen des Programms zur Förderung der industriellen Gemeinschaftsforschung und -entwicklung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Der Dank der drei Forschungseinrichtungen IPA, FILK und IPF gilt ferner den Mitgliedern des Projektbegleitenden Ausschusses für ihre Mitarbeit und für die Unterstützung des Projektes in Form der Bereitstellung von Materialien sowie der Durchführung von Vorbehandlungs- (Reinigungs-)Versuchen.